



 $N^{\circ}$  d'ordre : 4039

### Ecole Doctorale Sciences Pour l'Ingénieur ULP – ENSAIS – ENGEES - URS

## Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement de surface

# THESE

présentée et soutenue publiquement le 6 juin 2002

pour obtenir le grade de

#### Docteur de l'Université Louis Pasteur – Strasbourg I Discipline : Sciences Pour l'Ingénieur (Spécialité: Sciences et technologies industrielles)

par

Laurent Dubourg

Ingénieur ENSAIS

#### **Composition du jury**

*Directeur de thèse : Rapporteur interne : Rapporteurs externes :* 

Examinateur : Membres invités : Françoise Hlawka, MdC - ENSAIS Jean Guille, Professeur - IPCMS Friedrich Dausinger, Professeur - IFSW Jacques Foct, Professeur - Université de Lille I Alain Cornet, Professeur - ENSAIS Bernard Criqui, Responsable R&D - Renault

A Maëliss et Stéphanie.

# Remerciements

Les travaux ont été réalisés conjointement au Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces de Strasbourg (LISS) de l'ENSAIS et à l'IREPA Laser à Illkirch, grâce à un financement CIFRE. Je tiens à remercier :

- Madame Françoise Hlawka, Maître de conférence à l'ENSAIS, pour avoir accepté d'être ma directrice de thèse, pour l'intérêt et l'aide apportés à ce projet et pour ses nombreuses relectures critiques de ce mémoire.
- Monsieur Jean-Marc Staerck, Responsable du département traitement thermique à l'IREPA Laser durant ma thèse et actuellement directeur de Techlase, pour m'avoir suivi et considérablement aidé tout au long de cette étude. Sa compétence scientifique et ses précieux conseils ont permis de conduire cette étude avec succès.
- Monsieur Alain Cornet, Professeur des universités et directeur du LISS à l'ENSAIS, pour m'avoir aidé et accueilli dans son laboratoire.
- Monsieur Olivier Freneaux, directeur de l'IREPA Laser, pour m'avoir accueilli dans son centre de transfert technologique et permis d'effectuer cette thèse dans d'excellentes conditions, ainsi que pour son souci du bon déroulement des projets.
- Messieurs les professeurs Jean Guille de l'IPCMS, Friedrich Dausinger de l'IFSW, Jacques Foct de l'Université de Lille I et Bernard Criqui de Renault pour avoir accepté de juger mon travail et pour l'intérêt manifesté lors de cette tâche.
- Monsieur Hervé Pelletier, enseignant chercheur à l'ENSAIS, pour son aide et ses conseils en matière de nanoindentation, ainsi que sa contribution à la correction de ce mémoire.
- Monsieur Dimitri Vaissière, doctorant à l'ENSAIS, pour son aide et ses conseils en matière de microscopie confocale à champ étendu, ainsi que pour les nombreuses discussions fructueuses que nous avons eues.

- M. Norbert Broll et Mme Murielle Bach de la société FORTEX, pour leurs conseils en matière de diffraction de rayons X et la mise à disposition des différents appareils de mesure.
- Mme Karine Metzinger et M. Claude Geist, pour leur support technique au sein du Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces de Strasbourg.
- M. Jean-François Sivignon de la plate-forme productique de l'ENSAIS, pour la préparation des échantillons.
- M. Olivier Maillan, M. Daniel Ursescu, M. Olivier Perier et M. Pierre Guth, élèves ingénieurs à l'ENSAIS pour leur aide durant ce projet.
- L'ensemble du personnel de l'IREPA Laser et de l'ENSAIS qui a contribué directement et indirectement au bon déroulement de ce projet.
- L'ANRT pour le financement CIFRE de cette thèse

Je tiens à citer tout particulièrement ma conjointe, Stéphanie, qui tout au long de mes études d'ingénieur et de doctorat, m'a toujours soutenue et supportée.

# Sommaire

SOMMA	AIRE		7
INTRO	DUCTI	ON	11
CHAPI	FRE I.	TRAITEMENTS DE SURFACE PAR LASER SUR	ALUMINIUM :
NERALITH	ES ET I	ETAT DE L'ART	13
I.1.	Intr	ODUCTION	13
I.2.	Trai	TEMENTS DE SURFACE SOUS FAISCEAU LASER	13
I.2	.1.	Traitements de surface	
<i>I.2</i>	.2.	Les apports du laser	14
<i>I.2</i>	.3.	Familles de traitements laser	
<i>I.2</i>	.4.	Alliation de surface	
<i>I.2</i>	.5.	Rechargement laser	
13	LASE	R FT TRAITEMENTS DE SURFACE SUR ALLIMINIUM	21
13	1	Phénoménologie du procédé laser	21
1.0	L3.1.1.	Interaction laser – matière	21
	I.3.1.2.	Interaction laser/prédépôt	
	I.3.1.3.	Interaction laser/poudre lors du rechargement de surface	
	I.3.1.4.	Mouvements de convection	
	I.3.1.5.	Mécanismes de solidification lors du traitement de surface par laser	
I.3	.2.	Alliation de l'aluminium	
	I.3.2.1.	Influence des éléments d'addition sur les propriétés des alliages d'aluminium	m élaborés de façon
		classique	
	I.3.2.2.	Choix des éléments d'alliage en tenant des contraintes du traitement laser	
	I.3.2.3.	Alliation d'aluminium par laser : revue de la littérature	
<i>I.3</i>	.3.	Formation de composites à matrice métallique (CMM)	
	I.3.3.1.	Renforcement du module d'élasticité	
	I.3.3.2.	Comportement à l'usure	
	I.3.3.3.	Composites à matrice métallique : revue de la littérature	
I.4.	Етат	'S DE L'ART : CONCLUSIONS	51

CHAPIT	RE II. CARACTERISATION DES DEPOTS : INSTRUMENTS ET METH	ODES 53
II.1.	METHODES D'OBSERVATION	53
II.1.	1. Microscopie optique	53
II.1.	2. Microscopie confocale à champ étendu	53
II.1.	3. Microscopie électronique à balayage	55
II.1.	4. Diffractométrie de rayons X (XRD)	55
II.1.	5. Réflectométrie des poudres	58
II.2.	CARACTERISATION MECANIQUE	59
II.2.	1. Mesure de microdureté et macrodureté	59
II.2.	2. Mesure du frottement statique	59
II.2.	3. Nanoindentation	60
II.2.	4. Essais d'usure adhésive	62

#### CHAPITRE III. FORMATION D'ALLIAGES DE SURFACE PAR FUSION DE PREDEPOT 65

III.1.	INTRODUCTION	65
III.2.	PRINCIPE DE LA FORMATION D'ALLIAGES DE SURFACE PAR PREDEPOT	66
III.3.	CONDITIONS EXPERIMENTALES	67
III.3.1.	Substrat	67
<i>III.3.2</i> .	Prédépôt	68
<i>III.3.3</i> .	Paramètres laser	
III.4.	RESULTATS MACROSCOPIQUES	
III.4.1.	Alliages binaires	
<i>III.4.2</i> .	Alliages ternaires	
III.5.	ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE : RESULTATS ET DISCUSSION	
III.5.1.	Alliages aluminium - cuivre	
III.5.2.	Alliages aluminium - cobalt	
<i>III.5.3</i> .	Alliages aluminium - chrome	
<i>III.5.4</i> .	Alliages aluminium - étain	
<i>III.5.5</i> .	Alliages aluminium - fer	
<i>III.5.6</i> .	Alliages aluminium - molybdène	
<i>III.5.7</i> .	Alliages aluminium - nickel	
<i>III.5.8</i> .	Alliages aluminium - silicium	
<i>III.5.9</i> .	Alliages ternaire aluminium – cuivre – fer	
III.5.10	). Alliages ternaire aluminium – cuivre – cobalt	
III.5.1	1. Discussion	
III.6.	CARACTERISATION MECANIQUE	
III.6.1.	Mesures de microdureté	
III.6	.1.1. Alliages binaires	
III.6	.1.2. Alliages ternaires	

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

8

III.6.1.3.	Discussion	113
III.6.2. N	lesures de nanoindentation	120
III.6.2.1.	Caractérisation mécanique de la microstructure	121
III.6.2.2.	Détermination des propriétés macroscopiques	127
III.6.3. E	ssais d'usure adhésive	132
III.6.3.1.	Essais d'usure adhésive à contact fermé : système pion/disque	
III.6.3.2.	Essais d'usure adhésive à contact ouvert : système bille/disque	136
III.6.3.3.	Discussion	144
III.7. All	IAGES DE SURFACE PAR PREDEPOT : SYNTHESES	151

#### 

IV.1.	Inte	ODUCTION	155
IV.2.	CON	DITIONS EXPERIMENTALES	156
IV.2.1.	$\Lambda$	<i>fultiplicité des paramètres</i>	156
IV.2.2.	C	hoix des conditions expérimentales	158
IV.2	2.2.1.	Laser	158
IV.2	2.2.2.	Position des échantillons	159
IV.2	2.2.3.	Injection des poudres	159
IV.2	2.2.4.	Nature des échantillons	160
IV.3.	REC	HARGEMENT SANS RENFORT DE PARTICULES DURES	161
IV.3.1.	P	aramètres opératoires : résultats et discussion	161
IV.3	5.1.1.	Influence de l'irradiance	161
IV.3	.1.2.	Influence de la vitesse d'avance et du débit de poudre	163
IV.3.2.	A	nalyse des déformations du substrat et contraintes résiduelles	168
IV.3	.2.1.	Mesure des contraintes par la méthode de la flèche	170
IV.3	.2.2.	Mesure des contraintes par diffraction de rayons X	172
IV.3	5.2.3.	Discussion	173
IV.3	5.2.4.	Conclusions partielles	175
IV.3.3.	A	nalyse de la microstructure	176
IV.3	.3.1.	Conditions expérimentales	177
IV.3	3.3.2.	Alliages binaires Al-Cu et Al-Si	178
IV.3	.3.3.	Alliages ternaires Al-Cu-Fe	179
IV.3	5.3.4.	Alliages ternaires Al-Si-Ni	180
IV.3	3.3.5.	Alliages ternaires Al-Si-Cu	183
IV.3	.3.6.	Alliages ternaires Al-Si-Mo	185
IV.3	.3.7.	Alliages quaternaires Al-Si-Cu-Ni	188
IV.3	.3.8.	Discussion	190
IV.3.4.	C	'aractérisation mécanique	191
IV.3	.4.1.	Macrodureté	191
IV.3	.4.2.	Comportement à l'usure	196
IV.4.	ELA	BORATION DE COMPOSITES A MATRICE METALLIQUE : RESULTATS ET DISCUSSION	201
IV.4.1.	C	onditions expérimentales	201

IV.4.2.	Analyse de la microstructure	205
IV.4.3.	Mesures de macrodureté	208
IV.4.4.	Essais d'usure adhésive	210
IV.4.4.1	. Influence de la teneur en silicium et de la proportion en TiC sur une matrice Al-Si	210
IV.4.4.2	2. Influence de la nature et de la teneur de différents carbures sur l'usure d'une matrice	Al 12Si
		217
IV.4.4.3	B. Discussion	222
IV.5. RI	EVETEMENT PAR RECHARGEMENT LASER : SYNTHESE	226

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES	229
LISTE DES PUBLICATIONS	233
BIBLIOGRAPHIE	235

# Introduction

Depuis son élaboration industrielle en 1886 grâce aux développements de l'électrolyse, l'aluminium est le métal qui connaît actuellement la plus forte croissance. Matériau multi usage, il est aujourd'hui utilisé dans de nombreux secteurs industriels. Ses alliages offrent de grands avantages en construction mécanique, notamment par leur mise en œuvre facile, leur faible densité, leur résistance à la corrosion et leur bonne conductivité thermique. Néanmoins, en raison de leur faible dureté et rigidité, ils présentent un comportement tribologique médiocre susceptible d'être amélioré par traitement sous faisceau laser.

Ce type de traitement est déjà réalisé de façon classique sur acier par rechargement de stellite ou de composite (Ni-Cr-B-Si + WC) mais il est peu développé sur les métaux non ferreux. Les revêtements les plus étudiés sur aluminium sont actuellement les cupronickels et les alliages d'aluminium hypersilicés, avec des applications potentielles sur les sièges de soupape et les chemises de piston. Les essais répertoriés dans la littérature ont le plus souvent utilisé des lasers  $CO_2$  mais l'utilisation des lasers Nd:YAG ouvre de nouvelles perspectives : d'une part, par la meilleure absorption de leur faisceau par l'aluminium (du simple au double), d'autre part par le transport par fibre optique du faisceau qui rend possible le traitement de formes complexes. Une des originalités de cette thèse réside donc dans la mise en œuvre de ce type de laser pour traiter l'aluminium avec des puissances de 2 et 4 kW.

Notre démarche a été d'utiliser successivement deux traitements de surface laser très voisins : l'alliation et le rechargement. Les deux méthodes consistent à obtenir la fusion superficielle du substrat et à y incorporer des éléments chimiques étrangers, le plus souvent sous forme de poudres distribuées par une buse coaxiale ou latérale sous protection gazeuse. Ces traitements diffèrent par la dilution de l'élément ajouté dans le substrat : presque totale

dans le cas de l'alliation et voisine de 10% pour le rechargement. Cette particularité permet d'accrocher une couche d'un matériau de nature différente à la surface d'une pièce avec une liaison métallurgique parfaite.

L'alliation laser par refusion de prédépôts nous a tout d'abord permis de sélectionner les alliages binaires puis ternaires présentant des propriétés mécaniques élevées, tout en évitant les déformations du substrat et les fissures induites par les contraintes thermiques associées à ce traitement de haute énergie. Nous avons ainsi pu déterminer les éléments d'addition les plus performants et nous avons avancé des hypothèses permettant de l'expliquer. Ces résultats ont été ensuite appliqués au rechargement laser en déposant des revêtements de compositions identiques à celles des alliages précédents les plus performants. L'exploration de la microstructure par microscopie optique, l'identification des phases par diffraction de rayons X, la détermination des contraintes résiduelles par deux techniques différentes (méthode de la flèche et diffraction de rayons X) et des essais tribologiques bille/disque ont été systématiquement appliqués aux cordons obtenus. L'analyse des résultats a permis de déterminer les critères nécessaires à la bonne résistance à l'usure d'un revêtement obtenu par rechargement laser sur aluminium. Cette méthode nous a aussi permis d'intégrer dans le revêtement différents types de carbures qui conduisent à des structures composites (composites à matrice métallique), pour lesquelles nous avons étudié l'influence de la matrice et des renforts, ainsi que le comportement en usure lors d'essais tribologiques.

Après une première partie présentant l'état de l'art et une deuxième résumant nos moyens d'expérimentation relatifs aux traitements de surface laser, le chapitre III exposera les résultats d'alliages de surface par prédépôts. Leur développement et caractérisation serviront à l'application au rechargement laser (chapitre IV). Les discussions en fin de chapitre III et IV mèneront enfin aux conclusions générales exposées en fin de mémoire.

# Chapitre I. Traitements de surface par laser sur aluminium : généralités et état de l'art

## I.1. Introduction

Le but de ce premier chapitre est de rappeler brièvement les différents traitements de surface par laser, puis de présenter une synthèse bibliographique relative aux dernières études sur l'alliation laser et le rechargement laser de surface d'aluminium.

## I.2. Traitements de surface sous faisceau laser

#### I.2.1. Traitements de surface

Un traitement de surface est généralement réalisé dans le but d'améliorer les caractéristiques superficielles d'un matériau (dureté, module d'élasticité, résistance à l'usure ou à l'oxydation, modification de la conductivité thermique ou électrique, aspect visuel), tout en préservant son intégrité dans son volume. Ces traitements peuvent être répartis en 5 catégories :

- Revêtements par voie sèche : dépôt chimique (CVD) ou physique (PVD) en phase vapeur, projection thermique de poudres (flamme), rechargement à l'arc transféré (PTA) ou par laser...
- Revêtements par voie humide : électrolyse, dépôt chimique...
- Traitements de diffusion : diffusion de chrome, aluminium, bore, implantation ionique...
- Traitements par transformation structurale : fusion et trempe superficielle, grenaillage...
- Traitements thermochimiques : cémentation, nitruration, carbonitruration...

#### I.2.2. Les apports du laser

Dans ce domaine, le laser offre un large éventail de traitements que ce soit en phase solide ou liquide, avec ou sans apport de matière. Ses avantages sont les suivants :

- Le traitement est très localisé, garantissant une grande précision des zones modifiées.
- La liaison entre le cordon et le substrat est de type métallurgique, assurant une très bonne cohésion entre le dépôt et le substrat, par opposition à un accrochage mécanique.
- En raison d'une faible pénétration du faisceau dans le matériau, la zone affectée thermiquement est relativement petite comparée à celle obtenue par d'autres procédés. Ce phénomène limite les modifications métallurgiques du substrat, les contraintes résiduelles et les déformations de la pièce.
- La zone d'interaction entre le faisceau laser et le matériau est protégée par un gaz inerte, évitant ainsi l'utilisation d'un vide poussé.
- Grâce à l'automatisation du procédé et l'utilisation d'un bras robot, il est possible de traiter des formes complexes, le faisceau laser étant transporté par fibre optique).
- L'installation est relativement compacte avec l'utilisation d'un laser à diodes ou Nd:YAG.
- L'état de surface, généralement de grande qualité, limite l'usinage après le traitement.

Néanmoins, le traitement de surface par laser présente plusieurs inconvénients :

- L'investissement pour l'achat d'un laser est encore élevé, cependant les prix sont en baisse, principalement avec l'avènement des lasers à diodes.
- La largeur des zones traitées est relativement faible, limitant l'utilisation de ce procédé à de petites surfaces.
- L'utilisation d'un laser présente des risques photoniques (risques optiques pour l'œil et physiques pour la peau), électriques (mise en oeuvre de grandes puissances et de radiofréquences) et chimiques (contamination de l'atmosphère par la vaporisation des différents matériaux).

Les traitements de surface par laser sont divisés en quatre familles selon la modification apportée à la pièce (*Figure I.1*) : le durcissement (*laser hardening*), la refusion (*laser remelting*), la formation d'alliage de surface ou alliation laser (*laser alloying*) et le rechargement ou revêtement laser (*laser cladding*).

- Le durcissement consiste à chauffer localement la surface d'un matériau à l'aide d'un laser jusqu'à la température  $T_a$  permettant l'austénitisation des aciers mais en dessous de la température de fusion  $T_f$  (*Figure I.1.a*) <sup>[TECH1]</sup>. Le refroidissement très rapide de la zone irradiée, provoqué par la conduction thermique dans la masse de la pièce, entraîne la transformation martensitique très fine et de dureté élevée de l'acier (applications : traitement de lames de cutter, gorges de segments, cylindres de moteur).

- Le principe de la refusion consiste également à chauffer localement la pièce mais la température de fusion  $T_f$  du matériau est dépassée <sup>[TECH1]</sup>. Un bain de fusion est alors créé, puis déplacé sur la surface de la pièce par transfert de l'échantillon traité (*Figure I.1.b*). La solidification rapide liée à la conduction thermique du substrat fait apparaître des microstructures très fines, avec des limites de solubilité d'éléments supérieures à celles de l'équilibre thermodynamique. De même, des phases métastables ou amorphes sont dans certains cas formées (applications : traitement d'arbres à cames).

- La formation d'alliages de surface utilise également la refusion superficielle du matériau mais des éléments d'alliage sont intégrés dans le bain de fusion (*Figure I.1.c*)<sup>[TECH1]</sup>. Les courants de convection assurent le mélange et l'homogénéité de l'alliage formé. La surface est alors composée d'un alliage du matériau de base avec les éléments d'apport (applications : réalisation de couches SiO<sub>2</sub> pour l'industrie électronique).

- Le rechargement ou revêtement laser consiste à déposer à la surface d'une pièce une couche d'un matériau de nature différente sans affecter le substrat (*Figure I.1.d*) <sup>[TECH1]</sup>. La solidification rapide entraîne une microstructure très fine du dépôt et une légère dilution du substrat permet une liaison métallurgique parfaite (applications : sièges de soupape, aubes de turbine).



Figure I.1 : Schéma de principaux traitements de surface laser.

Au cours de ce travail, la formation d'alliages de surface par prédépôt et le rechargement avec apport coaxial de poudres ont été particulièrement étudiés. Ces deux techniques utilisent l'apport d'éléments dans le bain de fusion mais elles diffèrent par le taux de dilution. Celui-ci est défini à partir d'une coupe transversale d'un dépôt, comme le rapport de la surface du cordon pénétrant dans la pièce sur la surface totale du cordon vu en coupe (*Figure 1.2*). Le taux de dilution peut également être connu par le rapport des hauteurs (*Equation 1.1*). Il est proche de 100% en alliage de surface et compris entre 3% et 10% en rechargement (*Figure 1.2*).



Figure I.2 : Notion de dilution

$$D = \frac{b}{b+h}$$

Équation I.1 : Calcul du taux de dilution : (b) pénétration du cordon, (h) : hauteur du cordon.

#### I.2.4. Alliation de surface

Ce procédé résulte de la fusion et du mélange des éléments d'apport avec le matériau de base. Ces éléments peuvent être apportés de différentes manières : prédépôt, injection de poudre, fil, baguette ou gaz <sup>[TECH1]</sup>. Dans le cas du prédépôt, ils sont déposés sur la surface selon différentes méthodes : application de pâte, de peinture ou de poudre, dépôt obtenu par électrolyse ou projection à plasma soufflé de poudres métalliques ou d'alliages complexes <sup>[TECH1]</sup>. L'injection de poudre consiste, au moyen d'une buse, à pulvériser le métal sous forme de particules directement dans le bain de fusion. La dernière méthode consiste à ajouter le métal sous forme de fil ou de baguette mais elle nécessite la focalisation du laser sur le fil et entraîne une faible dilution du métal d'apport dans le substrat.



Figure 1.3 : a) Principe de l'alliation de surface par prédépôt, b) buse pour l'alliation de surface d'aluminium

Dans notre étude, nous avons principalement réalisé les alliages de surface par prédépôt. Il s'agit de fondre une couche d'éléments d'alliage avec une énergie suffisante pour également fondre la surface du substrat. Un déplacement de l'échantillon sous le faisceau permet alors de créer un cordon (*Figure 1.3.a*). Les courants de convection, créés par des différences de température et de tension superficielle entre le centre et les bords du bain liquide, assurent le brassage et l'homogénéité de l'alliage formé. Afin de protéger le bain de l'oxydation, une buse munie d'une jupe crée une atmosphère inerte autour de la zone traitée (mélange Ar et He, *Figure 1.3.b*). Le cordon est alors composé d'un alliage résultant de la combinaison du matériau de base (substrat) avec les éléments d'apport (ici sous forme de prédépôt). Son principe peut être schématisé selon la *Figure I.4* <sup>[TECH1]</sup> :

- a. Le prédépôt A et le substrat B sont irradiés par le faisceau laser (Figure I.4.a).
- b. La région exposée au faisceau laser atteint la température de fusion et l'interface liquide/solide se déplace vers l'intérieur (flèches noires, *Figure I.4.b*).
- c. En même temps que la propagation de l'interface liquide/solide, l'interdiffusion (flèches en pointillés) des éléments de A et B s'effectue (*Figure I.4.c*).
- d. Le faisceau laser a quitté la zone traitée, la profondeur maximale de fusion est atteinte (la vitesse de l'interface liquide/solide est nulle) mais l'interdiffusion continue (*Figure I.4.d*).
- e. L'interface liquide/solide remonte rapidement vers la surface en raison du refroidissement rapide de la pièce. L'interdiffusion dans le liquide continue mais le métal se refroidit tellement vite que la diffusion à l'état solide peut être considérée comme nulle (*Figure I.4.e*).
- f. Le métal est complètement solidifié : l'alliage de surface est formé (Figure I.4.f).



Figure I.4 : Formation de l'alliage de surface par prédépôt

Le *Figure I.5* présente une coupe transversale d'un cordon d'alliage réalisé à partir d'un prédépôt de cuivre et d'un substrat d'aluminium. Cet alliage est composé à 40% de cuivre et 60% d'aluminium. Les mouvements de convection ont ici parfaitement mélangé les deux

constituants, la micrographie ne révélant pas de cuivre infondu ou de zones de composition hétérogène.



Figure I.5 : Alliage de surface Al 40% Cu

#### I.2.5. Rechargement laser

Le procédé de rechargement laser consiste à déposer sur la surface d'une pièce un matériau qui après fusion est lié au substrat. La dilution entre ce dépôt et le substrat doit être la plus faible possible afin de préserver les caractéristiques du revêtement obtenu. De même que pour les alliages de surface, le matériau d'apport peut être acheminé sous forme de prédépôt, de fil ou par injection de poudre. Concernant la méthode de rechargement par prédépôt, l'énergie nécessaire est plus faible, comparativement à la formation d'alliages de surface, le principe étant de fondre uniquement les éléments contenus dans le prédépôt avec une légère dilution du substrat.

L'injection de poudre consiste à pulvériser directement les particules métalliques dans le faisceau laser (*Figure I.6.a*). A la sortie du distributeur de poudre, les particules métalliques sont acheminées dans une buse par un gaz porteur. Il existe actuellement deux technologies de buse : latérale et coaxiale par rapport au faisceau laser, la deuxième technique offrant plusieurs avantages :

 Le jet de poudre coaxial au faisceau réduit la tendance des particules à s'éloigner de la zone de traitement. Le rendement en poudre en est augmenté et peut ainsi dépasser 90% (60% avec une injection latérale). La symétrie de cette buse permet également un revêtement multidirectionnel facilitant le traitement de pièces de formes complexes.  La poudre est préalablement chauffée par le faisceau laser, son irradiation est alors plus longue et régulière, améliorant l'homogénéité du dépôt et augmentant le rendement énergétique du procédé.



Figure I.6 : a) Principe de la buse coaxiale, b) détail de l'opération de rechargement laser.

Les essais ont été réalisés à l'aide d'une buse coaxiale [FRE95] développée par l'IREPA Laser (*Figure 1.6.a*). Les particules, transportées par un gaz d'argon, sont injectées coaxialement au faisceau laser. L'énergie délivrée par le laser se répartit alors entre le jet de poudre et le substrat, permettant de fondre superficiellement les particules en vol et la surface du matériau. En arrivant sur la pièce, ces poudres fondent sous l'irradiance du faisceau et créent un bain liquide. Les mouvements de convection résultant de l'action de la gravité, de la viscosité et de la tension superficielle mélangent le bain et assurent l'homogénéité du dépôt. Une légère dilution garantit une cohésion parfaite entre le revêtement et le substrat. Un déplacement de la pièce par rapport au laser génère un cordon (*Figure 1.6.b*) et la juxtaposition de plusieurs cordons permet de recouvrir une surface (*Figure 1.7*).



Figure 1.7 : Surface rechargée par laser (dépôt AS12, substrat AS7)

# I.3. Laser et traitements de surface sur aluminium

Les alliages d'aluminium offrent de nombreux avantages pour la construction mécanique, cependant ils présentent des caractéristiques tribologiques médiocres et sont souvent remplacés par des matériaux plus résistants. Cette faiblesse peut être atténuée par traitement de surface sous faisceau laser qui n'affectera pas les propriétés globales de l'aluminium. Cette amélioration sera utile dans des zones fortement sollicitées mécaniquement, tribologiquement ou thermiquement, telles qu'un siège de soupape ou une chemise de piston et peut aussi éviter l'emploi d'un alliage complexe et cher pour toute la pièce.

Dans cette partie, nous présenterons les principales connaissances sur le traitement de surface de l'aluminium par faisceau laser, notamment les mécanismes de formation d'un cordon et ses aspects métallurgiques. Une synthèse bibliographique résumera les études réalisées sur l'alliage et le rechargement laser de l'aluminium et également la formation de matériaux composites à matrice métallique.

#### I.3.1. Phénoménologie du procédé laser

Les principaux modèles et mécanismes à l'origine de la formation d'un cordon sont : interaction laser/matière, interaction laser/prédépôt (quand les éléments d'addition sont déposés sur le substrat), interaction laser/poudre (lors de l'injection de particules), les mouvements de convection et la solidification. La connaissance et la compréhension de ces phénomènes sont importantes afin de prévoir et d'expliquer les différents résultats obtenus par ce procédé.

#### I.3.1.1. Interaction laser – matière

Lors d'un traitement de surface laser, l'interaction entre le faisceau et la matière fait intervenir deux effets physiques : l'énergie du faisceau est en partie absorbée par le matériau, puis diffusée dans la pièce.

#### a) Absorption

Pour les traitements de surface, la gamme de densité de puissance est modérée ( $\approx 100 \text{ W.mm}^{-2}$ ), aussi les effets induits sont essentiellement thermiques. Cette absorption est fonction à la fois de la longueur d'onde, de la polarisation et de l'angle d'incidence du faisceau, ainsi que de la température et de l'état de surface du matériau <sup>[TECH1, STE98]</sup>.

La *Figure I.8* montre l'évolution de la réflectivité de plusieurs métaux à température ambiante en fonction de la longueur d'onde incidente. La réflexion correspond dans notre cas à l'inverse de l'absorption car, en raison de la nature et de l'épaisseur importante du substrat, la transmission est considérée comme nulle. Sur une surface d'aluminium, le faisceau Nd:YAG de longueur d'onde 1,064  $\mu$ m est deux fois moins réfléchi (coefficient d'absorption de 25%) qu'un laser CO<sub>2</sub> de longueur d'onde 10,6  $\mu$ m (coefficient d'absorption de 10%). Les lasers à diodes émettent un faisceau à deux longueurs d'onde (808 et 940 nm) dont l'absorption est comparable au laser Nd:YAG (*Figure I.8*). Il est donc préférable d'utiliser ces types de laser pour le traitement de l'aluminium <sup>[JUL91]</sup>.



**Figure I.8 :** Evolution de la réflectivité de quelques métaux en fonction de la longueur d'onde (1 : argent, 2 : cuivre, 3 : tantale, 4 : aluminium, 5 : nickel, 6 : acier)

Dans le cas d'un faisceau polarisé et pour un certain angle d'incidence (angle de Brewster), l'absorption du rayonnement dans la direction parallèle au plan d'incidence  $\beta_{ll}$  est

maximale et celle dans la direction perpendiculaire au plan d'incidence  $\beta_{\perp}$  est nulle <sup>[LIE96]</sup>. En revanche, pour un laser Nd:YAG, le faisceau laser est acheminé par une fibre optique qui le dépolarise, limitant l'influence de ce phénomène. L'absorption est aussi maximale pour un angle d'incidence normale à la surface et décroît rapidement lorsque le faisceau est incliné par rapport à la surface du matériau.

L'absorption dépend également de l'état de surface du matériau, en particulier de la rugosité et de la présence d'impuretés, d'oxydation ou de couches absorbantes (peinture noire, poudres métalliques). Ott *et al.* <sup>[OTT00]</sup> ont par exemple montré que l'absorption d'un laser Nd:YAG par un alliage d'aluminium Al-Si-Mg passe de 17% pour une surface usinée à 25% pour une surface sablée.

De même, le coefficient d'absorption varie énormément avec la température de la surface ; il peut évoluer d'un facteur 1 à 3 dans l'intervalle de température usuel d'un traitement de surface par laser, surtout au cours du passage à l'état liquide. Dans le cas d'un alliage aluminium magnésium et d'un laser CO<sub>2</sub>, Dausinger <sup>[DAU95]</sup> a observé des coefficients d'absorption de 6, 8 et 13 % pour des températures correspondantes respectivement à l'ambiante, avant et après le point de fusion (*Figure 1.9*). Lors du traitement, l'environnement (vide, gaz protecteur, métal fondu, dépôt de protection...) peut également agir par sa pression, sa température, son activité chimique ou sa nature optique et modifier l'interaction et l'absorption laser/matière.



Figure 1.9 : Absorption d'alliages d'aluminium par un faisceau laser CO<sub>2</sub> en fonction de la température [DAU95].

#### b) Diffusion

Une fois que l'énergie du laser est absorbée par la pièce, la surface du matériau est traversée par le flux de chaleur. Les paramètres principaux sont la puissance (P), le diamètre du faisceau sur le substrat (d) et la vitesse de balayage (V). L'irradiance (I) (ou densité de puissance) et le temps d'interaction ( $\tau$ ) sont alors définis par l'Équation I.2.a et l'Équation I.2.b.

a) 
$$\tau = \frac{d}{V}$$
 b)  $I = \frac{4P}{\pi d^2}$ 

Équation I.2 : a) calcul du temps d'interaction, b) calcul de l'irradiance [TECH1].

Lors de l'irradiation directe d'un matériau par faisceau laser, les températures obtenues dépendent ainsi de l'irradiance, du temps d'interaction et de la profondeur à la surface du matériau. Afin de connaître ces différentes températures, l'équation de la chaleur doit être résolue sous sa forme générale (Équation I.3).

$$\Delta T + \frac{q}{K} = \frac{1}{\alpha} \cdot \frac{\partial T}{\partial t}$$

**Équation I.3**: (K) conductivité thermique, ( $\alpha$ ) diffusivité thermique, (q) densité de puissance absorbée (irradiance (I) multipliée par le coefficient d'absorption de la surface).

La résolution analytique de ce modèle en une dimension spatiale (z) et de temps (t) conduit aux équations suivantes <sup>[WIL86]</sup>.

Équation I.4 : Phase de chauffage

$$T(z,t) = \frac{2q}{K} \left[ \sqrt{Kt} .ierfc\left(\frac{z}{2\sqrt{\alpha t}}\right) - \sqrt{K(t-\tau)} .ierfc\left(\frac{z}{2\sqrt{K(t-\tau)}}\right) \right]$$

Équation I.5 : Phase de refroidissement

$$T(0,t) = \frac{q}{K} \sqrt{\frac{4\alpha\tau}{\pi}}$$

 $T(z,t) = \frac{2q}{K} \sqrt{Kt}.ierfc\left(\frac{z}{2\sqrt{\alpha t}}\right)$ 

Équation I.6 : Température de surface

Pour deux ou trois dimensions spatiales, l'approche numérique est nécessaire. Plusieurs auteurs ont ainsi réalisé des simulations afin de déterminer la taille et la forme du bain liquide. L'approche la plus complète a été effectuée par Picasso <sup>[PIC92]</sup> dans les cas de refusion de surface et de rechargement laser. Son modèle prend en compte le transfert de chaleur en deux dimensions dans le sens longitudinal, la chaleur latente, la distribution gaussienne du faisceau, la forme du bain liquide et les courants de convection. Pour le rechargement, Picasso tient en plus compte du débit de poudre et de la forme du jet de poudre. Les résultats suivants exposent son étude sans la prise en compte des courants de convection (*Figure I.10* et *Figure I.11*), ce point sera repris dans le chapitre *Mouvements de convection* (p 30).



**Figure I.10**: Comparaison des isothermes dans toute la pièce et dans le bain liquide lors d'une refusion. Les courants de convection sont négligés [PIC92].

Cette simulation donne accès à des phénomènes impossibles à observer sans l'outil numérique : pénétration du flux de chaleur, rapidité du refroidissement (environ  $10^5$  K.s<sup>-1</sup> selon la vitesse d'avance) et dimensions du bain liquide. Dans son étude, le substrat est un acier bas carbone et la poudre déposée est de la Stellite grade 6. Trois différentes vitesses de traitement (*V*) sont utilisées : lente (60 mm.min<sup>-1</sup>), normale (600 mm.min<sup>-1</sup>) et élevée (6000 mm.min<sup>-1</sup>). La *Figure I.10* représente les isothermes pour un traitement de refusion dans tout

le domaine de calcul (*figures de gauche*) et dans le bain liquide (*figures de droite*). Plus (V) est grande, plus l'effet de couche limite thermique est important : la chaleur n'a pas le temps de diffuser dans la pièce, limitant la profondeur de traitement. Pour cette même raison, le bain liquide a tendance à s'allonger quand la vitesse d'avance augmente (*Figure I.10*).

Pour le rechargement laser avec injection latérale, la distribution de densité des poudres est supposée gaussienne. La représentation des isothermes (*Figure I.11*) dans tout le domaine de calcul (*figures de gauche*) et dans le bain liquide (*figures de droite*) montre des résultats similaires à la refusion. Le bain liquide a effectivement tendance à s'allonger et le flux de chaleur pénètre moins profondément dans le substrat avec l'augmentation de la vitesse de déplacement. De même, la zone liquide est présente bien après le passage du laser (sur une longueur de l'ordre du diamètre du faisceau pour une vitesse de traitement courante, *Figure I.11*). Cette observation met en valeur l'importance d'une bonne protection gazeuse afin d'éviter l'oxydation du cordon après le passage du faisceau laser.



**Figure I.11 :** Comparaison des isothermes dans toute la pièce et dans le bain liquide lors d'un rechargement. Les courants de convection sont négligés [PIC92].

#### I.3.1.2. Interaction laser/prédépôt

Lors de l'interaction faisceau/prédépôt, deux températures doivent être prises en compte : la température de fusion du substrat  $T_{fs}$  et du prédépôt  $T_{fp}$  <sup>[PEL91]</sup>. Deux possibilités se présentent alors :

- $T_{fs} > T_{fp}$ : le prédépôt fond en premier sous l'irradiance du faisceau.
- $T_{fs} < T_{fp}$ : le substrat commence à fondre avant le prédépôt.

Dans notre étude, l'aluminium a une température de fusion plus basse que les différentes poudres utilisées (fer, cuivre, cobalt...).

Matsuyama et Shibata [MAT94] ont développé un modèle numérique de cet alliage (T<sub>fs</sub> < T<sub>fp</sub>) par prédépôt qui a été validé par l'expérience. L'aluminium du substrat commence à fondre à l'interface entre le prédépôt et le matériau de base. L'énergie nécessaire est véhiculée par conduction à travers le prédépôt solide. L'alliage commence par la diffusion des éléments du prédépôt en contact avec l'aluminium liquide, vers le bain de fusion. Ensuite, les courants de convection créés par le gradient de température assurent l'homogénéité de l'alliage. Ainsi, avec une grande puissance de faisceau laser ou une fine épaisseur de prédépôt, il est possible de former un bain liquide et le faire progresser le long de la surface. Ce modèle prend en compte la densité et la capacité calorifique de chaque métal en fonction de la température ; il utilise aussi la conduction thermique, le coefficient de transfert thermique prédépôt/substrat et la chaleur latente de chaque métal. Cependant, cette simulation ne prend pas en compte l'énergie dissipée par convection et radiation. Les auteurs observent ainsi l'évolution de la pénétration en fonction des paramètres laser et de la nature des matériaux. Cette étude a été réalisée sur alliages d'aluminium 1050 avec des prédépôts de silicium, fer, cuivre et nickel. Les résultats sont très différents selon la nature de la poudre utilisée : le fer et silicium conduisent aux meilleurs résultats.

#### I.3.1.3. Interaction laser/poudre lors du rechargement de surface

L'énergie incidente est partagée entre les particules de poudre en vol et la surface du substrat. Afin de réaliser un cordon correct, deux conditions doivent être respectées <sup>[PAV95]</sup> :

• L'énergie fournie à une particule doit être suffisante pour fondre sa surface et assurer son accrochage au moment de l'impact sur le substrat. En effet, en phase

solide, les grains peuvent rebondir hors de la zone d'interaction et inversement, une irradiation trop forte conduit à une vaporisation ou à une ionisation du milieu.

 La fusion du substrat est assurée par l'énergie transmise à travers le jet de poudre. La liaison métallurgique entre le cordon et le substrat est conditionnée par la dilution. Si l'énergie n'est pas suffisante, la liaison est partielle ou inexistante et si l'irradiance est trop forte, la dilution devient importante engendrant une baisse des caractéristiques mécaniques du dépôt.

L'interaction laser/poudre est un phénomène complexe qui prend en compte les effets photoniques et thermiques du faisceau sur les poudres mais aussi l'influence mécanique du gaz porteur. Plusieurs auteurs utilisent la théorie du couplage énergétique afin de déterminer les performances du procédé de rechargement laser <sup>[OTT00, PAV95]</sup>. Ce couplage est défini par le rapport de l'énergie absorbée par le matériau traité sur l'énergie incidente. La technique couramment utilisée pour connaître l'influence des paramètres sur ce couplage est le bilan calorifique. L'énergie absorbée est calculée à partir de l'élévation de température de la pièce et l'énergie incidente correspond au produit de la puissance laser par la durée de traitement (*Équation I.7*).

$$\eta_{A} = \frac{\acute{e}nergie\ absorb\acute{e}e}{\acute{e}nergie\ incidente} = \frac{\sum_{i}^{n} (M_{i}.c_{pi})\Delta T}{P.\Delta t}$$

**Équation I.7**: Calcul du couplage,  $M_i$ : masse des différentes pièces,  $C_p$ : capacité calorifique des différentes pièces,  $\Delta T$ : différence entre la température maximale atteinte par la pièce et la température ambiante, P : Puissance incidente,  $\Delta t$ : durée du traitement [OTT00].

Ott *et al.* <sup>[OTT00]</sup> ont ainsi montré que le laser Nd:YAG était sur aluminium deux fois plus performant que le laser CO<sub>2</sub> en raison du comportement de ce métal à la longueur d'onde du laser (*Tableau I.1*). Ce ratio est maintenu avec l'augmentation du débit de poudre jusqu'à 8 g.min<sup>-1</sup>, limite de l'expérimentation. D'autre part, pour une poudre déterminée, le couplage énergétique d'une buse à injection coaxiale est d'un tiers supérieur à celui d'une technologie latérale (*Tableau I.1*). Ce résultat s'explique par la géométrie de la buse qui expose plus longtemps les poudres au faisceau laser. De plus, le rendement de poudre (rapport de la masse déposée sur celle injectée) est de l'ordre de 90 % avec une injection coaxiale contre 60 % en latérale. La quantité de poudre chauffée, puis perdue est donc limitée.

Ott *et al.* <sup>[OTT00]</sup> ont également étudié l'influence des paramètres opératoires sur le couplage énergétique : débit de poudre, puissance laser, diamètre du faisceau sur la pièce et débit du gaz de transport. Cette approche exhaustive permet l'optimisation du procédé en appréciant l'influence de chaque paramètre :

- L'augmentation du couplage avec l'élévation du débit de poudre (*Tableau I.1*) est expliquée par l'augmentation de l'absorption du faisceau par les particules par rapport à la surface du substrat, le faisceau laser subissant une réflexion multiple sur les poudres [OTT00].
- Inversement, une puissance laser élevée entraîne une fusion plus rapide des particules, limitant ce phénomène de multi - réflexion. Le couplage énergétique diminue alors d'un facteur 0,6 entre une puissance 1500 W et 4000 W (*Tableau I.1*).
- En utilisant un plus grand diamètre de faisceau sur le substrat, le jet de poudre est mieux enveloppé. Davantage de particules participent alors au procédé et le couplage énergétique passe de 18 % pour un diamètre de 1 mm à 27 % pour un diamètre de 5 mm (*Tableau I.1*).
- Le gaz de transport intervient en contrôlant le temps de vol des particules dans le faisceau : en augmentant son débit, la durée de chauffage des poudres est diminuée et la tendance des particules à sortir du faisceau est accentuée. Par ailleurs, une mauvaise protection gazeuse à cause d'un faible débit (argon dans cette étude) entraîne également l'oxydation du bain de fusion et des poudres d'aluminium. Or la formation de l'alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est exothermique, engendrant une élévation de température de l'échantillon et une amélioration artificielle du couplage énergétique. En raison de ces deux phénomènes, le couplage énergétique est détérioré par l'augmentation du débit de gaz de transport ; il diminue linéairement de 35 % sans gaz de transport à 20 % pour un débit de 1000 l.h<sup>-1</sup> (*Tableau I.1*). Cependant, un certain niveau (environ 600 l.h<sup>-1</sup>) doit être maintenu afin d'assurer une pulvérisation constante des poudres.

**Tableau I.1**: Performance des paramètres opératoires sur le couplage énergétique (substrat AS10Mg, poudre AS30, gaz argon) [OTT00].

	Couplage é	Débit de poudre	
Type de laser	$CO_2 \rightarrow 15 \%$	Nd:YAG $\rightarrow 25\%$	4 g.min <sup>-1</sup>
Technologie de buse	Latérale $\rightarrow 30 \%$	Coaxiale $\rightarrow$ 42 %	8 g.min <sup>-1</sup>
Débit de poudre	$0 \text{ g.min}^{-1} \rightarrow 20 \%$	$10 \text{ g.min}^{-1} \rightarrow 32 \%$	-
Puissance laser	$1500 \text{ W} \rightarrow 37 \%$	$4000 \text{ W} \rightarrow 25 \%$	6 g.min <sup>-1</sup>
Diamètre faisceau	$1 \text{ mm} \rightarrow 18 \%$	$5 \text{mm} \rightarrow 27 \%$	$4 \text{ g.min}^{-1}$
Débit gaz transport	$0 \text{ l.h}^{-1} \rightarrow 35 \%$	$1000 \text{ l.h}^{-1} \rightarrow 20 \%$	$4 \text{ g.min}^{-1}$

29

#### I.3.1.4. Mouvements de convection

Les mouvements de convection ont une grande importance dans les traitements de surface par laser. Ils permettent d'homogénéiser les cordons en mélangeant les différents constituants, de dégazer le bain liquide et ainsi d'éviter les porosités. Ces mouvements modifient aussi le transfert de chaleur dans le matériau. Dans le bain de fusion, des différences de température et de concentration existent entre la zone axiale et la périphérie. A cause de ces gradients, les forces dues à la tension superficielle et la gravité créent des mouvements de convection dans le bain. En général, les liquides métalliques ont une tension superficielle à coefficient de température négatif  $(d\gamma/dT < 0)$ . Dans ce cas (*Figure I.12.a*), les forces de tension superficielle tirent le liquide situé au centre vers le bord du cordon. Les forces de gravité ramènent celui-ci vers le centre par le fond du bain. Le liquide remonte ensuite à la surface par le centre. L'action de la pression de la vapeur située au-dessus du cordon incurve légèrement la surface du bain liquide. Ces mouvements de matière sont contrecarrés par la viscosité (Figure I.12.a). Les calculs montrent que la vitesse des courants est égale ou deux fois supérieure à la vitesse de balayage [GAL85]. Joud a prouvé que l'alliage formé par des corps purs ayant chacun des coefficients thermiques négatifs pouvait avoir un coefficient thermique qui soit au contraire positif dans tout un domaine de concentration (alliage Ag – Pb) <sup>[GAL85]</sup>. Dans ce cas, les forces de tension superficielles ramènent le liquide vers le centre par les couches profondes (Figure I.12.b). Cependant, le mécanisme de la Figure I.12.a est le plus probable.



Figure I.12 : Directions des mouvements de convection selon le sens des forces de tension superficielle.

Galerie <sup>[GAL87]</sup> a défini un paramètre *(S)* caractérisant l'efficacité de brassage du bain ; *(S)* doit être supérieur à 10 000 pour réaliser un alliage homogène (Équation I.8). L'expression de *(S)* montre qu'une conductivité thermique et une viscosité élevées diminuent le brassage. De même, l'augmentation des paramètres laser *(q)* et *(t)* fait croître *(S)*.

$$S = \frac{\frac{d\gamma}{dt}.q.\tau}{\mu_d.K}$$

**Équation I.8**: Indice de brassage S :  $d\gamma/dT$  : dérivée de la tension superficielle par rapport à la température, q : énergie absorbée,  $\tau$  : temps d'interaction laser – matériau, K : conductivité thermique du matériau,  $\mu_d$  : viscosité dynamique du bain fondu

Picasso <sup>[PIC92]</sup> a fait intervenir les mouvements de convection dans sa simulation numérique présentée dans le chapitre *Interaction laser/matière* (p 26). Les nouveaux paramètres sont la tension superficielle ( $\gamma$ ), caractérisant l'interface bain liquide/atmosphère et sa dérivée par rapport à la température ( $d\gamma/dT$ ), pondérant l'importance des forces thermocapillaires qui sont le moteur de la convection dans le bain liquide. Les forces thermocapillaires agissent du point le plus chaud vers le point le plus froid (c'est-à-dire du centre du bain vers les bords). Les rouleaux formés tournent alors en sens inverse. Ce champ de vitesse uniformise la température et modifie considérablement la forme du bain. La *Figure I.13* représente les isothermes et les lignes de champ de vitesse pour une tension superficielle à coefficient de température négatif (schémas de gauche) et positif (schémas de droite).



Lignes de champ de vitesse

**Figure I.13 :** Isothermes et lignes de champ de vitesse lors d'une refusion pour V = 600 mm.min<sup>-1</sup>,  $d\gamma / dT = -3.10^{-4} \text{ N/m}^{\circ}\text{C}$  (à gauche) et  $d\gamma / dT = 3.10^{-4} \text{ N/m}^{\circ}\text{C}$  (à droite) [PIC92].

Le fait d'utiliser un coefficient  $(d\gamma/dT)$  positif inverse la direction des rouleaux et augmente la profondeur du bain liquide. La *Figure I.14* expose le rôle de la vitesse de déplacement sur la géométrie de la zone traitée pour une vitesse de traitement lente (V = 60 mm.min<sup>-1</sup>) et élevée (V = 6000 mm.min<sup>-1</sup>). En comparant ces résultats à ceux exposés précédemment, Picasso conclut que le fait d'introduire l'effet de convection dans le modèle allonge considérablement la forme du bain tout en diminuant sa profondeur <sup>[PIC92]</sup>, ce phénomène est minimisé quand la vitesse de traitement augmente. Lors d'une simulation numérique, la prise en compte des mouvements de convection est cependant nécessaire à la détermination précise du champ de température.



**Figure I.14 :** Isothermes et lignes de champ de vitesse lors d'une refusion pour V = 60 mm.min<sup>-1</sup>, V = 6000 mm.min<sup>-1</sup> et  $\gamma$  = 1 N/m, d $\gamma$  /dT = -3.10<sup>-4</sup> N/m°C [PIC92].

Pour les rechargements à vitesse faible et élevée (schémas de gauche et de droite), la *Figure I.15* illustre les isothermes et les lignes de champ de vitesse. A vitesse faible (V = 60 mm.min<sup>-1</sup>), la formation de deux vortex est observée à la surface du bain liquide. Comme lors de la refusion, l'augmentation de la vitesse limite les effets de la convection.

Ces résultats numériques ne peuvent malheureusement pas être directement comparés avec les résultats expérimentaux, et ceci pour plusieurs raisons <sup>[PIC92]</sup> :

- Les traitements sont généralement effectués sur des pièces de faibles dimensions qui se réchauffent lors de la déposition. L'hypothèse stationnaire utilisée dans le modèle de Picasso n'est donc pas vérifiée.
- Le modèle est en 2 dimensions et les conditions aux limites réelles sont inconnues.
- Les valeurs de certains coefficients physiques sont peu connues (ex : tension superficielle). Les dépôts sont aussi constitués de plusieurs éléments avec des

propriétés physiques différentes, la modélisation devient très difficile.

 Les phénomènes de réflexion et d'absorption sont négligés dans ce modèle, bien qu'ils soient importants en pratique.

La modélisation numérique est cependant incontournable pour comprendre la physique des phénomènes existant dans le bain liquide et pondérer leur importance : champ de vitesse, rôle de la convection, gradient thermique, vitesse de solidification, forme du bain liquide...



**Figure I.15 :** Isothermes et lignes de champ de vitesse lors d'une rechargement pour V = 60 min.min<sup>-1</sup>, V = 6000 mm.min<sup>-1</sup> et  $\gamma = 1$  N/m,  $d\gamma/dT = -3.10^{-4}$  N/m°C, injection latérale des poudres [PIC92].

# I.3.1.5. Mécanismes de solidification lors du traitement de surface par laser

Indépendamment de la nature des éléments entrant dans sa composition, la solidification d'un alliage est fonction de trois paramètres <sup>[TECH1]</sup> :

- Le gradient de température G = dT / dx à l'interface liquide / solide.
- la vitesse de solidification Vs = dx / dt (x déplacement du front de solidification)
- la vitesse de refroidissement Vr = dT / dt

La relation entre ces trois paramètres est Vr = Vs.G. Selon leurs valeurs, différentes microstructures sont formées lors de la solidification. La première est une microstructure dendritique ou cellulaire composée de monocristaux plus ou moins ramifiés dont les branches se développent selon les directions cristallographiques simples. La seconde est une microstructure eutectique avec la création de deux ou plusieurs phases. Leur forme est soit fibreuse, soit lamellaire. La vitesse de refroidissement (*Vr*) joue un rôle important sur la finesse de l'alliage (*Figure I.16*). En revanche, le type de microstructure est régi par le rapport du gradient de température (*G*) sur la vitesse de solidification (*Vs*) (avec ou sans ségrégation des éléments extérieurs et des impuretés). Lorsque (*Vs*) est trop grande, apparaît un domaine de stabilité (*Figure I.16*) pour lequel la diffusion des différents éléments dans le bain fondu n'a pas lieu.



Figure 1.16 : Evolution de la microstructure avec le gradient de température et la vitesse de solidification [TECH1].

Durant le traitement de surface par laser, (G) et (Vs) sont tels que les morphologies observées sont principalement dendritiques. Cependant, une transition colonnaire/équiaxe peut être distinguée. Gaumann *et al.* <sup>[GAU99]</sup> proposent un modèle analytique simplifié qui expose l'influence des paramètres de solidification sur cette transition. Selon ce modèle, la microstructure est équiaxe lorsque le gradient de température est inférieur à une valeur donnée par l'Équation I.9.

$$G < a \cdot N_0^{1/3} \cdot \Delta T d \cdot (1 - \frac{\Delta T n^3}{\Delta T d^3})$$

**Équation I.9**:  $N_0$  nombres de sites de nucléation,  $\Delta Td$  surfusion de la pointe de la dendrite,  $\Delta Tn$  surfusion de germination, a constante du système, avec  $\Delta Td = \Delta Tc + \Delta Tr + \Delta Tk$ , où ( $\Delta Tk$ ) et ( $\Delta Tc$ ) sont fonction de (Vs) et ( $C_0$ ) (composition initiale de l'alliage) et ( $\Delta Tc$ ) est constant.

Les paramètres  $(N_0)$ ,  $(\Delta Tn)$ ,  $(C_0)$  et (Vs) contrôlent la transition colonnaire/équiaxe (*Figure 1.17*). La morphologie dendritique colonnaire est favorisée lorsque la vitesse de solidification (Vs), le nombre de sites de nucléation  $(N_0)$  ou la concentration en soluté de l'alliage  $(C_0)$  sont faibles ou lorsque le gradient thermique (G) ou la surfusion de germination  $(\Delta Tn)$  sont importants. Inversement, la morphologie équiaxe est observée à vitesse élevée, lorsque le gradient thermique ou la surfusion de germination est faible, ou quand la concentration en soluté de l'alliage ou le nombre de sites de nucléation est important. Un tel phénomène est souvent observé lors de refusion, de formation d'alliage ou de rechargement laser.



Figure 1.17 : Schéma décrivant l'influence des paramètres de solidification sur la transition colonnaire/équiaxe [GAU99].

La *Figure I.18* met en valeur le rôle de ces paramètres sur l'affinement de la microstructure dendritique lors de la refusion d'un alliage Al-Si (Al 13% Si, *Figure I.18.a*). Il est possible de distinguer trois zones ayant des microstructures différentes :

- une interface proche du substrat avec une microstructure colonnaire assez grossière (*Figure I.18.b*)
- une zone près de la surface ayant une microstructure très fine et une croissance équiaxe des dendrites (*Figure I.18.d*)
- une zone intermédiaire possédant une microstructure dendritique colonnaire allongée dans le sens de la solidification (*Figure I.18.c*).

L'évolution de la microstructure est due à la variation de la vitesse de solidification (Vs) et du gradient thermique (G) pendant le refroidissement. Cette vitesse est nulle à l'interface cordon/substrat et augmente vers une valeur maximale à la fin du refroidissement, c'est-à-dire à la surface du cordon. Par opposition, le gradient thermique est élevé près de l'interface et relativement faible vers le sommet.



Figure 1.18 : Evolution de la microstructure lors de la refusion d'un alliage aluminium - silicium (AS13) [DUB99].

#### I.3.2. Alliation de l'aluminium

Après un bref rappel sur les alliages d'aluminium couramment utilisés et obtenus par coulée et sur leurs propriétés, nous proposerons une liste d'éléments susceptibles d'être utilisés lors du traitement de surface par laser. Une revue de la littérature est ensuite réalisée afin d'exposer les travaux antécédents et leurs principaux résultats.

Avertissement : dans cette étude, le symbole % désignera automatiquement un pourcentage massique. La notation at.% se rapportera à un pourcentage atomique et vol.% à un pourcentage volumique.

# I.3.2.1. Influence des éléments d'addition sur les propriétés des alliages d'aluminium élaborés de façon classique

Le *Tableau I.2* énumère les effets des éléments d'addition sur les caractéristiques de l'alliage d'aluminium élaborés de façon classique <sup>[ALT76, ALU]</sup>. Les propriétés de ces alliages
diffèrent bien entendu suivant la nature des éléments. Par exemple, un apport de silicium améliore la fluidité de l'alliage mais diminue l'usinabilité et ne modifie guère les caractéristiques mécaniques. Cependant, des ajouts précis d'éléments suivis d'un traitement thermique approprié peuvent également augmenter ces caractéristiques (l'ajout de cuivre ou magnésium suivi d'une trempe et d'un vieillissement forme des composés durs).

Eléments	Concentration	Propriétés
d'addition	(% en masse)	
Bi	0,1	Augmentation de l'usinabilité
В		Formation de borures (sites de nucléation)
Cd	0,1	Augmentation de l'usinabilité
Cr		Augmentation de la résistance à la corrosion
		Augmentation de la sensibilité à la trempe
Cu	0,04 - 0,1	Augmentation de la résistance et de la dureté
		Diminution de la résistance à la corrosion
		Diminution de la coulabilité
		Diminution de la résistance à la rupture à chaud
Fe		Augmentation de la résistance à la rupture à chaud
		Diminution de la ductilité (formation de Al <sub>3</sub> Fe)
Н	0,3 cc/100g	Diminution des caractéristiques mécaniques
	_	Apparition de porosités
Pb	0,1	Augmentation de l'usinabilité
Mg	0,7	Augmentation de la résistance et de la dureté employé avec
		l'élément Si (formation de Mg <sub>2</sub> Si)
	0,04 - 0,1	Augmentation de la résistance à la corrosion
		Augmentation de la ductilité
Mn	0,5	Augmentation de la précision de moulage
Ni		Avec le cuivre, augmentation des propriétés à haute température
		Diminution du coefficient de dilatation
Sb	< 0,05	Affinage de la microstructure des eutectiques aluminium - silicium
Si	0 - 0,25	Augmentation des caractéristiques de moulage (fluidité, résistance
		à la fissuration à chaud)
		Diminution de la densité et du coefficient de dilatation
		Diminution de l'usinabilité
Sn	0 - 0,25	Augmentation des caractéristiques antifriction
Ti		Affinage des microstructures en ajout avec le bore

Tableau I.2 : Effets des éléments d'addition sur l'aluminium.

I.3.2.2. Choix des éléments d'alliage en tenant des contraintes du traitement laser

Afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques de l'aluminium, nous nous intéressons dans un premier temps aux éléments d'addition qui forment des composés intermétalliques avec l'aluminium. En effet, ces phases offrent de grandes duretés et sont thermiquement stables. Le *Tableau I.3* développe les différents métaux formant ces composés, ainsi que leurs propriétés thermodynamiques.

37

Tableau 1.3 : Éléments métalliques susceptibles de former des composés intermétalliques avec l'aluminium et leurs propriétés
thermodynamiques (lignes blanches : éléments étudiés dans cette thèse, lignes gris clair : éléments retenus mais non étudiés,
lignes gris foncé : éléments exclus) [ASM92].

Eléments	ρ	Tf	Tv	ΔHf	ΔΗV	Ср	K
	(g.cm <sup>-3</sup> )	(°C)	(°C)	$(kJ.g^{-1})$	$(kJ.g^{-1})$	$(J.Kg^{-1}.K^{-1})$	$(W.m^{-1}.K^{-1})$
В	2,34	2100	3700	2,09	35	1030	_
Ba	3,5	725	1640	0,056	1,1	192	_
С	2,25	3650	5000	-	-	712	80-240
Ca	1,55	839	1484	0,209	3,76	653	125
Ce	6,75	799	3426	0,0373	2,68	205	11,3
Co	8,9	1495	2870	0,263	6,49	456	100
Cr	7,1	1857	2672	0,260	6,258	512	94
Cu	8,96	1083	2567	0,205	4,796	385	401
Er	9,05	1529	2863	0,103	1,68	168	14,5
Fe	7,87	1535	2756	0,272	6,095	444	80,4
Gd	7,89	1313	3266	0,099	1,92	230	10,5
Ho	8,8	1474	2695	0,104	1,695	165	16,2
La	6,17	921	3457	0,06	2,897	197	13,4
Li	0,534	180,5	1342	0,422	19,6	3560	84,8
Mg	1,74	649	1090	0,362	5,254	1020	156
Min	7,4	1240	1962	0,267	4,207	477	7,81
Мо	10,22	2617	4612	0,290	6,153	251	138
Nb	8,57	2468	4742	0,29	7,36	268	53,7
Nd	7	1021	3068	0,075	2	205	13
Ni	8,9	1453	2732	0,292	6,378	444	90,9
Pd	12	1554	3140	0,157	3,4	244	71,8
Pr	6,78	931	3512	0,08	2,34	192	12,5
Pt	21,4	1772	3827	0,101	2,405	133	71,6
Sb	6,68	630	1750	0,163	1,37	205	24,4
Se	4,79	217	685	0,069	0,333	321	0,5
Sr	2,6	770	1375	0,105	1,717	301	36,4
Та	16,6	2996	5425	0,174	4,165	140	57,5
Te	6,25	450	990	0,138	0,820	201	3,3
Th	11,5	1750	4790	0,082	2,202	113	54
Ti	4,5	1660	3287	0,365	8,893	523	21,9
U	19,05	1132	3818	0,052	1,753	116	27,5
V	6,1	1890	3380	0,345	8,975	486	30,7
W	19,3	3410	5660	0,192	4	133	173
Y	4,48	1522	3338	0,193	4,135	285	17,2
Yb	6,977	819	1194	0,53	0,921	145	34,9
Zr	6,49	1852	4377	0,211	6,36	281	22,7

Cependant, ce choix a dû être réduit suite aux impératifs du traitement :

- La température de fusion des éléments utilisés doit être proche de celle de l'aluminium, afin d'éviter les infondus et faciliter l'homogénéisation.
- Une température de vaporisation la plus haute possible (> 2400 °C, la température de vaporisation de l'aluminium étant de 2470°C) pour ne pas sublimer l'élément pendant le traitement.
- Une chaleur latente de fusion faible.

 Une interaction sans risque avec le faisceau laser (réaction explosive, toxicité de l'élément ou de ses composés).

Par exemple, le lithium, le manganèse et le magnésium sont exclus à cause de leurs températures de vaporisation trop basses et pour des raisons de sécurité. De même, le tungstène est rejeté car sa température de fusion est trop élevée. Cette sélection est résumée dans le *Tableau I.3* (lignes blanches : éléments étudiés au cours de cette thèse, lignes gris clair : éléments retenus mais non étudiés, lignes gris foncé : éléments exclus). Nous y ajouterons le silicium et l'étain pour leur propriété de frottement, malgré l'absence de phases intermétalliques. Dans la littérature, les métaux les plus étudiés sont le chrome, le cuivre, le fer, le nickel et le titane.

#### I.3.2.3. Alliation d'aluminium par laser : revue de la littérature

Pour la réalisation d'alliage de surface, deux techniques sont étudiées dans la littérature. La première reprend la méthode du prédépôt définie page 17, soit en utilisant un liant, soit en déposant le métal par voie électrolytique ou projection plasma. La deuxième, de loin la plus répandue, est l'injection directe de poudres métalliques dans le bain de fusion. En ce qui concerne le rechargement de surface, le procédé par injection est majoritairement utilisé.

Les auteurs présentent généralement un seul procédé et un type d'alliage d'aluminium. Notre revue de la littérature est donc organisée selon la technique utilisée (alliage de surface par prédépôt ou injection et rechargement par injection de poudre), puis selon l'alliage étudié (Al-Ni, Al-Cu, Al-Si ...).

#### a) Formation d'alliage de surface par refusion de prédépôts.

Al-Ni : une microstructure dendritique constituée de Al<sub>3</sub>Ni et Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> est observée après refusion d'un prédépôt de nickel réalisé par électrolyse <sup>[PEL91-1]</sup>. Les cordons présentent toujours des zones non alliées quels que soient les paramètres laser utilisés. Pour améliorer l'homogénéité, réduire la porosité et augmenter l'adhérence, certains auteurs <sup>[PAN91]</sup> utilisent un préchauffage à 500°C du substrat et un prédépôt électrolytique d'épaisseur 180 µm. L'alliage offre ainsi une bonne

homogénéité et microdureté ; la microstructure est principalement composée des phases (*Al*), AlNi et Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>. De même, Das *et al*.<sup>[DAS94]</sup> font refondre un prédépôt de nickel réalisé par projection plasma (épaisseur 50  $\mu$ m), l'ensemble étant préchauffé à 500°C. La microstructure présente alors des phases Al<sub>3</sub>Ni globulaires et un fin eutectique (*Al*) + Al<sub>3</sub>Ni, l'aluminium se trouve considérablement durci (de 200 à 300 HV suivant la concentration en nickel) par la présence des phases Al<sub>3</sub>Ni et Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> <sup>[TOM94]</sup>. Gaffet *et al*. <sup>[GAF89]</sup> ont, quant à eux, mesuré une solubilité du nickel dans l'aluminium (1,3 at.%) supérieure à celle de l'état thermodynamique d'équilibre (0,023 at.% à 640°C) qui a pour effet de durcir la matrice d'aluminium.

- Al-Cu <sup>[ZIM91, SHU94, TOM01]</sup> : les travaux réalisés par De Hosson *et al.* <sup>[HOS95, VAN94, NOO93]</sup> consistent à refondre la surface d'échantillons déjà alliés par coulée. Des alliages contenant de 0 à 40 % de cuivre sont ainsi étudiés. Les auteurs constatent une corrélation exponentielle entre la dureté, la vitesse de balayage et la teneur en cuivre. Un alliage à 5% Cu présente une dureté de 80 HV<sub>0,1</sub> qui n'évolue pas avec l'augmentation de la vitesse. A 40% Cu, la dureté est de 250 HV<sub>0,1</sub> à 60 mm.min<sup>-1</sup> et de 470 HV<sub>0,1</sub> à 6000 mm.min<sup>-1</sup>. D'après les auteurs, ce phénomène a plusieurs causes : la présence de la phase Al<sub>2</sub>Cu sous forme de précipités incohérents dans la matrice *(Al)* ou dans l'eutectique mais aussi en précipités primaires à 40% Cu, l'affinement structural dû au refroidissement rapide et à l'augmentation de la conductivité thermique avec la quantité de cuivre.
- Al-Si: Tomlinson <sup>[TOM90]</sup> *et al.* ont réalisé des alliages de surface comportant de 9,4 à 35 wt.% de silicium, les particules étant prédéposées sur un substrat Al 10,6Si. Selon la concentration en silicium, la microstructure est hypoeutectique ou hypereutectique avec la précipitation de silicium primaire. La composition eutectique est quant à elle observée entre 15 et 19% Si. D'après ces auteurs, l'utilisation du silicium augmente considérablement la résistance à l'usure avec un comportement optimum pour 19% Si. Dans ce cas, le principal endommagement est une usure adhésive douce.
- AI-Fe : Différents auteurs ont réalisé des prédépôts de fer par électrolyse <sup>[PIE89]</sup> ou grâce à un liant <sup>[SMU94]</sup> sur un alliage Al 7Si hypoeutectique. Dans cette dernière étude, les auteurs utilisent l'action combinée d'un laser CO<sub>2</sub> et Nd:YAG pour fondre le prédépôt, un alliage hétérogène a été systématiquement observé. Par contre, Pierantoni *et al.* <sup>[PIE89]</sup> constatent que l'alliation de l'aluminium avec le fer

augmente d'un facteur 2 la résistance à l'usure. Les prédépôts sur Al et Al 12Si effectués par Tomlinson *et al.* <sup>[TOM94, TOM95]</sup> sont réalisés à partir d'un mélange de fer, d'aluminium et d'un liant. Les cordons contenant de 7 à 60% Fe sont alors homogènes ; les duretés varient de 103 à 512 HV<sub>5</sub> selon la teneur en fer avec apparition de fissures à partir de 29% Fe (dureté de 330 HV<sub>5</sub>). La microstructure est composée d'aiguilles Al<sub>3</sub>Fe sur un fond d'eutectique de matrice Al<sub>16</sub>Fe (voir *Figure I.19.b* et *Figure I.19.c*).



Figure I.19 : Alliage de surface Al-Fe : a) 10 wt.% Fe b) 13 wt.% Fe c) 22 wt.% Fe [TOM95]

- Al-Cr: Crooks *et al.* <sup>[CRO89]</sup> ont observé la formation d'un fin eutectique globulaire et lamellaire après la refusion d'un dépôt de poudre de chrome sur l'aluminium 2017. Dans ce cas, la dureté peut atteindre une valeur supérieure à 1100 HV.
- Al-Mo: Mahon *et al.* <sup>[MAH94]</sup> ont développé l'étude microstructurale d'alliages Al-Mo sur un substrat 2014. Jusqu'à 2,5%, le molybdène est retenu en solution solide, la microstructure est alors constituée de dendrites cellulaires (*Al*) et de précipités intermétalliques (Al<sub>12</sub>Mo, Al<sub>5</sub>Mo, MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) contenues dans l'espace interdendritique.

#### b) Formation d'alliage par injection de poudre

Al-Si <sup>[COQ90]</sup>: les auteurs ont établi une relation d'une part entre la dureté de l'alliage de surface et sa teneur en silicium et d'autre part entre la dureté et la vitesse d'avance du faisceau lors du traitement. A une concentration de silicium donnée, la dureté de l'alliage augmente de façon logarithmique avec la vitesse

d'avance. A 12% Si, elle est à égale à 150 et 190  $HV_{0,1}$  pour des vitesses respectives de 3000 et 4800 mm.min<sup>-1</sup>. De même avec un alliage contenant 17% Si, la dureté évolue de 170 à 240  $HV_{0,1}$  pour des vitesses de 3000 à 12000 mm.min<sup>-1</sup>. Coquerelle *et al.* [COQ90] ont aussi constaté que la résistance à l'usure dépend à la fois de la quantité de silicium et de la taille des précipités (*Si*). Le taux d'usure est ainsi inversement proportionnelle à la taille des particules de silicium d'environ 1 µm.

Al-Mo : Almeida *et al.*<sup>[ALM98, ALM96, QIU98]</sup> ont réalisé en deux étapes des dépôts Al-Mo contenant de 3 à 9% Mo. Obtenu tout d'abord par injection, l'alliage de surface subit une refusion par le même faisceau afin d'affiner la microstructure (*Figure I.20.a* et *Figure I.20.b*). Les alliages sont formés de précipités Al<sub>5</sub>Mo et Al<sub>22</sub>Mo<sub>5</sub> dont la morphologie est à la fois équiaxe et aciculaire. Après la refusion, le volume des aiguilles diminue de façon inversement proportionnelle avec la vitesse d'avance du faisceau et les cordons ont une dureté comprise entre 65 et 350 HV<sub>5</sub> en raison de la présence de fins composés intermétalliques. Les auteurs ont remarqué également une corrélation linéaire entre la dureté et la vitesse lors de la refusion.



Figure I.20 : Alliage Al-Mo à 5 wt.% Mo : a) après alliage, b) après refusion [ALM98].

Al-Cr : En injectant des particules de chrome, Almeida *et al*.<sup>[ALM95-1, ALM95-2]</sup> ont observé systématiquement les précipités intermétalliques Al<sub>7</sub>Cr, Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> et supposé la présence de Al<sub>4</sub>Cr, formant un réseau dense d'aiguilles sur un fond *(Al) (Figure I.21)*. La dureté est proportionnelle à la quantité de chrome : de 155 à 300 HV<sub>0,1</sub> pour des concentrations respectives de 5 à 12 % en masse de chrome. La solubilité du chrome dans l'aluminium augmente de 0,1 à 1,3%. Afin d'homogénéiser les

alliages, une deuxième passe de refusion est également effectuée ; celle-ci élimine les infondus et les porosités et affine la microstructure. Corrélativement, les auteurs ont remarqué une augmentation de la résistance à la corrosion. Ce phénomène a été expliqué par la formation d'un film passif d'oxyde de chrome.



Figure I.21 : Alliage Al-Mo : microstructure avant refusion [ALM95-1].

- Al-Ti <sup>[DAS96, UEN92]</sup>: l'alliage est parfaitement homogène et s'accompagne de la formation de la phase intermétallique Al<sub>3</sub>Ti. La dureté du dépôt est comprise entre 400 et 500 HV pour une concentration de 25 at.% Ti et le taux d'usure est diminué d'un facteur 4 comparativement au matériau de base.
- Al-Nb : Almeida *et al.*<sup>[ALM98]</sup> ont obtenu des alliages Al-Nb en injectant le mélange suivant : 75Al + 25Nb (%). Les revêtements comportent des particules de niobium infondues et des porosités. Ces défauts ont été partiellement éliminés par une refusion supplémentaire du cordon. La microstructure est alors composée de dendrites Al<sub>3</sub>Nb et d'une faible fraction de solution solide (*Al*) interdendritique. La dureté de la partie refondue s'élève à 500-650 HV, tandis que le reste évolue entre 100 et 200 HV.

#### c) Rechargement de surface d'aluminium

Les types de dépôts se différencient par la base de la poudre utilisée, c'est-à-dire, l'élément principal présent dans sa composition.

Base cuivre : ce type de revêtement est principalement rechargé sur les sièges de soupapes <sup>[MAI98]</sup>. Son rôle est d'évacuer la chaleur vers la culasse en remplacement d'un insert acier classiquement utilisé. La dureté du dépôt est de l'ordre de 300 HV<sub>0,2</sub> avec une zone intermétallique très dure (500-700 HV<sub>0,2</sub>) et extrêmement fragile au niveau de l'interface. Liu *et al.*<sup>[LIU95]</sup> ont attribué cette fragilité aux

phases  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et  $\gamma_1$ -Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub>, seules présentes à l'interface entre le dépôt et le substrat. Cette observation a mené les auteurs à proposer un diagramme Al-Cu hors équilibre (voir *Figure 1.22.a*). Dans ce dernier, nous remarquons l'extension significative de la solubilité des phases (*Al*),  $\theta$  et  $\gamma_1$ , ainsi que la disparition de plusieurs précipités par rapport au diagramme d'équilibre (voir *Figure 1.22.b*). Ces phénomènes ont été imputés au refroidissement rapide, ainsi qu'aux éléments du dépôt et du substrat. Afin de résoudre le problème de fissuration à l'interface, Liu *et al.*<sup>[LIU95]</sup> ont proposé le contrôle précis des paramètres opératoires. Cette solution permet de minimiser la dilution et les dimensions de l'interface (inférieure à 150 µm).



Figure I.22 : Diagramme Al-Cu a) hors équilibre, b) à l'équilibre thermodynamique [LIU95].

- Base nickel : comme pour le cuivre, le rechargement d'une base nickel crée une zone intermétallique à l'interface avec l'apparition de fissures. De plus, la faible ductilité des alliages Ni-Cr-Si-B provoque une fissuration du dépôt perpendiculairement à l'avance du faisceau. Liu *et al.*<sup>[LIU94]</sup> ont résolu ce problème en réalisant une première couche de cuivre, puis en préchauffant l'ensemble à 400°C et en déposant par-dessus une base nickel (Ni-Cr-Si-B). La couche intermédiaire de cuivre évite l'apparition de phases fragiles Al<sub>x</sub>Ni<sub>y</sub> et le préchauffage limite les contraintes thermiques dans le dépôt Ni. Les cordons obtenus sont exempts de fissures et possèdent une dureté de 600 HV<sub>0,2</sub> dans le dépôt de nickel et de 300 HV<sub>0,2</sub> dans le cuivre. Des tests ont montré une très bonne tenue à l'usure.
- Base aluminium : Les compositions aluminium silicium sont les plus utilisées

pour leur faible coefficient de frottement (application pour les cylindres de moteur). La dureté des dépôts évolue d'une façon exponentielle avec la quantité de silicium. La dureté est de 160 HV<sub>0,2</sub> pour un alliage Al 30Si et de 300 HV<sub>0,2</sub> pour une composition Al 60Si <sup>[BLA95]</sup>. En alliage hypereutectique (Si > 12%), la microstructure est constituée de précipités primaires (*Si*) et d'un eutectique (*Al*) + (*Si*). Avec l'augmentation de la teneur en silicium, la morphologie du silicium primaire évolue de dendrites équiaxes vers des cristaux aciculaires, la taille de ces précipités restant stable (< 30 µm) <sup>[BLA95]</sup>. En réalisant des revêtements avec une poudre Al 40Si, Pei *et al.* <sup>[PE100]</sup> ont remarqué la formation de halos dendritiques (*Al*) entourant les précipités primaires de silicium (*Figure I.23*). Les auteurs ont attribué ce phénomène à la grande vitesse de refroidissement du dépôt.



Figure I.23 : Micrographie d'un alliage Al40Si.

#### I.3.3. Formation de composites à matrice métallique (CMM)

L'amélioration des propriétés mécaniques de l'aluminium peut être obtenue soit, comme précédemment, en y précipitant des composés intermétalliques, soit en incorporant directement des particules dures (réalisation de composites à matrice métallique). Cette technique, appliquée au rechargement de surface, permet une augmentation du module d'élasticité et de la résistance à l'usure. Ce procédé, déjà couramment utilisé lors du rechargement laser d'acier, et les caractéristiques mécaniques résultantes seront ici développés au travers de la revue de la littérature.

#### I.3.3.1. Renforcement du module d'élasticité

Lors d'une indentation par une pointe sphérique et supposée indéformable, la théorie de Hertz établit l'Équation I.10.a définissant le rayon de contact <sup>[TAB51]</sup>. La pression entre les surfaces a alors une distribution représentée par la *Figure I.24*, son maximum  $P_m$  étant donné par Équation I.10.b.

a) 
$$a = \left(\frac{3FR}{4E}\right)^{1/3}$$
 b)  $P_m = \frac{4Ea}{3\pi R}$ 

Équation I.10 : théorie de Hertz : F force d'indentation, R rayon de l'indenteur, E Module d'élasticité de la surface, a rayon de contact, P<sub>m</sub> contrainte maximale.

Le seuil de plastification correspond à  $P_m = 1,11R_e$  (critère de Von Mises),  $R_e$  étant la limite élastique à 0,2%. Le volume sous l'indenteur est entièrement plastifié pour  $P = H = 2,8R_e$  (H représentant la dureté de la surface). Le coefficient 2,8 est valable pour la plupart des métaux. Nous remarquons alors que la largeur du contact et la pression maximale admissible dépendent directement du module d'élasticité *(E)*. Une valeur faible de *(E)* induit en conséquence une charge admissible faible, une surface de contact élevée et, dans le cas de surfaces frottantes, une usure importante. La zone la plus sollicitée se situe en profondeur à a/2 avec une intensité de 0,3P<sub>m</sub> (*Figure I.24*). Un faible module d'élasticité entraîne aussi une déformation plastique en sous couche et la délamination des dépôts.



Figure I.24 : Illustration de la plastification d'une surface lors de l'indentation par une bille [COR98].

L'augmentation du module d'élasticité (E) peut être obtenue par précipitation de phases dures <sup>[SAL94]</sup>. Mais au delà d'une valeur limite, les dépôts subissent une fissuration

systématique. Ce mécanisme peut être expliqué par une trop grande différence de coefficient de dilatation entre le dépôt et le substrat. Les contraintes thermiques dépassent alors la limite à la rupture du cordon. La solution retenue par plusieurs auteurs est la réalisation de composite à matrice métallique (CMM), en additionnant des renforts ayant des propriétés mécaniques très élevées (rigidité et dureté) dans une matrice relativement ductile. Ces renforts appartiennent à la classe des céramiques (type carbures ou oxydes), leurs propriétés physiques et mécaniques de renforts étant présentées sur le *Tableau I.4*.

Tableau I.4 : Propriétés physiques et mécaniques de certains carbures et oxydes [TAS88]

Renforts	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub>	TiC	WC	W <sub>2</sub> C	B <sub>4</sub> C	SiC
T <sub>f</sub> (°C)	2045	2715	3250	2870	2750	2450	2700
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	3,96	6,1	4,95	14,9	17,3	2,51	3,2
Dureté (HV <sub>0,2</sub> )	1600	1200	3200	2500	3000	5000	3350
E (GPa)	350	200	422	725	428	457	330

Partant du principe d'une répartition uniforme des particules dans une matrice, le module d'élasticité peut être estimé en utilisant les critères de Voigt et Reus <sup>[ASH93]</sup> donnés par la loi des mélanges d'*Équation I.11.a* et *Équation I.11.b*.

a) 
$$E_{total} = X.E_{renfort} + (1 - X).E_{matrice}$$
  
b)  $E_{total} = \frac{E_{renfort}.E_{matrice}}{(1 - X).E_{renfort} + X.E_{matrice}}$ 

**Équation I.11 :** Estimation du module d'élasticité global selon les critères de Voigt et Reus : X fraction volumique de renforts a) frontière supérieure, b) frontière inférieure [ASH93].

La *Figure I.25* illustre le résultat de cette estimation pour un CMM composé d'une matrice d'aluminium alliée (E estimé = 100 GPa, valeur courante de la littérature) renforcée par des particules sphériques de TiC (E = 400 GPa). Selon les critères de Voigt et Reus pour 50 % en volume de renforts, le module d'élasticité global est compris entre 170 et 250 GPa (*Figure I.25*).

Sallamand <sup>[SAL94]</sup> et Lietchi <sup>[LIE96]</sup> ont mesuré le module d'élasticité global de leur dépôt avec des renforts respectifs de TiC et SiC. Pour obtenir cette grandeur, Sallamand a utilisé la méthode de la lame vibrante et Lietchi un indenteur sphérique asservi en charge et déplacement. Le *Tableau I.5* rassemble ces résultats en les comparant aux critères de Voigt et Reus <sup>[ASH93]</sup>. Pour les trois matériaux, les mesures coïncident aux incertitudes de mesure prés avec l'Équation I.11.a et Équation I.11.b. Les critères de Voigt et Reus semblent donc applicables aux dépôts laser sur aluminium. L'utilisation de renforts pour augmenter le module d'élasticité de cordon est donc vérifiée.



Figure I.25 : Estimation du module d'élasticité global selon les critères de Voigt et Reus.

Tableau I.5 : Comparaison des mesures de modules d'élasticité de cordon laser aux critères de Voigt et Reus.

Auteurs	Matrice	E matrice	Renforts	E renfort	Proportion	E mesuré	E borne inf.	E borne sup.
		(GPa)		(GPa)	X	(GPa)	(GPa)	(GPa)
Lietchi	Al 40 Si	114	SiC	330	0,2	135 ±7	131,2	157,2
Lietchi	Al 40 Si	114	SiC	330	0,4	205 ±15	154,4	200,4
Sallamand	Al 25 Ni	120	TiC	400	0,5	183 ±8	184,6	260

#### I.3.3.2. Comportement à l'usure

Les dépôts durs sont utilisés dans de nombreuses applications d'usure (voir *Figure I.26*). Pour combattre ce mode d'endommagement, il faut un matériau possédant des caractéristiques élevées lui permettant de lutter efficacement contre ces agressions de natures mécaniques et/ou chimiques.



Figure I.26 : Exemples d'applications des dépôts durs

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Dans notre cas, les composites à matrices métalliques (CMM) sont un bon compromis entre ces caractéristiques élevées et la compatibilité métallurgique du dépôt avec le substrat. L'ajout de particules dures dans une matrice plus ductile permet l'augmentation du module d'élasticité, de la limite élastique et de la résistance à la traction du revêtement. Ces améliorations s'accompagnent aussi d'une diminution de la ductilité et de la ténacité <sup>[ASH93]</sup>. Une certaine fragilité peut cependant résulter de l'incompatibilité de déformation entre les phases. Les déformations sont introduites par la différence de coefficient de dilatation entre les particules et la matrice et par les propriétés mécaniques de chaque phase.

Lors d'un rechargement laser d'acier avec une matrice base nickel et des renforts de carbure de tungstène, Lagrange <sup>[LAG97]</sup> a démontré l'utilité des CMM sur l'usure en érosion et en frottement sec. Le taux d'usure est fortement diminué par l'addition de carbures (de 0 à 50 % du volume) en raison d'une augmentation de la dureté de la surface. Les renforts de petites tailles (< 50  $\mu$ m) sont plus efficaces contre l'usure par érosion grâce à une meilleure répartition de l'énergie d'impact. Néanmoins en frottement sec (essai pion/disque), l'utilisation de carbures plus gros (100 – 210  $\mu$ m) est plus favorable, limitant l'arrachement et l'abrasion des particules.

#### I.3.3.3. Composites à matrice métallique : revue de la littérature

Les composites les plus étudiés ont une matrice en aluminium – silicium et des renforts en TiC <sup>[SAL94, LIE96]</sup> ou SiC <sup>[LIE96]</sup>. Les *Figure I.27.a* et *Figure I.27.b* montrent en exemple deux dépôts réalisés par Lietchi <sup>[LIE96]</sup> avec des matrices Al-Si et des particules de SiC et TiC. Le cordon composé de Al 40Si + 35 vol.% SiC présente une macrodureté de 220 HV<sub>30</sub>.



Figure I.27 : Rechargement composite : a) Al 40 Si + 35 vol.% SiC , b) Al 12 Si + 54 vol.% TiC [LIE96].

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Le principal problème rencontré dans l'élaboration de CMM est la dissolution des renforts dans la matrice d'aluminium. Dans le cas des carbures de silicium, ceux-ci réagissent entre 667 et 1347°C avec l'aluminium liquide. Il se forme alors des précipités de carbure d'aluminium Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> et de silicium conformément à l'*Équation I.12*.

$$4Al + 3SiC \rightarrow Al_4C_3 + 3Si$$

Équation I.12 : (667 - 1347°C)

Selon la littérature <sup>[LIE96]</sup>, la production de cette phase à l'interface carbure/liquide ne produit pas de barrière de diffusion ralentissant la réaction. La germination et la croissance de plaquettes d'Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> s'effectuent à partir de sites privilégiés à la surface du SiC et selon une orientation cristallographique préférentielle, liée à celle du SiC. Ayant atteint une certaine longueur, les aiguilles se détachent si le liquide en mouvement exerce une force suffisante (*Figure I.28*).



Figure I.28 : Mécanismes de dissolution des particules SiC [LIE96].

La formation d'Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> est indésirable car la précipitation de ce composé renforce la matrice et, en conséquence, diminue sa ductilité. En outre, le composé Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> est sensible à la corrosion : il réagit à l'humidité de l'air en produisant de l'hydroxyde d'aluminium Al(OH)<sub>3</sub> et du méthane CH<sub>4</sub>. Lors de l'élaboration classique de composite par voie liquide, la formation d'Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> est évitée en diminuant le temps d'interaction entre l'aluminium liquide et le SiC ou en réduisant la température du procédé. Dans le cas du rechargement laser, la solution retenue par Lietchi <sup>[LIE96]</sup> est d'inhiber la réaction en enrichissant la matrice d'aluminium avec des constituants plus carburigènes que l'aluminium (ex : Si <sup>[LIE96]</sup> ou Ti).

# I.4. Etats de l'art : conclusions

Principales conclusions suite à l'état de l'art :

- Quelle que soit la technique utilisée et le type d'alliage étudié, les dépôts présentent une microstructure fine. Cet état ne semble pas être modifié lors de l'incorporation de carbures solides. Plusieurs auteurs ont mis en évidence le rôle de la vitesse d'avance sur la finesse de la microstructure et la dureté. Une telle observation est importante pour la suite de notre étude où nous effectuerons la comparaison entre plusieurs alliages. Pour cela, nous garderons une seule et même technique : l'alliation de l'aluminium par fusion d'un prédépôt de poudre métallique aggloméré sur la surface grâce à un liant.
- Dans certains travaux, les auteurs ont constaté l'apparition de porosités et d'infondus dans les dépôts Al-Ni, Al-Fe et Al-Cr. Afin de résoudre ce problème, une deuxième passe de refusion est souvent utilisée au détriment de la simplicité du procédé. Cette même technique est également pratiquée pour affiner la microstructure des cordons et augmenter leur dureté. Les alliages les plus étudiés sont Al-Ni, Al-Si, Al-Cr et Al-Fe mais ces résultats ne sont pas complets et peu comparables car obtenus par des méthodes différentes. En conséquence, nous avons décidé de former des alliages avec les métaux suivants : Cu, Co, Cr, Fe, Mo, Ni, Si et Sn. Pour l'élaboration de composites à matrice métallique, les renforts les plus utilisés sont les carbure de titane et de silicium.
- En ce qui concerne les propriétés mécaniques des dépôts, ces travaux ont montré une augmentation significative de la dureté de l'aluminium : jusqu'à 1100 HV pour un alliage Al-Cr, néanmoins les durcissements les plus souvent observés sont de l'ordre de 300 HV<sub>0,2</sub>. Plusieurs auteurs ont constaté une corrélation exponentielle entre la quantité d'élément ajouté et la dureté (cas des systèmes Al-Cu, Al-Cr et Al-Si). L'augmentation de la dureté est attribuée à la formation de phases intermétalliques entre l'aluminium et les éléments d'addition, ainsi qu'à la mise en solution solide de ces éléments dans la matrice (*Al*). Pour les alliages Al-Si, cette amélioration provient de la précipitation du silicium primaire. La résistance à l'usure a quant à elle été augmentée jusqu'à un facteur 4 par rapport au substrat.

# Chapitre II. Caractérisation des dépôts : instruments et méthodes

Ce chapitre décrit les instruments et les méthodes que nous avons utilisés pour analyser et caractériser les dépôts. Cette étude fait appel aux techniques classiques de la métallurgie comme la mesure de la microdureté par indentation Vickers ou l'analyse par diffraction de rayons X mais aussi à certains appareillages de pointe encore en cours de développement (nanoindentateur, microscope confocal à champ étendu).

## II.1. Méthodes d'observation

#### II.1.1. Microscopie optique

La microscopie optique permet l'observation micrographique de coupes issues de cordons. Ces dernières, présentées dans les chapitres suivants, sont prélevées dans le sens transversal du cordon. Les surfaces ainsi obtenues subissent un polissage mécanique classique, puis sont attaquées au réactif de Keller (10ml d'HF, 15 ml d'HCl, 25 ml d'HNO<sub>3</sub>, 95 ml H<sub>2</sub>O, diluée à 1 pour 10 dans de l'éthanol, temps d'attaque : 5s). L'observation micrographique est effectuée à l'aide d'un microscope optique. Le principal intérêt de cette méthode simple et efficace est la mise en évidence de la microstructure du matériau, la dimension et la forme des grains et les différentes phases en présence mais sa résolution est limitée à  $0,2 \mu m$ .

#### II.1.2. Microscopie confocale à champ étendu

La microscopie confocale à champ étendu exploite le codage chromatique afin de mesurer l'altitude d'un point M (*Figure II.1.a*). Ce codage est réalisé en mettant à profit le

chromatisme axial des objectifs, une source ponctuelle polychromatique est alors imagée en un continuum d'images monochromatiques. Ces images sont uniformément réparties sur un segment de droite, de longueur égale à la profondeur de champ. Une longueur d'onde est par la même attribuée à chaque point du champ de mesure <sup>[COH99]</sup>. Le filtrage spatial sélectionne la lumière provenant des points de mesure tout en préservant le codage chromatique (*Figure II.1.a*). La connaissance de la longueur d'onde de la lumière réfléchie par un point d'un objet renseigne immédiatement sur l'altitude de ce point. En effet, après le second filtrage spatial, la présence d'un objet au niveau du point M du champ de mesure engendre un maximum d'intensité lumineuse à la longueur d'onde  $\lambda_M$  correspondant au point M (*Figure II.1.a*). Le signal lumineux est ensuite décodé pour en extraire l'information d'altitude du point. Cette opération est réalisée par analyse spectrométrique du signal lumineux collecté. Le déplacement automatique de l'échantillon sous l'objectif permet de couvrir une surface.

Les relevés microtopographiques sont effectués grâce à un microscope confocal à champ étendu d'une station Micromesure® STIL. La profondeur de champ, variable selon le crayon optique utilisé, est dans notre cas de 300  $\mu$ m. La résolution verticale et latérale est respectivement de 0,01  $\mu$ m et 2  $\mu$ m. Le pas d'échantillonnage est fixé selon la qualité désirée (2 ou 5  $\mu$ m) suivant les directions X et Y sur une surface rectangulaire (*Figure II.1.b*). Ces relevés ont été principalement utilisés pour l'observation et la mesure de sillons d'usure après des essais pion/disque et bille/disque.



**Figure II.1 :** a) principe de la microscopie confocale à champ étendu [COH99], b) exemple de microtopographie 3D d'un sillon d'usure.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

#### II.1.3. Microscopie électronique à balayage

Le microscope utilisé est un ESEM (environmental scanning electronic microscope) Philips de type XL30 équipé d'une sonde EDS<sup>1</sup>. Pour cette étude, ce microscope a travaillé en vide poussé. Son intérêt a été d'observer les surfaces usées avec un fort grossissement et une grande profondeur de champ, ce qui permet d'identifier les mécanismes d'endommagement.

#### II.1.4. Diffractométrie de rayons X (XRD)

Cette méthode permet l'identification des composés d'un alliage et la mesures des contraintes au sein d'un cordon.

#### a) identification des composés

La diffraction d'un faisceau monochromatique ( $\lambda$  fixé) de rayons X n'est possible que lorsque celui-ci fait un angle  $\theta$  avec une famille de plans cristallins (loi de Bragg). Les particules de poudre étant orientées au hasard, il existe toujours une famille de plans {hkl} donnant lieu à diffraction. Cette méthode peut également être appliquée à un échantillon massif polycristallin formé de petits grains qui sont équivalents aux particules de poudre [BAR97]. Les rayons X sont généralement produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique. La nature de cette cible qui détermine notamment la valeur de  $\lambda$ , va influer sur la précision et la qualité des mesures. Parmi les différentes anodes disponibles (Cu, Mo, Cr, Co, Fe, Ag, W), le cuivre ( $\lambda_{Cu} = 0.1542$  nm) peut être adapté à la plupart des analyses diffractométriques. Le molybdène ( $\lambda_{Mo} = 0,0711$  nm) est principalement utilisé lors de mesures d'échantillons en transmission (faible absorption souhaitée) ou si un nombre élevé de raies est nécessaire. Les tubes de chrome ( $\lambda_{Cr} = 0,2291$  nm) fournissent des diagrammes clairs, pauvres en raies mais les séparant bien [BRO97]. Pour les alliages d'aluminium, le dispositif mis en oeuvre a été un diffractomètre Siemens D500 à anode de cuivre ( $\lambda_{Cu}$  = 0.1542 nm) avec un montage  $\theta - 2\theta$  (*Figure II.2*) :  $2\theta = 20 - 100^\circ$ , pas =  $0.02^\circ$ , durée = 4s. Le principal intérêt a été d'identifier les composés présents dans les alliages obtenus et de faire la corrélation avec la dureté.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> www.philips.fr

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Il est difficile, voire impossible, d'identifier les phases dans les cas suivants [BR097]:

- substances non cristallisées ou amorphes.
- composants (phases) présents à moins de 5%, car, sauf cas favorable, les raies de diffraction sont d'intensité trop faible pour être mesurées et exploitées.
- phase non répertoriée dans le fichier JCPDS (*Joint Comittee on Powder Diffraction*).
- échantillon présentant des orientations préférentielles trop prononcées.
- apparition de structure en désordre, transformant la maille élémentaire.
- déformation du réseau cristallin par des contaminants.
- présence de composés non stoechiométriques, présentant des déplacements de raies.



Figure II.2 : Principe du diffractomètre des poudres  $\theta$  - 2 $\theta$ .

#### b) Détermination des contraintes

La diffraction des rayons X, obéissant à la loi de Bragg, permet aussi de déterminer les microcontraintes (contraintes à l'intérieur d'un grain) et les macrocontraintes (contraintes dans le volume d'un matériau). Pour les macrocontraintes, nous considérons une déformation uniforme d'un ensemble de grains entraînant une déformation globale des distances interréticulaires. Une raie de diffraction correspondant à une famille de plans cristallins subira un déplacement (*Figure II.3.a*). Les microcontraintes sont liées à des variations à petite échelle autour de la valeur moyenne (*d*), provoquant un élargissement des raies (*Figure II.3.b*). Pour la mesure des macrocontraintes, cette méthode consiste à prendre comme jauge de déformation la distance interréticulaire d<sub>hkl</sub> d'une famille de plans cristallins {khl}. La mesure de la déformation  $\varepsilon = \Delta d/d_0$  est reliée au déplacement  $\Delta 2\theta$  (*Figure II.3.a*) d'une raie de diffraction, (*d*<sub>0</sub>) représentant la distance interréticulaire du matériau non contraint [**BR097**].

Le procédé d'évaluation d'une contrainte résiduelle dépend de la combinaison de deux théories, celle de la diffraction des rayons X et celle de l'élasticité linéaire. La contrainte dans le plan de l'échantillon suivant la direction  $\phi$  est reliée à la mesure de la variation de l'angle de diffraction 2 $\theta$  mesurée en fonction de l'angle  $\psi$  (*Figure II.4*). Nous supposons pour les contraintes de surface que les composantes  $\sigma_{i3}$  du tenseur des contraintes sont nulles, c'est-àdire qu'il n'y a pas de contrainte normale (état de contrainte plane), ni de cisaillement en surface. La relation donnant  $\varepsilon'_{\phi\psi}$  conduit à la loi des  $\sin^2\psi$  (*Équation II.1*).



Figure II.3: Influences des macrocontraintes (a) et microcontraintes (b) sur les pics de diffraction X.

$$\mathcal{E}'_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\phi} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22})$$

**Équation II.1 :** Loi des sin<sup>2</sup>ψ avec E module de Young, v coefficient de Poisson,  $\sigma_{ij}$  et  $\varepsilon_{ij}$  respectivement tenseurs des contraintes et des déformations dans le repère global et  $\sigma_{\phi} = \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi$ 

Pour un matériau homogène et isotrope, la représentation de  $\varepsilon'_{\phi\psi} = \sin^2\psi$  est linéaire <sup>[BRO97]</sup>. Lors de l'étude, nous considérerons que les dépôts laser remplissent cette dernière condition. Comme la mesure des contraintes est basée sur la mesure de  $\Delta\theta$ , il est important de déterminer le maximum des raies de diffraction avec une précision supérieure à 0,01°. Afin de mesurer les pics de diffraction pour une famille de plans cristallins et pour des angles  $\psi$ différents, il existe deux montages <sup>[BRO97]</sup> : le mode  $\Omega$  (l'échantillon ou l'ensemble tube/détecteur tourne autour de l'axe du diffractomètre, *Figure II.4*) et le mode  $\psi$ (l'échantillon ou le système tube/détecteur tourne autour d'un axe perpendiculaire à l'axe du diffractomètre). Durant cette étude, seul le mode  $\Omega$  a été utilisé.



**Figure II.4:** Configuration en mode  $\Omega$  pour la mesure des contraintes résiduelles.

L'état de contrainte a été mesuré dans le sens longitudinal des cordons sur le plan {311} de l'aluminium en étudiant les variations du pic de diffraction situé à  $\theta$  = 139,339° à l'aide d'un diffractomètre Siemens D5000 à anode de chrome. Afin de réduire le temps de mesure, la configuration comporte un détecteur linéaire de plage angulaire 16° à la place du capteur classique.

#### II.1.5. Réflectométrie des poudres

La mesure de réflexion absolue des poudres consiste à irradier un échantillon de poudre avec un faisceau lumineux monochromatique. Dans un premier temps, l'intensité du faisceau est directement mesurée par un capteur (*Figure II.5.a*), puis l'intensité de ce même faisceau est relevée après réflexion à différents angles sur l'échantillon de poudres (*Figure II.5.b*). Le rapport entre les deux signaux permet de connaître la réflexion absolue à une longueur d'onde, le capteur étant linéaire à l'intensité de la lumière détectée. La longueur d'onde du faisceau est ensuite changée afin de parcourir le spectre désiré.

Le but de cette expérimentation a été mesuré la différence d'absorptivité entre les particules Al-Si et TiC lors de l'irradiation par un faisceau Nd:YAG. Ce point sera abordé pour l'élaboration de composites à matrice métallique par rechargement laser.

58



Figure II.5 : Schéma du réflectomètre des poudres

# II.2. Caractérisation mécanique

#### II.2.1. Mesure de microdureté et macrodureté

La dureté des dépôts a été mesurée à l'aide d'une pointe diamant (Vickers). Les charges utilisées dépendent du volume à étudier. Pour caractériser l'évolution de la dureté dans la profondeur d'un cordon, une charge de 2 N a été appliquée afin de déterminer la microdureté. Pour connaître la dureté globale d'un dépôt (macrodureté d'un dépôt composite par exemple), nous avons utilisé une charge de 49 N avec un indenteur Vickers.

#### II.2.2. Mesure du frottement statique

Le frottement statique a été estimé par la technique du plan incliné :

1. Le dépôt est usiné (Ra = 0,2  $\mu$ m), nettoyé à l'acétone puis placé sur une surface inclinable en acier (composition wt.% : Fe – 0,35C – 1Cr – <1Mo, Ra 1,6  $\mu$ m) sous une charge normale de 10 N.

- 2. L'ensemble est incliné jusqu'à atteindre le glissement de l'échantillon, l'angle  $(\theta_s)$  correspondant est alors relevé.
- 3. Le coefficient de frottement statique ( $\mu_s$ ) est calculé grâce à la formule  $\mu_s = \tan \theta_s$ .

#### II.2.3. Nanoindentation

La nanoindentation ou indentation instrumentée à l'échelle nanométrique consiste à réaliser un essai de dureté dont le principe est conventionnel : une pointe diamant de géométrie connue et supposée rigide pénètre dans un matériau jusqu'à une consigne de charge ou de profondeur. Par rapport aux techniques classiques de macro ou microdureté, l'avancée primordiale de la mesure réside dans l'instrumentation des séquences de charge et de décharge. L'enregistrement en continu de la charge appliquée (mN), de la profondeur de pénétration (nm) et du temps de mesure évite toute intervention de l'opérateur. Les mesures ont été effectuées sur un appareil développé et commercialisé par la société MTS, le Nano Indenter® XP (schéma de la Figure II.6.a). Une pointe diamant (6) de type Berkovich (pyramide à base triangulaire) est placée à l'extrémité d'une colonne rigide (1), maintenue par quatre ressorts (2) aux raideurs connues. Le champ magnétique créé par la variation de courant et de tension dans le solénoïde (4) maintient la colonne en position haute. La variation de la force F<sub>b</sub> (engendrée par le champ magnétique) permet d'imposer une charge précise suivant l'axe vertical Z sur l'échantillon (5). Ce dernier est placé sur une table contrôlée en déplacement suivant les directions X et Y. Des capteurs capacitifs (3) mesurent la profondeur de pénétration.



Figure II.6 : a) schéma du nanoindentateur b) exemple d'une courbe de charge/déplacement.

Comparée aux mesures classiques, la nanoindentation permet d'appréhender le comportement élastique et plastique de l'échantillon. Ces propriétés sont déduites de la courbe charge/déplacement enregistrée lors de l'indentation. Cette courbe se compose d'une phase de chargement jusqu'à une consigne de charge ( $P_{max}$ ) (travail à charge imposée) ou de profondeur ( $h_T$ ) (travail à profondeur imposée) et d'une phase de décharge (*Figure II.6.b*). La phase de décharge est caractérisée par la pente de la tangente à la profondeur de pénétration maximale ( $h_T$ ) (nm) qui représente la raideur de contact (S) (mN/mm) <sup>[PEL01]</sup>. D'après Loubet *et al.* [LOU94], lors de cette phase, le retour de la matière est purement élastique. La raideur (S) est reliée à l'aire projetée du contact ( $A_c$ ) et au module réduit ( $E_R$ ) (Équation II.2.a) <sup>[SNE65]</sup>, luimême fonction des caractéristiques élastiques des surfaces antagonistes (Équation II.2.b). En connaissant les caractéristiques de la pointe ( $E_i = 1147$  GPa et  $v_i = 0,07$ ) et en calculant ( $A_c$ ) et (S) (pente de la tangente à la courbe expérimentale), il est donc possible de déterminer le module élastique ( $E_S$ ) du substrat. La dureté sous charge peut être également connue par le rapport de la charge ( $P_{max}$ ) sur l'aire projetée de contact ( $A_c$ ).

a) 
$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta \times E_R \sqrt{A_C}$$
 b)  $\frac{1}{E_R} = \frac{1 - v_i^2}{E_i} + \frac{1 - v_s^2}{E_s}$ 

Équation II.2 : a) définition de la raideur S, b) calcul du module réduit de contact E<sub>R.</sub>

Une exploitation plus poussée de la courbe charge/déplacement permet de différencier les comportements élastiques et plastiques du matériau étudié. Cette différenciation passe par l'introduction de deux grandeurs supplémentaires : le retour élastique (R) et le coefficient d'hystérésis plastique  $(I_p)$ .

Le retour élastique (R) correspond à la proportion recouvrable de la courbe de charge durant la phase de décharge <sup>[PEL01]</sup>. Cette grandeur sans dimension et exprimée en pourcentage est calculée au moyen de *l'Équation II.3.a* <sup>[PEL01]</sup>. D'après Pollock *et al.* <sup>[POL57]</sup>, le test de nanodureté peut être utilisé pour estimer le potentiel d'usure d'une surface. Bien que les dimensions des empreintes soient largement supérieures à celles générées par des particules abrasives, nous pouvons toutefois penser intuitivement que le retour élastique correspond à ce potentiel d'usure. En effet, plus la surface accommode élastiquement la déformation générée par un corps rigide ((R) tendant vers 1), plus cette dernière devra résister à l'usure de type abrasive.

La résistance à la déformation plastique d'un matériau réside dans le coefficient d'hystérésis plastique  $(I_p)$  défini par l'Équation II.3.b et homogène à une contrainte (GPa). Le travail  $(W_p)$  est associé à l'énergie dépensée lors de la déformation plastique et retenue dans l'empreinte résiduelle ou dissipée lors de phénomènes irréversibles (par exemple l'apparition de fissures dans le cas de matériaux fragiles)<sup>[PEL01]</sup>.

a) 
$$R = 100 \times \frac{P_{\text{max}}}{S \times h_T}$$
 b)  $I_p = \frac{P_{\text{max}}^3}{W_p^2}$  avec  $W_p = W_T - W_E$ 

**Équation II.3 :** a) calcul du retour élastique R, b) calcul du coefficient d'hystérésis plastique avec ( $W_p$ ) travail plastique, ( $W_T$ ) travail total (aire sous la courbe de charge) et ( $W_E$ ) travail élastique (aire sous la courbe de décharge).

La nanoindentation nous a permis d'analyser l'isotropie mécanique des alliages obtenus sous faisceau laser, de connaître leur comportement élastique et plastique (module d'élasticité (E), retour élastique (R) et index de plasticité  $(I_p)$ ) et d'appréhender leur comportement à l'usure.

#### II.2.4. Essais d'usure adhésive

Les dégradations d'usure d'une surface sont caractérisées soit par une approche tribologique (transition dans le régime d'usure par un changement de facteur de frottement), soit par une approche matériau (examen des surfaces frottantes). Dans ce travail, l'approche matériau a été retenue pour des raisons pratiques. Chaque piste d'usure a ainsi été observée par microscopie optique, puis mesurée grâce à un microscope confocal à champ étendu. Les sillons les plus pertinents ont alors été microtopographiés afin d'en offrir une représentation 3D (voir *Figure II.1.b*) et micrographiés avec une grande profondeur de champ (utilisation d'un ESEM).

Deux sortes de tribomètres offrant une usure adhésive ont été utilisés : le système pion/disque et le système bille/disque (*Figure II.7.a*). La technique bille/disque évacue les débris d'usure (contact ouvert) tandis que le système pion/disque piège et recycle ces débris (contact fermé). Les paramètres d'usure sont la charge (*N*) appliquée sur le frotteur, la vitesse d'usure ( $\omega$ ) (nous utiliserons la vitesse tangentielle (*V*) au niveau du frotteur) et la distance de frottement (*L*). Les caractéristiques de la bille sont les suivantes : matière carbure de tungstène WC, dureté 1400 Hv<sub>0,2</sub>,  $\emptyset$ 6 mm. Le pion est un cylindre  $\emptyset$ 2 mm en acier : 0,85C

6W 5Mo 4Cr 2V, dureté 66 HRC. Les tests ont été effectués à température ambiante sous une humidité d'environ 65%. Les cordons testés ont été réalisés sous forme circulaire pour être caractérisés en usure (voir *Figure II.7.b*). Leur surface est rectifiée afin d'offrir un contact plan au frotteur.



**Figure II.7**: a) tribomètres pion/disque (a) et bille/disque (b), b) : Photographie d'un échantillon d'usure (dépôt Al 40Si effectué par rechargement laser sur un substrat 2024).

# Chapitre III. Formation d'alliages de surface par fusion de prédépôt

### III.1. Introduction

Rappelons que l'addition de l'élément d'alliage peut se pratiquer de diverses façons (p 17) et que plusieurs auteurs ont utilisé la précipitation de phases intermétalliques de certains métaux avec l'aluminium afin d'améliorer les caractéristiques du cordon. Mais ces résultats ne sont pas complets (seuls quelques alliages sont couramment abordés) et sont peu comparables car obtenus par des méthodes différentes. Aussi avons-nous décidé de former des alliages avec les métaux suivants : Cu, Co, Cr, Fe, Mo, Ni, Si et Sn (*Tableau III.1*), en gardant une seule et même technique : l'alliation de l'aluminium par fusion d'un prédépôt de poudre métallique aggloméré sur la surface grâce à un liant.

Tableau III.1 : Alliages et compositions maximales obtenus par fusion de prédépôts.

Alliages	Al-Cu	Al-Co	Al-Cr	Al-Sn	Al-Fe	Al-Mo	Al-Ni	Al-Si	Al-Cu-Fe	Al-Cu-Co
<b>Compositions max.</b>	43%	30	24	22	28	27	18	58	-	-
Pages	77	80	82	85	86	88	91	93	95	97

L'ensemble de ces cordons a été analysé par microscopie optique, diffraction de rayons X et microindentation. Par la suite, nous avons caractérisé les alliages Al-Cu, Al-Co, Al-Cr, Al-Fe, Al-Mo, Al-Ni et Al-Si par nanoindentation et essais d'usure adhésive (système bille/disque et pion/disque).

# III.2. Principe de la formation d'alliages de surface par prédépôt

Le déplacement sous le faisceau de l'échantillon revêtu du prédépôt permet de créer un cordon (*Figure III.1*) dans lequel des courants de convection, générés par un gradient de température entre le centre du faisceau et les bords du bain de fusion, assurent l'incorporation du prédépôt et l'homogénéité de l'alliage de surface <sup>[HEG91]</sup>.

Cette méthode permet de varier les compositions d'alliages avec les avantages suivants :

- Utilisation de petites quantités de poudres, induisant une réduction du coût expérimental.
- Possibilité de garder les mêmes paramètres opératoires entre chaque alliage, d'où une diminution du temps de mise au point.
- Comparaison des microstructures et des caractéristiques mécaniques des différents alliages, puisque les paramètres énergétiques (densité de puissance et vitesse d'avance) restent constants, contrairement au rechargement qui nécessite le réajustement des paramètres pour chaque composition.
- Précision des teneurs dans l'utilisation de faibles additions (< 5%).</li>



Figure III.1 : Principe de l'alliation de surface par prédépôt

Grâce à ce procédé, de nombreux alliages de surface sous faisceau laser ont été réalisés en introduisant des teneurs croissantes de cuivre, cobalt, chrome, étain, fer, molybdène, nickel et silicium. Dans un premier temps, les cordons ont été observés par microscopie optique et caractérisés par microdureté, afin de sélectionner les compositions les plus intéressantes, les critères de choix étant :

- La forme des composés intermétalliques : les précipités équiaxes ou globulaires ont été ainsi privilégiés aux phases aciculaires. Ces dernières en raison de leur forme peuvent créer des concentrations de contraintes et faciliter la propagation des fissures lors de sollicitations mécaniques.
- La compatibilité métallurgique des éléments d'alliage avec l'aluminium : pour assurer l'homogénéité des dépôts et une interface sans défaut, l'élément d'addition doit s'allier correctement avec l'aluminium favorisant le brassage par les courants de convection.
- *L'évolution de la dureté avec la teneur de l'élément.*
- La stabilité thermique des alliages.

La caractérisation des meilleurs cordons a alors été poursuivie pour connaître leurs propriétés mécaniques : module d'élasticité, retour élastique, index de plasticité et résistance à l'usure. Le but de cette étude a été de déterminer les éléments d'addition les plus performants pour l'alliation de l'aluminium sous faisceau laser, tout en tentant de relier les microstructures aux différentes propriétés mécaniques de ces alliages. Ultérieurement, les compositions optimales seront utilisées en rechargement avec injection de poudres, procédé industriellement plus performant.

### III.3. Conditions expérimentales

#### III.3.1. Substrat

Les échantillons sont issus d'aluminium pur à 99,5% (désignation : 1050). De caractéristiques mécaniques et tribologiques médiocres (H = 20 HV<sub>0,2</sub>, E = 77 GPa), ce métal présente donc peu d'intérêt industriel à l'état non allié. Une fois les cordons réalisés, il permet cependant d'étudier l'influence exacte des éléments d'alliage, à l'inverse d'autres nuances dont la composition perturberait l'expérimentation (par exemple, présence de silicium dans l'AS12 ou de cuivre et de magnésium pour un alliage 2017). Les dimensions de ces échantillons sont  $15 \times 75 \times 20$  mm<sup>3</sup> pour la caractérisation microstructurale et mécanique et  $\emptyset$ 60×12 mm pour les tests d'usure. Avant l'application du prédépôt, leurs surfaces sont abrasées au papier de verre SiC grade 120.

#### III.3.2. Prédépôt

Association de poudres métalliques et d'un liant, le prédépôt sert à l'acheminement des éléments d'alliages dans le bain de fusion. Le liant est constitué à 94% d'eau (évaporée lors du séchage) et à 6% de composés organiques (vaporisés durant le traitement laser). Sa fonction est d'agglomérer les particules entre elles et de les maintenir sur le substrat pendant le passage du laser. Les compositions des poudres utilisées sont données ci-après (*Tableau III.2*).

Poudres	Composition	Granulométrie
Aluminium	Al 99%	45 - 90 μm
Cuivre	Cu 90% Al 10%	45-150 μm
Cobalt	Co 99,6%	20 - 50 µm
Chrome	Cr 99%	45-150 μm
Etain	Sn 99,75%	20 - 50 µm
Fer	Fe 99%	45-150 μm
Molybdène	Mo 99%	45-150 μm
Nickel	Ni 99%	45-75 μm
Silicium	Si 99%	10 - 50 μm

Tableau III.2 : compositions et granulométries des poudres utilisées

Afin de mener une étude exhaustive, nous avons introduit différentes quantités de poudre dans les cordons. Le prédépôt est préparé avec des masses précises d'éléments qui répondent aux teneurs souhaitées dans l'alliage. Pour arriver à ce résultat, l'approche suivante a été retenue :

 Hypothèse (1) : tous les éléments présents dans le prédépôt au niveau du cordon s'y retrouvent ensuite après passage du faisceau laser (*Figure III.2*). Cette masse de poudre est appelée (m).



Figure III.2 : Modèle servant à la préparation du prédépôt.

Hypothèse (2) : la section du substrat fondue est assimilable à une demi ellipse (*Figure III.2*) d'aire S = π.b.l/4 (avec (b) et (l) désignant respectivement la hauteur et la largeur du cordon). Pour une longueur de cordon (L), la masse du volume refondue s'exprime alors à partir de la relation suivante :

$$m_{Al} = \frac{\rho_{Al}.\pi.b.l.L}{4}$$

**Équation III.1 :** masse du volume refondue avec ( $\rho_{al}$ ) masse volumique de l'aluminium.

 Une fois réalisé, le cordon est constitué d'un alliage entre la masse (m) prédéposée et la zone fondue. La teneur en masse (X) de l'élément d'addition est donc définie par *l'Équation III.2*.

Équation III.2 
$$X = \frac{m}{m + m_{al}}$$

4. *Hypothèse (3)* : le prédépôt de masse totale  $(m_T)$  est considéré comme homogène sur l'ensemble de la surface  $(S_T)$  du substrat. Nous pouvons en déduire l'Équation III.3.

$$m = \frac{S_T}{l.L}.m_T$$
 Équation III.3

5. En combinant les équations III.1, III.2 et III.3, nous obtenons l'Équation III.4. Cette équation nous permet de connaître la masse (m<sub>T</sub>) à prédéposer sur le substrat pour obtenir une teneur (X) d'un élément dans le cordon. La seule inconnue est alors la valeur de la pénétration (b) qui est fixée expérimentalement à 1 mm.

$$m_T = \frac{X.\pi.\rho_{al}.b.S_T}{4(1-X)}$$

**Équation III.4**: Calcul de la masse du prédépot ( $m_T$ ) avec (X) teneur moyenne en soluté de l'alliage, (b) et (l) désignant respectivement la hauteur et la largeur du cordon, ( $S_T$ ) surface du substrat.

6. Une fois la masse de poudre calculée et pesée, elle est mélangée au liant jusqu'à l'obtention d'une pâte visqueuse. La préparation est alors appliquée uniformément

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

sur le substrat. Les échantillons sont ensuite séchés dans une étuve à 80°C pendant 30 minutes.

 Lorsque le cordon est réalisé, *l'Équation III.5* permet de calculer le pourcentage moyen de l'élément dans l'alliage. La pénétration réelle (b) est mesurée par une coupe métallographique.

$$X = \frac{4m_T}{4m_T + \pi . \rho_{al} . b . S_T}$$

**Équation III.5**: Calcul de la teneur moyenne en soluté de l'alliage (X), ( $m_T$ ) masse du prédépot, (b) et (l) respectivement la hauteur et la largeur du cordon, ( $S_T$ ) surface du substrat.

L'incertitude de cette méthode peut être estimée en calculant la dévirée partielle de ln(X) par rapport aux variables  $(m_T)$ , (b) et  $(S_T)$  (Équation III.6).

$$\frac{dX}{X} = \frac{\pi . \rho_{al} . b. S_T}{4m_T (4m_T + \pi . \rho_{al} . b. S_T)} dm_T + \frac{\pi . \rho_{al} . S_T}{4m_T + \pi . \rho_{al} . b. S_T} db + \frac{\pi . \rho_{al} . b}{4m_T + \pi . \rho_{al} . b. S_T} dS_T$$

#### III.3.3. Paramètres laser

Les traitements ont été réalisés avec un laser CO<sub>2</sub> (Rofin Sinar 5000), délivrant en continu une puissance maximale de 5000 W. Sa longueur d'onde émise est de 10,6  $\mu$ m et sa distribution spatiale d'énergie est de type TEM<sub>20</sub>. La puissance du laser, maintenue à 4300W, correspond à une puissance de 4000W sur le substrat (pertes dues à l'absorption des miroirs le long du chemin optique). Le diamètre du faisceau sur l'échantillon est de 4 mm, correspondant à une densité d'énergie de 300 W.mm<sup>-2</sup>. Pour prévenir l'oxydation du bain liquide, la zone d'interaction est protégée par une atmosphère inerte sous 1 bar composée d'argon et d'hélium (*Figure III.3.a*). L'angle entre le faisceau laser et la surface de l'échantillon est de 85°. L'incidence normale n'est pas utilisée afin de protéger les miroirs de renvoi et la cavité laser d'un éventuel retour de faisceau. Durant l'étude, tous les paramètres ont été gardés constants (*Tableau III.3*), excepté la vitesse d'avance variant de 0,2 à 1,2 m.min<sup>-1</sup>. Les cordons devant subir un test d'usure pion/disque sont de forme circulaire (*Figure III.3.b*).

Paramètres	Unités	Valeurs	Incertitudes
Puissance P	W	4000	100
Diamètre du faisceau sur l'échantillon	mm	4	0,1
Vitesse d'avance	mm.min <sup>-1</sup>	200 à 1200	0,01
Gaz protecteur Hélium	1.min <sup>-1</sup>	10	1
Gaz protecteur Argon	l.min <sup>-1</sup>	5	1

Tableau III.3 : paramètres opératoires de l'alliage de surface



Figure III.3 : a) détail de la buse de protection gazeuse, b) photographie d'un cordon circulaire.

Afin de déterminer les limites du traitement, une carte de procédé est tout d'abord effectuée avec pour variables la vitesse d'avance et la teneur en cuivre. Comme nous l'avons vu précédemment, cette dernière est liée à la masse de poudre déposée sur le substrat et aussi à l'épaisseur du prédépôt. Les deux critères permettant d'estimer la qualité du cordon sont l'absence de porosité et l'homogénéité. La présence de ces porosités est souvent liée à une mauvaise homogénéité car les courants de convection ne brassent pas suffisamment le bain de fusion pour libérer les bulles occluses. Ce phénomène est également lié à une mauvaise couverture gazeuse, ne protégeant pas suffisamment le bain liquide de l'oxydation.

La *Figure III.4* présente les points expérimentaux relevés lors de l'alliation de surface par prédépôt de cuivre. La vitesse d'avance varie de 0,2 à 1,2 m.min<sup>-1</sup>, la limite inférieure étant fixée par le risque de détérioration de la buse. En effet, si la vitesse est trop basse, les réflexions du faisceau sur la pièce (70% de l'énergie incidente en phase liquide) détruisent l'embout de la buse. Les teneurs en cuivre sont comprises entre 0 et 65%, 65% représentant la quantité maximum de poudre déposée avant de réaliser un rechargement. En effet, pour une quantité supérieure en cuivre, l'énergie disponible n'est pas suffisante pour fondre le substrat ;

le mélange entre le prédépôt et la surface du matériau n'est pas réalisé. Afin d'obtenir des cordons à faibles teneurs, le cuivre est mélangée à de la poudre d'aluminium. Sans cet artifice, il est impossible de réaliser un prédépôt à des teneurs inférieures à 20%, la masse de poudre n'étant pas suffisante pour la répartir de façon homogène sur l'échantillon. Pour certains essais, un préchauffage de l'échantillon est utilisé pour plusieurs raisons. L'absorption de l'échantillon en phase solide est augmentée car la température de la surface est plus élevée. L'amorçage du bain liquide est ainsi facilité. De plus, il faut moins d'énergie avant d'atteindre les températures de fusion du prédépôt et du substrat : toutes les particules sont alors fondue pour toutes les vitesses d'avance du faisceau. L'homogénéité des cordons est également augmentée par une température de bain plus élevée.



Figure III.4 : Evolution de l'homogénéité avec la vitesse et la teneur en cuivre

Chaque point de la *Figure III.4* reporte la qualité du cordon du point de vue de la porosité. Nous pouvons juger sur le *Figure III.5* l'étendu de ce phénomène. Tous les dépôts en dessous d'une droite passant par les cordons sains sont dépourvus de porosités (*Figure III.4*). Une telle limite s'explique par le brassage du bain. Si le prédépôt est trop important, les courants de convection ne sont pas suffisants pour éliminer les bulles de gaz occluses. De même, si la vitesse est trop grande, le temps d'interaction n'est pas assez long pour brasser efficacement le bain et éliminer les porosités. La *Figure III.5* présente une partie des cordons réalisés avec cette méthode mais sans préchauffage. Les teneurs sont comprises entre 20 et 40% de cuivre et les vitesses d'avance entre 0,4 et 1,2 m.min<sup>-1</sup>. Comme nous le constatons, les porosités et les hétérogénéités apparaissent avec l'augmentation de la vitesse et des teneurs.

72


Figure III.5 : Macrographies de cordons aluminium – cuivre réalisés à différentes vitesses et teneurs en cuivre.

En raison de l'absence de porosité et d'hétérogénéité, une vitesse de 250 mm.min<sup>-1</sup> avec un préchauffage à 150°C a été retenue pour la suite de cette étude. Tous les autres paramètres restent identiques à ceux du *Tableau III.3*. Afin de comparer les alliages entre eux, ces paramètres établis pour les cordons de cuivre ont été conservés pour les autres types de prédépôts : Co, Cr, Fe, Mo, Ni, Si et Sn. En effet, une variation de l'énergie incidente influe sur la vitesse de solidification et le gradient de température, déterminant la nature et la taille des phases formées, ainsi que les propriétés mécaniques de l'alliage (p 35 <sup>[HOS95, COQ90]</sup>).

## III.4. Résultats macroscopiques

Sur la *Figure III.6*, nous montrons quelques exemples de cordons réalisés avec des teneurs croissantes en éléments d'alliage (cuivre, cobalt, chrome, étain, fer, molybdène, nickel et silicium). La teneur moyenne de chaque élément, exprimée un pourcentage massique (%), a été calculée à partir de l'*Équation III.5*. Si nous utilisons un autre référentiel, celui-ci sera indiqué dans le texte : teneur atomique (at.%) ou teneur volumique (vol.%).

#### III.4.1. Alliages binaires

Les alliages contenant du cuivre (de 0 à 43%) sont parfaitement homogènes ; la microstructure est similaire sur l'ensemble du dépôt (*Figure III.6*). Ces concentrations ont été vérifiées par fluorescence X afin de valider le modèle de *l'Équation III.5*. Les résultats

coïncident aux erreurs de mesures prés. La limite supérieure de 43% Cu est imposée par le procédé car, au-dessus de cette valeur, l'épaisseur du prédépôt est trop importante et les courants de convection ne suffisent plus à assurer l'homogénéité de l'alliage. Des porosités et des zones mal alliées apparaissent dans le dépôt. A partir de 45% Cu, des fissures se développent dans le dépôt en raison de la grande fragilité de l'alliage <sup>[LIU95]</sup>. La *Figure III.6* présente également deux cordons réalisés avec des teneurs respectives de 7 et 15% de fer. Ces alliages sont homogènes jusqu'à environ 15%. ; au-dessus de cette valeur, des zones plus riches en fer apparaissent dans la section. Après 30% Fe, l'hétérogénéité trop prononcée de l'alliage ne garantie plus un comportement mécanique isotrope du dépôt.



Figure III.6 : Macrographies de cordons réalisés avec différents prédépôts.

Cette différence de comportement entre le cuivre et le fer peut avoir plusieurs causes :

- Pour former une solution solide de substitution, les deux métaux doivent de préférence être isomorphes (de mêmes coordinences) et avoir des dimensions atomiques proches. Le cuivre et l'aluminium ont une coordinence de 12 (structure C.F.C.), le fer de 8 (structure C.C.). Les rayons atomiques du Cu (0,128 nm) et du Fe (0,126 nm) sont très proches, celui de l'aluminium étant de 0,143 nm. La solubilité du cuivre dans l'aluminium est donc supérieure à la solubilité du fer dans l'aluminium.
- Nos essais ont montré que le fer ou les alliages Al-Fe ont une mauvaise mouillabilité sur l'aluminium. Ce problème peut engendrer des discontinuités d'alliage dans le traitement.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

- Le fer a une conductivité thermique inférieure à celle du cuivre. Cette caractéristique est importante car le substrat est fondu par conduction à travers le prédépôt <sup>[MAT94]</sup>.
- La température de fusion du fer (1570°C) supérieure à celle du cuivre (1083°C) entraîne une déperdition d'énergie pour l'alliation et la création des courants de convection. Par contre, le fer présente une meilleur absorptivité au faisceau CO<sub>2</sub> que le cuivre (p 22).

Dans le *Tableau III.4*, nous avons regroupé les principaux résultats pour les autres alliages. Jusqu'à ces teneurs maximales, les différents cordons ne présentent pas de porosité ou d'hétérogénéité de mélange. Comme pour le cuivre et fer, la température de fusion, la conductivité thermique et la solubilité influe sur la quantité maximale en élément d'apport (*Tableau III.4*).

Eléments	Température	Conductivité	Système	Coordinence	Rayon	Teneur max.	Teneur max.
	de fusion	thermique	cristallin		atomique	dans l'alliage	dans l'alliage
Unité	(°C)	$(W.m^{-1}.K^{-1})$	T ambiante	-	nm	(wt.%)	(at.%)
Al	660	210	C.F.C.	12	0,143	-	-
Cu	1083	401	C.F.C.	12	0,128	43	24
Co	1495	100	Hexagonal	12	0,125	30	16,5
Cr	1857	94	C.C.	8	0,129	24	13,5
Fe	1535	80	C.C.	8	0,126	28	16
Mo	2617	138	C.C.	8	0,140	27	10
Ni	1453	91	C.F.C.	12	0,125	18	9
Si	1415	163	Diamant	4	0,117	58	58
Sn	232	63	Tétragonal	8	0,158	22	7

Tableau III.4 : prédépôts utilisés, teneurs maximales en éléments d'alliage et caractéristiques thermiques [ASM92].

Malgré une bonne homogénéité microscopique, certains alliages à teneur élevée révèlent une microstructure différente entre le sommet du cordon et l'interface avec le substrat. Ce phénomène est illustré par la *Figure III.7* dans le cas du système Al-Co à 21% Co. A l'interface, la croissance du précipité primaire est aciculaire pour devenir équiaxe vers le sommet du cordon (*Figure III.7*). Ce phénomène n'est pas dû à un mauvais brassage mais à l'évolution de la vitesse de solidification (*Vs*) et du gradient thermique (*G*) pendant le traitement, ainsi qu'à la forme des composés intermétalliques. Cette vitesse est nulle à l'interface et augmente vers une valeur maximale à la fin du refroidissement, c'est-à-dire à la surface du cordon. Par opposition, le gradient thermique est élevé prés de l'interface et relativement faible vers le sommet. Ce type de solidification privilégie donc une croissance colonnaire pour certains composés au début du refroidissement, pour devenir équiaxe vers la fin (*Figure I.17* <sup>IGAU99]</sup>). Un tel phénomène est observable pour les alliages Al-Co (Co >

21%), Al-Fe (15 <% Fe < 24) et Al-Mo (Mo > 15%). En conséquence, dans le reste de cette étude, nous ne prendrons pas en compte l'interface du cordon hormis si le matériau y présente des fissures. Les micrographies qui suivent concernent donc une zone de 400-500  $\mu$ m au dessus de l'interface.



Figure III.7 : Macrographie et micrographies d'un alliage Al-Co contenant 21% Co.

#### III.4.2. Alliages ternaires

Selon la même technique, vingt-cinq alliages ternaires Al-Cu-Fe ont été réalisés avec des teneurs variant de 0 à 40% Cu et de 0 à 25% Fe. Pour ces valeurs, les cordons sont exempts de porosités et de fissures (*Figure III.6*). L'ajout de cuivre dans les alliages Al-Fe permet d'améliorer l'homogénéité des dépôts, lorsque la quantité de fer n'excède pas celle du cuivre dans un rapport 1,5. Pour des valeurs supérieures, nous constatons l'apparition de gouttes de fer partiellement fondues dans le fond des cordons. De même, pour les alliages Al-Cu-Co, plusieurs cordons ont été réalisés avec des teneurs en cuivre variant de 0 à 40% et de 0 à 20% en cobalt. Ces alliages ne présentent pas de porosités ou de fissures mais des hétérogénéités de brassage sont relevées lorsque la quantité d'éléments d'apport est trop importante (Cu + Co > 40%).

# III.5. Analyse de la microstructure : résultats et discussion

Cette partie est consacrée à l'analyse microstructurale des différents alliages de surface obtenus et appartenant aux systèmes binaires Al-Cu, Al-Co, Al-Cr, Al-Fe, Al-Mo, Al-Ni, Al-Si, Al-Sn et ternaires Al-Cu-Fe, Al-Cu-Co. Afin de comprendre les mécanismes de solidification et de formation des phases, chaque alliage de composition donnée est systématiquement comparé à son homologue dans le diagramme d'équilibre correspondant et analysé par diffraction des rayons X. Les cordons ont ensuite subi un recuit d'homogénéisation effectué à 480°C pendant 24 heures à atmosphère non contrôlée. L'objectif de celui-ci est, à une température inférieure à celle de l'eutectique (548°C pour l'alliage Al-Cu), de permettre la diffusion du soluté. L'alliage est replacé en condition d'équilibre thermodynamique par un refroidissement lent. Une étude des microstructures et des caractéristiques mécaniques du cordon, détaillée au chapitre suivant (p 105), est ensuite réalisée.

## III.5.1. Alliages aluminium - cuivre

Pour les alliages Al-Cu, les phases formées et identifiées par diffraction de rayons X (*Figure III.8*) sont présentées sur les micrographies de la *Figure III.9*.



**Figure III.8** : Spectres de diffraction des rayons X ( $\theta$  = Al<sub>2</sub>Cu): a) Al 7% Cu, b) Al 40% Cu.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement



**Figure III.9 :** Micrographies des alliages de surface à différentes teneurs en cuivre, zone riche en aluminium du diagramme Al-Cu.

Une microstructure hypoeutectique, conforme au diagramme de phases Al-Cu <sup>[MAS86]</sup>, existe jusqu'à 24% Cu (*Figure III.9.a*). Il s'agit de dendrites blanches de solution solide primaire d'aluminium (*Al*) sur un fond eutectique plus foncé ((*Al*) +  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu). La proportion d'eutectique croît progressivement avec la quantité de cuivre, tandis que la phase (*Al*) disparaît. La microstructure eutectique est seule présente entre 27 et 37% Cu (zone grisée du diagramme Al-Cu de la *Figure III.9*, micrographie présentée sur la *Figure III.9.b*), tandis qu'elle n'existe qu'à 32% Cu à l'équilibre. Cette différence peut être expliquée par la solidification rapide (10<sup>4</sup> à 10<sup>5</sup> K.s<sup>-1</sup> <sup>[BON89]</sup>) du cordon qui ne laisse pas le temps à la phase primaire (*Al*) de croître normalement. Liu *et al.* <sup>[LIU95]</sup> ont illustré ce phénomène par l'élargissement des zones d'existence de phases sur le diagramme binaire Al-Cu. Finalement, de 37 à 40% de cuivre, les échantillons présentent une microstructure hypereutectique (*Figure III.9.c*) : précipités  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu possèdent une croissance privilégiée selon des directions orthogonales, une forme tétragonale compacte et une taille relativement faible (5-10 µm). Quelle que soit la teneur en cuivre, les phases identifiées en XRD correspondent à celles du

diagramme d'équilibre : présence de *(Al)* et  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu (*Figure III.8*). Au cours de l'alliation de l'aluminium par le cuivre, la solidification rapide due au traitement laser génère des phases similaires à celles du diagramme d'équilibre.

La *Figure III.10* illustre les microstructures obtenues après un recuit à 480°C pendant 24h. Pour toutes ces teneurs, il persiste des grains  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu sur un fond d'aluminium (*Al*). Les grains  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu grossissent progressivement avec la teneur en cuivre mais la microstructure classique (grains primaires (*Al*) + eutectique) a disparu. Le cuivre diffuse pour former des précipités plus gros et l'eutectique (*Al*) +  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu se réorganise par coalescence avec les grains primaires (*Figure III.10.a et Figure III.10.b*). Après ce recuit, il ne reste donc plus que ces deux phases grossières. Dans le cas de l'alliage à 40% Cu, les phases  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu grossissent mais leur forme tétragonale subsiste (*Figure III.10.c*). Ce point semble important pour la stabilité thermique des propriétés mécaniques.



**Figure III.10 :** Evolution des phases Al-Cu après recuit (24h – 480°C) pour différentes teneurs en cuivre : (a) 10%, (b) 27%, (c) 40%.

#### III.5.2. Alliages aluminium - cobalt

Les microstructures des alliages Al-Co sont présentées sur la *Figure III.11* avec leur position correspondante sur le diagramme d'équilibre <sup>[MAS86]</sup>. Jusqu'à 3% Co, l'alliage est eutectique ((Al) + Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub>, *Figure III.11.a*). Au dessus de cette valeur et jusqu'à 25% Co, la microstructure hypereutectique est composée de précipités primaires Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub>, de dendrites d'aluminium proeutectique et de l'eutectique ((Al) + Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub>) (*Figure III.11.b*, *Figure III.11.c* et *Figure III.11.d*). La diffraction des rayons X confirme ce résultat par l'identification des phases (*Al*) et Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> (*Figure III.12*). La présence simultanée des deux phases primaires (*Al*) et Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> est en désaccord avec le diagramme d'équilibre ; le même phénomène est observé

pour les alliages Al-Fe (p 86), Al-Ni (p 91) et Al-Si (p 93). La croissance des composés intermétalliques Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> se fait sous la forme d'aiguilles discontinues dirigées selon le sens de la solidification. A 8% Co, la densité de ces précipités est faible et leur longueur est importante (50-100  $\mu$ m) (*Figure III.11.b*). Lorsque la teneur en cobalt augmente, les aiguilles se densifient pour former un ensemble de petits précipités équiaxes (50-100  $\mu$ m) (*Figure III.11.d*).



Figure III.11 : Micrographies des alliages de surface à différentes teneurs en cobalt, diagramme binaire Al-Co.

A 29% Co, l'observation par microscopie optique révèle l'apparition d'une nouvelle phase précipitant sous la forme de longues aiguilles foncées (*Figure III.11.e*). Cette dernière est entourée par un autre précipité dont la couleur est proche de Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub>. En raison de la proximité des raies, l'analyse XRD ne permet pas l'identification de ce nouveau composé  $Al_xCo_y$ : il peut s'agir des phases  $Al_{13}Co_4$ ,  $Al_3Co$  ou  $Al_5Co_2$ , ces trois composés se situant entre 42 et 46% Co. En considérant la présence de transformations péritectiques à 970° et 1093°C, nous pouvons dire que le cœur de ces aiguilles est vraisemblablement composé de  $Al_xCo_y$  se solidifiant le premier et entouré par la phase  $Al_9Co_2$ , nécessitant moins de cobalt et une température de solidification inférieure.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement



Figure III.12 : Spectre de diffraction des rayons X pour Co = 8% :  $\Box$  = Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub>.

Après le recuit d'homogénéisation, nous constatons que l'eutectique s'est réorganisé par coalescence dans tous les cordons. Pour les compositions eutectiques, la microstructure est alors composée de fins précipités globulaires Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> (< 2-3  $\mu$ m) sur un fond d'aluminium blanc (*Figure III.13.a*). Concernant les alliages hypereutectiques, les composés primaires Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> ont subsisté malgré une légère érosion de leur surface par diffusion du cobalt vers la matrice (*Figure III.13.b* et *Figure III.13.c*). Avant le recuit, cette matrice était composée de dendrites (*Al*) et d'un fin eutectique, elle est maintenant formée de petits précipités Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> sur un fond d'aluminium proeutectique. A 29% Co, l'alliage a retrouvé un état d'équilibre thermodynamique. En effet, les précipités Al<sub>x</sub>Co<sub>y</sub> ont libéré le cobalt pour former un agrégat de phases Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> avec la présence de (*Al*) aux joints de grains. Cette nouvelle microstructure est devenue très fragile car l'alliage ainsi traité présente de nombreuses fissures sous des sollicitations mécaniques légères (préparation métallographique). Cette fois ci, le recuit semble intéressant pour préserver les propriétés mécaniques mais la quantité de cobalt ne doit pas être trop importante pour éviter la formation d'un alliage peu ductile.



**Figure III.13**: Evolution des phases Al-Co après recuit (24h – 480°C) pour différentes teneurs en cobalt : (a) 3%, (b) 9%, (c) 14%, (d) 30%.

Dans le cas du système Al-Cr, la limite de l'expérimentation est de 23% Cr. La microstructure est composée d'un réseau de précipités aciculaires sur un fond d'eutectique ((Al) + eutectique) conformément au diagramme d'équilibre <sup>[MAS86]</sup>. L'identification de ce précipité aciculaire a été réalisée par diffraction des rayons X dont les spectres sont illustrés sur la *Figure III.14.* A 8%, cette analyse indique la présence de la phase Al<sub>3</sub>Cr (*Figure III.14.a*) ou couramment désignée par Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> sur le diagramme d'équilibre (*Figure III.15*). A 24% (*Figure III.14.b*), cette même analyse révèle la phase Al<sub>86</sub>Cr<sub>14</sub> dont la composition est proche de Al<sub>7</sub>Cr. La différence entre les mesures XRD peut être attribuée à une certaine incertitude sur la composition exacte des différentes phases Al-Cr dans la zone riche en aluminium <sup>[ASM92]</sup>, les précipités Al<sub>7</sub>Cr, Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> et Al<sub>4</sub>Cr étant proches sur le diagramme d'équilibre (500 K.s<sup>-1</sup>), plusieurs auteurs <sup>[VEN70, ICH71]</sup> ont observé la disparition de la réaction péritectique Liq + Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub>  $\rightarrow$  Al<sub>7</sub>Cr, les phases Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> et/ou Al<sub>4</sub>Cr pouvant être rencontrées dans des alliages qui contiennent seulement (*Al*) + Al<sub>7</sub>Cr à l'équilibre. Par simplicité, le précipité observé dans les cordons Al-Cr sera nommé Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> dans le reste de ce travail.



**Figure III.14** : Spectres de diffraction des rayons X ( $\blacklozenge$  = Al<sub>5</sub>Cr,  $\blacksquare$  = Al<sub>86</sub>Cr<sub>14</sub>): a) 8% Cr, b) 24%Cr.

La matrice entourant ces précipités est majoritairement constituée d'aluminium proeutectique blanc contenant sans doute une certaine quantité de chrome en solution solide. Dans le cas de dépôt obtenu par injection de chrome dans l'aluminium refondu par laser,

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Almeida *et al.*<sup>[ALM95-1, ALM95-2]</sup> ont ainsi constaté une augmentation de la solubilité du chrome dans l'aluminium attribuée à la solidification rapide : 1,3 wt.% au lieu de 0,1 wt.%. Cette même observation a été effectuée par Berdersky *et al.* <sup>[BEN86]</sup> dans le cas de solidification rapide par la technique du pistolet (sursaturation de 5-6 at.% Cr).



**Figure III.15 :** Micrographies des phases présentes dans l'alliage de surface à différentes teneurs en chrome - diagramme binaire Al-Cr.

Durant notre expérimentation, la microstructure hypoeutectique n'est pas observée contrairement aux systèmes Al-Cu ou Al-Co, la quantité de chrome prédéposée étant trop importante et la teneur du point eutectique étant faible  $(0,5\% \ ^{[MAS86]})$ . A 9% Cr, les précipités Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> croissent sous forme de longues aiguilles (50-80 µm) avec des ramifications très denses des dendrites secondaires qui se développent perpendiculairement aux phases primaires (*Figure III.15.a*). Lorsque la quantité de chrome augmente, le réseau d'aiguilles se densifie et les ramifications secondaires n'ont pas l'espace suffisant pour croître normalement (*Figure III.15.b*). A partir de 19% Cr, les précipités Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> présentent à nouveau une croissance aciculaire prononcée avec la formation de longues aiguilles (50-100 µm) beaucoup

plus larges (*Figure III.15.c*). Pour toutes ces teneurs, les dendrites primaires sont dirigées selon le sens du refroidissement : de l'interface vers le sommet du cordon.

Après le recuit d'homogénéisation, l'observation microscopique révèle une réorganisation par coalescence de l'eutectique. A 4% Cr (*Figure III.16.a*), la microstructure présente un fin eutectique conforme à l'état d'équilibre. Durant le recuit, le chrome piégé pendant la solidification rapide est libéré de l'aluminium proeutectique et diffuse pour former une phase plus stable. Ce même phénomène est observé pour tous les alliages Al-Co. Par opposition, les phases primaires  $Al_{11}Cr_2$  ne sont pas ou peu affectées par le recuit. Ces dernières conservent leur forme et leur croissance aciculaire, cependant, un léger front de diffusion peut être observé sur la périphérie des aiguilles (*Figure III.16.b* et *Figure III.16.c*).



**Figure III.16 :** Evolution des phases Al-Cr après recuit (24h – 480°C) pour différentes teneurs en chrome : (a) 4%, (b) 11%, (c) 19%.

#### III.5.4. Alliages aluminium - étain

Comparés aux autres alliages étudiés dans ce travail, le système aluminium-étain comme Al-Si ne possède pas de composés intermétalliques (*Figure III.17*). Cependant selon la littérature, il offre de bonnes propriétés de frottement et d'usure. La nuance la plus utilisée est A-E6UN correspondant à 6% Sn, moins de 1% Cu et 1% Ni, le nickel et le cuivre améliorant les propriétés mécaniques à froid et à chaud. L'étain est, quant à lui, très peu soluble dans l'aluminium (0,12% Sn à 600°C <sup>[MAS86]</sup>). La microstructure de cet alliage présente donc des nodules d'étain finement répartis, lui confiant de bonnes propriétés de frottement. Une distribution homogène de ces particules au sein de la matrice d'aluminium nécessite une vitesse de refroidissement élevée <sup>[MAS86]</sup>. Pour ces raisons, des cordons Al-Sn ont été réalisés avec des teneurs en étain allant jusqu'à 22%. La *Figure III.17*, illustre les microstructures pour différentes teneurs en étain. A 8% Sn (*Figure III.17.a*), l'alliage est

composé d'un fond d'aluminium *(Al)* avec la précipitation de fins globules (< 1 µm) de ( $\beta$ -Sn). Certaines zones de l'alliage présentent des joints de grains dirigés dans le sens de la solidification. Lorsque la quantité d'étain croît, le nombre des précipités ( $\beta$ -Sn) reste stable, cependant, leur dimension augmente : 2-3 µm pour 18% Sn (*Figure III.17.b*) et 5-10 µm pour 22% Sn (*Figure III.17.c*).



Figure III.17 : Micrographies des alliages de surface à différentes teneurs en étain, diagramme binaire Al-Sn.

## III.5.5. Alliages aluminium - fer

Les micrographies de la *Figure III.18* présentent les alliages aluminium-fer obtenus. Au-dessus de 7%, ces alliages ont une microstructure composée de précipités primaires et aciculaires  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe, de dendrites blanches et colonnaires (*Al*) et d'un fin eutectique ((*Al*) +  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe). La précipitation de ces différents composés est vérifiée par diffraction des rayons X (*Figure III.19*) et corrobore les travaux de Tomlinson *et al.* <sup>[TOM94, TOM95]</sup>. Cependant, cette microstructure est en désaccord avec le diagramme d'équilibre de la *Figure III.18* <sup>[MAS86]</sup> car les phases primaires (*Al*) et  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe sont observées en même temps (*Figure III.18.c*). Ce phénomène peut être attribué à la grande vitesse de solidification de l'alliage durant le traitement laser qui fige la diffusion lors de la formation des phases. Ainsi, pendant la croissance des aiguilles  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe, le fer diffuse vers ce précipité formant une zone riche en aluminium autour de lui. Lors d'une solidification à l'équilibre, cette zone s'enrichit à nouveau en fer par diffusion de l'eutectique voisin qui est encore à l'état liquide. Dans le cas d'un refroidissement rapide, cette dernière opération est rendue impossible par la solidification de l'ensemble de la microstructure. Un tel phénomène a été observé par Pei *et al.* [PE100] dans les alliages Al-Si obtenus par rechargement laser.



Figure III.18 : Micrographies des alliages de surface à différentes teneurs en fer, diagramme binaire Al-Fe.

Comme nous pouvons constater sur la *Figure III.18*, la proportion de phase primaire augmente avec la teneur en fer au détriment de l'eutectique. A 28% Fe (*Figure III.18.a*), l'eutectique a presque disparu excepté aux joints de grains ; un ensemble de grains  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe est créé. Entre 24 et 30% Fe, l'analyse XRD révèle la présence supplémentaire de la phase métastable Al<sub>6</sub>Fe (*Figure III.19*). D'après Richmond *et al.* <sup>[RIC82]</sup>, cette phase métastable est présente dans l'eutectique.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement



**Figure III.19 :** Spectre de diffraction des rayons X pour 24% Fe ( $\lambda$  : Al<sub>3</sub>Fe).

Pour des teneurs supérieures à 20% Fe, les alliages Al-Fe montrent des macrofissures et des hétérogénéités à l'interface du cordon. Le mauvais brassage du bain crée des zones plus riches en fer formant de nouveaux composés intermétalliques (possibilité d'apparition de µ-Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> et v-FeAl<sub>2</sub>) très dures (800-1000 HV<sub>0,2</sub> [MON76]). L'interface est souvent hétérogène car les gouttes de métal partiellement fondues y tombent par gravité. La solidification du bain liquide crée alors des contraintes qui brisent les phases les plus fragiles : localisées à l'interface, elles sont générées par la différence de dilatation entre le cordon et le substrat <sup>[LIU95]</sup>. La conjugaison des deux phénomènes explique la présence de fissures à l'interface. De plus, certains précipités  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe présentent des microfissures induites en phase liquide : la matrice aluminium/eutectique est encore liquide (Figure III.18.c). Ce phénomène s'explique par la solidification de la matrice (660°C pour l'aluminium et 652°C pour l'eutectique) qui crée des contraintes thermiques pouvant briser les précipités  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe déjà solides (1150°C). Quand les deux phases sont solides, une fissuration peut se produire par la persistance des contraintes thermiques après la solidification du cordon. Cette fracture est privilégiée par la forme aciculaire et la longueur importante de ces précipités (50-200 µm). Ce comportement fragile est important, en particulier pour la compréhension des mécanismes d'usure (p 140).

Après recuit, pour toutes les teneurs en fer, aucune différence n'est observée, excepté à 7% Fe où le fer des aiguilles  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe a diffusé pour former un fin eutectique grisé (*Figure III.20.a*). Au-dessus de cette valeur, l'eutectique s'est réorganisé par coalescence en phases Al<sub>3</sub>Fe globulaires sur une matrice blanche d'aluminium proeutectique (*Figure III.20.b et* 



*Figure III.20.c*). Les aiguilles primaires  $Al_3Fe$  restent inchangées en raison de leur stabilité thermique.

**Figure III.20 :** Evolution des phases Al-Fe après recuit (24h – 480°C) pour différentes teneurs en fer : (a) 7%, (b) 14%, (c) 21%.

#### III.5.6. Alliages aluminium - molybdène

Grâce à des prédépôts de molybdène et d'aluminium, des alliages Al-Mo ont été réalisés avec des proportions en molybdène allant jusqu'à 28%. Pour toutes ces teneurs, la microstructure est toujours hypereutectique : présence d'un précipité primaire aciculaire et d'un fin eutectique grisé (*Figure III.21*). La diffraction des rayons X (*Figure III.22.a et Figure III.22.b*) nous indique que ce composé est la phase  $Al_8Mo_3$  présente à l'équilibre pour des teneurs plus importantes (entre 54 et 62% en masse de molybdène <sup>[MAS86]</sup>). La même analyse révèle également la précipitation du composé  $Al_5Mo$ , principalement sur l'échantillon contenant 22% Mo (*Figure III.22.b*), ce dernier existant à l'équilibre à 42% Mo <sup>[MAS86]</sup>. Cet état métastable peut être attribué à la température relativement basse des réactions (1), (2) et (3) comparées à (4), le refroidissement ne laissant pas le temps aux réactions de basse température de se réaliser.

- (1)  $\text{Liq} + \text{Al}_5\text{Mo} \rightarrow \text{Al}_{12}\text{Mo} (700^\circ) \text{ à } 23\% \text{ Mo} (\text{réaction péritectique})$
- (2) Liq + Al<sub>4</sub>Mo  $\rightarrow$  Al<sub>5</sub>Mo (735°) à 42% Mo (réaction péritectique)
- (3)  $\text{Liq} + \text{Al}_8\text{Mo}_3 \rightarrow \text{Al}_4\text{Mo} (1130^\circ) \text{ à } 47\% \text{ Mo} (\text{réaction péritectique})$
- (4) Liq  $\rightarrow$  Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> (1570°) existant entre 54 et 62% Mo (solidification de la phase Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub>)



Figure III.21 : Micrographies des alliages de surface à différentes teneurs en molybdène, diagramme binaire Al-Mo.

Pour de faibles teneurs en molybdène (Mo < 8%), les composés intermétalliques Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> ont une forme globulaire (diamètre inférieur à 5  $\mu$ m). Néanmoins, certains d'entre eux peuvent précipiter sous la forme de petites aiguilles (5-10  $\mu$ m), comme nous pouvons le constater sur la *Figure III.21.a*. A des teneurs plus élevées, la croissance de ce précipité se fait sous la forme de longues aiguilles (20-50  $\mu$ m) dont la direction est globalement celle du refroidissement (*Figure III.21.b*). A 27% Mo, limite de notre expérimentation, la microstructure est composée d'un ensemble hétérogène de précipités Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> équiaxes et aciculaires (*Figure III.21.c*). L'eutectique est alors observable dans l'espace interdendritique.



**Figure III.22**: Spectres de diffraction des rayons X ( $\diamond = Al_8Mo_3$ ,  $\bullet = Al_5Mo$ ): a) 22% Mo, b) 27%Mo.

Après le recuit d'homogénéisation (*Figure III.23*), les alliages Al-Mo retrouvent un état d'équilibre. En effet, l'analyse XRD indique la présence des composés Al<sub>12</sub>Mo et Al<sub>5</sub>Mo (*Figure III.24*), davantage en accord avec le diagramme d'équilibre pour les concentrations obtenues (*Figure III.21*). L'observation par microscopie optique montre que, lors du recuit, le molybdène a diffusé des aiguilles de Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> vers la matrice aluminium pour former la phase Al<sub>12</sub>Mo plus sombre. Le cœur de ces précipités étant moins riche en molybdène, ce mécanisme provoque la précipitation du composé Al<sub>5</sub>Mo en son sein. Pour de faibles teneurs en molybdène, seule la phase Al<sub>12</sub>Mo est présente (*Figure III.23.a*). Pour des teneurs supérieures à 10% Mo, la microstructure est maintenant composée d'aiguilles Al<sub>5</sub>Mo, entourées par une auréole de Al<sub>12</sub>Mo sur un fond eutectique (*Figure III.23.b et Figure III.23.c*).



**Figure III.23 :** Evolution des phases Al-Mo après recuit (24h – 480°C) pour différentes teneurs en molybdène : (a) 6%, (b) 17%, (c) 28%.



**Figure III.24 :** Spectre de diffraction des rayons X pour 17% Mo après recuit :  $\Rightarrow = Al_{12}Mo$ ,  $\bullet = Al_5Mo$ .

## III.5.7. Alliages aluminium - nickel

Jusqu'à 4% de nickel, le cordon est constitué d'une microstructure hypoeutectique (*Figure III.25.a*) : grains blancs d'aluminium proeutectique et un fin eutectique ((*Al*) + Al<sub>3</sub>Ni eutectique). Entre 4 et 12% Ni, la microstructure eutectique est seule présente (précipités très fins et grisés, *Figure III.25.b*), bien que sa composition d'équilibre soit de 5,7% <sup>[MAS86]</sup>. Comme les alliages Al-Cu, ce phénomène peut être expliqué par la solidification rapide du bain de fusion. Pour une teneur supérieure à 12% Ni (*Figure III.25.c*), l'alliage est hypereutectique : précipités primaires Al<sub>3</sub>Ni + eutectique. Nous remarquons en revanche que certaines phases Al<sub>3</sub>Ni sont entourées par une auréole d'aluminium proeutectique blanc. Comme les alliages Al-Fe et Al-Co, la diffusion du nickel de l'eutectique vers la périphérie des phases Al<sub>3</sub>Ni a été stoppée par la solidification rapide du cordon, créant une zone pauvre en nickel. Selon les travaux de Tonejc *et al.* <sup>[TON70]</sup>, la phase (*Al*) peut contenir une grande quantité de nickel en solution solide. En effet, lors de refroidissements rapides (10<sup>5</sup> à 10<sup>8</sup> K.s<sup>-1</sup>), les auteurs ont observé que la limite de solubilité du nickel dans l'aluminium pouvait être étendue de 0,1 at.% jusqu'à 7,7 at.% (14 wt.%).

Pour des teneurs en nickel comprises entre 11 et 15%, la croissance des composés Al<sub>3</sub>Ni est globalement équiaxe. Au dessus de 15% Ni et jusqu'à 23% Ni, limite de notre expérimentation, cette croissance devient aciculaire (*Figure III.25.c*). Cependant, contrairement aux alliages Al-Cr ou Al-Fe, les aiguilles ne sont pas continues. Elles sont

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

plutôt formées d'un agrégat de petits précipités équiaxes (2-5  $\mu$ m) orientés selon la direction de solidification.



Figure III.25 : Micrographies des alliages de surface à différentes teneurs en nickel, diagramme binaire Al-Ni.

Pour les compositions hypoeutectiques et eutectiques (Ni < 12%), l'effet du recuit d'homogénéisation est comparable à celui des alliages Al-Cu. La microstructure est réorganisée par coalescence pour former un ensemble de petits précipités Al<sub>3</sub>Ni (< 2  $\mu$ m) sur un fond d'aluminium blanc (*Figure III.26.a*). Par contre, pour les teneurs hypereutectiques, les phases primaires Al<sub>3</sub>Ni sont très peu affectées par le recuit (*Figure III.26.b* et *Figure III.26.c*). L'observation par microscopie optique indique juste une légère décomposition des aiguilles par diffusion du nickel vers la matrice eutectique. De même que les alliages hypoeutectiques, l'eutectique est réorganisé par coalescence vers une microstructure plus stable : (*Al*) + Al<sub>3</sub>Ni globulaire.



**Figure III.26 :** Evolution des phases Al-Ni après recuit (24h – 480°C) pour différentes teneurs en nickel : (a) 3%, (b) 12%, (c) 23%.

#### III.5.8. Alliages aluminium - silicium

En fonction de la teneur en silicium, la microstructure est hypoeutectique ou hypereutectique. La Figure III.27.a présente une micrographie d'un alliage contenant 12% Si. Cet alliage est composé de dendrites blanches d'aluminium et d'un fin eutectique gris. Pour cette quantité de silicium, nous ne retrouvons pas un eutectique conformément au diagramme d'équilibre. Cette différence peut être expliquée par la solidification rapide caractérisant les procédés laser : les zones d'existence des phases sont modifiées et l'eutectique est décalé vers le côté silicium du diagramme <sup>[TOM90]</sup>. La composition eutectique est observable entre 14 et 18% Si. Ce dernier résultat est en accord avec les travaux de Tomlinson et al. [TOM90]. Pour une teneur supérieure à 18% Si, l'alliage hypereutectique est composé de précipités primaires (Si) entourés d'auréoles dendritiques (Al) et d'un fin eutectique Al + Si (Figure III.27.b, Figure III.27.c et Figure III.27.d). Pei et al. [PEI00] ont attribué la présence de ces dendrites (Al) (en désaccord avec l'état d'équilibre) à la grande vitesse de solidification du cordon, figeant la diffusion du soluté lors de la formation des phases. Ce comportement est similaire à celui des alliages Al-Co (p 80), Al-Fe (p 86) et Al-Ni (p 91) observés précédemment. En outre, il est davantage prononcé avec l'augmentation de la teneur en silicium car la formation des précipités (Si) nécessite plus de silicium. Pour les compositions hypereutectiques, la croissance des précipités compactes de (Si) est équiaxe pour de faibles teneurs en silicium (*Figure III.27.b*), sous forme d'étoiles équilatérales de 3 à 5 branches pour 37 < % Si < 52 (Figure III.27.c) et sous forme de grosses aiguilles jusqu'à 58% Si, limite de notre expérimentation (Figure III.27.d).



Figure III.27 : Micrographies des alliages de surface à différentes teneurs en silicium, diagramme binaire Al-Si.

La *Figure III.28* présente ces microstructures après recuit d'homogénéisation. Comme le système Al-Cu, les microstructures hypoeutectiques et eutectiques, ainsi que la matrice des compositions hypereutectiques se sont réorganisées par coalescence. Le résultat est un ensemble de petits précipités (*Si*) (< 5  $\mu$ m) sur un fond d'aluminium blanc (*Figure III.28.a*). Le fin eutectique grisé, ainsi que les auréoles dendritiques (*Al*) entourant les précipités (*Si*) ont disparu. Néanmoins, les phases primaires (*Si*) ont conservé leur forme et leur taille (*Figure III.28.b*, *Figure III.28.c* et *Figure III.28.d*).



**Figure III.28 :** Evolution des phases Al-Si après recuit (24h – 480°C) pour différentes teneurs en silicium : (a) 12%, (b) 23%, (c) 47%, (d) 58%.

## III.5.9. Alliages ternaire aluminium – cuivre – fer

La *Figure III.29* met en correspondance les alliages Al-Cu-Fe obtenus avec le diagramme ternaire dans sa zone riche en aluminium <sup>[FAU93]</sup>. Les aires grisées représentent les zones d'alliage où les microstructures sont similaires.



**Figure III.29 :** Micrographie des alliages obtenues en fonction de leurs teneurs ( $\theta$  : Al<sub>2</sub>Cu,  $\lambda$  : Al<sub>3</sub>Fe,  $\alpha$  : Al<sub>82</sub>Cu<sub>4</sub>Fe<sub>14</sub> et  $\omega$  : Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe). Correspondance avec le diagramme ternaire aluminium – cuivre – fer (zone riche en aluminium à température ambiante [FAU93]).

En plus des résultats déjà vus pour les alliages binaires (*Figure III.29.a, l, g* et h), l'addition simultanée de cuivre et de fer mène à quatre microstructures différentes.

- Pour de faibles teneurs en cuivre (0 < % Cu < 15) et fer (0 < % Fe < 6), l'alliage est composé de dendrites primaire (Al) + eutectique (Figure III.29.i).</li>
- Pour de faibles proportions de cuivre (0 < % Cu < 15) et d'importantes quantités de fer (8 < % Fe < 22), la microstructure est constituée de composés primaires λ-Al<sub>3</sub>Fe, de dendrites (*Al*) et d'un eutectique (*Figure III.29.b*). Malgré la présence de cuivre, La phase λ-Al<sub>3</sub>Fe précipite en longues aiguilles comme dans le cas des alliages Al-Fe (*Figure III.29.l*). De plus, l'analyse par diffraction des rayons X ne révèle pas la phase α-Al<sub>82</sub>Cu<sub>4</sub>Fe<sub>14</sub> prévue par le diagramme d'équilibre thermodynamique (*Figure III.29*).
- Pour une forte teneur en cuivre (35 < % Cu < 42) et une faible en fer (5 < % Fe < 13), la microstructure identifiée par XRD (*Figure III.30.a*) est composée de  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu primaire, de  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe primaire et d'un eutectique. La phase  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe précipite en aiguilles pour des teneurs en fer comprises entre 8 et 13% (*Figure III.29.b*). Pour une plus faible quantité de fer (5 < % Fe < 8), ce composé prend une forme équiaxe (*Figure III.29.f*). Pour toutes ces teneurs, la phase primaire  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu conserve sa forme blanche et tétragonale, comme les alliages Al-Cu hypereutectiques.



**Figure III.30 :** Spectres de diffraction des rayons X pour deux alliages Al-Cu-Fe (%) : a) 35 Cu 13 Fe, b) 17 Cu 26 Fe. (Al) : aluminium,  $\theta$  : Al<sub>2</sub>Cu,  $\omega$  : Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe.

• Pour de fortes concentrations en cuivre (20 < % Cu < 30) et en fer (10 < % Fe < 20), l'alliage est composé de  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe primaire (aiguilles) et d'un eutectique (*Figure III.29.c* et *Figure III.29.d*). Pour ces teneurs, l'analyse par diffraction des rayons X illustrée par la *Figure III.30.b* révèle la précipitation supplémentaire de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, ce composé étant sans doute présent dans l'eutectique. Ce résultat est en contradiction avec le diagramme d'équilibre car pour la zone (*Al*) +  $\omega$  +  $\alpha$ , la phase  $\alpha$ -Al<sub>82</sub>Cu<sub>4</sub>Fe<sub>14</sub> est absente alors que le précipité  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu est observable.

## III.5.10. Alliages ternaire aluminium – cuivre – cobalt

Les alliages Al-Cu-Co obtenus par prédépôt sont présentés sur la *Figure III.31* par rapport à leurs positions sur le diagramme d'équilibre <sup>[ASM92]</sup>. Avec l'addition d'un seul élément, la microstructure est hypoeutectique jusqu'à 24% dans le cas du cuivre (*Figure III.31.k*) et 3% pour le cobalt (*Figure III.31.a*). L'apparition des composés intermétalliques primaires Al<sub>2</sub>Cu ou Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> est observable à partir de 37% Cu (*Figure III.31.i*) et 3% Co (*Figure III.31.b* et *Figure III.31.d*).

Avec l'addition conjointe de cobalt et de cuivre, trois types de microstructure sont observables :

- <u>Pour de faibles teneurs en cobalt (0 <% Co < 3) et en cuivre (0 <% Cu < 20)</u>, la microstructure est principalement hypoeutectique, composée de dendrites d'aluminium (*Al*) et d'un fin eutectique dans l'espace interdendritique (*Figure III.31.k*). Quelques précipités primaires Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> sont néanmoins observables dans ces alliages, cependant leur nombre et leur taille sont trop faibles pour classer cette microstructure dans la catégorie hypereutectique.
- Pour une teneur supérieure à 3% Co et pour des teneurs en cuivre inférieures à 30%, la microstructure est composée de longues aiguilles Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> sur un fond de dendrites (*Al*) et d'eutectique (*Figure III.31.e*, *Figure III.31.f* et *Figure III.31.g*). L'analyse XRD réalisée sur ces alliages confirme cette observation par la présence des phases (*Al*) et Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> mais aussi du composé intermétallique Al<sub>2</sub>Cu (*Figure III.32.a*). Pour ces compositions, la phase θ-Al<sub>2</sub>Cu peut précipiter dans l'eutectique.



**Figure III.31 :** Micrographie des alliages obtenues en fonction de leurs teneurs. Correspondance avec le diagramme ternaire aluminium – cuivre – cobalt (zone riche en aluminium à température ambiante [ASM92]).

Pour de fortes teneurs en cobalt (Co > 7%) et en cuivre (Cu > 30%), la microscopie optique met en valeur les composés intermétalliques Al<sub>2</sub>Cu et Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> entourés par un eutectique foncé (*Figure III.31.b*). La forte intensité des pics de diffraction de ces deux composés par rapport à celui de l'aluminium confirme ce résultat (*Figure III.32.b*). Contrairement aux microstructures précédentes, la forme des précipités Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> est équiaxe. La phase primaire Al<sub>2</sub>Cu conserve quant à elle sa géométrie caractéristique.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement



**Figure III.32 :** Spectres de diffraction de rayons X pour deux alliages Al-Cu-Co (%) : a) 13 Cu 7 Co, b) 34 Cu 9 Co. (Al) : aluminium,  $\theta$  : Al<sub>2</sub>Cu, o : Al<sub>9</sub>Cu<sub>2</sub>.

## III.5.11. Discussion

Bien que pour les alliages d'aluminium obtenus sous faisceau laser, la solidification soit très rapide avec des vitesses de refroidissement de l'ordre de  $10^5 - 10^6$  K.s<sup>-1</sup> [BON89], les microstructures sont globalement en accord avec les diagrammes d'équilibre. Nous pouvons citer en exemple les alliages Al-Cu (*Figure III.9*), Al-Co (*Figure III.11*) ou Al-Cu-Fe dans la zone riche en cuivre de notre expérimentation (*Figure III.29*). De même, les différents composés intermétalliques obtenus correspondent en majorité à ceux de l'équilibre : Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>3</sub>Fe ou Al<sub>3</sub>Ni par exemple. Cependant, nous pouvons constater trois phénomènes hors équilibres :

- Elargissement ou décalage de certaines zones d'existences de phases
- Présence de composés ou de microstructures métastables
- Précipitation de phases existant à des teneurs de soluté bien supérieures à la teneur moyenne de l'alliage.

#### a) Elargissement ou décalage de certaines zones d'existences de phases

La première constatation est rencontrée dans les alliages ayant une transformation eutectique à une teneur supérieure à 5%; elle est particulièrement observable dans les systèmes Al-Cu, Al-Ni et Al-Si. En effet, la précision de notre expérimentation n'est pas suffisante pour observer ce mécanisme à des proportions inférieures (cas des systèmes Al-Cr, Al-Co, Al-Fe et Al-Mo). Pour l'alliage Al-Cu, nous avons ainsi noté une microstructure

100

cette microstructure est présente entre 14 et 18% Si pour l'alliage Al-Si (12% Si à l'équilibre). Ce phénomène peut être expliqué par la solidification rapide du matériau : le soluté n'a alors pas le temps nécessaire pour diffuser et ajuster ainsi les potentiels chimiques des deux phases en contact (*(Al)* et eutectique par exemple).

En augmentant la vitesse de solidification, le soluté est capté par l'interface entre les deux phases, au lieu d'être rejeté dans le liquide. A haute vitesse, il peut être totalement piégé. Dans ce cas extrême, les compositions du solide et du liquide sont identiques. Sur le diagramme d'équilibre, ce mécanisme s'illustre par le resserrement de la température du liquidus et du solidus autour de la température  $T_0$  comme l'expliquent Gaumann *et al.* <sup>[GAU99]</sup>. En conséquence, les différents composés primaires (*(Al), (Si)* ou  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu) n'ont pas le temps de croître normalement, entraînant un élargissement des zones de phase, un éventuel décalage et une sursaturation de la solution solide *(Al)*. Cette dernière a été rencontrée par plusieurs auteurs <sup>[BEN86, TON70]</sup> dans le cas de solidification rapide par la technique du pistolet ou par trempe sur roue. Pour l'alliage Al-Cu, ce phénomène peut être représenté par la *Figure III.33*. La ligne  $T_0$  correspond à la composition où la courbe d'énergie libre du solide coupe celle du liquide aux différentes températures.



Figure III.33 : Exemple d'un diagramme hors équilibre Al-Cu pour la zone riche en aluminium.

#### b) Présence de composés ou de microstructures métastables

Les précipités métastables sont observables dans les systèmes Al-Fe et Al-Cr. Il s'agit des composés intermétalliques respectifs Al<sub>6</sub>Fe (*Figure III.19*) et Al<sub>86</sub> Cr<sub>14</sub> (*Figure III.14*). La formation de ces phases est complexe : nous pensons que le réseau cristallin de l'aluminium proeutectique est désorganisé par une sursaturation excessive et qu'il essaye de retrouver un état de quasi-équilibre en formant ces phases métastables.

De même, les alliages Al-Co, Al-Fe, Al-Ni et Al-Si ont une microstructure hypereutectique métastable : présence de précipités primaires (Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub>, Al<sub>3</sub>Fe, Al<sub>3</sub>Ni ou *(Si)*) entourés par une auréole d'aluminium proeutectique et un eutectique. Cette microstructure est observable sur les *Figure III.11*, *Figure III.18*, *Figure III.25* et *Figure III.27*. Elle est en désaccord avec le diagramme d'équilibre car deux phases primaires sont présentes en même temps. Pendant la croissance d'un précipité primaire, les éléments du soluté diffusent vers celui-ci formant alors une zone riche en aluminium. Lors d'une solidification à l'équilibre, cette zone s'enrichit à nouveau en soluté par diffusion du liquide voisin (*Figure III.34.1*). Mais, quand le refroidissement est rapide, cette dernière étape n'a pas lieu à cause de la solidification de l'ensemble de la microstructure, ce qui crée des phases (Al) proeutectiques (*Figure III.34.2*).



**Figure III.34 :** Diffusion lors de la solidification d'un précipité primaire : (1) modèle à l'équilibre selon Phillibert <sup>[PHI98]</sup>, (2) modèle proposé pour la solidification rapide. r : dimension arbitraire du matériau,  $C_{\lambda}$  : teneur en soluté du composé intermétallique primaire  $\lambda$ ,  $C_0$  : teneur moyenne en soluté de l'alliage,  $C_E$  : teneur en soluté de l'eutectique et  $C_{AI}$  : teneur en soluté de la primaire aluminium.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Le mécanisme est accentué dans le cas d'un réseau de précipités. En effet, les champs de diffusion de chaque précipité interférent si bien que la teneur de la matrice devient au bout d'un certain temps inférieure à  $C_0$  (*Figure III.35*).



**Figure III.35 :** Diffusion lors de la solidification de plusieurs précipités primaires. r : dimension arbitraire du matériau,  $C_{\lambda}$  : teneur en soluté du composé intermétallique primaire  $\lambda$ ,  $C_0$  : teneur moyenne en soluté de l'alliage,  $C_E$  : teneur en soluté de l'eutectique et  $C_{AI}$  : teneur en soluté de la primaire aluminium.

## c) Précipitation de phases existant à des teneurs de soluté bien supérieures à la teneur moyenne de l'alliage.

Le dernier état métastable est observé pour les alliages ayant une ou plusieurs transformations péritectiques : Al-Mo et Al-Cu-Fe. Pour le système Al-Mo, ce phénomène peut être attribué à la température relativement basse des réactions péritectiques (1), (2) et (3) comparées à (4), le refroidissement rapide ne laissant pas le temps aux réactions de faibles températures de se réaliser.

- (1) Liq + Al<sub>5</sub>Mo  $\rightarrow$  Al<sub>12</sub>Mo (700°) à 23% Mo (réaction péritectique)
- (2)  $\text{Liq} + \text{Al}_4\text{Mo} \rightarrow \text{Al}_5\text{Mo} (735^\circ) \text{ à } 42\% \text{ Mo} (\text{réaction péritectique})$
- (3) Liq + Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub>  $\rightarrow$  Al<sub>4</sub>Mo (1130°) à 47% Mo (réaction péritectique)
- (4) Liq  $\rightarrow$  Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> (1570°) entre 54 et 62% Mo (solidification de la phase Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub>)

Ce phénomène contribue à la précipitation du composé Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> et Al<sub>5</sub>Mo à la place de Al<sub>12</sub>Mo (*Figure III.24*). Pour les alliages Al-Cu-Fe, il inhibe la formation de la phase  $\alpha$ -Al<sub>82</sub>Cu<sub>4</sub>Fe<sub>14</sub> pour privilégier les composés (*Al*) et Al<sub>3</sub>Fe (*Figure III.30*).

#### d) Finesse de la microstructure

Lors de la solidification d'un métal, la cinétique est décrite par une relation entre la fraction volumique transformée, le temps et la température. Le modèle classique distingue trois étapes au cours de la transformation : *(1)* germination, *(2)* croissance, *(3)* coalescence <sup>[PH198]</sup>. Dans cette dernière étape, deux particules en cours de croissance peuvent venir en contact et fusionner. En suivant ce principe, la *Figure III.36* illustre schématiquement l'évolution au cours du temps du rayon moyen R de la particule, du nombre et de la fraction volumique des précipités. Lors d'une solidification rapide, cette cinétique est figée par le refroidissement. En raison de la finesse des précipités obtenus durant cette expérimentation, nous pensons que l'étape de coalescence n'a pas lieu. Ces alliages subissent une germination homogène, un début de croissance, puis sont immédiatement solidifiés (*Figure III.36*).



Figure III.36 : Evolution au cours du temps du rayon moyen R d'un précipité, du nombre de précipités et de la fraction volumique précipitée.

#### e) Recuit d'homogénéisation

Le recuit d'homogénéisation réalisé sur les différents alliages a deux effets sur la microstructure :

- la réorganisation par coalescence des microstructures hypoeutectiques et eutectiques
- l'érosion partielle des composés intermétalliques dans les compositions hypereutectiques

Dans le premier cas, la microstructure est complètement bouleversée par un retour à l'équilibre thermodynamique. Les phases primaires (*Al*) sont décomposées par diffusion des éléments du soluté. Elles grossissent par coalescence et perdent leur finesse causée par la solidification rapide du cordon. L'eutectique subit le même mécanisme en libérant les deux phases le constituants : (*Al*) + précipités. Après le recuit, la microstructure résultante est composée de précipités globulaires, plus ou moins gros selon l'alliage, distribués dans une matrice d'aluminium. Ces mécanismes sont observés dans tous les alliages de notre expérimentation, cependant ils sont particulièrement prononcés pour les systèmes Al-Cu (*Figure III.10*), Al-Fe (*Figure III.20*), Al-Ni (*Figure III.26*) et Al-Si (*Figure III.28*). Ces phénomènes peuvent être expliqués par le fait que l'alliage cherche à retrouver un équilibre thermodynamique plus stable. En effet, il va minimiser le nombre de joints de grains qui nécessitent une grande énergie interfaciale. Ces derniers sont nombreux en raison de la finesse de l'alliage dont la précipitation est généralement dendritique équiaxe. Pour une application industrielle à hautes températures, le phénomène doit être particulièrement étudié afin de ne pas détériorer avec le temps les propriétés mécaniques.

Durant le recuit d'homogénéisation, les précipités intermétalliques subissent également une érosion partielle par diffusion du soluté vers l'eutectique. Ce phénomène est particulièrement observable dans les alliages Al-Cr (*Figure III.16*), Al-Fe (*Figure III.20*), Al-Ni (*Figure III.26*) et Al-Si (*Figure III.28*). En revanche, leurs formes sont globalement conservées en raison de leurs stabilités thermiques. Dans le cas du cuivre, les phases primaires  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu ont tendance à grossir par coalescence avec les mêmes précipités provenant de la décomposition de l'eutectique (*Figure III.9.c* par rapport à la *Figure III.10.c*). Pour les alliages Al-Mo et Al-Co (à Co = 29%), le soluté a complètement diffusé en dehors des composés intermétalliques (Al<sub>8</sub>Mo et Al<sub>x</sub>Co<sub>y</sub>). Il a alors précipité avec la matrice aluminium pour former de nouvelles phases intermétallique : Al<sub>12</sub>Mo (*Figure III.23.a*) et Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> (*Figure III.23.d*).

## III.6. Caractérisation mécanique

Cette partie présente les principales propriétés mécaniques mesurées sur les alliages de surface laser. Ces caractéristiques ont été obtenues par microindentation, nanoindentation et tests d'usure adhésive de type pion/disque et bille/disque. Une attention particulière a été portée aux mesures de dureté car, selon la formule de Bückle, cet essai permet d'appréhender les transformations structurales que subit un matériau : « *Il est montré que la sensibilité à l'influence des facteurs structuraux est une caractéristique fondamentale de la microdureté. Ignorée, cette influence est une cause d'erreur dangereuse, mais contrôlée, elle confère à l'essai de microdureté le caractère d'une méthode de recherche scientifique <sup>[BUC70]</sup> ».* 

## III.6.1. Mesures de microdureté

#### III.6.1.1. Alliages binaires

#### a) Alliages Al-Cu

La *Figure III.37.a* montre l'évolution de la microdureté dans la profondeur du cordon (du sommet vers l'interface) pour des teneurs en cuivre de 11, 19, 28 et 40%. Les mesures sur le cordon contenant 11% Cu évoluent de 80 à 100 HV<sub>0,2</sub>, tandis que celles du dépôt à 40% Cu sont comprises entre 240 et 260 HV<sub>0,2</sub>. Pour une quantité de cuivre donnée, ces valeurs prélevées sur différents endroits du cordon sont relativement stables ( $\pm 10\%$ ). Cette observation indique que les alliages possèdent une microstructure homogène : pas de goutte de cuivre partiellement fondue ou de mauvais mélanges dus à de faibles courants de convection.

L'augmentation de la dureté par rapport au substrat (20  $HV_{0,2}$ ) a plusieurs origines :

- Présence de la phase primaire θ-Al<sub>2</sub>Cu (*Figure III.9*) dont la dureté est comprise entre 400 et 600 HV<sub>0,2</sub> <sup>[HAN92]</sup>.
- Durcissement des compositions hypoeutectiques par sursaturation en cuivre de l'aluminium proeutectique <sup>[CER97]</sup>. La solubilité maximale du cuivre dans l'aluminium est de 5,5 wt.% à la température de la transformation eutectique dans les conditions d'équilibre <sup>[MAS86]</sup>. Dans notre cas, elle est probablement supérieure du fait du traitement laser.

Après un recuit d'homogénéisation à 480°C pendant 24 heures, les profils de microdureté évoluent de la manière suivante : pour les trois premières teneurs (11%, 19% et 28%), la microdureté a chuté vers une valeur comprise entre 50 et 100 HV<sub>0.2</sub> (*Figure III.37.b*). Seul le cordon à 40% Cu a augmenté sa dureté initiale (260-340 HV<sub>0.2</sub>). Ce résultat peut s'expliquer par la présence de la phase primaire Al<sub>2</sub>Cu dans les compositions hypereutectiques. Ce composé intermétallique est thermiquement stable par opposition à la phase primaire (Al). Dans les microstructures hypoeutectiques, les précipités Al<sub>2</sub>Cu s'agglomèrent par coalescence en phases plus grosses sur un fond d'aluminium (Figure III.9). La dureté globale du matériau baisse par conséquent car la microstructure eutectique du cordon perd sa finesse. De plus, durant le traitement laser, la phase proeutectique (Al) est sursaturée et subit un durcissement par formation de solution solide. Au cours du recuit, cette phase libère le cuivre, ce qui tend à débloquer les dislocations. Par contre, dans les compositions hypereutectiques, la phase primaire Al<sub>2</sub>Cu conserve sa forme, le cordon garde donc sa finesse structurale (Figure III.9) et ses caractéristiques mécaniques. Ce phénomène est à prendre en compte si ces alliages Al-Cu suivent des cycles thermiques durant leur utilisation : les cordons ainsi alliés avec une teneur inférieure à 32% verront leur dureté diminuer avec le temps, ce qui ne sera pas le cas des alliages hypereutectiques.



Figure III.37 : Evolution de la microdureté en fonction de la profondeur du dépôt : a) avant le recuit, b) après le recuit.

Afin d'étudier l'influence de la teneur en cuivre sur la dureté, 11 cordons ont été réalisés avec des teneurs en cuivre allant de 5 à 42%. La valeur de microdureté a été obtenue en calculant la moyenne de 14 mesures effectuées en croix dans le cordon (*Figure III.38*).



Figure III.38 : Illustration de la position des empreintes pour la détermination de la microdureté moyenne.

Grâce à cette méthode, une corrélation presque linéaire est observée entre la teneur en cuivre et la dureté moyenne (*Figure III.39.a*). Un tel phénomène peut avoir plusieurs causes : la présence croissante de la phase Al<sub>2</sub>Cu et l'augmentation de la conductivité thermique avec la quantité de cuivre. Ce dernier entraîne une élévation de la vitesse de solidification, d'où une microstructure plus fine et plus dure <sup>[MOL94]</sup>. Comme nous avons pu l'observer précédemment, les alliages hypoeutectiques et eutectiques perdent leur dureté, tandis que les compositions hypereutectiques maintiennent leur propriété initiale après recuit (*Figure III.39.b*).



Figure III.39 : Evolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur en cuivre : a) avant le recuit, b) après le recuit

Des mesures similaires ont été effectuées sur les autres familles d'alliage obtenues avec les prédépôts de cobalt, chrome, étain, fer, molybdène, nickel et silicium.

#### b) Alliages Al-Co

La *Figure III.40.a* et *Figure III.40.b* illustrent ces résultats pour les alliages Al-Co. Ainsi, jusqu'à 23% Co (145 HV<sub>0,2</sub>), la dureté évolue presque proportionnellement avec la quantité de cobalt, en raison de la présence croissante du précipité Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> (voir *Figure III.11*), ce composé ayant une dureté comprise entre 650 et 750  $HV_{0,2}$  <sup>[MON76]</sup>. Au-dessus de 23%, la microdureté moyenne augmente plus rapidement pour atteindre 460  $HV_{0,2}$  à 30% Co (*Figure III.40.a*). Ce brusque accroissement coïncide avec l'apparition du précipité non défini  $Al_xCo_y$  qui cohabite avec  $Al_9Co_2$  à la suite de la transformation péritectique et la quasi-disparition de l'aluminium proeutectique (*Figure III.11.e*).

Après le recuit, la microdureté moyenne se maintient pour les alliages contenant moins de 15% de cobalt et augmente pour les autres : 250 HV<sub>0,2</sub> à 22% (*Figure III.40.b*). A 30% Co, la réorganisation de la microstructure provoque la fragilisation du matériau avec l'apparition de nombreuses fissures. Nous y observons une microdureté hétérogène évoluant de 300 à 800 HV<sub>0,2</sub>, cette valeur n'est pas représentée sur la *Figure III.40.b* en raison de la grande dispersion des mesures. Cet accroissement peut être imputé à la décomposition du précipité Al<sub>x</sub>Co<sub>y</sub> noté à 30% (*Figure III.13.d*).



Figure III.40 : Evolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur en cobalt : a) avant le recuit, b) après le recuit

#### c) Alliages Al-Cr

La dureté évolue de façon exponentielle avec la teneur en chrome (*Figure III.41.a*) pour atteindre 250 HV<sub>0,2</sub> à 23%. Le recuit a pour effet de diminuer ce durcissement (*Figure III.41.b*), l'observation microscopique (*Figure III.16*) révèle la coalescence de l'eutectique et la non altération des phases primaires  $Al_{11}Cr_2$  comme dans le cas des alliages Al-Cu hypereutectiques. Cette baisse peut donc être attribuée à la libération du chrome en solution solide dans l'aluminium. Malgré ce mécanisme, la taille relativement petite des composés intermétalliques maintient un niveau de dureté significatif (*Figure III.41.b*).


Figure III.41 : Evolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur en chrome : a) avant le recuit, b) après le recuit

#### d) Alliages Al-Sn

L'ajout d'étain n'engendre pas d'augmentation significative de la dureté par rapport à l'aluminium pur. Jusqu'à 22% Sn, limite de notre expérimentation, la microdureté moyenne évolue entre 20 et 30 HV<sub>0,2</sub>, tandis que la dureté du substrat est de 20 HV<sub>0,2</sub>. Cette absence de durcissement peut s'expliquer par l'inexistence de composé intermétallique Al-Sn (*Figure III.17*), par la faible quantité d'étain en solution solide dans l'aluminium et par la dureté peu élevée des nodules ( $\beta$ -Sn) (15 HV<sub>0,2</sub>).

#### e) Alliages Al-Fe

Une augmentation exponentielle de la dureté avec la teneur en fer est observée (*Figure III.42.a*). Comme dans le cas des alliages Al-Cu, le cobalt ou le chrome, la présence d'un composé intermétallique ( $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe), la sursaturation de la matrice (*Al*) et l'affinement structural participent au durcissement. A 15 et 28% Fe, la microdureté moyenne est respectivement égale à 72 et 328 HV<sub>0,2</sub>. Celle-ci est, à teneur équivalente, plus forte que celle du cuivre pour deux raisons :

- La phase Al<sub>3</sub>Fe a une dureté supérieure (600-750  $HV_{0,2}$  <sup>[MON76]</sup>) à la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu (400-600  $HV_{0,2}$  <sup>[HAN92]</sup>).
- La limite de solubilité du fer dans l'aluminium est supérieure à celle du cuivre : inexistante dans des conditions d'équilibre, elle peut atteindre 4,6 at.% lors d'un refroidissement rapide <sup>[TON69]</sup>, tandis que celle du cuivre est de 2,5 at.% <sup>[CER97]</sup>.

Après le recuit d'homogénéisation, la dureté moyenne baisse significativement pour toutes les concentrations (*Figure III.42.b*). En se référant au diagramme binaire Al-Fe, tous



ces cordons correspondent à une microstructure hypereutectique, par opposition aux alliages Al-Cu.

Figure III.42 : Evolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur en fer : a) avant le recuit, b) après le recuit

#### f) Alliages Al-Mo

Les *Figure III.43.a* et *Figure III.43.b* illustrent l'évolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur en molybdène avant et après le recuit d'homogénéisation. Dans les deux cas, une corrélation exponentielle est observée. En revanche, le recuit permet d'obtenir une microdureté moyenne deux fois supérieure : 240 HV<sub>0,2</sub> pour 125 HV<sub>0,2</sub> sans recuit à 27% Mo. Cette augmentation peut être attribuée au retour à l'équilibre du matériau durant le traitement thermique, le composé intermétallique Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> se décomposant en phases plus stables : Al<sub>12</sub>Mo et Al<sub>5</sub>Mo (*Figure III.23*). Cette décomposition est autorisée par la diffusion du molybdène hors des précipités primaires. Les alliages ainsi traités sont alors principalement constitués de ces phases qui offrent une dureté élevée.



Figure III.43 : Evolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur en molybdène : a) avant le recuit, b) après le recuit

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

#### g) Alliages Al-Ni

La microdureté des cordons Al-Ni est peu influencée par la teneur en nickel (*Figure III.44.a*). Elle augmente jusqu'à une valeur de 100 HV<sub>0,2</sub> à environ 10% Ni, puis se stabilise pour les teneurs inférieures à 20%, limite de notre expérimentation. Le recuit d'homogénéisation n'affecte que très peu ce durcissement pour une quantité de nickel supérieure à 10% (*Figure III.44.b*). Cependant, pour des valeurs inférieures, la diminution de la dureté est significative. Une telle détérioration peut être attribuée à l'instabilité thermique de la sursaturation du nickel dans l'aluminium. Le même phénomène a d'ailleurs été observé par Tonejc *et al.* [TON70] à partir de 150°C. Ces auteurs ont aussi observé que la limite de solubilité du nickel dans l'aluminium peut être étendue à 14% dans le cas de refroidissements rapides.



Figure III.44 : Evolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur en nickel : a) avant le recuit, b) après le recuit

#### h) Alliages Al-Si

Comme pour le cuivre, le chrome ou le fer, l'ajout de silicium durcit de façon appréciable les alliages d'aluminium réalisés sous faisceau laser. Néanmoins, il nécessite une proportion plus grande d'élément : la valeur de 310 HV<sub>0,2</sub> est atteinte à 58% Si (*Figure III.45.a*). Ces mesures corroborent celles réalisés par d'autres auteurs <sup>[BLA95, CAY00]</sup>. Ce durcissement peut s'expliquer par la présence de précipités primaires (*Si*) de dureté élevée (1200 HV <sup>[BLA95, CAY00]</sup>) comparée à l'aluminium (20 HV), par l'affinement du grain et par la solution solide du silicium dans l'aluminium proeutectique (2% à 577°C <sup>[MAS86]</sup>).

Apres le recuit, la microdureté moyenne chute énormément : 60  $HV_{0,2}$  à 25% et 145  $HV_{0,2}$  à 58% (*Figure III.45.b*). Cette baisse peut être attribuée à la réorganisation de la matrice

(*Al*) + eutectique, libérant le silicium en solution solide et décomposant la structure fine de l'eutectique.



Figure III.45 : Evolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur en silicium : a) avant le recuit, b) après le recuit

#### III.6.1.2. Alliages ternaires

La microdureté moyenne est évaluée sur chaque cordon grâce à 10 mesures réalisées en croix dans la section transversale du cordon (*Figure III.38*). Pour les alliages Al-Cu-Fe, la *Figure III.46* met en valeur les résultats par des courbes de niveau réalisées grâce à une régression polynomiale de degré 3. Sur un même cordon, les mesures sont relativement homogènes, la distribution des duretés étant généralement de ±30 HV<sub>0,2</sub>. Néanmoins, l'homogénéité de l'alliage diminue pour des teneurs importantes en fer (Fe > 20%) ou pour un rapport Fe/Cu supérieur à 1,5, la dispersion des mesures atteignant ±80 HV<sub>0,2</sub> (ex : 12Cu 27Fe).



**Figure III.46 :** Dureté moyenne des cordons sans recuit avec l'évolution des teneurs en cuivre et fer. Les courbes de niveau sont réalisées grâce à une régression polynomiale de degré 3.

La dureté de l'alliage évolue proportionnellement avec la teneur lors de l'addition de cuivre seul. A 40% Cu, la dureté moyenne est de 250 HV<sub>0,2</sub>. Avec l'apport unique de fer, le durcissement est plus élevé. A 15% Fe, la dureté moyenne est de 63 HV<sub>0,2</sub> et à 28% Fe, elle est de 380 HV<sub>0,2</sub>. Une corrélation exponentielle est relevée entre la teneur en fer et la dureté moyenne de l'alliage. Lors de l'addition cumulée de cuivre et de fer, la dureté augmente très vite. Durant cette expérimentation, la valeur maximale observée est de 640 HV<sub>0,2</sub> mais l'alliage ainsi élaboré (21Cu 18Fe wt.%) présente de nombreuses fissures. Sans fissure, les microduretés maximales sont de 550 HV<sub>0,2</sub> pour 38Cu 11Fe et 515 HV<sub>0,2</sub> pour 28Cu 14Fe (wt.%). Comme dans le cas du cuivre et du fer, la présence des phases intermétalliques, la sursaturation de la matrice (*Al*) par les éléments Cu et Fe et l'affinement structural participent à l'augmentation de la dureté. Pour les alliages riches en fer, les précipités sont  $\lambda$ -Al<sub>3</sub>Fe et  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, tandis que pour les cordons riches en cuivre, les phases  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe a une dureté supérieure à 600 HV<sub>0,2</sub>.

Pour les alliages Al-Cu-Co, les mêmes phénomènes sont observables. A la différence près que, pour les teneurs en cobalt utilisées dans cette expérimentation (Co < 15%), ce dernier participe peu au durcissement de l'aluminium : environ 100 HV<sub>0,2</sub> pour 14% Co. Avec l'addition supplémentaire de cuivre, la microdureté moyenne augmente plus rapidement : 150 HV<sub>0,2</sub> pour 14Cu 14Co par exemple. La valeur la plus élevée est de 318 HV<sub>0,2</sub> pour 34Cu 9Co (wt.%).

#### III.6.1.3. Discussion

#### a) Mécanismes de durcissement

Le durcissement des métaux a deux origines : l'accumulation d'obstacles au déplacement des dislocations et la formation de contraintes internes s'opposant à la contrainte appliquée <sup>[PHI98]</sup>. La première classe regroupe les mécanismes suivants : présence de joints de grains, atomes en solution solide et fins précipités. Dans la seconde classe, nous trouvons les contraintes internes, ainsi que le durcissement composite pour les alliages contenant des phases indéformables de grandes tailles. Le durcissement par écrouissage non présent dans les cordons laser relève à la fois des deux catégories.

Le durcissement dû aux joints de grains est illustré par la loi de Hall-Petch <sup>[PHI98]</sup> qui décrit l'accroissement de la limite élastique des métaux avec la diminution de la taille des grains. Pour les alliages réalisés sous faisceau laser, l'affinement du grain résulte de la grande vitesse de solidification du cordon ( $10^4$  à  $10^5$  K.s<sup>-1</sup> <sup>[BON89]</sup>), la dimension moyenne des phases étant de l'ordre de 10 µm.

Le durcissement par solution solide est dû au ralentissement exercé par les atomes du soluté sur les dislocations et par la déformation de la maille. Dans notre cas, la phase primaire *(Al)* observée dans les microstructures hypoeutectiques mais aussi hypereutectiques, présente souvent un domaine de solution solide. En raison du refroidissement rapide, la solubilité est généralement augmentée. Cette sursaturation a été observée pour l'addition de chrome par Almeida *et al.* <sup>[ALM95-1, ALM95-2]</sup>, ainsi que pour le fer et le nickel par Tonejc *et al.* <sup>[TON69, TON 70]</sup>. Ce phénomène contribue à augmenter davantage la dureté de l'alliage.

Le durcissement par précipitations fines consiste à opposer aux dislocations des obstacles sur leur plan de glissement. Ces obstacles peuvent être des précipités incohérents avec le réseau de la matrice (petites particules et dispersoïdes) ou cohérents (par exemple, les zones de Guinier-Preston). Les dislocations doivent cisailler les premiers et contourner les seconds. Dans les deux cas, ces obstacles exercent une résistance au déplacement des dislocations et augmentent la dureté. Sur les alliages d'aluminium réalisés sous faisceau laser, les précipités intermétalliques primaires sont généralement trop grands pour être cisaillés et comme ils sont très espacés, leur franchissement se fait davantage par contournement relativement facile. Par contre, les dendrites d'aluminium primaires peuvent contenir un certain nombre de zones de Guinier-Preston. En effet, en raison de la solidification rapide, plusieurs auteurs ont remarqué l'élargissement du domaine de solution solide pour les alliages Al-Cu <sup>[CER97]</sup>, Al-Cr <sup>[ALM95-1, ALM95-2, BEN86]</sup> et Al-Ni <sup>[TON70]</sup>. Ainsi, après un vieillissement à température ambiante, il peut se former de petits précipités cohérents Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>7</sub>Cr ou Al<sub>3</sub>Ni dans la matrice (Al). Ce phénomène n'a pas été vérifié et nécessiterai une observation par microscopie électronique à transmission pour le valider. Néanmoins, il semble peu participer au durcissement des alliages d'aluminium car la proportion de zones de Guinier-Preston est relativement faible après un vieillissement à température ambiante.

Par contre, les composés intermétalliques primaires présents dans les alliages hypereutectiques peuvent durcir la matrice par effet composite <sup>[PHI98]</sup>. De dimensions relativement importantes (10-40  $\mu$ m) par rapport aux zones Guinier-Preston, ils ont de plus une dureté élevée (*Tableau III.5*). En conséquence, ils forment un composite à matrice métallique (CMM) avec le reste de la microstructure. Lors de la sollicitation, il apparaît alors des incompatibilités de déformations élastiques et plastiques entre les phases de renfort (composés intermétalliques) et la matrice (*(Al)* + eutectique). Ce phénomène diminue la contrainte effective ressentie par les dislocations et donc durcit le matériau. La dureté des composés primaires est alors importante car elle détermine la contrainte d'écoulement et le comportement élastique/plastique du CMM.

Tableau III.5 : Duretés des différents composés intermétalliques et des phases primaires [MON76, HAN92].

Elément	Cu	Со	Cr	Fe	Mo	Ni	Si	Sn
Composé	Al <sub>2</sub> Cu	Al <sub>9</sub> Co <sub>2</sub>	$Al_{11}Cr_2$	Al <sub>3</sub> Fe	Al <sub>8</sub> Mo <sub>3</sub>	Al <sub>3</sub> Ni	(Si)	(β-Sn)
Conc. (wt.%)	52	23	33	40	54-62	42	100	100
Dureté (HV <sub>0,2</sub> )	400-600	500-700	650-750	600-750	-	700-770	1000	20

En outre, au cours du refroidissement, les coefficients de dilatation différents entre les renforts et la matrice induisent des contraintes au sein du matériau. Le procédé laser crée également de forts gradients thermiques dans l'échantillon qui engendrent des contraintes résiduelles dans les pièces traitées. Le signe et l'amplitude de ces contraintes dépendent des coefficients de dilation du cordon et du substrat, de la relaxation par fluage de la zone affectée thermiquement (zone sous le dépôt) et du gradient thermique <sup>[BON89]</sup>. Ces contraintes dans le cas de compression s'opposent à la charge appliquée sur les dislocations et participent au durcissement de l'alliage. Pour illustrer ce phénomène, la Figure III.47.a propose les profils de contraintes transversales dans la phase (Al) d'un alliage hypoeutectique (27% Cu) avant et après recuit. Ces mesures ont été réalisées par diffraction des rayons X sur le plan {311} de l'aluminium. Le cordon sans recuit est le siège de contraintes de compression sur sa partie supérieure (-100 MPa) et de traction sur la zone inférieure (100 MPa). Ces valeurs s'annulent à l'interface (Figure III.47.a). Le cordon après recuit présente un niveau de contraintes presque nul ; le traitement thermique a relaxé les contraintes en réorganisant les phases du matériau. Une mesure des contraintes résiduelles a aussi été effectuée sur un cordon hypereutectique contenant 45% de cuivre (Figure III.47.b). Les contraintes sont en compression (-150 MPa) dans le cordon, participant au durcissement de l'alliage ; celles-ci sont presque nulles dans le substrat.



Figure III.47 : Contraintes transversales dans la profondeur du cordon : a) Cu = 27%, b) Cu = 40%.

Pour résumer l'ensembles des mécanismes, nous pouvons adopter le modèle de Ashby et Johns <sup>[ASH91]</sup> : un matériau se plastifie quand la force ( $\tau b$ ) par unité de longueur dépasse la résistance (f), avec ( $\tau$ ) contrainte de cisaillement sur le plan de glissement d'une dislocation et (b) unité de longueur de dislocation. La limite d'écoulement ( $\tau_e$ ) peut alors être définie par l'Équation III.7.a. Selon Ashby et Johns <sup>[ASH91]</sup>, il est raisonnable de supposer que les contributions des méthodes de durcissement s'ajoutent (Équation III.7.b). Par conséquent, la dureté des alliages d'aluminium réalisés sous faisceau laser résulte de la superposition du durcissement dû aux joints de grains ( $f_j$ ), aux solutions solides ( $f_{ss}$ ), aux zones de Guinier-Preston ( $f_{GP}$ ), à l'effet composite ( $f_{CMM}$ ) et aux contraintes internes de compression ( $f_{\sigma}$ ).

$$\tau_e = \frac{f}{b} \qquad \qquad \tau_e = \frac{f_j}{b} + \frac{f_{ss}}{b} + \frac{f_{GP}}{b} + \frac{f_{CMM}}{b} + \frac{f_{\sigma}}{b}$$
Équation III.7: a)

#### b) Modèle de durcissement

L'évolution de la microdureté avec la teneur en soluté (at.%) peut être modélisée par une fonction exponentielle (Équation III.8.a). Dans le cas des alliages Al-Cu, nous proposons l'Équation III.8.b en considérant les points ( $X_1 = X_{AI}$ ,  $H_1 = H_{AI}$ ) et ( $X_2 = X_{\theta}$ ,  $H_2 = H_{\theta}$ ), correspondant aux duretés respectives de l'aluminium pur et du composé intermétallique  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. Cette modélisation est illustrée par la *Figure III.48*, représentant les mesures expérimentales, la position des phases, ainsi que les courbes théoriques pour chaque alliage. Les duretés des composés intermétalliques (*Tableau III.5*) sont issues de la littérature <sup>[MON76, HAN92]</sup>, celle de l'aluminium étant de 25 HV<sub>0.2</sub> <sup>[DEV89]</sup>.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

a) 
$$H = a.e^{b.X}$$
 b)  $H = H_{Al} \left(\frac{H_{\theta}}{H_{Al}}\right)^{\frac{X}{X_{\theta}}}$ 

**Équation III.8 :** X : teneur en soluté de l'alliage,  $X_{\theta}$  : teneur en soluté du composé intermétallique, H : dureté de l'alliage,  $H_{AI}$  : dureté de l'aluminium et  $H_{\theta}$  : dureté du composé intermétallique.

Comme nous le constatons sur la *Figure III.48*, ce modèle est compatible avec les mesures expérimentales. Néanmoins, il n'a pu être appliquée au molybdène en raison de la présence du précipité  $Al_8Mo_3$  dont la dureté n'est pas indiquée dans la littérature. Pour les autres alliages (Al-Cu, Al-Co, Al-Cr, Al-Fe, Al-Ni et Al-Si), la microdureté moyenne augmente exponentiellement avec la teneur en soluté, selon l'*Équation III.8.b*.



Figure III.48 : Evolution de la microdureté moyenne en fonction de la teneur de soluté : points expérimentaux et courbes théoriques.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Le durcissement est alors à la fois fonction de la dureté  $(H_{\theta})$  du composé intermétallique formé, de sa teneur en soluté  $(X_{\theta})$  et de la quantité moyenne (X) de soluté de l'alliage. Cette observation nous permet d'affirmer que le principal mécanisme de durcissement est l'effet composite. En effet, lorsque la teneur en soluté augmente, la dureté de l'alliage tend vers la dureté du précipité intermétallique. Ce phénomène est caractéristique d'une loi des mélanges pour un matériau composite à matrice métallique <sup>[ASH93]</sup>. Une telle hypothèse est néanmoins valable pour les microstructures hypereutectiques, où les composés intermétalliques existent sous leur forme primaire. Dans ce cas, il apparaît des incompatibilités de déformations entre ces particules dures (de l'ordre de 500 HV<sub>0,2</sub>, voir *Tableau III.5*) et la matrice (*(Al)* + eutectique) plus ductile. En revanche, comme nous allons le voir par la suite, les contraintes internes participent d'une façon non négligeable à ce durcissement. Pour les compositions hypoeutectiques, les mécanismes de durcissement principaux restent la sursaturation de l'aluminium proeutectique, l'affinement du grain, la présence de contraintes internes et de zones de Guinier-Preston.

#### c) Influence du recuit d'homogénéisation

Pour la majorité des alliages, le recuit d'homogénéisation diminue la microdureté moyenne du cordon. Cet effet est significatif avec le cuivre et le nickel en composition hypoeutectique (*Figure III.39.b et Figure III.44.b*), le chrome (*Figure III.41.b*), le fer (*Figure III.42.b*) et le silicium (*Figure III.45.b*). Pour les cordons hypoeutectiques, ainsi que dans la matrice des alliages hypereutectiques, les éléments du soluté ont diffusé, réorganisant complètement la microstructure (*Al*) + eutectique. Le recuit a pour conséquence de grossir le grain (*Figure III.9* comparée à *Figure III.10*), de revenir aux limites de solubilité du diagramme d'équilibre, de détruire les zones de Guinier-Preston et de relaxer les contraintes internes. Dans les alliages contenant 27% Cu, l'analyse par XRD nous a ainsi permis d'observer une chute de contraintes résiduelles de -120 à -40 MPa dans la phase (*Al*) (*Figure III.47.a*). La conjugaison de l'ensemble de ces phénomènes entraîne l'adoucissement des alliages.

Les alliages hypereutectiques Al-Cu (*Figure III.39.b*) et Al-Ni (*Figure III.44.b*), ainsi que l'ensemble des cordons Al-Co qui sont tous hypereutectiques (*Figure III.40.b*), ont maintenu leur dureté initiale. Ce phénomène peut être imputé à la finesse et la compacité des précipités intermétalliques présents dans ces matériaux (Al<sub>2</sub>Cu (*Figure III.9.c*), Al<sub>3</sub>Ni (*Figure III.25.c*) et Al<sub>9</sub>CO<sub>2</sub> (*Figure III.11.c* et *Figure III.11.d*)). Ils maintiennent le durcissement

composite de l'alliage malgré l'adoucissement de la matrice eutectique. Par opposition, dans les cordons Al-Cr (*Figure III.15*) et Al-Fe (*Figure III.18*) dont les composés Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> et Al<sub>3</sub>Fe précipitent sous forme d'aiguilles de dimension importante, la dureté ne s'est pas maintenue après le recuit. Néanmoins, les alliages Al-Si présentent à la fois des précipités fins (*Si*) compacts (*Figure III.27*) et une chute importante de dureté après le recuit (*Figure III.45.b*). L'investigation doit être complétée par exemple par des mesures XRD supplémentaires afin d'estimer l'influence réelle des contraintes résiduelles sur le durcissement de chaque alliage laser et d'expliquer l'ensemble des phénomènes observés.

L'importance du type de microstructure sur la stabilité thermique de la microdureté est soulignée par la *Figure III.49*. Ce diagramme montre les filiations de dureté dans la profondeur (du sommet vers l'interface) d'un cordon hypoeutectique (27% Cu, *Figure III.49.a*), après plusieurs recuits (200-250-300-400°C durant 24 heures). Nous notons une baisse significative de la dureté avec la température du recuit. Des mesures similaires ont été effectuées sur un alliage hypereutectique (45% Cu, *Figure III.49.b*). La diminution de la dureté est cette fois moins importante.



**Figure III.49**: Dureté après différents recuits en fonction de la profondeur d'un cordon: a) hypoeutectique (27% Cu), b) hypereutectique (45% Cu).

En réunissant ces mesures sur un même graphique, nous constatons que l'adoucissement est significatif à partir de 300°C sur l'alliage hypoeutectique (*Figure III.50*). La microdureté moyenne chute de 240 à 130 HV<sub>0,2</sub> entre 250 et 400°C. Par opposition, le durcissement des compositions hypereutectiques s'est maintenu jusqu'à 300°C (environ 280 HV<sub>0,2</sub>). Une légère diminution est cependant relevée à 400°C (230 HV<sub>0,2</sub>).

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement



Figure III.50 : Evolution de la dureté d'un cordon hypoeutectique (27% Cu) et hypereutectique (45% Cu) après différents recuits

Les alliages Al-Mo sortent du cadre de cette discussion. En effet, nous observons une microdureté moyenne deux fois supérieure après le recuit d'homogénéisation (*Figure III.43*). Cet effet peut être attribué à la précipitation des phases  $Al_{12}Mo$  et  $Al_5Mo$  (*Figure III.24*) par suite de la décomposition de  $Al_8Mo_3$ . Ce retour à l'équilibre entraîne l'augmentation de la proportion de phases intermétalliques et de ce fait l'accroissement de la dureté.

## III.6.2. Mesures de nanoindentation

Dans le cadre de l'étude de traitements laser sur aluminium, la nanoindentation présente plusieurs intérêts. Tout d'abord, grâce à son échelle de mesure micrométrique, cet outil permet de distinguer le comportement mécanique de chaque phase dans le cas de matériaux biphasés ou multiphasés (ex : alliage Al-Si hypereutectique, présence des phases (Si), (Al) et eutectique). De plus, en travaillant sous des charges relativement fortes et en effectuant un grand nombre de mesures, la nanoindentation renseigne sur la valeur du module d'élasticité, cette grandeur étant primordiale dans le développement de revêtement épais. En raison des dimensions et de la nature des dépôts, cette mesure est effectivement difficile à obtenir par des moyens mécaniques classiques (essais de traction, lame vibrante [SAL94] ou macroindentation <sup>[LIE96]</sup>) et reste imprécise. Finalement, l'asservissement charge/déplacement lors de l'indentation permet de connaître le comportement élastique et plastique du matériau (mesures du retour élastique (R) et de l'index plastique  $(I_p)$ ) et d'appréhender son comportement à l'usure. Cet ensemble de résultats complète d'autres mesures (microdureté, usure et contraintes résiduelles) et nous aide à choisir parmi les différents alliages de surface obtenus sous faisceau laser. Un travail similaire a été réalisé par Agawal et al. [AGA00] pour l'étude d'alliage de surface d'acier sous faisceau laser par prédépôt de titane et de TiB<sub>2</sub>.

#### III.6.2.1. Caractérisation mécanique de la microstructure

Le volume de matière sondée par la nanoindentation est nettement inférieur à celui testé par microdureté et le résultat dépend fortement de la microstructure. En appliquant des charges adaptées à la taille des grains, il est alors possible de mettre en évidence uniquement les effets de la précipitation ou du changement de phase. Afin d'analyser les propriétés mécaniques, cette technique a été appliquée aux alliages de surface, généralement biphasés et présentant des précipités primaires particulièrement durs (Al<sub>3</sub>Fe, (Si) ...).

#### a) Conditions expérimentales

Les cordons sont coupés dans le sens transverse, puis polis grâce à une suspension diamantée de 3  $\mu$ m. Le réactif de Keller n'est pas utilisé afin de ne pas détériorer la surface du matériau et nuire à la mesure. Chaque alliage subit une série de 30 indentations sous 50 mN et 20 à plus faible charge (P = 25 mN). Les empreintes sont espacées de 100  $\mu$ m sur une surface totale de 1 x 0,4 mm<sup>2</sup> (*Figure III.51.a*). Après la mesure, l'échantillon est contrôlé par microscopie optique (*Figure III.51.b*) pour identifier la zone d'indentation : phase primaire (*Al*), eutectique ou composé intermétallique. La courbe charge/déplacement de l'indenteur est alors associée à cette phase.



Figure III.51: Micrographies de la surface indentée (alliage Al 18% Ni) : a) grossissement x100, b) grossissement x500.

#### b) Résultats

L'analyse des courbes charge/déplacement permet de classer les alliages en deux catégories de matériaux : isotropes et anisotropes à l'échelle micrométrique.

# i) <u>Matériaux isotropes quelle que soit la teneur en élément : cas des alliages Al-Cu, Al-</u> <u>Cr et Al-Ni.</u>

Lorsque la proportion en soluté augmente, la pénétration diminue révélant un durcissement du matériau mais l'allure des courbes charge/déplacement reste inchangée. Ce phénomène est illustré par la Figure III.52 pour les alliages Al-Cu. De plus, pour un cordon donné et quelle que soit la zone où est réalisée l'empreinte (eutectique ou précipité primaire), ces courbes offrent une profondeur et un profil identiques. Ce comportement isotrope peut être attribué à un faible écart de dureté entre les composés intermétalliques et la matrice. Les éléments en solution solide, l'eutectique et la finesse de l'ensemble assurent une dureté appréciable et comparable aux phases primaires Al<sub>2</sub>Cu. La matière se déforme aussi de façon homogène sous l'indenteur en raison de la forme compacte et fine des précipités par rapport à la taille de l'empreinte (Figure III.51.b). En effet, les alliages Al-Cu et Al-Ni en composition hypereutectique offrent des précipités équiaxes (Figure III.9 et Figure III.25) et de tailles relativement faibles (5-10 µm). Pour les cordons Al-Cr, la microstructure présente un réseau ramifié et très dense d'aiguilles Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> (Figure III.15). Malgré une forme aciculaire, ces précipités sont peu espacés, garantissant une déformation homogène à cette dimension d'indentation. Les alliages Al-Ni et Al-Cu possèdent également un large domaine hypoeutectique où la microstructure est composée de dendrites (Al) et d'un fin eutectique. Ces deux phases semblent avoir une dureté proche. Dans le cas de cordons eutectiques (27 à 37% Cu et 4 à 12% Ni), le matériau est monophasé à l'échelle de mesure micrométrique. Il est alors logique que ces alliages aient un comportement isotrope.



Figure III.52 : Courbes charge/déplacement pour différentes teneurs en cuivre : a) 11%Cu, b) 19%Cu, c) 27%Cu et d) 40%Cu.

Le comportement isotrope de ces matériaux vis-à-vis d'une indentation micrométrique nous permet de faire deux conclusions :

- Le durcissement de ces alliages n'est pas principalement dû à l'effet composite. En effet, la dureté élevée de la matrice ((Al) + eutectique) indique que les mécanismes de solution solide, de zones Guinier-Preston, d'affinement du grain et de contraintes internes ne sont pas négligeables.
- Durant une sollicitation mécanique (pression de contact ou frottement), ces alliages pourront offrir une meilleure résistance en raison d'une déformation élastique et plastique homogène.

 ii) <u>Matériaux anisotropes selon la teneur en élément : cas des alliages Al-Co, Al-Fe, Al-</u> Mo et Al-Si.

A une proportion de soluté donnée, les courbes charge/déplacement ne sont pas constantes sur un même cordon. Ce phénomène est observable au-dessus de 15% Fe ou 12% Si et pour les intervalles de 4 à 23% Co ou de 4 à 22% Mo. Par opposition aux résultats précédents, cette anisotropie peut être attribuée à une grande différence de dureté entre les phases, ainsi qu'à la présence de précipités aciculaires de dimensions importantes et espacés. Le phénomène est mis en valeur par les *Figure III.53* et *Figure III.54* pour les alliages Al-Si. A une composition hypoeutectique (Si = 12%, *Figure III.27.a*), les profils d'indentation sont constants quelle que soit la zone d'indentation (*Figure III.53*).



Figure III.53 : Courbes charge/déplacement pour Si = 12%.

Au-dessus de cette valeur (Si > 12%, *Figure III.27.b, c* et *d*), les courbes charge/déplacement sont hétérogènes et dépendent de la phase où est réalisée l'empreinte (*Figure III.54*). Nous pouvons distinguer quatre profils types d'indentation :

- <u>Dureté faible</u> (≈ 1,5 GPa) associée à une profondeur d'indentation importante (≈ 1200 nm, voir *Figure III.54.a* et *Figure III.54.b*). Cette mesure est rencontrée pour une empreinte dans la matrice.
- <u>Dureté élevée</u> (≈ 9 GPa, *Figure III.54.e* et *Figure III.54.f*) observée lors d'une indentation sur un précipité de silicium primaire.
- <u>Dureté importante au commencement du chargement</u> (*Figure III.54.c*). Ce profil est rencontré lors d'une empreinte sur un précipité (*Si*). Mais la matrice en sous-couche est ici excessivement déformée quand la charge augmente, entraînant l'enfoncement de la phase dure et une allure caractéristique de la courbe charge/déplacement (*Figure III.54.c*).
- <u>Augmentation de la dureté en cours de chargement</u> (*Figure III.54.d*). Ce cas est l'inverse du précédent, l'indenteur commence sa course dans la matrice ductile, puis rencontre un précipité (*Si*) en sous-couche. Ce scénario provoque l'inflexion de la courbe charge/déplacement en cours de chargement (*Figure III.54.d*).



**Figure III.54 :** Courbes charge/ déplacement pour Si = 28% et différentes zones d'indentation : a) b) d) eutectique, c) e) f) précipités (Si).

Un tel comportement est illustré par les *Figure III.55* et *Figure III.56* sur les alliages Al-Co. A une composition eutectique (Co = 4%, *Figure III.11.a*), les profils d'indentation sont constants quelle que soit la zone d'indentation (*Figure III.55.a* et *Figure III.55.b*). Le même comportement est observé au-dessus de 23% (*Figure III.55.c* et *Figure III.55.d*), quand la microstructure est composées de précipités Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> équiaxes et très rapprochées (*Figure III.11.e*).



Figure III.55 : Courbes charge/ déplacement pour a) b) Co = 4% et c) d) Co = 23%.

Entre ces deux valeurs, les courbes charge/déplacement sont irrégulières et dépendent de la zone du matériau testée (*Figure III.56*). Le matériau devient hétérogène sur un certain intervalle de teneurs (4 à 23% Co, *Figure III.11.b* et *c*), c'est-à-dire avec l'apparition des composés intermétalliques Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub>. Ce comportement est observable jusqu'à ce que ces derniers représentent la quasi globalité de la microstructure.





Figure III.56 : Courbes charge/ déplacement pour différentes teneurs en cobalt : a) b) 9%Co et c) d) 16%Co.

Le comportement anisotrope des ces alliages nous permet d'affirmer que leur durcissement principal est l'effet composite. En effet, quand le volume de précipités est faible, les mesures indiquent un niveau de dureté bas ( $\approx 1,5$  GPa). De plus, en compositions hypereutectiques, la matrice eutectique est excessivement déformée lors d'une indentation. En conséquence, les mécanismes d'affinement structural et de contraintes internes semblent participer peu au durcissement des alliages Al-Co, Al-Fe, Al-Mo et Al-Si. Dans le cas d'une application industrielle ultérieure, ces matériaux utilisés dans leur intervalle d'hétérogénéité pourraient se déformer énormément durant une sollicitation mécanique (pression de contact ou frottement). Comme lors de l'indentation, les phases dures pourraient être enfoncées dans la matrice plus ductile (*Figure III.54.c* et *Figure III.56.b*) et un tel phénomène provoquerait une détérioration importante de la surface.

### III.6.2.2. Détermination des propriétés macroscopiques

La nanoindentation nécessite une statistique importante car cette méthode est très sensible aux effets de surface et de microstructure. Les valeurs présentées par la suite (tableaux et figures) sont des moyennes obtenues sur 30 indentations par charge appliquée (*Figure III.51*). Chaque mesure est effectuée à charge imposée (P = 50 mN), correspondant à une pénétration approximative de 1 µm. Dans le *Tableau III.6* et *Tableau III.7*, nous pouvons suivre l'augmentation de la dureté moyenne avec la teneur croissante en soluté. Pour un échantillon donné, la dureté est relativement constante. Cette observation est valable pour l'ensemble des cordons, exceptée pour les alliages Al-Fe et Al-Si dont l'anisotropie mécanique a été observée précédemment. Le gain optimum en dureté par rapport à l'échantillon vierge ( $H_S = 0.7$  GPa) est d'un facteur supérieur à 6 pour le cordon à 40% Cu. Ce résultat confirme la courbe charge/déplacement, démontrant la résistance à la pénétration

(*Figure III.57.a*). Néanmoins, cette observation est en désaccord avec les mesures de microdureté car la valeur maximale ( $350 \text{ HV}_{0,2}$ ) a été relevée sur l'alliage Al 28% Fe. Cette différence peut s'expliquer par la différence de charge expliquée. Lors de la microindentation, le volume étudié englobe effectivement un grand nombre de phases. La mesure est alors une moyenne de dureté de ces phases, mettant en valeur l'effet composite du matériau. Par opposition, la nanoindentation est une mesure locale qui révèle davantage les propriétés mécaniques des différentes phases de la microstructure. Une telle observation conforte l'importance du cuivre pour le durcissement de l'aluminium car il apporte autant à l'échelle macro que microscopique. En revanche, des essais complémentaires à charges plus faibles devront être réalisés afin de confirmer ce phénomène.

**Tableau III.6 :** récapitulatif des grandeurs moyennes (nanodureté H et module d'élasticité E) mesurées par nanoindentation sur les dépôts Al-Cu, Al-Co et Al-Cr.

Cu	H <sub>mes</sub>	E <sub>mes</sub>	Со	H <sub>mes</sub>	E <sub>mes</sub>	Cr	H <sub>mes</sub>	E <sub>mes</sub>
(wt.%)	(GPa)	(GPa)	(wt.%)	(GPa)	(GPa)	(wt.%)	(GPa)	(GPa)
0	0,7 ±0,1	77 ±4	0	0,7 ±0,1	77 ±4	0	0,7 ±0,1	77 ±4
11 ±1	2,15 ±0,3	97 ±7	4 ±0,5	1,13 ±0,1	96 ±4	4 ±1	$0,85 \pm 0,05$	95 ±2
19 ±1	2,50 ±0,3	98 ±7	9±1	1,43 ±0,2	120 ±4	7 ±1,5	1,02 ±0,09	100 ±6
27 ±2	3,00 ±0,2	103 ±3	16 ±1	1,37 ±0,2	116 ±4	14 ±1	1,53 ±0,2	114 ±5
40 ±2	4,40 ±0,7	112 ±7	23 ±2	$2,57\pm0,5$	135 ±6	24 ±2	$2,9\pm0,6$	133 ±9

**Tableau III.7**: récapitulatif des grandeurs moyennes (nanodureté H et module d'élasticité E) mesurées par nanoindentation sur les dépôts Al-Fe, Al-Mo, Al-Ni et Al-Si.

Fe	H <sub>mes</sub>	E <sub>mes</sub>	Mo	H <sub>mes</sub>	E <sub>mes</sub>	Ni	H <sub>mes</sub>	E <sub>mes</sub>	Si	H <sub>mes</sub>	E <sub>mes</sub>
wt.%	(GPa)	(GPa)									
0	0,7 ±0,1	77 ±4	0	$0,7\pm 0,1$	77 ±4	0	0,7 ±0,1	77 ±4	0	0,7 ±0,1	77 ±4
4 ±1	1,2 ±0,1	113 ±4	4 ±1	1,3 ±0,2	112 ±8	3 ±1	0,9 ±0,1	90 ±3	12 ±2	1,76 ±0,1	94 ±5
15 ±1	2,3 ±0,5	130 ±11	10 ±2	1,4 ±0,2	117 ±5	11 ±2	1,7 ±0,2	103 ±5	28 ±2	2,03 ±0,7	98 ±8
20 ±2	$2,2\pm0,5$	141 ±15	22 ±3	$2,0\pm 0,5$	136 ±20	18 ±2	1,4 ±0,1	104 ±8	48 ±3	2,57 ±0,9	105 ±10
24 ±2	2,7 ±0,6	152 ±18	-	-	-	-	-	-	58 ±3	$2,8\pm0,8$	90 ±13

Sur les courbes charge/déplacement (*Figure III.57.a*), l'effet de la teneur en élément sur la résistance à la pénétration est clairement observé. Néanmoins, cet effet est nettement moins sensible sur le module élastique (*Figure III.57.b*). L'augmentation est de 45% pour le cuivre par rapport à l'échantillon vierge ( $E_S = 77$  GPa). Les éléments Co, Cr et Fe contribuent davantage à son accroissement avec des valeurs respectives de 135, 133 et 152 GPa (*Tableau III.6* et *Tableau III.7*).

Au niveau d'un grain, les mécanismes de durcissement principaux sont les éléments en solution solide pour les alliages hypoeutectiques et la formation de précipités durs pour les

compositions hypereutectiques. Ces particules participent au blocage ou à l'encrage des dislocations générant la déformation plastique durant la phase de charge (*Figure III.57.a*). Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la nanodureté. Cependant, ces phases précipitées affectent faiblement la remontée de la pointe diamant (*Figure III.57.a*), ce qui entraîne une légère variation du module d'élasticité.



Figure III.57 : a) Courbe charge - décharge sur 11 et 40% Cu, b) Evolution du module d'élasticité avec la teneur en cuivre.

Deux nouveaux paramètres, définis dans le chapitre instrumentation, sont introduits afin de caractériser les alliages : le retour élastique (R) et l'index plastique ( $I_P$ ). Ces grandeurs ont été calculées à partir des courbes charge/déplacement réalisées à une charge de 50 mN. Ils sont moins sensibles à l'effet de taille que la dureté <sup>[POL86-2, LOU86]</sup> : les calculs sont également plus simples et ne demandent pas une modélisation du défaut de pointe <sup>[OL192]</sup>. Par rapport à la dureté, ces paramètres apportent des informations complémentaires en séparant notamment les comportements élastiques et plastiques du matériau indenté. Le retour élastique (R) correspond qualitativement à la fraction de matière déformée élastiquement sous l'indenteur, tandis que l'index ( $I_P$ ) représente la résistance à la déformation plastique. Comme nous le constatons sur le *Tableau III.8* et *Tableau III.9*, ces grandeurs physiques augmentent rapidement avec les teneurs en cuivre, chrome et silicium.

**Tableau III.8 :** récapitulatif des grandeurs moyennes (retour élastique R et index plastique Ip) mesurés par nanoindentation sur les dépôts Al-Cu, Al-Cr et Al-Co.

Cu	R (%)	I <sub>P</sub> (usi)	Со	R (%)	I <sub>P</sub> (usi)	Cr	R (%)	I <sub>P</sub> (usi)
(wt.%)			(wt.%)			(wt.%)		
0	4,5	150	0	4,5	150	0	4,5	150
11 ±1	9,1 ±0,9	487 ±12	4 ±0,5	4,9 ±0,3	258 ±24	4 ±1	3,7 ±0,2	191 ±21
19 ±1	10,5 ±0,7	647 ±14	9 ±1	5,1 ±0,5	325 ±74	7 ±1,5	4,3 ±0,3	239 ±27
27 ±2	11,9 ±0,6	891 ±62	16 ±1	5,1 ±0,8	360 ±77	14 ±1	5,7 ±0,7	423 ±81
40 ±2	15,4 ±2	1198 ±137	23 ±2	7,5 ±0,5	663 ±218	24 ±2	9,1 ±1,8	788 ±106

129

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Fe	R (%)	I <sub>P</sub> (usi)	Mo	R (%)	I <sub>P</sub> (usi)	Ni	R (%)	I <sub>P</sub> (usi)	Si	R (%)	I <sub>P</sub> (usi)
wt.%			wt.%			wt.%			wt.%		
0	4,5	150	0	4,5	150	0	4,5	150	0	4,5	150
4 ±1	4,5 ±0,3	334 ±32	4 ±1	4,8 ±0,4	293 ±36	3 ±1	4,4 ±0,2	$207 \pm 13$	12 ±2	7,6 ±0,5	445 ±60
15 ±1	7,5 ±1,5	806 ±333	10 ±2	5,2 ±0,5	339 ±40	11 ±2	$6,8\pm 0,8$	$407 \pm 86$	28 ±2	8,1 ±1	$494 \pm 146$
20 ±2	6,5 ±1,3	1297 ±1592	22 ±3	6,2 ±1,2	505 ±194	18 ±2	5,8 ±0,7	379 ±33	48 ±3	9,3 ±1	-
24 ±2	7,5 ±1,7	889 ±542	-	-	-	-	-	-	58 ±3	12,5 ±2	1442 ±200

**Tableau III.9 :** récapitulatif des grandeurs moyennes (retour élastique R et index plastique Ip) mesurés par nanoindentation sur les dépôts Al-Fe, Al-Mo, Al-Ni et Al-Si.

Pour une même sollicitation sévère (P = 50 mN), les paramètres (R) et ( $I_P$ ) varient presque de façon linéaire avec la teneur en élément (*Figure III.58*). Entre les teneurs extrêmes en cuivre (11% et 40%), les gains au niveau du retour élastique et de l'index plastique sont respectivement de 70% et 110%. Par rapport à l'échantillon brut (R = 4,5% et I<sub>p</sub> = 150), les effets sont encore plus marqués avec des augmentations respectives de facteurs 4 et 6. L'index plastique maximum est, quant à lui, observé sur l'alliage Al 58Si. Ces variations laissent présager un bon comportement à l'usure des cordons en particulier les échantillons possédant les plus grandes teneurs en cuivre et silicium.



Figure III.58 : Evolution de l'index plastique avec la teneur en cuivre.

La contribution des éléments d'alliage à la résistance à l'usure peut aussi être vérifiée par la théorie de Greenwood et Williamson <sup>[GRE66]</sup>. Ces auteurs introduisent l'indice de plasticité ( $\Psi$ ) (Équation III.9.a) différent de l'index plastique ( $I_p$ ) issu de la nanoindentation. Cette grandeur indique sous quelles conditions les aspérités de rugosité commencent à se déformer plastiquement : si  $\Psi > 1$  la déformation est plastique et si  $\Psi < 1$  la déformation est élastique. Ce renseignement est intéressant lors d'une usure de type adhésive. En effet, lors d'une telle sollicitation, les aspérités se déforment et peuvent être plastifiées sous une forte charge. Il se crée alors un contact intime avec la surface frottante, entraînant le phénomène d'adhésion.

a) 
$$\Psi = \left(\frac{E'}{H}\right) \left(\frac{\sigma}{\beta}\right)^{\frac{1}{2}}$$
 b) 
$$\frac{1}{E'} = \frac{1 - \mathbf{v}_{1}^{2}}{\mathbf{E}_{1}} + \frac{1 - \mathbf{v}_{2}^{2}}{\mathbf{E}_{2}}$$

**Équation III.9**: a) indice de plasticité ( $\Psi$ ) selon la théorie de Greenwood et Williamson, b) module d'élasticité réduit (*E'*) défini par la théorie de Hertz.

Dans l'Équation III.9.a, le module élastique réduit (E') est défini par la théorie de Hertz [GRE66] (Équation III.9.b) et calculé à partir du module d'élasticité mesuré par nanoindentation (*Tableau III.6*). La dureté (*H*) des alliages est donnée par la *Figure III.48*. Les paramètres ( $\sigma$ ) et ( $\beta$ ) sont respectivement la déviation quadratique moyenne et le rayon de courbure moyen des sommets des aspérités. Ces valeurs sont mesurées avant le test d'usure par microscopie confocale à champ étendu. Néanmoins, la théorie de Greenwood et Williamson est uniquement valable pour une surface dont la répartition des amplitudes de rugosité est de type gaussienne [GRE66]. Cette condition est remplie car après la préparation des échantillons, la distribution sur les surfaces est de skewness = -0,189 et kurtosis = 3,59 (*Figure III.59*), ce qui est proche d'une gaussienne pure (skewness = 0, kurtosis = 3) [STO93]. Il est donc possible de connaître la variation des indices ( $\Psi$ ) en fonction de la teneur en éléments d'alliage.



Figure III.59 : Distribution des amplitudes de rugosité et courbe d'Abbott Firestone sur la surface des cordons avant usure.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Ces résultats sont développés dans le *Tableau III.10*. Lorsque la teneur augmente, l'indice de plasticité diminue, correspondant à une moindre plastification des aspérités. Cependant nous sommes toujours à un niveau d'indice  $(\Psi)$  qui entraîne la déformation plastique systématique. La déformation élastique pure n'est possible que pour une valeur de  $(\Psi)$  inférieure à 1.

Alliage	Al-Cu	Alliag	e Al-Co	Alliag	e Al-Cr	Alliage	Al-Fe	Alliage	Al-Mo	Alliag	e Al-Ni	Alliag	e Al-Si
wt.%	(Ψ)	wt.%	(Ψ)	wt.%	(Ψ)	wt.%	(Ψ)	wt.%	(Ψ)	wt.%	(Ψ)	wt.%	(Ψ)
0%	63,6	0%	63,6	0%	63,6	0%	63,6	0%	63,6	0%	63,6	0%	63,6
11%	14,0	4%	22,4	4%	26,1	4%	30,5	4%	37,8	3%	26,9	12%	18,8
19%	9,1	9%	27,2	7%	14	15%	27,7	10%	28,3	11%	14,4	28%	11,9
27%	7,3	16%	12,9	14%	11,9	20%	14	22%	17,1	18%	13,6	48%	9,1
40%	5,6	23%	4,3	24%	7,9	24%	6,8	-	-	-	-	58%	4,8

## III.6.3. Essais d'usure adhésive

Des cordons de forme circulaire (p 63) ont été réalisés afin de caractériser les alliages de surface vis-à-vis d'une usure adhésive. Leur surface est rectifiée avant le test afin d'offrir un contact plan. Dans un premier temps, ces alliages ont été testés à l'aide d'un contact fermé de type pion/disque qui piège et recycle les débris d'usure. Cette technique a été réservée aux alliages Al-Cu avec un frotteur en acier rapide (Ø2 mm, 66 HRC). Par la suite, un système bille/disque a été utilisé sur l'ensemble des alliages. Ce tribomètre met en œuvre une sphère en carbure de tungstène (Ø6 mm, 1400 HV) et permet l'évacuation des débris durant le frottement.

### III.6.3.1. Essais d'usure adhésive à contact fermé : système pion/disque

La *Figure III.60* expose la perte de masse des échantillons en fonction de la teneur en cuivre pour différents paramètres d'usure (charges de 2 et 4 N, vitesses de 0,05 et 0,2 m.s<sup>-1</sup>). Durant tous les tests d'usure, nous n'avons pas constaté de diminution significative de la masse du pion.



**Figure III.60 :** Evolution de la masse perdue avec la teneur en cuivre pour différents paramètres d'usure (système pion/disque, distance de frottement 500 m).

La tenue à l'usure est fortement améliorée par l'addition de cuivre. Avec une charge de 4 N et une vitesse de 0,2 m.s<sup>-1</sup>, la masse perdue est diminuée d'un facteur 15 entre un échantillon brut et un cordon contenant 40% Cu. Ce rapport est environ de 10 pour une charge de 2 N et des vitesses de 0,05 et 0,2 m.s<sup>-1</sup>. Pour un tel couple d'usure (pion en acier sur cordon Al-Cu), la charge a une influence plus prononcée que la vitesse. Le régime d'endommagement passe progressivement d'une usure adhésive sévère à douce avec l'augmentation de la teneur en cuivre, quelles que soient la vitesse et la charge

La *Figure III.61* présente la microtopographie d'une piste d'usure sur un cordon contenant 18% Cu. Le régime dominant est une usure adhésive sévère (*severe wear*), présentée de nombreuses fois dans la littérature [ZHA97, DEU97, WIL97, LIU91]. Cet endommagement se caractérise par une forte et irrégulière déformation de la surface, le transfert de matière sur le pion et la création de grands débris (> 1 mm). La profondeur de la piste usée peut varier de 10 à 35  $\mu$ m (*Figure III.61*). Ce mode d'usure est aussi associé à une forte perte de masse : elle diminue de 30 à 8 mg (4N, 0,2 m.s<sup>-1</sup>) pour les alliages contenant de 0 à 18% Cu. Budinski explique que ce mécanisme est occasionné par la plastification des aspérités sous la charge du frotteur <sup>[BUD88]</sup>. La force normale du pion est ainsi supportée par les aspérités et l'ondulation de la surface. De cette façon, l'aire réelle de contact peut atteindre environ le dix millième de l'aire apparente dans le cas d'une surface rugueuse : la contrainte exercée est alors très élevée, entraînant la plastification des aspérités. Un contact intime est créé entre ces aspérités et la surface du pion, provoquant un phénomène d'adhésion. Ces jonctions sont ensuite brisées avec un transfert de matière sur le frotteur ou la création de débris.



**Figure III.61 :** Microtopographie de la piste d'usure (teneur en cuivre 18%, système pion-disque, charge 4 N, vitesse d'usure 0.2 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 500 m).

Lors d'une usure sévère, l'observation par microscopie électronique de la piste usée révèle plusieurs phénomènes : le sillon est le lieu d'une délamination très présente dans le sens du glissement (*Figure III.62*) et les écailles sont de dimensions très variées, comprises entre 50 µm (*Figure III.62.b*) et 1 mm (*Figure III.63.a*).



**Figure III.62 :** Usure sévère : délamination orientée dans le sens du frottement. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en cuivre : 11%, système pion/disque, charge 4 N, vitesse d'usure 0,2 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 500 m).

De même, le sillon subit une forte déformation plastique (*Figure III.63*). La matière est poussée, étalée dans le sens du frottement, avec une ondulation caractéristique de l'usure sévère (*Figure III.63.b*).



**Figure III.63 :** Usure sévère : déformation plastique excessive. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en cuivre : a) 18%, b) 11%, système pion/disque, charge 4 N, vitesse d'usure 0,2 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 500 m).

Pour un cordon contenant 38% Cu, le type d'endommagement est une usure adhésive douce (*mild wear*) <sup>[ZHA97]</sup>. La surface est moins déformée (*Figure III.64*) et les débris créés ont une taille inférieure à 20  $\mu$ m <sup>[BUD88]</sup>. Dans ce cas, le taux d'usure est nettement réduit : 2 mg après un frottement de 500 m à 0,2 m.s<sup>-1</sup> et sous une charge de 4 N (*Figure III.60*). Le sillon est régulier (*Figure III.64*) et peu profond (2 - 4  $\mu$ m).



**Figure III.64 :** Microtopographie de la piste d'usure (teneur en cuivre 38%, système pion/disque, charge 4 N, vitesse d'usure 0,2 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 500 m).

La surface usée offre ainsi un profil homogène (*Figure III.65*) par rapport à un échantillon ayant subit une usure sévère (*Figure III.63*). Elle ne présente généralement pas de zone de délamination ou de déformation plastique excessive. Pour un contact fermé, cet endommagement est caractérisé par de nombreuses rayures qui peuvent provenir soit de l'action des débris d'usure, soit des aspérités du frotteur (*Figure III.65.b*).



**Figure III.65 :** Usure douce. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en cuivre 38%, système pion/disque, charge 4 N, vitesse d'usure 0,2 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 500 m).

La transition entre une usure adhésive sévère et douce s'observe progressivement avec l'augmentation de la teneur en cuivre. L'endommagement sévère seul est relevé jusqu'à environ 20% Cu, tandis que l'usure douce est rencontrée sur les cordons contenant plus de 35% Cu. Entre ces deux valeurs, les pistes présentent une usure alternée entre ces deux types d'endommagement. La transition peut être expliquée par l'augmentation du module d'élasticité et de la dureté avec la teneur en cuivre (*Tableau III.6*). Ces améliorations limitent les déformations élastiques et plastiques dans le volume du matériau. L'indice de plasticité  $(\psi)$  diminue énormément avec l'addition de cuivre (*Tableau III.10*). Le phénomène d'adhésion est donc réduit car les aspérités de la surface sont moins plastifiées. Le comportement à l'usure est donc amélioré limitant la masse perdue.

#### III.6.3.2. Essais d'usure adhésive à contact ouvert : système bille/disque

Pour un essai bille/disque, la *Figure III.66* met en valeur l'évolution du taux d'usure avec la teneur en cuivre. Entre 0 et 35% Cu, ce taux diminue fortement de 9,6 à  $0,2.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup>. Comme pour le système pion/disque, le régime d'endommagement évolue d'une usure sévère à douce. L'usure adhésive sévère est rencontrée jusqu'à 22% Cu. Elle est également caractérisée par un taux d'usure supérieur à  $1.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup>, une importante déformation du sillon et la délamination de débris de grandes tailles (*Figure III.67*). Ces derniers ont une dimension comprise entre 200 µm (*Figure III.67.b*) et 1 mm (*Figure III.67.a*). La profondeur des ces délaminations peut être très importante (de 20 à 50 µm).



**Figure III.66 :** Evolution du taux d'usure avec la teneur en cuivre (système bille-disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).



**Figure III.67 :** Usure sévère sur un alliage Al-Cu. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en cuivre 22%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

L'usure adhésive douce apparaît entre 22 et 37% Cu. Entre ces deux teneurs, le taux d'usure est inférieur à  $1.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup>, avec une valeur minimale de  $0,2.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> à 37% Cu (*Figure III.66*). L'observation du sillon révèle un endommagement faible et uniforme (*Figure III.68.a*). De plus, un fort grossissement de la surface montre la présence d'une couche tribologique composée de débris agglomérés (*Figure III.68.b*).



**Figure III.68 :** Usure douce sur un alliage Al-Cu. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en cuivre 37%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

Cependant, au-dessus de 37% Cu, nous constatons que le taux d'usure augmente (*Figure III.66*). Il atteint ainsi  $0.8.10^{-3} \text{ mm}^3 \text{.m}^{-1}$  pour un alliage contenant 43% Cu. Cette observation coïncide avec l'apparition de piqûres sur la surface usée (*Figure III.69*). Dans ce cas, le régime d'endommagement reste globalement une usure douce avec un sillon homogène et l'absence de grande délamination. Néanmoins, les premiers signes d'usure par fatigue apparaissent caractérisés par de petites délaminations (100-200 µm), peu profondes, avec un profil de rupture fragile (*Figure III.69.b* et *Figure III.70*). Un tel mécanisme semble se manifester quand la quantité de cuivre atteint 43% Cu. Le matériau a alors un comportement fragile en raison de sa grande dureté (250 HV<sub>0,2</sub>) et surtout de la présence de nombreux précipités intermétalliques Al<sub>2</sub>Cu (*Figure III.9*).



**Figure III.69 :** Usure en fatigue d'un alliage Al-Cu. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en cuivre 43%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

La *Figure III.70* illustre clairement ce mécanisme par la présence de stries de fatigue en fond de piqûre. La fracture est créée en sous-couche lors de la sollicitation cyclique, puis se propage à chaque passage de la bille jusqu'à la surface. Le débris est alors évacué. De même, plusieurs fissures fragiles sont observables sur le contour de l'arrachement, laissant présager l'accélération de ce phénomène.



**Figure III.70 :** Usure en fatigue d'un alliage Al-Cu. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en cuivre 43%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

Concernant les alliages Al-Cr et Al-Mo, les *Figure III.71.a* et *Figure III.71.b* montrent l'évolution du taux d'usure en fonction des quantités de chrome et de molybdène. Pour ces types d'alliages, l'addition d'éléments améliore la résistance à l'usure adhésive : les taux optimum sont respectivement de 1,6 et 0,5  $.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> pour 25% Cr et 19% Mo mais restent cependant supérieurs à celui de l'alliage Al-Cu. Une telle différence peut être attribuée à la forme aciculaire des composés primaires Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> (*Figure III.21*) et Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub> (*Figure III.15*). Ces précipités favorisent les concentrations de contraintes et la propagation des fissures durant le test d'usure, bien que la dureté des matériaux soit comparable.



**Figure III.71 :** Evolution du taux d'usure avec la teneur en a) chrome et b) molybdène (système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

Ces deux alliages offrent également les transitions de régime (de l'usure sévère à l'usure douce, puis à l'usure par fatigue) caractérisées par une baisse significative du taux d'usure, puis par son augmentation (*Figure III.71*). Avec l'addition de chrome, l'usure douce se manifeste très vite (10% Cr) avec néanmoins la persistance de quelques zones fortement délaminées. Dans le cas du molybdène, ce type d'usure est atteint à partir de 15% Mo. Par contre au-dessus de 25% Cr et 24% Mo, l'usure par fatigue est très prononcée surtout pour les alliages Al-Cr (*Figure III.72*). Le sillon présente de nombreuses fractures et l'accumulation de fins débris (< 20 µm) de formes anguleuses (*Figure III.72.b*). Le comportement coïncide avec la formation d'une microstructure composée d'aiguilles très denses. Ces phases ont tendance à être fracturées très facilement à cause de leur grande dureté et de leur forme, ainsi qu'à propager la fissuration dans le volume du matériau.



**Figure III.72 :** Usure en fatigue d'un alliage Al-Cr. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en chrome 25%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

Les alliages Al-Co et Al-Fe ont révélé des taux d'usure anarchiques qui ne permettent pas d'élaborer une discussion. Le problème peut être attribué à une usure hétérogène sur un même sillon. Des essais complémentaires devront être réalisés afin de clarifier le phénomène. En revanche, nous pouvons mettre en valeur les cordons contenant 8 et 26% Fe (*Figure III.73* et *Figure III.74*). En effet, pour le premier, l'endommagement est uniforme et associé avec un faible taux d'usure  $(1.10^{-3} \text{ mm}^3.\text{m}^{-1})$ . Ce comportement semble prouver que le fer doit être additionné en petites quantités afin d'obtenir une usure douce (*Figure III.73*).



**Figure III.73 :** Usure douce d'un alliage Al-Fe. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en fer 8%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

A 26% Fe, la surface du cordon offre une usure par fatigue très importante (*Figure III.74*) et un taux d'usure de 4,9.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup>. L'ensemble du sillon est fracturé avec la formation d'éclats et de ruptures fragiles (*Figure III.74.b*). Cette observation confirme le fait qu'une microstructure aciculaire (*Figure III.18*) associée à une grande dureté (325 HV<sub>0,2</sub>) induit une mauvaise résistance à l'usure adhésive.



**Figure III.74 :** Usure en fatigue d'un alliage Al-Fe. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en fer 26%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

La *Figure III.75* illustre l'évolution de l'usure avec le taux de nickel. Comme pour le cuivre, la résistance est fortement améliorée, la détérioration minimale étant de  $0,1.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> à 27% Ni. Pour cet alliage, la différence entre l'usure sévère et douce est clairement développée sur les *Figure III.76* et *Figure III.77*.



**Figure III.75 :** Evolution du taux d'usure avec la teneur en nickel (système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

Pour le premier mode d'endommagement, la surface est extrêmement plastifiée, formant des bourrelets à intervalles réguliers (*Figure III.76.a*). Le mécanisme est observable entre 0 et 14% Ni. Sur un alliage Al 7Ni, la profondeur du sillon évolue de 10 à 100  $\mu$ m avec des largeurs comprises entre 1 et 1,5 mm. Le taux d'usure est quant à lui supérieur à 2.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup>. Lors d'une usure douce (cordon contenant plus de 18% Ni), la piste subit une détérioration homogène sans bourrelet (*Figure III.76.b*). Pour un alliage contenant 32% Ni, la trace a une profondeur et une largeur constantes, respectivement d'environ 20  $\mu$ m et 1,5 mm.



**Figure III.76 :** Microtopographies des pistes d'usure (teneur en nickel a) 7% b) 32%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

Comme pour les autres alliages, l'observation par microscope électronique révèle une importante délamination et une déformation plastique dans le cas d'une usure sévère (*Figure III.77*). Pour l'alliage Al 7Ni, les arrachements peuvent atteindre une dimension de 1 mm (*Figure III.77.a* et *Figure III.77.b*). Lors d'une usure douce, les phénomènes précédents sont absents (*Figure III.77.c* et *Figure III.77.d*). La surface usée est recouverte de rayures provenant sans doute des aspérités de la bille.



**Figure III.77 :** Usure sévère (a, b) et douce (c, d) d'alliages Al-Ni. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneurs en nickel 7%(a, b) et 32% (c d), système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

Pour les alliages Al-Si, la *Figure III.78* expose l'évolution du taux d'usure en fonction de la quantité de silicium. Ce taux diminue aussi jusqu'à une valeur optimale, puis augmente sur la fin de l'expérimentation. Cette valeur minimale est de  $1.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> à 48% Si, soit un gain d'un facteur 10 par rapport à une surface non traitée. Pour une teneur en silicium plus importante, l'apparition d'une usure par fatigue implique une accélération de l'endommagement (4.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> à 58% Si, *Figure III.78*).



**Figure III.78 :** Evolution du taux d'usure avec la teneur en silicium (système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

L'évolution du mode d'usure est facilement observable sur la *Figure III.79*. De 0 à 28% Si, l'usure est sévère avec une profondeur de sillon de 30 à 100  $\mu$ m (*Figure III.79.a*). Ensuite, la détérioration devient douce de 37 à 48% Si ; la trace est alors moins profonde (10-30  $\mu$ m, *Figure III.79.b*). A 58% Si, l'apparition d'une usure par fatigue n'est pas détectable par microtopographie. En effet, les dimensions de la zone usée restent comparables à celles des cordons contenant moins de silicium (*Figure III.79.c*). Cependant, la microscopie électronique montre l'apparition de nombreux éclats ayant un profil fragile (*Figure III.80*).



**Figure III.79 :** Microtopographies des pistes d'usure (teneur en silicium a) 10% b) 28% c) 58%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

Dans le cas des alliages Al-Si à fortes concentrations de silicium (Si > 50%), l'apparition de l'usure par fatigue peut s'expliquer par la présence de précipités primaires (*Si*) de grandes dimensions (*Figure III.27*). Ainsi, comme pour le chrome ou le fer, ces phases aciculaires très dures (1200 HV<sub>0,2</sub> <sup>[LIE95, CAY00]</sup>) sont très facilement fracturées par la pression de la bille.



**Figure III.80 :** Usure en fatigue d'un alliage Al-Si. Micrographies ESEM de la piste d'usure (teneur en silicum 58%, système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

#### III.6.3.3. Discussion

Dans le cas des alliages de surface sous faisceau laser, l'amélioration de la résistance à l'usure adhésive semble avoir plusieurs origines :

- La création de composites à matrice métallique au sein des cordons hypereutectiques.
- La diminution des déformations élastiques et plastiques dans le volume du matériau
- La réduction de la plastification des aspérités de surface.

#### a) Composites à matrice métallique

Le premier mécanisme est illustré par la *Figure III.81*. Les alliages hypereutectiques sont constitués de précipités primaires durs (Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>3</sub>Fe, Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub>...) répartis dans une matrice généralement plus ductile (aluminium proeutectique et/ou eutectique). L'ensemble forme un composite à matrice métallique dont la taille des renforts est variable selon l'alliage (10-500  $\mu$ m). Durant le glissement sur un tel matériau, ces phases dures peuvent supporter à elles seules la charge du frotteur (*Figure III.81*). En effet, la matrice moins résistance est rapidement usée dans les premiers temps du frottement. Ils persistent alors les composés intermétalliques dont les propriétés mécaniques élevées confèrent une très bonne résistance à
l'usure. En plus de ce phénomène, les débris d'usure peuvent s'accumuler dans l'espace entre les précipités (*Figure III.81*). Cet entassement forme une couche tribologique fine et compacte qui ralentit l'endommagement de la matrice.



Figure III.81 : Effet composite lors d'une usure bille sur disque.

Selon ce principe, il apparaît normal de privilégier les précipités compacts et de tailles relativement faibles (Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>3</sub>Ni ou *(Si)*). Lors d'une telle sollicitation, ces derniers supportent mieux le cisaillement et l'arrachement que les grandes phases aciculaires (Al<sub>11</sub>Cr<sub>2</sub>, Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> ou Al<sub>3</sub>Fe). En revanche, l'effet composite doit être pondéré par rapport à la résistance de la matrice. En effet, les mesures de nanoindentation montrent que certaines particules dures peuvent être enfoncées dans la matrice lors de l'indentation (*Figure 111.54* et *Figure 111.56*). Ce phénomène est observé pour les alliages Al-Co et Al-Si. Dans ce cas, la matrice n'est pas assez dure pour supporter la mise sous contrainte du renfort : le mécanisme proposé ici ne semble pas applicable à ces cordons. Il serait alors opportun d'améliorer ces alliages par l'addition d'un second élément qui aurait pour rôle de renforcer la matrice.

#### b) Déformations élastiques et plastiques dans le volume du matériau

Le second mécanisme conduisant à une meilleure résistance à l'usure adhésive est la diminution des déformations élastiques et plastiques dans le volume du matériau. Concernant le comportement élastique, ce phénomène est illustré par les mesures de retour élastique (R) et de module d'élasticité (E). La première grandeur exprime la fraction de matière déformée élastiquement lors d'une indentation : cette configuration se rapproche du comportement du matériau vis-à-vis des aspérités du frotteur. Le module d'élasticité détermine, quant à lui, la dimension du contact et la pression admissible avant la plastification de la matière. Durant une usure de type pion/disque ou bille/disque, les alliages de surface doivent en conséquence présenter des valeurs de (E) et (R) les plus élevées possible afin d'offrir une faible sensibilité à la rayure, une importante charge admissible et une petite surface de contact. Si toutes ces

conditions sont réunies, l'endommagement est réduit. La *Figure III.82.a* et *Figure III.82.b* développent ce point de vue en exposant l'évolution du taux d'usure en fonction du retour élastique et du module d'élasticité pour les alliages Al-Cu et Al-Cr. Avec l'apport de cuivre, ce taux est réduit d'un facteur 50 quand (*R*) évolue de 4,5 à 15,4% et (*E*) de 77 à 112 GPa. Pour le chrome, l'amélioration du comportement élastique est moins importante, ce qui conduit à un taux d'usure plus élevé. Néanmoins, le cas des alliages Al-Mo est intéressant. En effet, malgré une faible dureté (< 100 HV<sub>0,2</sub>) et la présence de phases aciculaires, ces dépôts offrent une très bonne résistance à l'usure (*Figure III.71.b*). Ce comportement peut être affecté au module d'élasticité élevé (*Figure III.82.b*) confortant l'importance des déformations élastiques pour la tenue à l'usure adhésive.



Figure III.82 : Evolution du taux d'usure avec le retour élastique (a) et le module d'élasticité (b).

En ce qui concerne le comportement plastique du matériau, les mesures de microdureté (H) et d'index plastique  $(I_p)$  ont mis en valeur ce mécanisme. Ces deux grandeurs représentent respectivement la limite élastique de l'alliage et son aptitude à s'écrouir. Pour réduire l'usure, ces caractéristiques doivent aussi être les plus grandes possibles afin d'éviter la plastification du cordon et quand cette dernière apparaît, de limiter son effet. Ces phénomènes sont illustrés par les *Figure III.83.a* et *Figure III.83.b* pour les alliages Al-Cu et Al-Cr. Jusqu'à 250 HV<sub>0,2</sub>, le taux d'usure diminue avec l'augmentation de la dureté pour les deux matériaux ce qui vérifie notre hypothèse (*Figure III.83.a*). En revanche, l'endommagement s'accélère au dessus de cette valeur : ce comportement coïncide avec l'arrivée d'une usure par fatigue dont nous discuterons par la suite. Quant à l'index plastique ( $I_p$ ), l'amélioration de la résistance à l'usure s'accorde avec l'accroissement de sa valeur (*Figure III.83.b*). Cette tendance est particulièrement soulignée pour ( $I_p$ ) compris entre 200 et 800 (usi). Ces observations sont également valables pour les alliages Al-Mo, Al-Ni et Al-Si, c'est à dire quand les résultats

d'usure ont permis d'élaborer une discussion. La réflexion n'a pas été menée sur les cordons Al-Co et Al-Fe.



Figure III.83 : Evolution du taux d'usure avec la microdureté (a) et l'index plastique (b).

#### c) Plastification des aspérités

Le dernier mécanisme menant à une plus grande résistance à l'usure est la réduction de la déformation plastique des aspérités des cordons laser. Dans ce cas, l'attention doit se porter sur le comportement des premiers microns d'épaisseur à partir de la surface et non plus dans le volume du matériau. L'usure adhésive est effectivement provoquée par la plastification des aspérités des dépôts sous la charge du frotteur. Ce comportement crée un contact intime entre les deux parties provoquant le phénomène d'adhésion. En réduisant cette tendance, il est alors possible de diminuer la force de délamination et en conséquence le taux d'usure. Cette hypothèse semble vérifiée par la *Figure III.84* qui présente le taux d'usure en fonction de l'indice de plasticité ( $\psi$ ).



Figure III.84 : Evolution du taux d'usure avec l'indice de plasticité (Y).

Cette grandeur indique sous quelles conditions les aspérités du cordon se déforment plastiquement. Pour tous les alliages, la valeur de  $(\psi)$  reste supérieure à 1 révélant une plastification systématique. Malgré cela, une diminution de  $(\psi)$  de 63 à presque 7 coïncide avec une forte chute du taux d'usure pour les alliages Al-Cu et Al-Cr (*Figure III.84*). La même observation est possible pour les alliages Al-Fe, Al-Ni et Al-Si mais dans une moindre mesure.

#### d) Modes de détérioration

Durant les essais d'usure sur les alliages de surface laser, trois types d'endommagement ont été observés : usure sévère, usure douce et usure par fatigue. Les transitions entre ces modes s'effectuent progressivement avec l'augmentation de la teneur en éléments quels que soient les alliages étudiés. La première détérioration se caractérise par un taux d'usure élevé (généralement supérieure à  $1.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup>), une importante déformation du sillon et la délamination de grands débris (*Figure III.85.a*). Par opposition, l'usure douce se distingue par un endommagement faible et uniforme et la création de débris de petites tailles (*Figure III.85.b*). La transition entre ces deux modes peut s'expliquer par les observations réalisées dans la première partie de cette discussion. En effet, l'usure adhésive peut être divisée en trois phénomènes : la déformation de la matière, la délamination et la formation d'une couche tribologique.



Figure III.85 : Principe de l'usure sévère (a) et douce (b).

#### Déformation de la matière

Dans ce cas, le volume perdu est régi par l'enlèvement de matière que subit le matériau lors de l'enfoncement et le déplacement d'un corps. La résistance à ce mécanisme s'exprime par une limite élastique et une résistance à la rupture élevées. En admettant que le frotteur soit une particule d'usure hémisphérique, cet endommagement peut être modélisé par *l'Équation III.10* développée par Archad <sup>[DEU96, LIM89-1, LIM89-2]</sup>.

$$W = \frac{k.d.P}{3H}$$

**Équation III.10 :** Modèle classique de l'usure : W volume perdu, k : coefficient d'usure, d : distance de glissement, P : charge appliquée et H : dureté du matériau.

La théorie classique de l'usure met en avant la limite élastique du matériau traduite par sa dureté (*H*). Nous proposons de prendre également en compte son comportement élastique au travers du module d'élasticité (*E*) et du retour élastique (*R*) ainsi que son aptitude à s'écrouir décrite par l'index plastique (*Ip*). Ces grandeurs semblent effectivement influer sur le taux d'usure (*Figure III.82* et *Figure III.83*). La transition d'une usure sévère vers une usure douce peut ainsi être attribuée à l'augmentation de ces caractéristiques car elle est associée à une forte réduction de la déformation des cordons (*Figure III.85*).

#### Délamination

Ce mécanisme est dû à l'action combinée de plusieurs forces : la force normale qui plastifie la surface et crée la fracture en sous-couche, la force tangentielle de frottement faisant croître la fissure et la force d'adhésion du matériau sur le pion qui a tendance à arracher le débris après la fracture. Lorsque la fissure a atteint la surface de la piste, le débris est créé et la délamination est possible (*Figure III.62.b*). Un tel phénomène est limité par la charge maximale que peut supporter l'alliage avant d'atteindre la rupture et la profondeur de contrainte maximale  $^{[L1U91]}$ . Le module d'élasticité (*E*), la dureté (*H*) et la limite à la rupture jouent donc un rôle primordial. En outre, la réduction de l'indice de plasticité ( $\Psi$ ) diminue la force d'adhésion et inhibe la délamination. L'évolution entre les deux premiers modes d'usure peut donc être expliquée par l'augmentation de ces propriétés car cette transition est définie par une réduction de la taille des débris délaminés.

#### Couche tribologique

Le dernier phénomène intervenant lors d'une usure adhésive est la formation d'une couche tribologique. Ce revêtement est généralement composé de débris et d'oxydes, créés lors du frottement protégeant le matériau <sup>[LIM87, LIM89-1]</sup>. L'étude d'un telle couche n'a pas été abordée précisément lors de ce travail, l'observation ESEM montre néanmoins son existence

lors d'une usure douce (*Figure III.68.b*). En revanche, à cause de la forte délamination, sa présence semble impossible quand l'endommagement est sévère.

#### • Usure par fatigue

A partir d'une certaine teneur en soluté, tous les alliages présentent une transition de l'usure douce vers l'usure par fatigue. Le système Al-Ni fait exception à cette règle en raison sans doute de l'impossibilité de réaliser un alliage au dessus de 30% Ni. L'endommagement par fatigue apparaît lors du passage de la bille : la limite à la rupture est alors dépassée en sous-couche à cause de la pression de contact et de la sollicitation cyclique. La fracture se propage ensuite à chaque passage pour atteindre la surface. Par la suite, le débris est évacué laissant une écaille sur la piste d'usure (Figure III.69.b). L'initiation de la fissure se fait selon le mode I suivi par le mode III. Un tel phénomène peut avoir deux d'origines : un comportement fragile de l'alliage <sup>[CON92]</sup> ou la présence de nombreux précipités intermétalliques. Dans le premier cas, l'usure par fatigue commence quand la dureté de l'alliage binaire excède 200-250 HV<sub>0.2</sub> (Figure III.83.b). Cette détérioration est ainsi rencontrée dans les alliages Al-Cu (Figure III.69), Al-Cr (Figure III.72) et Al-Si (Figure III.80). La seconde cause est une proportion trop importante de composés intermétalliques dans l'alliage de surface : ces phases ont une dureté élevée (500-1200  $HV_{0,2}$ ) et sont donc propice à la fissuration. Cependant, leur forme semble capitale, les précipités aciculaires favorisant en effet les concentrations de contraintes et la propagation des fissures dans le volume du matériau. Ce mécanisme est particulièrement mis en valeur sur les alliages Al-Cr (Figure III.72) et Al-Fe (Figure III.74).



Figure III.86 : Principe de l'usure par fatigue.

## III.7. Alliages de surface par prédépôt : synthèses

Grâce à la fusion laser de prédépôts, nous avons développé une méthode simple et peu onéreuse pour réaliser des alliages dans une large gamme de composition et à partir desquels nous avons tiré les enseignements suivants :

- Les microstructures sont généralement en accord avec les diagrammes de phases malgré trois phénomènes caractéristiques d'états hors équilibres : zones d'existence de phases élargies et/ou décalées, présence de composés ou de microstructures métastables ou précipitations de phases existant à des teneurs de soluté bien supérieures à la teneur moyenne de l'alliage.
- La plupart des alliages ont montré une importante augmentation de dureté : 250-300 HV<sub>0,2</sub> par rapport à 20 HV<sub>0,2</sub> du substrat. Ce durcissement a été imputé à l'affinement du grain, à la sursaturation de l'aluminium proeutectique, à la précipitation de composés intermétalliques de grandes tailles (effet composite) et à la présence de contraintes internes. Un modèle empirique coïncidant avec les mesures expérimentales a été proposé pour calculer la dureté de l'alliage en connaissant la proportion de soluté.
- Par la suite, la nanoindentation nous a permis d'analyser l'isotropie des matériaux obtenus et de mesurer leurs propriétés macroscopiques. Cette technique a ainsi mis en évidence la forte anisotropie des alliages Al-Si et Al-Co en raison des précipités durs (*Si*) et Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub>. De plus, en travaillant à fortes charges et en effectuant un grand nombre de mesures, la nanoindentation nous a renseigné sur le comportement élastique et plastique du matériau (module d'élasticité (*E*), retour élastique (*R*) et index plasticité (*I<sub>p</sub>*)).
- Pour finir les essais d'usure réalisés avec des tribomètres bille/disque et pion/disque ont mis en valeur trois types d'endommagement selon l'élément d'addition et sa teneur : usure sévère, douce et par fatigue. Ces mécanismes ont été observés par ESEM et microscopie confocale à champ étendu. La tenue a été fortement améliorée par l'addition de la plupart des éléments. Les alliages Al 40% Cu et Al 25%Ni sont cependant les plus efficaces avec des gains supérieurs à 15 par rapport au substrat. Un tel comportement a été imputé à trois mécanismes complémentaires : la création d'un composite à matrice métallique au sein des alliages, la diminution des déformations élastiques et plastiques dans le volume du matériau et la réduction de la plastification des aspérités.

l'approfondissement de l'investigation :

- L'éventail des éléments d'addition aurait pu être complété : par exemple par l'alliation laser avec du titane et du niobium.
- Le durcissement est également partiellement compris : ce travail a montré le rôle des contraintes résiduelles sur la dureté mais leur influence selon le type d'élément n'est pas encore connue. Ce point est à notre avis primordial pour comprendre l'instabilité de la dureté à haute température (> 300°C) et permettre l'utilisation de ces alliages à température élevée.
- Finalement, l'outil de nanoindentation s'est montré performant pour l'analyse des dépôts laser mais son utilisation doit être élargie. Il nous semble intéressant de continuer la caractérisation de l'anisotropie des alliages mais avec des charges moins importantes et sur des zones plus localisées. Ces mesures peuvent effectivement apporter des explications pour l'interprétation du comportement mécanique des dépôts. En outre, des tests de rayures nanométriques à vitesses et charges variables pourraient nous aider à mieux cerner la tenue à l'usure des différents alliages, cette méthode se rapprochant davantage des essais d'usure qu'une simple indentation.

A la suite de ces réflexions, nous proposons une méthode de choix des matériaux à utiliser en éléments d'addition dans l'alliation laser sur aluminium. La première partie de ce travail a en effet consisté à réaliser une étude exhaustive sur les alliages de surface d'aluminium par laser. Le bénéfice de l'addition de chaque élément (Cu, Co, Cr, Fe, Mo, Ni, Sn et Si) a été analysé par rapport aux propriétés mécaniques de l'aluminium d'origine. Pour récapituler les résultats et choisir les alliages les plus performants, nous proposons une méthode fondée sur la représentation polaire, chaque paramètre retenu étant positionné sur un axe (*Figure III.87*). Sa valeur est divisée par celle correspondante à l'aluminium d'origine afin d'exprimer le gain du traitement. Les propriétés suivantes ont été sélectionnées :

- Facteur de forme (F) : ce paramètre représente la morphologie des précipités intermétalliques pour une microstructure donnée. Son choix nous a semblé pertinent en raison de son importance pour l'isotropie du matériau. Il est calculé en divisant la longueur par la largeur des phases. L'ensemble est ensuite multiplié par un facteur 10 pour faciliter la lecture de la *Figure III.87*.
- Microdureté moyenne (H) : cette valeur est divisée par la dureté de l'aluminium (20 HV<sub>0,2</sub>).

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

- Microdureté moyenne (*H<sub>recuit</sub>*) après recuit d'homogénéisation à 480°C pendant 24 heures (divisée par H<sub>Al</sub> = 20 HV<sub>0,2</sub>). Ce paramètre représente la stabilité thermique des alliages.
- Module d'élasticité (*E*) (divisé par  $E_{Al} = 77$  GPa)
- Retour élastique (R) (divisé par  $R_{Al} = 4,5\%$ )
- Index plastique (*Ip*) (divisé par Ip<sub>A1</sub> = 150)
- Indice de plasticité ( $\psi$ ) (divisé par  $\psi_{Al} = 63,6$ )
- Taux d'usure (W) pour une sollicitation bille/disque (divisé par  $W_{Al} = 9,6.10^{-3} \text{mm}^3.\text{m}^{-1}$ )

Durant l'étude, chaque élément a été utilisé sur une large échelle de concentrations, principalement de 0 à 30 wt.%. Pour affiner la sélection, nous avons choisi une teneur pour chaque famille d'alliage qui correspond au cordon offrant le taux d'usure le plus faible sans présenter d'endommagement par fatigue. Ces critères permettent de retenir les alliages ayant les caractéristiques les plus élevées et d'éliminer les matériaux fragiles susceptibles de fissurer sous charge. Par exemple, les cordons Al-Fe avec une quantité importante de fer (> 20% Fe) offrent des propriétés mécaniques importantes (H = 350 HV<sub>0,2</sub>, E = 152 GPa) mais leur fragilité extrême les rend inaptes comme revêtements. Nous préférons par la suite ajouter un second élément d'alliage afin d'atteindre les mêmes caractéristiques tout en préservant la ductilité du dépôt. En appliquant cette méthode, les alliages suivants ont été retenus : Al 40% Cu, Al 20% Co, Al 18% Cr, Al 8% Fe, Al 20%Mo, Al 25% Ni et Al 48% Si. Ces matériaux ainsi que leurs caractéristiques ont été réunis sur la *Figure III.87* sous forme de diagrammes polaires, chaque axe mettant en valeur le gain par rapport à l'aluminium d'origine. Le cas de l'étain n'a pas été développé ici en raison des faibles propriétés de ces alliages.

Nous remarquons que les alliages Al 40% Cu et Al 48% Si possèdent les comportements les plus polyvalents, néanmoins le cuivre se distingue par des propriétés supérieures (*Figure III.87*). A ces teneurs, le cobalt, le chrome et le fer offrent de faibles gains par rapport au substrat mais l'utilisation de concentrations en soluté plus grandes provoque une chute trop importante de la ductilité des cordons. Ce comportement est principalement imputé à la précipitation de grandes phases aciculaires en leur sein. Malgré des caractéristiques hétérogènes, les alliages Al-Mo et Al-Ni se distinguent par une bonne résistance à l'usure, le gain étant supérieur à 15. En conclusion, les éléments Cu, Mo, Ni et Si semblent pertinents pour l'alliation de l'aluminium sous faisceau laser. Ils seront employés dans la seconde partie de ce travail lors du rechargement de surface avec injection de poudres.





Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

# Chapitre IV. Application au rechargement de surface

### **IV.1.** Introduction

Cette partie consacrée au rechargement de surface s'articule en trois paragraphes. En premier, nous discuterons brièvement des conditions expérimentales et nous présenterons les deux ensembles optique/tête d'injection développés durant ce travail pour des lasers Nd:YAG de 2000 et 4000 W. Par la suite, nous nous intéresserons à l'élaboration des dépôts sans renfort de particules dures. Les éléments Cu, Mo, Ni et Si mis en valeur dans la partie précédente sont ici combinés pour former des alliages binaires, ternaires et quaternaires (*Tableau IV.1*). Ces dépôts seront caractérisés en macrodureté et usure adhésive à l'aide d'un tribomètre de type bille/disque. Comme le rechargement laser est un traitement de surface faisant intervenir de hautes énergies, un point particulier sera consacré à l'analyse des déformations du substrat et des contraintes résiduelles. En effet, une des conditions pour son industrialisation est la maîtrise des fissures induites par les contraintes thermiques ainsi que la limitation de la déformation des pièces. La dernière partie exposera les résultats concernant les composites à matrice métallique (CMM). L'influence de la proportion et du type de renforts ainsi que la nature de la matrice sera étudiée par rapport à la macrodureté et la résistance l'usure.

Tableau IV.1 : Alliages obtenus par rechargement de surface.

Alliages	Al-Cu	Al-Si	Al-Cu-Fe	Al-Si-Ni	Al-Si-Cu	Al-Si-Mo	Al-Si-Cu-Ni	CMM
Pages	179	179	179	180	183	185	188	201

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

## IV.2. Conditions expérimentales

#### IV.2.1. Multiplicité des paramètres

Pour une meilleur compréhension, le rechargement laser avec injection de poudre peut être décrit en termes d'entrées (*réf. A*), d'interactions (*réf. B*) et de résultats (*réf. C*) (*Figure* IV.1). Le *Tableau IV.2* regroupe ces notions et les grandeurs physiques associées. Les entrées représentent les paramètres sur lesquelles l'opérateur intervient : le faisceau laser, la poudre et le substrat. Chacun est défini par des grandeurs physiques qui lui sont associées. Par exemple, le faisceau laser peut être décrit par sa puissance, sa longueur d'onde, sa répartition énergétique et son irradiance (*Tableau IV.2*).

Ces variables d'entrées interagissent ensuite entre elles pour créer plusieurs effets : formation d'un bain liquide et d'une zone de solidification, interaction du faisceau sur d'une part les poudres et d'autre part sur le bain liquide/substrat (*Figure IV.1*). Chaque interaction donne lieu à plusieurs phénomènes physiques, comme par exemple les mouvements de convection ou la dilution pour le bain liquide (*Tableau IV.2*). Les résultats de l'opération (formation du cordon et effet sur le substrat) naissent de l'équilibre entre l'ensemble de ces interactions. Le cordon est alors défini par ses dimensions, son rendement de déposition, sa composition (associée à ses caractéristiques mécaniques : dureté, module d'élasticité, résistance à l'usure) et ses contraintes thermiques (donnant lieu aux contraintes résiduelles ou à une éventuelle fissuration du revêtement).



Figure IV.1 : Schéma de l'opération de rechargement laser.

Etapes du procédé	Descriptifs	Grandeurs physiques associées
A. Paramètres d'entrée	Faisceau	Longueur d'onde Distribution spatiale de l'énergie (mode) Puissance Irradiance Diamètre du faisceau sur l'échantillon Inclinaison
	Poudre	Nature (absorption, type, température de fusion et vaporisation) Débit massique Vitesse (associé au débit et pression du gaz de transport) Gaz (nature, pression, débit) Forme du jet (diamètre, convergence, répartition spatiale) Granulométrie Distance buse/pièce
	Substrat	Vitesse d'avance Nature (température de fusion, composition, absorption caractéristiques thermiques, dimension, coef. de dilatation) Etat de surface Température Inclinaison
<b>B. Interactions</b>	Interaction poudre/faisceau Interaction bain - substrat/faisceau	Température des poudres : fusion, vaporisation et/ou plasma Absorption énergétique
	Bain liquide	Mouvement de convection (viscosité, viscosité dynamique, gradient de température) Dilution
	Zone de solidification	Gradient de température Vitesse de solidification
C. Résultats	Formation du cordon	Dimensions (hauteur, largeur, pénétration) Rendement masse déposée/masse injectée Composition (nature et dimension des phases) → caractéristiques mécaniques (dureté, module d'élasticité) Contraintes thermiques → contraintes résiduelles et/ou fissuration
	Effet sur le substrat	Dimension de la zone affectée thermiquement Température

Tableau IV.2: Présentation des paramètres d'entrée, des interactions et des résultats d'une opération de rechargement laser.

La décomposition du procédé permet d'apprécier sa complexité : 15 paramètres d'entrée, niveau d'interactions multiples du faisceau avec les poudres, le bain et le substrat, création d'un bain liquide et d'une zone de solidification dont la vitesse de refroidissement est extrêmement élevée (10<sup>4</sup> à 10<sup>5</sup> K.s<sup>-1</sup> <sup>[BON89]</sup>). Tous ces phénomènes ont des conséquences directes sur la morphologie et sur les propriétés mécaniques du dépôt. Toute modélisation faisant le bilan complet de l'opération est actuellement impossible. La plupart des auteurs ont donc étudié une seule interaction : nous pouvons citer en exemple Vetter <sup>[PAV95]</sup> pour sa contribution à l'étude de l'interaction des poudres avec le faisceau laser, Picasso <sup>[PIC92]</sup> pour la

Déformation et/ou fissuration

compréhension du transfert thermique et des mouvements de convection, Lietchi <sup>[LIE96]</sup> et Lagrange <sup>[LAG97]</sup> pour la caractérisation de cordons CMM pour des matrices respectives d'aluminium et de nickel et Gaumann <sup>[GAU99]</sup> pour la compréhension des phénomènes métallurgiques hors équilibres lors du traitement. Dans le cadre du rechargement laser sur alliages d'aluminium, nous nous sommes attachés à expliquer l'influence des différents paramètres opératoires (vitesse d'avance (V), débit de poudre (Q) et irradiance (I)) sur la morphologie des dépôts. Outre ceux-ci, nous avons étudié la composition des revêtements afin d'optimiser les propriétés mécaniques, particulièrement leur dureté et leur résistance à l'usure adhésive.

#### IV.2.2. Choix des conditions expérimentales

#### IV.2.2.1. Laser

Les surfaces d'aluminium offrent un coefficient d'absorption à la longueur d'onde d'un laser Nd:YAG (1,064  $\mu$ m) deux fois supérieur à celui correspondant à la longueur d'onde du laser CO<sub>2</sub> (10,6  $\mu$ m) <sup>[JUL91]</sup>. Les traitements ont donc été réalisés grâce à deux lasers Nd:YAG. Le premier est un Lumonics MW2000 d'une puissance maximale de 2000 W, équipé d'une fibre optique de diamètre 1 mm et d'une lentille de focalisation de 300 mm. Le deuxième laser utilisé est un Haas 4006D d'une puissance maximale de 4000 W avec une fibre optique de 600  $\mu$ m. La focalisation est assurée grâce à une lentille de 300 mm.



Figure IV.2 : Buses de rechargement, adaptation pour : a) le laser Lumonics MW2000, b) le laser Haas 4006D

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

#### IV.2.2.2. Position des échantillons

Afin d'éviter un éventuel retour du faisceau pouvant détériorer les lentilles ou la fibre optique, l'incidence normale n'est pas utilisée et les pièces ont donc été placés sur un support incliné à 5° par rapport à l'horizontal, l'axe du faisceau laser restant vertical. Le montage est disposé sur une table à commande numérique X-Y. La vitesse de déplacement sous le faisceau varie de 0,2 à 2,4 m.min<sup>-1</sup> selon l'essai. Les principaux paramètres énergétiques et géométriques sont résumés dans le *Tableau IV.3*.

**Tableau IV.3 :** Paramètres énergétiques et géométriques utilisés lors du rechargement avec des lasers Nd:YAG de 2000W et 4000W.

Paramètres	Puissance	Distance	Ø spot	Vitesse	Préchauffage	Angle
	sur pièce	focale	sur pièce	d'avance	_	Faisceau/pièce
Unité	(W)	(mm)	(mm)	$(\text{m.min}^{-1})$	(°C)	(°)
Laser 2000W	1700	300	2,7	0,2-2,4	Aucun	85
Laser 4000W	3700	300	4	0,2-2,4	Aucun	85

#### IV.2.2.3. Injection des poudres

La buse permettant l'injection coaxiale des poudres est un système breveté IREPA Laser <sup>[FRE95]</sup>. Selon le type de laser et leur puissance, deux modules optique/tête d'injection sont utilisés. Le premier a été développé au début de ce travail afin de répondre à la puissance et aux dimensions du faisceau émis par laser Lumonics MW2000 (*Figure IV.2.a*). Le deuxième est une adaptation de la buse commercialisée par Balliu sous licence IREPA Laser (*Figure IV.2.b*), des modifications ayant été apportées pour fonctionner avec le laser Haas 4006D. Les poudres sont injectées à des débits de 5 à 25 g.min<sup>-1</sup> selon le dépôt grâce à un gaz d'argon dont les paramètres sont développés dans le *Tableau IV.4*. Ces deux configurations permettent la réalisation de dépôts sans défaut de largeur de 2 à 5 mm sur un substrat AS7G.

**Tableau IV.4 :** Paramètres de poudres utilisés lors du rechargement avec des lasers Nd:YAG de 2000W et 4000W.

Paramètres	Débit de	Pression gaz	Débit gaz	Pression gaz	Débit gaz	Distance
	poudre	transport	secondaire	secondaire	transport	buse-pièce
Unité	$(g.min^{-1})$	(bar)	$(1.min^{-1})$	(bar)	$(1.min^{-1})$	(mm)
Laser 2000W	5-15	2,5	5	1	3	8
Laser 4000W	10-25	2,5	15	1	3	13

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

#### IV.2.2.4. Nature des échantillons

Les échantillons utilisés pour les essais linéaires (influence des paramètres, analyse de la microstructure, mesure de la dureté et du frottement statique) ont des dimensions de 100 x 50 x 8 mm<sup>3</sup>. Ils sont composés d'un alliage aluminium/silicium coulé sous pression (composition nominale : Al 7Si 3Cu). Pour les essais d'usure circulaires, les échantillons sont issus d'un alliage commercial 2024 composé d'aluminium, de cuivre (4%) et de magnésium (< 1%), les dimensions étant de  $\emptyset$ 60 x 8 mm. Avant le traitement laser, les surfaces sont abrasées au papier SiC grade 120, puis nettoyées à l'acétone.

## IV.3. Rechargement sans renfort de particules dures

#### IV.3.1. Paramètres opératoires : résultats et discussion

Certains paramètres sont déjà fixés :

- Lors de l'opération de rechargement, la puissance maximale du laser est couramment utilisée car elle permet une grande vitesse de déposition. Une puissance plus faible est plutôt réservée à des substrats d'épaisseurs faibles pour ne pas chauffer excessivement la pièce. En effet, cette élévation de température peut modifier la profondeur de traitement. Dans notre cas, ce problème est limité grâce à l'utilisation de substrats massifs refroidis par une circulation d'eau dans le porte échantillon.
- Certains paramètres opératoires sont généralement fixés par la géométrie de la tête d'injection : distance buse/pièce, débits et pressions des gaz de transport et de protection.
- Le nature du substrat est imposée par la disponibilité de pièces massiques et de qualité métallurgique correcte (aluminium coulé sous pression limitant le gaz occlus et ayant une proportion d'impuretés inférieure à 1%).

Le but de ce paragraphe est d'apprécier l'influence des paramètres ajustables tels que l'irradiance (I), la vitesse de traitement (V) et le débit de poudre (Q), permettant d'obtenir des revêtements de qualité optimale.

#### IV.3.1.1. Influence de l'irradiance

La puissance du laser étant fixée à son maximum, l'irradiance ou densité de puissance peut être ajustée en réglant les dimensions du faisceau sur le substrat. Après focalisation, la forme du faisceau Nd:YAG est circulaire, l'irradiance (I) est donc définie par le rapport de la puissance (P) sur la surface irradiée (S) (S =  $4\pi$  / d<sup>2</sup>, (d) étant le diamètre du faisceau sur le substrat). Afin de déterminer les limites de ce paramètre, les dépôts ont été réalisés dans un premier temps avec des densités de puissance de 135 à 540 W.mm<sup>-2</sup>, correspondant à des diamètres respectifs de 4 et 2 mm. Pour l'expérimentation, une poudre Al 12% Si a été retenue pour son bas point de fusion (550°C) et sa composition proche du substrat (Al 7Si 3Cu). Ce choix nous laisse étudier l'irradiance en faisant abstraction de la nature de la poudre et des problèmes métallurgiques associés. Son débit massique a été fixé à 8 g.min<sup>-1</sup>. Les traitements ont été effectués grâce au laser Lumonics MW2000 d'une puissance sur pièce de 1700 W. Le diagramme de la *Figure IV.3* expose les résultats obtenus pour des vitesses d'avance (*V*) de 0,4 à 2,4 m.min<sup>-1</sup>. Nous y distinguons 4 zones :

- <u>Pour I < 150 W.mm<sup>-2</sup></u>, les cordons n'adhèrent pas au substrat. La densité de puissance n'est pas suffisante pour assurer la fusion du substrat et le mouillage des particules sur la surface.
- <u>Pour 150 W.mm<sup>-2</sup> < I < 250 W.mm<sup>-2</sup></u>, les dépôts sont irréguliers et présentent de nombreux imbrûlés. L'irradiance est suffisante pour fondre correctement le substrat mais trop faible pour assurer la fusion totale des poudres. Une fraction des particules est fondue puis déposée en dehors du bain de fusion.
- <u>Pour E > 250 W.mm<sup>-2</sup> et V > 0,8 m.min<sup>-1</sup></u>, les revêtements ont une forme correcte : pas de particule imbrûlée sur les bords du dépôt et une hauteur inférieure à la largeur. Nous opterons pour la relation empirique suivante :  $h \le 1 / 3$ , où *(h)* et *(l)* représentent respectivement la hauteur et la largeur d'un dépôt. Ce critère permet de réaliser des surfaces sans défaut par juxtaposition de cordons <sup>[PAV95, LAG97]</sup>.
- <u>Pour I > 250 W.mm<sup>-2</sup> et V < 0,8 m.min<sup>-1</sup></u>, les cordons sont liés au substrat mais leur morphologie n'est pas acceptable pour une sollicitation mécanique (congés de raccordement trop petit, *Figure IV.4.d*).

Une irradiance de 300 W.mm<sup>-2</sup> (puissance de 1700W et diamètre de spot de 2,7 mm) semble donner des résultats corrects pour une large gamme de vitesses (0,4 à 2,4 m.min<sup>-1</sup>). Les essais réalisés à 540 W.mm<sup>-2</sup> (diamètre de 2 mm) sont également concluants mais la largeur des cordons est plus faible en raison d'un diamètre de faisceau plus petit, limitant les dimensions de la zone traitée. Les revêtements obtenus avec cette densité d'énergie ne présentent pas d'imbrûlés mais l'injection de poudres moins fusibles pourrait occasionner leur apparition. Les dimensions du faisceau sont effectivement trop petites pour englober parfaitement le jet de poudre et une fraction des particules peut être fondue puis déposée en dehors de la zone d'interaction.



Figure IV.3 : Influence de l'irradiance et de la vitesse d'avance sur la qualité des dépôts.

Une irradiance de 300 W.mm<sup>-2</sup> semble donc pertinente pour le rechargement laser de surface d'alliage d'aluminium, cette valeur étant un bon compromis entre une largeur maximale de traitement et une densité d'énergie suffisante pour fondre correctement les particules et le substrat. Cette observation est en accord avec plusieurs auteurs. Pilloz <sup>[PIL90]</sup>, par exemple, utilise une irradiance comprise entre 100 et 1000 W.mm<sup>-2</sup> pour le rechargement de cordons base cobalt, fer et nickel sur un substrat en acier. De même, Vetter <sup>[PAV95]</sup> préconise une valeur de l'ordre de 100 W.mm<sup>-2</sup> pour un revêtement de stellite 6 sur acier E24. Le rechargement d'aluminium quant à lui nécessite une plus grande densité d'énergie par rapport à l'acier <sup>[LIE95]</sup>. Cette différence provient de l'absorptivité moindre de l'aluminium (à 1,06  $\mu$ m : A<sub>Al</sub> = 5%, A<sub>Fe</sub> = 36%) et de sa plus grande conductivité thermique (K<sub>Al</sub> = 210 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>, K<sub>Fe</sub> = 80 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>), malgré une température de fusion plus basse (Tf<sub>Al</sub> = 660°C, Tf<sub>Fe</sub> = 1535°C).

#### IV.3.1.2. Influence de la vitesse d'avance et du débit de poudre

L'irradiance étant fixée à 300 W.mm<sup>-2</sup>, nous nous intéressons maintenant à l'influence de deux des paramètres principaux : la vitesse d'avance (V) et le débit de poudre (Q). Dans un premier temps, une poudre Al 12% Si est aussi utilisée avec une puissance de 1700 W sur pièce et un diamètre de spot de 2,7 mm. Son débit évolue de 2 à 20 g.min<sup>-1</sup> et la vitesse d'avance de 0,2 à 2,4 m.min<sup>-1</sup>. Les résultats sont regroupés dans la *Figure IV.5 ;* quatre cas de figure sont observés :

- Alliage de surface : quelle que soit la vitesse, le débit de poudre n'est pas suffisant pour réaliser un dépôt. La surface du substrat est excessivement refondue créant un alliage de surface (*Figure IV.4.a*).
- Dépôt correct (dilution comprise entre 10 et 40% et  $h \le l / 3$ ): un équilibre entre (V) et (Q) permet d'obtenir un cordon de morphologie acceptable (Figure IV.4.b et Figure IV.4.c). Quand la vitesse d'avance augmente, la largeur et la hauteur du dépôt diminuent (Figure IV.5.b). Pour V = 2,4 m.min<sup>-1</sup> et Q = 8 g.min<sup>-1</sup>, la largeur et la hauteur sont respectivement égales à 2,4 mm et 0,6 mm. Malgré cela, pour un débit de poudre donné, la pénétration est constante quelle que soit la valeur de (V) (Figure IV.5.a). Contrairement au rechargement sur acier <sup>[PAV95]</sup>, la dilution n'est jamais nulle. Ce comportement est attribuable à la température de fusion relativement basse du substrat qui est systématiquement refondu par l'énergie du faisceau ou par conduction au travers du revêtement. De plus, pour assurer le soudage du dépôt, la couche d'alumine recouvrant l'aluminium doit être fondue (T<sub>f</sub> = 2054°C) entraînant un apport d'énergie important sur le substrat. Lors du rechargement d'aluminium, un cordon peut alors être considéré comme un dépôt si sa dilution est comprise entre 10 et 40 %. En effet, nous constatons une délamination systématique en dessous de 10% de dilution. Au dessus de 40 %, nous le plaçons dans la catégorie des alliages de surface.



**Figure IV.4 :** Influence du débit de poudre (Q) et de la vitesse d'avance (V) sur la qualité des dépôts (P = 2000 W, poudre Al 12Si).

- Hauteur trop importante par rapport à la largeur : comme précédemment, les cordons sont soudés au substrat mais leur forme n'est pas acceptable pour une sollicitation mécanique (*Figure IV.4.d*).
- Délamination du dépôt : le débit de poudre est trop important, la puissance du faisceau est principalement absorbée par les particules en vol. La surface de l'échantillon n'est pas ou très peu fondue, limitant la liaison entre la couche et le substrat.

Les différentes zones de la *Figure IV.4* peuvent être délimitées par des courbes passant par l'origine du diagramme et présentant une asymptote horizontale (débit de poudre  $Q_{max}$ ). Un tel comportement peut être modélisé par l'*Équation IV.1.a* qui relie la vitesse au débit. Pour l'expérimentation de la *Figure IV.4*, *l'Équation IV.1.b* représente ainsi la zone où les dépôts sont corrects ( $Q_{max} = 8$  g.min<sup>-1</sup>, centre de la zone). En suivant ce modèle, le comportement du traitement reste stable, les paramètres (*V*) et (*Q*) peuvent légèrement dériver sans incidence majeure sur la morphologie du cordon.

Équation IV.1 a) 
$$Q = Q_{\max} (1 - e^{-a \cdot V})$$
 b)  $Q = 8 \cdot (1 - e^{-1.6 \cdot V})$ 

Ce résultat a deux conséquences. La première est évidente : afin de réaliser un dépôt, il faut réduire le débit de poudre quand la vitesse d'avance diminue. La deuxième est plus intéressante : lorsque (*V*) augmente, il faut faire tendre (*Q*) vers une valeur ( $Q_{max}$ ) pour continuer l'obtention de dépôts corrects. Le phénomène est illustré par la *Figure IV.5.a* représentant la pénétration (*p*) en fonction de (*V*) et (*Q*). Pour des débits de poudre élevés (8 et 14 g.min<sup>-1</sup>) correspondant à des cordons corrects, la pénétration est quasi constante quelque soit la vitesse de traitement. La liaison du cordon sur le substrat est parfaitement assurée jusqu'à 2,4 m.min<sup>-1</sup>, limite de notre expérimentation. La vitesse (*V*) peut en théorie augmenter à l'infini mais au détriment de la hauteur de la couche. Nous pouvons ainsi voir sur la *Figure IV.5.b* l'évolution de la hauteur du revêtement en fonction de (*V*) et (*Q*). En dessous de 0,8 m.min<sup>-1</sup>, cette dernière diminue très vite de 4 à 1,8 mm, puis plus lentement jusqu'à 2,4 m.min<sup>-1</sup>. La largeur est moins affectée par la vitesse maximale ne permettant plus la fusion du substrat, qui se situe aux environs de 4 m.min<sup>-1</sup> pour la présente configuration.



**Figure IV.5 :** Evolution de la pénétration (a) et la hauteur (b) des dépôts en fonction de la vitesse de traitement et du débit de poudre.

Pour confirmer ce modèle, des essais similaires ont été réalisés avec une puissance supérieure (4000 W, Laser Haas 4006D) et une poudre à point de fusion plus élevé (Al 27Si 22Ni 8Cu). L'irradiance est toujours fixée à 300 W.mm<sup>-2</sup>, correspondant à un spot de 4 mm et une puissance sur pièce de 3700 W. Trois types de cordons sont également observés (*Figure IV.6*) : alliage de surface (micrographies a et b), dépôt correct (micrographies c et d) et revêtement trop haut par rapport à sa largeur (micrographie e). La zone de décrochement n'a pas été rencontrée en raison du débit de poudre maximal délivré par le distributeur (30 g.min<sup>-1</sup>). Nous pouvons cependant l'estimer pour un débit minimum de 35 g.min<sup>-1</sup>.



**Figure IV.6 :** Influence du débit de poudre (Q) et de la vitesse d'avance (V) sur la qualité des dépôts (P = 4000 W, poudre Al 27Si 22Ni 8Cu).

Les phénomènes observés pour la poudre Al 12Si et la configuration 2000 W restent valables pour cette expérimentation :

- Les différentes zones de la Figure IV.6 peuvent être modélisées par l'Équation IV.1.a.
- Pour les dépôts corrects (Q = 20-25 g.min<sup>-1</sup>), la pénétration (p) est constante quelle que soit la vitesse (*Figure IV.7.a*). Pour un régime d'alliage (Q < 10 g.min<sup>-1</sup>), la pénétration (p) diminue fortement avec l'augmentation de la vitesse (V).
- Pour une vitesse croissante et inférieure à 1,2 m.min<sup>-1</sup>, la hauteur (*h*) diminue rapidement de 2,6 à 1,4 mm, puis plus lentement de 1,4 à 1 mm jusqu'à 1,6 m.min<sup>-1</sup>.
- La largeur des cordons est peu influencée par l'augmentation de la vitesse. Pour Q = 20 g.min<sup>-1</sup>, elle évolue de 6,6 à 5,8 mm pour un accroissement de (V) de 0,4 à 1,6 m.min<sup>-1</sup>.



**Figure IV.7 :** Evolution de la pénétration et de la hauteur des dépôts en fonction de la vitesse de traitement et du débit de poudre.

L'utilisation d'une poudre à point de fusion plus élevé et d'une puissance supérieure occasionne les mêmes phénomènes à deux différences près : la zone correspondant aux dépôts plus hauts que larges se rétrécit et la vitesse maximale de traitement diminue. Ces différences semblent être dues aux caractéristiques moins favorables de cette poudre (température de fusion plus élevée et absorption du faisceau moindre) : une énergie plus grande doit être mise en œuvre pour réaliser le traitement.

#### IV.3.2. Analyse des déformations du substrat et contraintes résiduelles

Comme les autres traitements de surface de haute énergie, le rechargement laser crée des contraintes thermiques donnant naissance à des contraintes résiduelles et à des déformations de la pièce. D'après Sue *et al* <sup>[SUE96]</sup>, les contraintes résiduelles peuvent être modélisées selon *l'Équation IV.2* par la somme des contraintes intrinsèques et thermiques. Les contraintes intrinsèques correspondent aux modifications structurales du matériau lors du traitement : diffusion, grossissement des grains, variation de la densité des dislocations... Lors du rechargement laser, les contraintes thermiques sont générées par une différence de contraction pendant le refroidissement entre le revêtement et le substrat. Comme nous pouvons le supposer dans un premier temps sur la *Figure IV.8*, le dépôt a la même longueur que le substrat lors du traitement (température T1). Après refroidissement (température ambiante T2), le substrat se contracte plus que le dépôt (cas où le coefficient de dilatation du dépôt est inférieur à celui du substrat :  $\alpha_d < \alpha_s$ ) exerçant des contraintes de compression dans le revêtement (*Figure IV.8*). Réciproquement, dans le cas où  $\alpha_d > \alpha_s$ , le dépôt est en traction car le substrat se contracte moins que le cordon (*Figure IV.8*). Ce phénomène peut être modélisé par *l'Équation IV.3* <sup>[SUE96]</sup>.

$$\sigma_t = \sigma_i + \sigma_{th}$$

Équation IV.2 :  $\sigma_t$  contrainte totale,  $\sigma_i$  contrainte intrinsèque et  $\sigma_{th}$  contrainte thermique.

$$\sigma_{th} = (\alpha_d - \alpha_s)(T_1 - T_2) \frac{E_d}{(1 - \nu_d)}$$

**Équation IV.3 :**  $\alpha_d$  : coefficient de dilatation linéaire du dépôt,  $\alpha_s$  : coefficient de dilatation linéaire du substrat,  $E_d$  et  $v_d$  : module d'Young et coefficient de Poisson du dépôt,  $T_1$  température lors du traitement,  $T_2$  température ambiante.

Les contraintes résiduelles ont une influence critique sur le comportement et le temps de vie des pièces mécaniques. Elles se superposent aux contraintes extérieures et modifient la valeur réelle de la charge appliquée. En conséquence, la compréhension de ces mécanismes est indispensable pour développer le rechargement laser. En outre, la maîtrise des contraintes résiduelles permet de limiter la déformation des pièces après le traitement et de privilégier la mise en compression du dépôt afin d'augmenter la dureté et la résistance à l'usure. Ce chapitre

met donc en valeur l'influence des principaux paramètres de traitement (vitesse d'avance et débit de poudre) sur le champ des contraintes résiduelles. Ces contraintes ont été mesurées par deux techniques différentes : la méthode de la flèche et la diffraction de rayons X (XRD). Un modèle a été ensuite proposé pour expliciter les phénomènes observés.



**Figure IV.8 :** Influence des coefficients de dilatation sur les contraintes résiduelles ( $\alpha_d$  : coefficient de dilatation linéaire du dépôt,  $\alpha_s$  : coefficient de dilatation linéaire du substrat,  $T_1$  : température lors du traitement,  $T_2$  : température ambiante).

Les traitements ont été réalisés avec un laser Lumonics Nd :YAG 2000 W continu de longueur d'onde 1,064  $\mu$ m et une fibre optique de diamètre 1 mm. La poudre de composition Al 50Si (wt.%) et de granulométrie comprise entre 45 et 90  $\mu$ m est injectée à des débits de 5 à 14 g.min<sup>-1</sup> selon le cordon. Les échantillons sont disposés sur une table à commande numérique X-Y dont la vitesse de déplacement sous le faisceau varie de 0,7 à 1,6 m.min<sup>-1</sup>. Les échantillons sont issus d'un alliage d'aluminium commercial 5052 (Al + 3% Mg), leurs dimensions sont de 75 x 8 x 6 mm<sup>3</sup>. Le choix de cet alliage sans durcissement structural minimise les contraintes intrinsèques dans le substrat et permet d'analyser uniquement l'effet des contraintes thermiques (*Équation IV.2*). Les surfaces à recharger sont abrasées au papier SiC grade 120 puis nettoyées à l'acétone. Les échantillons sont soumis à un recuit à 150°C pendant 24 heures suivis par un refroidissement lent afin de relaxer les contraintes résiduelles du laminage et offrir une microstructure homogène. Le cordon laser est ensuite réalisé sur toute la longueur du substrat.

#### IV.3.2.1. Mesure des contraintes par la méthode de la flèche

La méthode de la flèche consiste à mesurer la déformation de l'échantillon après le traitement et de calculer les contraintes globales dans le revêtement grâce aux équations de la résistance des matériaux (*Équation IV.4*). Cette technique a été utilisée par Tomlinson *et al* <sup>[TOM95]</sup> sur différents alliages de surface d'aluminium réalisés par laser (Al-Fe, Al-Cu ...). Dans notre cas, la déformation des échantillons a été mesurée à l'aide d'un microscope confocal à champ étendu avec une résolution verticale de ±0,01 µm et latérale de ±2 µm. Le pas d'échantillonnage est de 5 µm suivant la direction X. La flèche et le rayon de courbure de l'échantillon sont ensuite estimés par une équation parabolique. Les modules d'élasticité du dépôt E<sub>d</sub> et du substrat E<sub>s</sub> ont été fixés respectivement à 89 et 69 GPa <sup>[DEV89]</sup>. Les moments d'inertie I<sub>d</sub> et I<sub>s</sub> ont été calculés pour chaque échantillon selon les dimensions du cordon. Chaque résultat représente la moyenne de mesures réalisées sur 3 échantillons. Une approche similaire a été effectuée par Teixeira *et al* <sup>[TEI99]</sup> pour la mesure de contraintes résiduelles dans des revêtements PVD.

$$\sigma_d = -\frac{\left(E_s I_s + E_d I_d\right) y}{\left(I_d + \frac{E_s}{E_d} I_s\right) R}$$

**Équation IV.4 :**  $\sigma_d$  contrainte dans le dépôt,  $E_s$  et  $E_d$  : modules d'Young respectifs du substrat et du dépôt, y et R : flèche et rayon de courbure de l'échantillon,  $I_s$  et  $I_d$  : moments d'inertie respectifs du substrat et du dépôt.

Pour des valeurs inférieures à 0,7 m.min<sup>-1</sup> ou 5 g.min<sup>-1</sup>, les dépôts ont une dilution excessive et non constante. Pour une vitesse de déplacement supérieure à 1,6 m.min<sup>-1</sup> ou un débit de poudre au-dessus de 14 g.min<sup>-1</sup>, l'énergie n'est pas suffisante pour assurer la dilution et une liaison métallique entre la couche et le substrat. La *Figure IV.9* résume ainsi les mesures des contraintes par la méthode de la flèche, chaque point du diagramme représentant un couple vitesse/débit analysé. La variation de contraintes résiduelles dans les cordons est illustrée par des courbes de niveau et évolue entre -160 et 60 MPa. Les déformations associées à ces contraintes correspondent à celles de la *Figure IV.8*, ce qui indique des dépôts en compression ou en traction.

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement



**Figure IV.9 :** Mesures des contraintes résiduelles (MPa) dans les dépôts par la méthode de la flèche. Influence des paramètres opératoires : vitesse d'avance (V) et débit de poudre (Q).

Nous pouvons constater les phénomènes suivants :

- (i) Les résultats obtenus par la mesure de la flèche sont en désaccord avec le modèle de la *Figure IV.8.* Dans notre cas, le coefficient de dilatation du dépôt  $(\alpha_d = 14.10^{-6} \text{ m.m}^{-1}.\text{K}^{-1} \text{ [DEV89]})$  est inférieur à celui du substrat  $(\alpha_s = 24.10^{-6} \text{ m.m}^{-1}.\text{K}^{-1} \text{ [DEV89]})$ . Par conséquent, selon la *Figure IV.8*, tous les cordons devraient être en compression et avoir une déformation convexe, indépendamment des paramètres opératoires.
- (ii) Les contraintes résiduelles évoluent d'un état de compression vers un état de traction dans le revêtement quand la vitesse de déplacement augmente, (*Figure IV.9*). Pour un débit de 8 g.min<sup>-1</sup>, le dépôt est en compression ( $\sigma_d = -48$  MPa) à V = 0,7 m.min<sup>-1</sup> et en traction ( $\sigma_d = 58$  MPa) à V = 1,6 m.min<sup>-1</sup>.
- (iii) Pour des vitesses de déplacement faibles (V  $\leq 0.8 \text{ m.min}^{-1}$ ), les contraintes résiduelles augmentent beaucoup en valeur absolue quand le débit de poudre augmente (*Figure IV.9*). Pour V = 0,7 m.min<sup>-1</sup> et Q = 14 g.min<sup>-1</sup>, la contrainte est de -151 MPa correspondant à un état de contrainte de compression important pour l'aluminium (R<sub>E</sub> = 150 MPa).
- (iv) Pour une vitesse d'environ 0,9 m.min<sup>-1</sup>, les échantillons ne montrent pas de déformation, correspondant à un niveau de contraintes résiduelles nul dans le dépôt (courbe de niveau noire de la *Figure IV.9*).

#### IV.3.2.2. Mesure des contraintes par diffraction de rayons X

#### a) Méthode

Afin de mesurer les contraintes dans la profondeur des dépôts, les cordons subissent un enlèvement de matière successif par polissage électrolytique (acide perchlorique). Cette technique a déjà été utilisée sur les alliages de surface laser <sup>[MAH93]</sup>. L'état de contrainte est mesuré dans le sens longitudinal des cordons pour les plans {311} de l'aluminium avec un diffractomètre Siemens D5000 à anode de chrome et en étudiant le pic de diffraction situé à 139,339° <sup>[NOY95]</sup>.

#### b) Résultats

La *Figure IV.10* expose les mesures des contraintes résiduelles obtenues par XRD en fonction de la vitesse d'avance. Chaque dépôt est mesuré dans sa profondeur avec une progression de 0,1 mm jusqu'à l'interface avec le substrat. En raison du temps de préparation et de mesure XRD, le débit de poudre a été fixé à une valeur intermédiaire de 11 g.min<sup>-1</sup>. Comme précédemment, la vitesse de déplacement évolue de 0,8 à 1,6 min<sup>-1</sup>.



**Figure IV.10 :** Mesure des contraintes résiduelles par XRD dans la profondeur des dépôts. Influence de la vitesse d'avance (Q = 11g.min<sup>-1</sup>).

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

Les phénomènes suivants peuvent être constatés :

- Le niveau des contraintes résiduelles longitudinales est relativement stable et toujours négatif dans le revêtement (*Figure IV.10*). Quelle que soit la vitesse d'avance, le dépôt est systématiquement en compression. Une telle observation est en accord avec le modèle de la *Figure IV.8*. De plus, les contraintes de cisaillement sont toujours nulles ; ce phénomène conforte le modèle de contraintes planes utilisé dans *l'Équation IV.4*.
- (ii) Le niveau moyen des contraintes résiduelles augmente en valeur absolue quand la vitesse de déplacement augmente (*Figure IV.10*). Il évolue d'environ -30 à -110 MPa pour des vitesses passant de 0,8 à 1,4 m.min<sup>-1</sup>. En revanche, une diminution est constatée sur le dépôt réalisé à 1,6 m.min<sup>-1</sup>.
- (iii) La plus forte contrainte moyenne de compression ( $\sigma_d = -95$  MPa) est observée pour une vitesse de 1,4 m.min<sup>-1</sup> (*Figure IV.10*).

#### IV.3.2.3. Discussion

D'après les observations précédentes, la vitesse d'avance influe sur le champ de contraintes résiduelles. Ce phénomène peut s'expliquer par l'apport d'énergie variable selon la vitesse utilisée, modifiant la différence de température  $(T_1-T_2)$  de *l'Équation IV.3*. De même, pour de faibles vitesses d'avance, le débit de poudre modifie les contraintes résiduelles. En effet, quand le débit de poudre augmente, le rendement énergétique du traitement est amélioré [OTT00]: une plus grande énergie est alors absorbée par le système, provoquant une température de traitement T<sub>1</sub> supérieure et un champ de contrainte plus élevé.

Pour les cordons obtenus avec un débit de 11 g.min<sup>-1</sup>, la *Figure IV.11* compare les contraintes résiduelles mesurées par la méthode de la flèche et par XRD. Avec la première technique, chaque point représente la moyenne de mesures réalisées sur trois échantillons. Concernant les mesures par XRD, chaque résultat est la moyenne des contraintes longitudinales à différentes profondeurs du revêtement. Les valeurs obtenues avec ces deux méthodes sont complètement différentes (voir *Figure IV.11*). Le niveau de contrainte mesuré par la méthode de la flèche est négatif, puis positif et toujours croissant pour des vitesses d'avance croissantes. Par opposition, la mesure par XRD révèle des contraintes de compression quelle que soit la vitesse et un minimum de -95 MPa à 1,4 m.min<sup>-1</sup>. Ces différences peuvent être expliquées par l'échelle de la mesure : en effet, la méthode de la flèche de la flèche la flèche de la mesure : en effet, la méthode de la flèche de la flèche de la flèche de la mesure : en effet, la méthode de la flèche de la flèche de la flèche de la mesure : en effet, la méthode de la flèche de la flèche de la flèche de la mesure : en effet, la méthode de la flèche de la flèche de la mesure : en effet, la méthode de la flèche permet de connaître la contrainte globale déformant l'ensemble de l'échantillon, alors

que la diffraction des rayons X mesure le champ de contrainte local de la surface. D'ailleurs, les déformations observées ne coïncident pas avec le modèle de la *Figure IV.8*, à savoir une déformation convexe pour  $\alpha_d < \alpha_s$ .



**Figure IV.11 :** Comparaison des contraintes résiduelles dans les dépôts obtenues par la méthode de la flèche et par XRD ( $Q = 11 \text{ g.min}^{-1}$ ).

Cette constatation nous a poussée à utiliser le modèle des blocs proposé par Pilloz *et al.* <sup>[PIL92]</sup>. En plus du dépôt et du substrat, les auteurs prennent en compte la zone affectée thermiquement (ZAT) dans le bilan de l'opération (*Figure IV.12*). Cette zone correspond à la partie de la pièce ayant subi des effets sensibles induits par le cycle thermique du traitement. Dans le cas de l'aluminium, une température critique  $T_c$  est définie au-dessus de laquelle le matériau est le siège de déformations plastiques par effets thermomécaniques. Le substrat correspond alors à la zone où les effets thermiques du traitement sont négligeables (nous admettrons que la température de ce bloc reste égale à la température ambiante  $T_2$ ).

La *Figure IV.12* propose l'illustration de ce modèle pour différentes vitesses de traitement et pour un dépôt se dilatant moins que le substrat ( $\alpha_d < \alpha_s$ ). A la température ambiante T<sub>2</sub>, le dépôt se contracte donc plus que le substrat et moins que la ZAT. Le revêtement et le substrat sont alors toujours en compression et la ZAT en traction. Néanmoins, selon les vitesses, trois cas de figures sont possibles :

(i) <u>Pour une vitesse d'avance lente (V < 0,9 m.min<sup>-1</sup> dans notre cas)</u>, la ZAT est relativement importante, exerçant un état global de compression au-dessus de la ligne moyenne de l'échantillon et une déformation convexe (*Figure IV.12.a*).

- (ii) <u>Pour une vitesse d'avance rapide (V > 0,9 m.min<sup>-1</sup>)</u>, la ZAT est peu pénétrante. La partie supérieure de l'échantillon est donc globalement en traction et présente alors une déformation concave (*Figure IV.12.c*).
- (iii) <u>Pour une vitesse d'avance intermédiaire (V = 0,9 m.min<sup>-1</sup>)</u>, le champ des contraintes est réparti symétriquement dans la profondeur de l'échantillon, n'entraînant pas de déformation de l'échantillon (*Figure IV.12.b*).

Ce modèle permet donc d'expliquer les phénomènes divergents observés par la mesure de la flèche et par XRD.



Figure IV.12 : Hypothèse de répartition des contraintes dans les échantillons en fonction de la vitesse d'avance : modèle des blocs pour  $\alpha_d < \alpha_s$ .

#### IV.3.2.4. Conclusions partielles

En conclusion, l'écart important de résultats entre les deux techniques a permis d'introduire le modèle des blocs et d'expliquer les phénomènes observés. Pour une certaine vitesse d'avance, la méthode de la flèche a mis en évidence un équilibre des contraintes résiduelles, entraînant une déformation nulle de l'échantillon. La mesure XRD a quant à elle révélé des contraintes de compression dans les dépôts pour toutes les vitesses de traitement avec un maximum de -95 MPa pour 1,4 m.min<sup>-1</sup>. Ces résultats laissent présager la fabrication de pièces revêtues non déformées mais encore des surfaces dont le comportement à l'usure et à la fatigue est amélioré grâce aux contraintes de compression.

#### IV.3.3. Analyse de la microstructure

Depuis une quinzaine d'années, de nombreuses études ont été menées sur le traitement superficiel d'aluminium par laser afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des revêtements. Plusieurs auteurs se sont intéressés à la formation des composés intermétalliques de certains métaux avec l'aluminium (Fe <sup>[TOM94]</sup>, Cu <sup>[MOL95]</sup>, Mo <sup>[QUI98]</sup>, Cr <sup>[QUI95]</sup>) et à la précipitation du silicium dans les alliages Al-Si <sup>[BLA95, PIE00]</sup>. La résistance à l'usure et les caractéristiques mécaniques apportées par le silicium se sont surtout manifestées en rechargement laser <sup>[BLA95]</sup>.

Suite aux résultats obtenus au chapitre III, les éléments Cu, Mo, Ni et Si ont été retenus pour réaliser des revêtements en rechargement laser. L'objet de ce chapitre est d'analyser la contribution supplémentaire que peut apporter une addition de nickel, de cuivre et de molybdène dans les alliages Al-Si afin de pouvoir dépasser la valeur de 250 HV<sub>0,2</sub> obtenue en alliage de surface par prédépôts avec un seul élément. Au-dessus de cette valeur, le matériau élaboré est effectivement très fragile et des fissures apparaissent dans le dépôt <sup>[BLA95]</sup>. D'après les résultats précédents, le cuivre, le nickel et le molybdène durcissent peu l'aluminium : respectivement 250, 100 et 120 HV<sub>0,2</sub> pour les cordons Al 40% Cu, Al 18% Ni et Al 27% Mo. Mais ces alliages possèdent une microstructure fine et équiaxe qui résiste très bien à l'usure adhésive. Il s'agit donc ici d'ajouter du silicium, du nickel, du cuivre et du molybdène dans différentes proportions, afin de durcir l'aluminium tout en préservant sa ductilité.

Dans le même but, une étude succincte a été effectuée sur les dépôts Al-Cu-Fe suite aux résultats des alliages ternaires obtenus par prédépôt. Nous avons retenu cette combinaison d'éléments en raison des bonnes caractéristiques qu'elle offre pour des teneurs riches en cuivre (Cu > 35%) et pauvres en fer (Fe < 10%).

#### IV.3.3.1. Conditions expérimentales

#### a) Traitement laser

Les traitements sont réalisés avec un laser Lumonics Nd:YAG 2000 W continu de longueur d'onde 1,064  $\mu$ m (p 158). Les échantillons issus d'un alliage d'aluminium Al 7Si 3Cu et de dimensions 100 x 50 x 10 mm<sup>3</sup>, sont disposés sur une table à commande numérique X-Y dont la vitesse de déplacement sous le faisceau est de 0,6 m.min<sup>-1</sup>. Les alliages ternaires sont réalisés à partir d'une part de poudres Al-Si préalliées (Al 12Si, Al 30Si et Al 50Si) et d'autre part de nickel (99,5% Ni), de bronze d'aluminium (90% Cu 10% Al) ou de molybdène (99% Mo). Chaque poudre est délivrée indépendamment grâce à un gaz d'argon dont le débit et la pression sont indiqués dans le *Tableau IV.5*. Le débit massique des poudres Al-Si a été fixé à une valeur permettant d'obtenir des dépôts de morphologie correcte. Le débit de la seconde poudre (Ni, Cu ou Mo) a ensuite été augmenté progressivement selon les valeurs proposées dans le *Tableau IV.5*. Pour les revêtements Al-Cu et Al-Cu-Fe, les poudres sont mélangées dans des proportions rigoureuses à partir d'aluminium (90% Al), de bronze d'aluminium (90% Cu + 10% Al) et de fer (99% Fe).

Poudre	Débit Al-Si	Débit	Pression	Débit $2^{\circ}$ poudre (g.min <sup>-1</sup> )	Débit	Pression			
Al-Si	$(g.min^{-1})$	Ar $(1.min^{-1})$	Ar (bar)		Ar $(1.min^{-1})$	Argon (bar)			
	Ni								
Al12Si	4	2	2	0-0,5-1-1,5-2-2,5-3	2	2			
Al 30Si	4	2	2	0-0,5-1-1,5-2-2,5-3	2	2			
Al 50Si	5	2	2	0-0,5-1-1,5-2-2,5-3-3,5-4	2	2			
	Cu								
Al12Si	8	2	2	0-4-5-6-7-8	2	2			
Al 30Si	5	2	2	0-2-3-4-5	2	2			
Al 50Si	5	2	2	0-0,8-1,2-1,3-1,6-1,8	2	2			
Мо									
Al12Si	5	2	2	0-1-2-3-4-5	2	2			
Al 30Si	4	2	2	0-0,5-1-2-3-4	2	2			
Al 50Si	4	2	2	0-1-2-3-4	2	2			

Tableau IV.5 : Conditions expérimentales de l'apport des poudres

#### b) Caractérisation

L'identification des phases a été effectuée avec un diffractomètre Siemens D500 à anode de cuivre ( $2\theta = 20-100^\circ$ , pas =  $0,02^\circ$ , durée = 2s) sur la surface du revêtement rectifié (papier SiC grade 1000). La dureté de chaque dépôt a été mesurée à l'aide d'un macroindentateur de type Vickers. L'empreinte est réalisée sur la surface du cordon avec une charge de 49 N. Cette charge est choisie afin que la profondeur de l'indentation ne dépasse

jamais un dixième de la hauteur du dépôt, ainsi le substrat n'influence pas la mesure. Sur chaque cordon, la dureté moyenne est calculée à partir de 3 mesures.

La morphologie type d'une section de rechargement laser sur aluminium est présentée sur la *Figure IV.13*. Ses dimensions évoluent selon le débit de la seconde poudre utilisée : avec l'apport de Al 50Si, la hauteur des cordons est de 0,9 et 1,1 mm pour des débits de nickel respectifs de 0 et 3 g.min<sup>-1</sup> (*Figure IV.13.a* et *Figure IV.13.b*). La microstructure est homogène sur l'ensemble des revêtements. Néanmoins, certains cordons Al-Si-Ni et Al-Si-Mo montrent quelques porosités et particules de nickel et molybdène non fondues au niveau de l'interface lorsque le débit de ces éléments est supérieur à 3 g.min<sup>-1</sup>.



Figure IV.13 : Macrographies des dépôts composés de : a) Al 50Si, b) Al 42Si 17 Ni.

#### IV.3.3.2. Alliages binaires Al-Cu et Al-Si

Des revêtements avec des teneurs de 0 à 50% en cuivre et de 0 à 60% en silicium ont été réalisés en rechargement avec injection de poudres. Après optimisation des paramètres opératoires (V) et (Q), les dépôts sont homogènes et ne présentent pas de porosité. La microstructure est fine et la dimension des précipités est légèrement inférieure à celle obtenue en alliage de surface par prédépôts. Ainsi, pour un alliage Al 40% Cu, le diamètre moyen des phases primaires  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu est de 7 ±2 µm par prédépôt et de 5 ±2 µm par rechargement. De même, pour un cordon Al 40% Si, les dimensions des cristaux (*Si*) sont respectivement de 25 ±2 µm (alliation) et 20 ±2 µm (rechargement). Les microstructures Al-Cu sont hypoeutectiques pour des quantités de cuivre inférieures à 23% et hypereutectique pour des teneurs en cuivre supérieures à 35%. Entre ces deux valeurs, un alliage eutectique est observé. Pour les dépôts Al-Si, cette microstructure hypoeutectique est observée jusqu'à 12% Si. Elle devient hypereutectique à partir de 30% Si (phase primaire (*Si*) entouré par une auréole (*Al*) et

un eutectique gris). L'eutectique est présent entre ces deux teneurs. Ces résultats sont comparables à ceux observés par alliation de surface au chapitre III.

Quel que soit le mode d'obtention, la taille des précipités et leur domaine d'existence sont similaires aux erreurs de mesure près. Selon Gaumann *et al.* <sup>[GAU99]</sup>, le type et la finesse de la microstructure d'un matériau est régi par la vitesse de solidification (*Vs*), le gradient thermique ( $\nabla T$ ), le nombre de sites de nucléation, la surfusion de germination et la teneur de soluté. Pour un alliage donné ayant une proportion (*X*) de soluté et obtenu avec les deux traitements, nous admettons que le nombre de sites de nucléation est statistiquement le même et la surfusion de germination identique. Nous pouvons en déduire que les termes (*Vs*) et ( $\nabla T$ ) pour deux traitements sont du même ordre de grandeur, entraînant les mêmes dimensions de microstructure.

#### IV.3.3.3. Alliages ternaires Al-Cu-Fe

Le but de cette expérimentation a été de reproduire par rechargement les alliages ternaires Al-Cu-Fe les plus performants obtenus par prédépôt. Ces derniers correspondent à des teneurs riches en cuivre (Cu > 30%) et pauvres en fer (Fe < 10%). Les compositions suivantes ont été essayées (wt.%) : Al 42Cu 6Fe, Al 35Cu 13 Fe et Al25Cu 9Fe. Comme nous le constatons sur la *Figure IV.14*, les microstructures obtenues sont identiques à celle des alliages de surface (*Figure III.29.f*) et homogènes sur l'ensemble du revêtement. L'alliage de la *Figure IV.14* est composé de fins précipités équiaxes  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe entourés par un eutectique. Pour les deux autres alliages de surface : le type de phases, leurs dimensions et leurs proportions sont identiques.



**Figure IV.14 :** microstructure d'un dépôt Al 42Cu 6Fe obtenu par rechargement laser avec injection de poudres (à comparer à la Figure III.29.f).

#### IV.3.3.4. Alliages ternaires Al-Si-Ni

La *Figure IV.15* illustre les microstructures Al-Si-Ni ainsi que leur position sur le diagramme d'équilibre <sup>[ASM92]</sup>. Les compositions sont calculées en prenant en compte les différents débits et compositions des poudres injectées, ainsi que la dilution du cordon dans le substrat. Chaque revêtement est analysé par diffraction de rayons X (*Figure IV.16*).

Les micrographies a), i) et j) de la *Figure IV.15* exposent les alliages réalisés sans apport de nickel. A 12% Si, la microstructure est hypoeutectique : dendrites primaire (*Al*) et fin eutectique gris (*Figure IV.15.a*). A cette teneur, nous ne retrouvons pas une microstructure eutectique conformément au diagramme d'équilibre. Comme dans le cas de l'alliage de surface, ce phénomène peut être attribué à la solidification rapide ( $10^4$  à  $10^5$  K.s<sup>-1</sup> [BON89]</sup>), les zones d'existence des phases sont modifiées et l'eutectique est décalé vers le côté silicium du diagramme (p 100). A 30% Si (*Figure IV.15.j*) et 50% Si (*Figure IV.15.i*), l'alliage hypereutectique est composé de précipités primaires (*Si*) entourés de halos dendritiques (*Al*) et d'un eutectique Al+Si. La présence de ces dendrites (*Al*), en désaccord avec l'état d'équilibre, est attribuée à la grande vitesse de solidification du dépôt qui fige la diffusion lors de la formation des phases (p 102).

Avec l'apport supplémentaire de nickel, quatre différents types de microstructures peuvent être observés:

(i) <u>Pour de faibles quantités de silicium (Si < 12 %) et de nickel (Ni < 10 %)</u>, les alliages sont hypoeutectiques et constitués de dendrites (*Al*) entourées par un eutectique. Dans cette zone, la microstructure est similaire à celle obtenue sans apport de nickel (*Figure*)
*IV.15.a*), le nickel étant sans doute présent en solution solide dans les dendrites d'aluminium. Après traitement laser, Gaffet *et al.* <sup>[GAF89]</sup> ont effectivement mesuré une solubilité du nickel dans l'aluminium supérieure (1,3 at.%) à celle de l'état thermodynamique d'équilibre (0,023 at.% à 640°C). Nous notons qu'une certaine quantité de nickel peut aussi précipiter dans l'eutectique sous forme de Al<sub>3</sub>Ni.



**Figure IV.15 :** Micrographies des alliages obtenus pour différentes teneurs en silicium et nickel. Correspondance avec le diagramme ternaire aluminium – silicium – nickel [ASM92].

(ii) Pour les alliages dont les teneurs en silicium sont faibles (Si < 11 %) et les teneurs en nickel élevées (Ni > 10 %), la microstructure est caractéristique d'un alliage Al-Si hypoeutectique ((Al) + eutectique) avec la précipitation interdendritique d'aiguilles Al<sub>3</sub>Ni (*Figure IV.15.b, Figure IV.15.c* et *Figure IV.15.d*). La diffraction des rayons X confirme ces résultats par la présence des phases (Al), (Si), Al<sub>3</sub>Ni et NiSi (*Figure*

*IV.16.a* et *Figure IV.16.b*). Le précipité NiSi est particulièrement présent dans la couche contenant la plus grande quantité de nickel. Selon une teneur en nickel croissante, la morphologie des précipités Al<sub>3</sub>Ni est équiaxe (*Figure IV.15.b*), puis aciculaire (*Figure IV.15.c*) et à nouveau équiaxe (*Figure IV.15.d*).

- (iii) Pour les dépôts comportant davantage de silicium (12% < Si < 50% et Ni > 10%), la microstructure est hypereutectique : précipités équiaxes (Si), aiguilles foncées de Al<sub>3</sub>Ni et eutectique (Figure IV.15.e, Figure IV.15.f et Figure IV.15.h). Les spectres XRD associés à ces alliages sont développés sur la Figure IV.16.c, Figure IV.16.d et Figure IV.16.e. La précipitation du composé intermétallique Al<sub>3</sub>Ni se fait sous forme d'aiguilles pour des proportions en nickel proches de 10% (Figure IV.15.e et Figure IV.15.h) et de cristaux équiaxes pour des teneurs plus élevées (Ni = 27%, Figure IV.15.f). Ce phénomène rencontré précédemment semble indépendant de la quantité de silicium. Outre ces phases, la diffraction de rayons X révèle la précipitation systématique des composés intermétalliques NiSi et Ni<sub>3</sub>Si dans tous ces alliages (Figure IV.16.c, Figure IV.16.d et Figure IV.16.e). En raison des faibles surfaces de raies, le volume de ces précipités semble être très faible. La microscopie optique ne permet pas de les observer, leur précipitation pouvant se réaliser dans l'eutectique.
- (iv) Pour une forte proportion de silicium (Si = 36%) et de nickel (Ni = 28%), la microstructure est composée d'un réseau de fines aiguilles (*Figure IV.15.g*). La diffraction des rayons X montre une grande intensité des raies (*Si*), Al<sub>3</sub>Ni et NiSi et l'apparition du composé ternaire Al<sub>7</sub>Si<sub>7</sub>Ni<sub>3</sub> (*Figure IV.16.f*). Pour un dépôt contenant davantage de nickel (Si = 28% et Ni = 44 %), l'alliage obtenu devient très fragile. Le cordon se fissure entièrement lors de la préparation métallographique rendant l'observation microscopique impossible.

Quelle que soit la teneur en silicium, les précipités Al<sub>3</sub>Ni prennent une forme équiaxe, puis aciculaire et à nouveau équiaxe pour des teneurs en nickel croissantes. Ce phénomène peut être attribué à la diffusion du nickel en phase liquide ainsi qu'à la vitesse de solidification élevée caractérisant le procédé de rechargement laser. Ainsi pour de faibles quantités, le nickel n'a pas le temps suffisant pour diffuser et assurer une croissance aciculaire des précipités Al<sub>3</sub>Ni : leur forme est alors équiaxe (*Figure IV.15.b*). Pour de fortes teneurs en nickel (Ni > 40%), les phases Al<sub>3</sub>Ni n'ont pas la place pour croître en aiguilles en raison de la présence des cristaux (*Si*) (*Figure IV.15.d*).



Figure IV.16 : Spectres XRD des alliages obtenus : ■ (Al), ♦ (Si), □ Al<sub>3</sub>Ni, O NiSi, ● Ni<sub>3</sub>Si, ❖ Al<sub>7</sub>Si<sub>7</sub>Ni<sub>3</sub>.

#### IV.3.3.5. Alliages ternaires Al-Si-Cu

Comme dans le cas des revêtements Al-Si-Ni, les alliages Al-Si-Cu peuvent être classés dans plusieurs catégories (*Figure IV.17*) :

- (i) <u>Pour de faibles teneurs en silicium (Si < 12%)</u>, les microstructures sont hypoeutectiques selon le diagramme pseudo binaire Al-Si, c'est à dire ne présentant pas des précipités de silicium primaire. L'alliage est alors régi par la teneur en cuivre ; nous retrouvons les microstructures Al-Cu :
  - (Al) et eutectique (teneur en cuivre inférieure à 30%, Figure IV.17.b).
  - <u>Eutectique</u>.
  - <u>θ-Al<sub>2</sub>Cu et eutectique</u> (teneur en cuivre supérieure à 40%, *Figure IV.17.c*).
    Cependant pour de grandes quantités de cuivre, l'alliage révèle de fins précipités (*Si*) dont le diamètre moyen est inférieur à 2 μm.

- (ii) <u>Pour de fortes proportions de silicium (Si > 12%)</u>, l'alliage obtenu est hypereutectique selon le diagramme pseudo binaire Al-Si. En fonction de la concentration en cuivre, la microstructure est constituée des phases suivantes :
  - (Al), eutectique et (Si) avec l'addition de peu de cuivre (teneur en cuivre inférieure à 20%, Figure IV.17.d et Figure IV.17.i).
  - <u>θ-Al<sub>2</sub>Cu, eutectique et (Si)</u> pour des proportions de cuivre supérieures à 36% et inférieures à 45%, limite de notre expérimentation (*Figure IV.17.f* et *Figure IV.17.g*).
  - <u>Eutectique et (Si)</u> cet alliage est observé pour des teneurs comprises entre 20 et 36% (*Figure IV.17.e* et *Figure IV.17.h*).



**Figure IV.17 :** Micrographies des alliages obtenus pour différentes teneurs en silicium et cuivre. Correspondance avec le diagramme ternaire aluminium – silicium – cuivre [ASM92].

La taille des précipités primaires *(Si)* est fonction de la quantité de silicium. Leur diamètre moyen est de 3 µm lorsque le dépôt est obtenu à partir d'une poudre Al 30Si (*Figure IV.17.f*) et de 10 µm à partir de Al 50Si (*Figure IV.17.g*). Par opposition, la taille de ces phases diminue quand la teneur en cuivre augmente. Ce phénomène peut être imputé à l'augmentation de la vitesse de solidification en raison de la grande conductivité thermique du cuivre. De plus, la température de fusion du composé  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu (580°C) est proche de celle du liquidus pour un alliage Al-Si (800°C à 30% Si). Le grossissement des précipités *(Si)* peut être gêné, puis stoppé par la germination et la croissance de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu.

#### IV.3.3.6. Alliages ternaires Al-Si-Mo

Les microstructures sont illustrées par la *Figure IV.18*. Les principales phases identifiées par XRD (*Figure IV.19*) et relevées sur les diagrammes Al-Mo, Al-Si et Mo-Si sont Al<sub>5</sub>Mo, Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> et Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Mo. Il s'agit d'un diagramme partiel hors équilibre car l'ensemble des composés Al<sub>x</sub>Mo<sub>y</sub> n'est pas présent. En effet, les précipités intermétalliques Al<sub>12</sub>Mo, Al<sub>5</sub>Mo et Al<sub>4</sub>Mo n'apparaissent pas sur les spectres de diffraction des rayons X (*Figure IV.19*). Comme dans le cas des alliages binaires Al-Mo, cette observation peut s'expliquer par les températures relativement basses des réactions péritectiques conduisant aux précipités Al<sub>12</sub>Mo, Al<sub>5</sub>Mo et Al<sub>4</sub>Mo, comparées à la température de précipitation de la phase Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> (p 88). Nous pouvons également signaler la présence de quelques infondus, principalement vers l'interface. Ce défaut peut être attribué au molybdène dont la température de fusion (2525°) rend difficile la fusion totale. Cependant, la densité volumique de ces particules n'est pas suffisante pour les observer par diffraction de rayons X.

Comme dans le cas des alliages précédents, plusieurs microstructures sont observées selon la quantité de silicium et de molybdène :

■ Pour de faibles teneurs en silicium (Si < 12%) et en molybdène (Mo ≤ 9%), l'alliage présente des précipités intermétalliques Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Mo, des dendrites (*Al*) et un eutectique (*Figure IV.18.b*), la forme du composé ternaire étant globulaire. Cette microstructure a déjà été observée par Ghosh *et al.* <sup>[GHO99]</sup> par refusion laser d'un substrat Al 7Si (wt.%) avec injection simultanée de poudre de molybdène et silicium. Contrairement au cuivre ou au nickel, le molybdène est peu retenu en solution solide dans l'aluminium, il précipite rapidement avec le silicium et l'aluminium pour former la

phase ternaire Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Mo. Dans le cas d'un alliage binaire Al-Mo réalisé sous faisceau laser, Mahen *et al* <sup>[MAH94]</sup> ont effectivement observé que la limite de la solubilité du molybdène dans l'aluminium était de 2,5%, tandis qu'à l'état d'équilibre, elle est inférieure à 0,1%. Lorsque la quantité de molybdène augmente (Mo = 23%), il apparaît de fines aiguilles (*Figure IV.18.c*) identifié comme le composé Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> ·(*Figure IV.19.a*). A des teneurs supérieures (Mo = 38%) et toujours faibles en silicium (Si < 12%), il se forme un réseau dense de fines aiguilles Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> (*Figure IV.18.d*), auquel s'ajoute la précipitation de la phase Mo<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> (*Figure IV.19.b*).



**Figure IV.18 :** Micrographies des alliages obtenus pour différentes teneurs en silicium et molybdène. Correspondance avec le diagramme ternaire aluminium – silicium – molybdène [ASM92].

- Pour de fortes proportions de silicium (Si ≥ 33%) et de molybdène (Mo ≥ 20%), la microstructure met principalement en valeur la phase globulaire Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Mo sous formes d'agglomérats entourés par l'aluminium et l'eutectique (*Figure IV.18.i* et *Figure IV.18.h*). Le spectre XRD de ces alliages montre essentiellement les raies de ces composés (*Figure IV.19.e* et *Figure IV.19.f*).
- Pour des compositions intermédiaires aux deux précédentes, l'alliage est constitué de précipités globulaires Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Mo, aciculaires Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> et équiaxes (Si), l'ensemble étant entouré par des dendrites (Al) et un eutectique (Figure IV.18.e, Figure IV.18.g et Figure IV.18.j). La quantité respective de ces phases dépend de la teneur en silicium et molybdène en accord avec le diagramme ternaire aux erreurs de mesure près. La diffraction des rayons X confirme cette observation (Figure IV.19.c et Figure IV.19.d).



**Figure IV.19 :** Spectres XRD des alliages Al-Si-Mo obtenus :  $\blacksquare$  (Al),  $\blacklozenge$  (Si),  $\Box$  Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub>,  $\bigcirc$  Mo<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>,  $\diamondsuit$  Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Mo.

#### IV.3.3.7. Alliages quaternaires Al-Si-Cu-Ni

Plusieurs alliages quaternaires Al-Si-Cu-Ni ont été réalisés grâce à l'injection conjointe d'un mélange Al-Si-Cu (Al 10Si 15Cu, Al 15Si 25Cu, Al 20Cu 30 Si et Al 25Si 35Cu, débit 6 g.min<sup>-1</sup>) et de poudre de nickel (débit 0,5-1,5-2,5 g.min<sup>-1</sup>). Les microstructures obtenues sont illustrées sur la *Figure IV.20* pour les alliages obtenus à partir des bases Al 10Si 15Cu et Al 20Si 30Cu. Les spectres de diffractions des rayons X associés à ces revêtements sont proposés sur la *Figure IV.21*.



Figure IV.20 : Micrographies des alliages pour différentes teneurs en silicium, cuivre et nickel.

Pour de faibles teneurs (base Al 10Si 15 Cu), la microstructure est hypoeutectique : dendrites blanches (*Al*) + eutectique avec la présence supplémentaire d'un précipité très fin (< 2 µm) et globulaire (*Figure IV.20.a*) à l'espace interdendritique. L'analyse XRD nous permet d'identifier cette phase comme étant le composé intermétallique Al<sub>7</sub>Cu<sub>4</sub>Ni (*Figure IV.21.a*). Lorsque la quantité de nickel augmente, deux nouvelles phases primaires apparaissent : AlCu et Ni<sub>3</sub>Si (*Figure IV.21.b* et *Figure IV.21.c*) au détriment du composé ternaire. Dans ce cas, le silicium a tendance à s'allier en premier avec le nickel pour former le précipité Ni<sub>3</sub>Si (T<sub>f</sub> = 1165°C <sup>[ASM92]</sup>). Par la suite, les éléments aluminium et cuivre sont en excès et précipitent ensemble sous la forme de AlCu (T<sub>f</sub> = 624°C <sup>[ASM92]</sup>). La microstructure



est par la suite composée d'un agrégat de ces différents composés (*Figure IV.20.b* et *Figure IV.20.c*).

**Figure IV.21 :** Spectres XRD des alliages Al-Si-Cu-Ni obtenus :  $\blacksquare$  (Al),  $\blacklozenge$  (Si),  $\Box$  AlCu,  $\diamond$ ·: Al<sub>2</sub>Cu,  $\bullet$ ·: Cu<sub>15</sub>Si<sub>4</sub>, O Ni<sub>3</sub>Si,  $\diamondsuit$  Al<sub>7</sub>Cu<sub>4</sub>Ni.

Avec des teneurs plus élevées en cuivre et silicium (base Al 20Si 30Cu), l'alliage devient hypereutectique : phases primaires (Si) + eutectique foncé. Il apparaît également de petits précipités globulaires dans l'eutectique (*Figure IV.20.d*) : ces derniers sont identifiés pour les composés AlCu ou Ni<sub>3</sub>Si dont les raies sont très prononcées (*Figure IV.21.d*). Quand le débit de nickel augmente, ce type de microstructure est conservé avec néanmoins une densité de précipités plus élevée (*Figure IV.20.e* et *Figure IV.20.f*). Les spectres de diffraction des rayons X réalisés sur ces dépôts indique aussi la présence minoritaire des composés Al<sub>2</sub>Cu et Al<sub>7</sub>Cu<sub>4</sub>Ni (*Figure IV.21.e* et *Figure IV.21.f*).

De même que pour les alliages de surface réalisés par prédépôts, les phases d'équilibre sont globalement obtenues malgré la solidification très rapide (vitesse de refroidissement de l'ordre de  $10^3$  à  $10^6$  K s<sup>-1</sup>). Les alliages ternaires sont généralement en accord avec les diagrammes d'équilibre, à l'exception de la précipitation de phases existant à des teneurs de soluté bien supérieures à la teneur moyenne de l'alliage. Ce phénomène hors équilibre concerne les alliages Al-Si-Ni et Al-Si-Mo avec les précipités NiSi, Ni<sub>3</sub>Si, Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> et Mo<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>. Le cas de la phase Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> a déjà été constaté lors de l'étude des alliages Al-Mo (p 88).

Dans le cas des alliages ternaires, nous pouvons supposer que l'addition de deux éléments provoque la croissance concurrentielle de plusieurs phases (*Figure IV.22*). Ce phénomène intervient quand les teneurs des deux éléments sont élevées : la croissance de la phase qui se solidifie en premier est gênée puis stoppée par la germination et le grossissement de la deuxième. Un tel mécanisme est observable sur les dépôts Al-Si-Ni et Al-Si-Cu. Pour ces alliages, les précipités primaires (*Si*) apparaissent en premier en raison d'une température de fusion supérieure (800°C à 30% Si et 950°C à 50% Si) puis commence à croître. Lorsque la température diminue, les précipités Al<sub>3</sub>Ni (800°C) ou Al<sub>2</sub>Cu (580°C) se solidifient et empêchent les grains (*Si*) de continuer à grossir (*Figure IV.22*). Ce phénomène conduit à la formation d'une microstructure très fine où les précipités primaires sont généralement inférieurs à 10  $\mu$ m (Al-Si-Ni : *Figure IV.17.f* et *Figure IV.17.g*, Al-Si-Cu : *Figure IV.15.d*). Il permet aussi l'élaboration de matériaux très homogènes dont les propriétés d'usure semblent intéressantes.



**Figure IV.22 :** Hypothèse de croissance concurrentielle : évolution du rayon R des précipités (Si) et Al<sub>2</sub>Cu en fonction du temps.

# IV.3.4. Caractérisation mécanique

Ce paragraphe expose les résultats de la caractérisation mécanique des revêtements sans renfort précédents réalisés par rechargement laser. L'étude a porté sur la macrodureté et sur le comportement en usure adhésive.

#### IV.3.4.1. Macrodureté

#### a) Alliages binaires

Les dépôts obtenus par rechargement laser sont homogènes et l'utilisation de la macroindentation peut s'avérer suffisante pour caractériser la dureté. La valeur moyenne est évaluée sur chaque couche par 3 mesures réalisées sur la surface du cordon. Cette méthode limite le temps d'analyse et de préparation métallurgique. Cependant, afin de justifier une analogie avec les résultats du chapitre précédent, les valeurs de microdureté ( $HV_{0,2}$ ) mesurées sur les alliages de surface Al-Cu et Al-Si on tout d'abord été comparées à celle de macrodureté ( $HV_5$ ) sur les cordons de rechargement. Les résultats sont illustrés par la *Figure IV.23.a* pour l'alliage Al-Cu et *Figure IV.23.b* pour Al-Si.



Figure IV.23 : Evolution de la dureté (HV0,2 et HV5) avec la teneur : a) en cuivre, b) en silicium.

Pour ces deux types d'alliages, la valeur de macrodureté reste légèrement inférieure à la microdureté : un écart de 50 HV est ainsi constaté entre les deux mesures. Cette différence peut avoir deux causes. Tout d'abord, malgré une microstructure identique, les cordons sont réalisés à l'aide de deux techniques non similaires faisant intervenir des puissances laser et des vitesses de traitement différentes. Les matériaux peuvent donc avoir une sursaturation et

un niveau de contraintes internes non similaires, provoquant une différence de durcissement. D'autre part, l'échelle d'indentation intervient sur la mesure de dureté. Bückle <sup>[BUC73]</sup> a ainsi démontré que pour un même matériau, la dureté augmente quand la charge d'indentation diminue. En revanche, ces écarts restent faibles sur ces matériaux et la cohérence des résultats nous a conduit à utiliser cette macrodureté pour l'exploitation des autres dépôts.

#### b) Alliages ternaires

La *Figure IV.24* résume les mesures de macrodureté réalisés sur les revêtements Al-Si-Ni et expose les courbes d'iso – dureté calculées grâce à une régression polynomiale de degré 3. Sur un même cordon, les mesures de dureté sont relativement homogènes. Pour un même alliage, la dispersion des duretés est généralement de  $\pm 30$  HV<sub>5</sub>.



**Figure IV.24 :** Evolution de la macrodureté moyenne des dépôts avec les teneurs en silicium et nickel. Les courbes d'iso – dureté sont réalisées grâce à une régression polynomiale de degré 3.

Lors de l'addition de silicium seul, la dureté de l'alliage augmente avec la teneur en silicium (*Figure IV.24*). A 12 et 50% Si, les duretés moyennes sont respectivement de 80 et 160 HV<sub>5</sub>. L'augmentation de la dureté par rapport au substrat a plusieurs origines :

La présence de la phase primaire (Si) de dureté 1200 HV <sup>[BLA95]</sup>. Ses précipités de dimensions relativement importantes (20-40 µm) participent au durcissement en formant un composite à matrice métallique. Ainsi, lors du chargement, il apparaît des incompatibilités de déformations élastiques et plastiques entre la phase de renfort (Si) et la matrice métallique ((Al) et eutectique dans ce cas). Ce phénomène contribue à diminuer la contrainte effective ressentie par les dislocations, donc à durcir le matériau [PHI98]

- L'augmentation de la solubilité du silicium dans l'aluminium en raison de la solidification rapide durcit par effet de solution solide l'aluminium proeutectique (*Al*) : la solubilité maximale du silicium dans l'aluminium est de 1,65 at.% à 577°C <sup>[ASM86]</sup>.
- L'affinement du grain en raison du refroidissement très rapide du dépôt <sup>[TOM90]</sup>.

Dans les alliages Al-Ni, l'augmentation de la dureté est plus importante (*Figure IV.24*). A 16% Ni, la dureté moyenne est de 200 HV<sub>5</sub> et à 41% Ni, elle est de 400 HV<sub>5</sub>. Une corrélation exponentielle est relevée entre la teneur en nickel et la dureté moyenne de l'alliage. Comme dans le cas du silicium, la présence de la phase intermétallique Al<sub>3</sub>Ni, la sursaturation de la phase (*Al*) et l'affinement structural participent à l'augmentation de la dureté. En outre, cet accroissement est plus fort, comparé à celui du silicium. Ce durcissement supérieur peut s'expliquer par la limite de solubilité du nickel dans l'aluminium supérieure au silicium ; elle peut atteindre 2,8% dans le cas de refroidissement rapide [GAF89]. De même, la taille des précipités Al<sub>3</sub>Ni (5-10  $\mu$ m) est globalement inférieure à celle des phases primaires (*Si*) (20-40  $\mu$ m). En revanche, le composé intermétallique Al<sub>3</sub>Ni a une dureté inférieure (610 – 770 HV<sub>5</sub> [MON76]) à la phase primaire (*Si*) (1200 HV<sub>5</sub> [BLA95]) mais, selon le modèle proposé au chapitre alliation de surface (p 117), le nickel contribue davantage au durcissement de l'aluminium par rapport au silicium.

Lors de l'addition cumulée de silicium et de nickel, la dureté augmente très vite. Durant cette expérimentation, les duretés maximales relevées sans fissure sont de 766 HV<sub>5</sub> pour 36Si 28Ni et 509 HV<sub>5</sub> pour 18Si 38Ni (*Figure IV.24*). Les dépôts contenant les plus grandes teneurs en nickel et silicium ont permis d'obtenir une macrodureté supérieure à 1000 HV<sub>5</sub> (*Figure IV.24*). En revanche, ces alliages sont extrêmement fragiles et se fissurent lors du traitement laser, ainsi que sous la moindre sollicitation mécanique. Comme dans le cas du silicium et du nickel, la présence des précipités primaires (*Si*), Al<sub>3</sub>Ni et Al<sub>7</sub>Si<sub>7</sub>Ni<sub>3</sub>, la sursaturation de (*Al*) par les éléments Si et Ni et l'affinement structural participent à l'augmentation de la dureté. De plus, pour ces alliages ternaires, la diffraction de rayons X indique aussi la présence des composés intermétalliques NiSi et Ni<sub>3</sub>Si. Leurs tailles relativement faibles ne permettent pas leur observation par microscopie optique mais ils peuvent participer à l'augmentation de la dureté en formant des obstacles au parcours des dislocations.

Les *Figure IV.25* et *Figure IV.26* illustrent les mesures de macrodureté réalisées sur les revêtements Al-Si-Cu et Al-Si-Mo. Comme pour l'alliage Al-Si-Ni, une régression polynomiale de degré 3 révèle les courbes d'iso-dureté et met en valeur la contribution de chaque élément sur le durcissement de l'aluminium. Pour l'addition simultanée de bronze d'aluminium et de silicium, le cuivre participe davantage à l'augmentation de la dureté (*Figure IV.25*). Ce résultat corrobore celui obtenu par alliation de surface. Les duretés maximales mesurées sur des dépôts non fissurés sont de 473, 441 et 412 HV<sub>5</sub> pour des compositions de Al 6Si 44Cu, Al 16Si 40Cu et Al 40Si 18Cu (*Figure IV.25*). Comme pour l'alliage Al-Si-Ni, le durcissement de ces alliages résulte de la sursaturation de l'aluminium proeutectique, de la finesse du grain et de la présence de précipités très durs (*(Si)* 1200 HV et  $\theta$ -Al2Cu 400-600 HV <sup>[HAN92]</sup>).



**Figure IV.25 :** Evolution de la macrodureté moyenne des dépôts avec les teneurs en silicium et cuivre. Les courbes d'iso – dureté sont réalisées grâce à une régression polynomiale de degré 3.

Dans le cas d'addition conjointe de molybdène et de silicium, les deux éléments semblent contribuer de façon équitable au durcissement de l'aluminium (*Figure IV.26*). Cette amélioration est principalement due à la présence de silicium en solution solide dans l'aluminium, à l'affinement structural et à la précipitation des composés primaires (*Si*), Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> et Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Mo. Pour cette famille d'alliages, le niveau de dureté atteint est moindre : 286 HV<sub>5</sub> pour Al 29Si 43Mo (*Figure IV.26*). En effet, en se référant au chapitre sur l'alliage de surface par prédépôt, le molybdène et le silicium durcissent peu l'aluminium : 125 et 180 HV<sub>0,2</sub> à 27% Mo et 48% Si.



**Figure IV.26 :** Evolution de la macrodureté moyenne des dépôts avec les teneurs en silicium et molybdène. Les courbes d'iso – dureté sont réalisées grâce à une régression polynomiale de degré 3.

#### c) Discussion

En se référant à *l'Equation III.8* pour les compositions binaires, une modélisation similaire peut être réalisée avec les alliages ternaires. L'évolution de la dureté avec les teneurs en soluté est estimée par une fonction exponentielle à double facteur (*Équation IV.5.a*). Pour l'alliage Al-Si-Cu, nous proposons l'*Équation IV.5.b* en considérant les points ( $X_1 = X_{Al}$ ,  $H_1 =$  $H_{Al}$ ), ( $X_2 = X_{\theta}$ ,  $H_2 = H_{\theta}$ ) et ( $Y = Y_{Si}$ ,  $H_3 = H_{Si}$ ), ce qui fait apparaître la dureté de l'aluminium ( $H_{Al}$ ), du silicium ( $H_{Si}$ ) et du composé  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu ( $H_{\theta}$ ), ainsi que les teneurs massiques en cuivre (X) et en silicium (Y).

a) 
$$H = a.e^{b.X+c.Y}$$
 b) 
$$H = H_{Al} \cdot \frac{H_{\theta}}{H_{Al}} \cdot \frac{X}{H_{Si}} \cdot \frac{H_{Si}}{H_{Al}} \cdot \frac{Y}{Y_{Si}}$$

**Équation IV.5 :** X : teneur en cuivre ou nickel de l'alliage, Y : teneur en silicium de l'alliage,  $X_{\theta}$  : teneur en soluté du composé intermétallique,  $Y_{Si}$  : teneur en soluté du silicium pur (100%), H : dureté de l'alliage,  $H_{Al}$  : dureté de l'aluminium,  $H_{\theta}$  : dureté du composé intermétallique et  $H_{Si}$  : dureté du silicium pur.

La *Figure IV.27.a* et *Figure IV.27.b* développent la solution de ce modèle sous la forme de courbes de niveau pour les alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Ni à des teneurs en soluté comprises entre 0 et 50%. La valeur théorique est calculée à partir des duretés des phases primaires (*Al*), (*Si*), Al<sub>2</sub>Cu et Al<sub>3</sub>Ni exposées dans le *tableau III.4*. Ce modèle comparé aux points expérimentaux (*Figure IV.27*) est valable dans un large domaine de compositions. Cependant, une divergence est constatée pour les fortes teneurs (Si  $\geq$  40% avec Cu  $\geq$  15%), ainsi que au dessus de 40% Ni. Cet écart peut être attribué à deux causes. En premier, *l'Équation IV.5.b* ne prend pas en compte la croissance concurrentielle des phases primaires et donc l'affinement résultant de la microstructure. Par exemple, lors de l'addition de quantités importantes de cuivre et silicium, les précipités *(Si)* et  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu cohabitent : en raison du manque d'espace, la croissance de l'un se fait forcément au détriment de l'autre. De plus, ce même modèle n'intègre pas la dureté des composés ternaires (Al<sub>7</sub>Si<sub>7</sub>Ni<sub>3</sub> par exemple) et de certains précipités binaires (Ni<sub>3</sub>Si et NiSi). Un développement plus poussé doit être mené afin de prendre en compte l'ensemble de ces mécanismes. Néanmoins, l'équation reste valable pour une large gamme de compositions et peut faciliter le choix d'un revêtement.



**Figure IV.27 :** Comparaison des mesures de macrodureté avec le modèle de l'équation IV.5 : a) alliages Al-Si-Cu, b) alliages Al-Si-Ni (• : mesures expérimentales, — : courbes de niveau théoriques).

#### IV.3.4.2. Comportement à l'usure

Les *Figure IV.28, Figure IV.29 et Figure IV.30* présentent respectivement le taux d'usure des revêtements Al-Si-Ni, Al-Si-Cu et Al-Si-Mo face à une sollicitation d'usure adhésive. Le système utilisé est un tribomètre bille - disque avec une charge de 5 N et une vitesse d'usure de 0,4 m.s<sup>-1</sup>. Les caractéristiques de la bille sont les suivantes : matière WC, dureté 1400 HV<sub>0,2</sub>, Ø6 mm. Le taux d'usure est exprimé en volume par distance parcourue  $(10^{-3} \text{ mm}^3.\text{m}^{-1})$ . La visualisation des résultats est facilitée par une interprétation en courbe de niveau (régression polynomiale de degré 3).

#### a) Alliages Al-Si-Ni

Pour les alliages Al-Si-Ni, l'usure minimale est mesurée pour les teneurs suivantes : Al 44Si 33Ni  $(0,34.10^{-3} \text{ mm}^3.\text{m}^{-1})$ , Al 25 20 Ni  $(0,42.10^{-3} \text{ mm}^3.\text{m}^{-1})$  et Al 20 33Ni  $(0,40.10^{-3} \text{ mm}^3.\text{m}^{-1})$ . La visualisation en courbes de niveau (*Figure IV.28*) nous indique que

les alliages ayant la meilleure résistance à l'usure se situent sur une diagonale passant par les points (50 % Si, 0 % Ni) et (0 % Si, 45 % Ni). Une telle droite est représentée avec son intervalle de tolérance par une zone en pointillé sur la *Figure IV.28*.



**Figure IV.28 :** Evolution du taux d'usure avec les teneurs en silicium et nickel. Les courbes d'iso – usure sont réalisées grâce à une régression polynomiale de degré 3

#### b) Alliages Al-Si-Cu

Les dépôts réalisés avec les alliages Al-Si-Cu offrent une plus grande résistance à l'usure (*Figure IV.29*). Les taux minimum observés sont de : 0,15.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> pour Al 40Si 16Cu, 0,12.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> pour Al 20Si 34Cu et 0,11.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> pour Al 8Si 38Cu. Comme pour les revêtements Al-Si-Ni, ces points passent par une droite illustrant le taux d'usure optimum (*Figure IV.29*).



**Figure IV.29 :** Evolution du taux d'usure avec les teneurs en silicium et cuivre. Les courbes d'iso – usure sont réalisées grâce à une régression polynomiale de degré 3.

#### c) Alliages Al-Si-Mo

Un comportement similaire est observé sur les dépôts Al-Si-Mo (*Figure IV.30*). Cette diagonale passe par les points de coordonnées (60 % Si, 0 % Mo) et (0 % Si, 50 % Mo) de la *Figure IV.30*. Néanmoins, les taux d'usure restent globalement supérieurs à ceux mesurés sur les alliages Al-Si-Cu :  $0,35.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> pour Al 8Si 44Mo,  $0,43.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> pour Al 21Si 33Mo et  $0,17.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> pour Al 40Si 19Mo.



**Figure IV.30 :** Evolution du taux d'usure avec les teneurs en silicium et molybdène. Les courbes d'iso – usure sont réalisées grâce à une régression polynomiale de degré 3.

#### d) Alliages Al-Cu-Fe

La *Figure IV.31* illustre le volume perdu en fonction de la distance de frottement pour les trois alliages Al-Cu-Fe étudiés (Al 25Cu 9Fe, Al 35Cu 13Fe et Al 42Cu 6Fe). Nous constatons que l'alliage contenant 42% de cuivre et 6 % de fer offre la meilleure résistance, son taux d'usure moyen étant de 0,34.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> (*Tableau IV.6*). Malgré cela, il reste supérieur à ceux mesurés sur les alliages Al-Si-Ni, Al-Si-Cu ou Al-Si-Mo.

Tableau IV.6 : Taux d'usure et microdureté des dépôts Al-Cu-Fe.

Composition (wt.%)	25 Cu 9 Fe	35 Cu 13 Fe	42 Cu 6 Fe
Microdureté moyenne $(HV_{0,2})$	180	313	386
Taux d'usure moyen $(10^{-3} \text{ mm}^3 \text{.m}^{-1})$	1,42	3,17	0,34

Néanmoins, le fer, utilisé en faibles proportions (Fe = 6%) avec le cuivre, permet la précipitation de petites phases équiaxes  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe (*Figure IV.14*). Un tel alliage offre une dureté appréciable (*Tableau IV.6*) et une bonne résistance à l'usure adhésive. En revanche, pour des quantités plus importantes (Fe = 9% ou 13%), sa tenue se dégrade en

raison sans doute de la croissance aciculaire de la phase  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe. Le fer semble donc être un bon candidat s'il est ajouté dans de faibles quantités. Des essais devront être menés dans cette voie à partir de compositions Al-Si-Ni ou Al-Si-Cu afin de confirmer ce résultat et éventuellement obtenir des matériaux plus performants.



Figure IV.31 : Usure des dépôts Al-Cu-Fe selon la distance parcourue.

#### e) Discussion

Comme les alliages binaires réalisés par prédépôts, les dépôts ternaires Al-Si-Ni, Al-Si-Cu et Al-Si-Mo présentent des transitions d'endommagement quand la concentration en soluté s'accentue : usure sévère à usure douce, puis usure douce à usure par fatigue. Ce comportement se caractérise par une baisse du taux d'usure jusqu'à une valeur optimale, puis par une augmentation sur la fin de l'expérimentation. Ces transitions sont observables lorsque les deux proportions d'éléments augmentent. La composition offrant la résistance optimale semble se situer sur une droite d'*Équation IV.6* avec ( $X_a$ ) teneur en éléments Ni, Cu ou Mo et ( $X_{Si}$ ) teneur en silicium. Les constantes ( $\alpha$ ) et ( $\beta$ ) peuvent être calculées de façon empirique d'après les *Figure IV.28*, *Figure IV.29* et *Figure IV.30* : leurs valeurs moyennes sont de  $\alpha = 0,8$  et  $\beta = 50$ . Ce modèle permet d'obtenir un matériau offrant la meilleure résistance à l'usure adhésive. Néanmoins, il est réservé aux alliages Al-Si-X et devra faire l'objet d'essais complémentaires pour vérifier sa cohérence.

$$X_a + \alpha \cdot X_{Si} = \beta$$

**Équation IV.6**: Equation reliant les compositions ayant la résistance à l'usure adhésive optimale,  $(X_a)$  concentration en éléments Ni, Cu ou Mo et  $(X_{si})$  concentration en silicium.

En se référant aux *Figure IV.24*, *Figure IV.25* et *Figure IV.26*, les alliages correspondant à ce modèle ont une macrodureté comprise entre 350 et 450 HV<sub>5</sub> pour les dépôts Al-Si-Ni et Al-Si-Cu, ainsi qu'entre 175-250 HV<sub>5</sub> pour les revêtements Al-Si-Mo. Ils ont généralement une microstructure composée de précipités équiaxes de faibles tailles noyés dans une matrice eutectique (*Figure IV.15,f, Figure IV.15.h, Figure IV.17,f* et *Figure IV.17.h*). Si les concentrations dépassent la droite définie par l'Équation IV.6, la dureté et la proportion de phases dures deviennent trop importantes : ce matériau a un comportement fragile et l'usure par fatigue apparaît. Inversement, si la teneur en soluté est inférieure à cette même droite, la dureté chute et les composés intermétalliques assurant la résistance à l'usure disparaissent : un tel alliage présentera une usure sévère.

# IV.4. Elaboration de composites à matrice métallique : résultats et discussion

Une autre voie d'étude consiste en l'élaboration de matériaux composites formés de particules dures (céramiques) dans une matrice moins résistante. Les renforts les plus étudiés actuellement sont le carbure de silicium SiC <sup>[LIE96]</sup> et le carbure de titane TiC <sup>[LIE96, SAL94]</sup>. Dans un premier temps, ce chapitre présente l'importance du choix des paramètres opératoires sur l'obtention de dépôts CMM. L'étude développe par la suite l'influence de la teneur en silicium de la matrice et de la nature du renfort (SiC, TiC ou carbure de tungstène WC) sur les caractéristiques mécaniques. Les microstructures des revêtements sont analysées et les échantillons sont caractérisés en dureté, frottement et tenue à l'usure adhésive.

# IV.4.1. Conditions expérimentales

Pour l'élaboration de composites à matrice métallique (CMM), deux configurations de rechargement ont été étudiées (*Figure IV.2.a* et *Figure IV.2.b*) délivrant des puissance de 2000 et 4000 W. Le détail des paramètres opératoires est résumé dans le *Tableau IV.3* et *Tableau IV.4*. Les dépôts ont été obtenus à partir d'un mélange de poudres aluminium - silicium (Al, Al 12Si, Al 30Si ou Al 40Si) et de carbures (WC broyé, WC sphérique, TiC ou SiC). Leurs compositions et granulométries sont exposées dans le *Tableau IV.7*.

#### Tableau IV.7 : Caractéristiques des poudres utilisées

Type de poudres	Al	Al 12Si	Al 30Si	Al 40Si	TiC	SiC	WC
Composition (wt-%)	99,5 Al	99,5 AS12	99,5 AS30	99,5 AS40	99,5 TiC	99,5 SiC	99,5 WC
Granulométrie (µm)	45-90	45-90	45-90	45-90	50-150	50-150	50-150

Suite aux résultats précédents (p 162), l'irradiance est fixée à 300 W.mm<sup>-2</sup>. Ce choix induit des diamètres du faisceau sur l'échantillon de 2,7 et 4 mm pour les configurations respectives 2000 et 4000 W. Dans les deux cas, ce travail propose une réflexion sur les paramètres opératoires de vitesse d'avance (V) et de débit de poudre (Q) pour l'élaboration de CMM. Dans un premier temps, les revêtements sont composés d'une matrice Al 12Si avec des proportions en TiC variant de 0 à 50 % en volume.

La configuration 2000 W permet de réaliser des dépôts corrects pour des quantités de carbures inférieures ou égales à 30 vol.%. La morphologie des cordons suit aussi l'évolution constatée précédemment sans apport de carbure (*Figure IV.4*). Le modèle de l'Équation *IV.1* semble conservé. En revanche, pour des proportions en TiC supérieures à 30 vol.%, ce principe n'est plus valable. En effet, à partir de cette limite, les cordons offrent systématiquement un profil incurvé au centre, quels que soient la vitesse d'avance et le débit de poudre (*Figure IV.32*).



**Figure IV.32 :** Evolution des cordons pour la configuration 2000 W en fonction de la vitesse d'avance et du débit de poudres. Dépôts Al 12Si et 50 vol.% TiC.

Un tel comportement est illustré par la *Figure IV.32* pour les dépôts composés de Al 12Si et 50 vol.% TiC. Selon les paramètres utilisés, les zones d'alliage et de décrochement sont également observées. L'analyse microstructurale des cordons révèle une fusion totale ou partielle des carbures dans la matrice (*Figure IV.33*). Ce défaut est principalement localisé vers le centre du dépôt en dessous de la zone incurvée.



**Figure IV.33 :** Microstructure de la zone centrale. Configuration 2000 W, vitesse 0,8 m.min<sup>-1</sup>, débit de poudre 9 g.min<sup>-1</sup>, dépôt Al 12Si et 50 vol.% TiC.

Par contre, ces défauts n'apparaissent pas en utilisant la configuration 4000 W (*Figure IV.34*). Pour les revêtements Al 12Si et 50 vol.% TiC, l'évolution des cordons suit alors le modèle de l'*Équation IV.1*, trois zones distinctes étant observables sur la *Figure IV.34*. Pour un débit inférieur à 6 g.min<sup>-1</sup>, les dépôts ont une dilution excessive, la morphologie est de type alliage. Pour un débit supérieur à Q = 11 g.min<sup>-1</sup>, le dépôt s'effectue de façon irrégulière en raison d'un débit de poudre trop important. Entre ces deux valeurs, les cordons offrent une forme correcte dont les dimensions évoluent avec la vitesse d'avance (*V*) (*Figure IV.34*).



**Figure IV.34 :** Evolution des cordons pour la configuration 4000 W en fonction de la vitesse d'avance et du débit de poudres. Dépôt Al 12Si et 50 vol.% TiC.

La configuration 4000 W permet donc de réaliser des revêtements CMM jusqu'à 50 vol.% TiC, tandis qu'à 2000 W la limite se situe à 30 vol.%. Malgré une irradiance équivalente, cet écart peut être attribué aux différences de dimensions entre les deux faisceaux. Le diamètre du faisceau sur pièce est seulement de 2,7 mm pour la configuration 2000 W, ce qui limite les mouvements de convection car la taille du bain liquide est petite. Les carbures ont moins d'espace pour se déplacer librement dans le bain. Le transfert de chaleur vers l'arrière du bain en est réduit : la température est plus élevée, occasionnant la fusion des carbures et la vaporisation de la matrice.

Cette forte élévation de température au centre du cordon peut également expliquer l'incurvation des dépôts observés sur la *Figure IV.32*. En effet, elle provoque la vaporisation de la matrice Al-Si : un plasma est alors créé qui en raison de sa pression déforme le bain liquide et entraîne la formation d'un creux dans le cordon (*Figure IV.32*).



**Figure IV.35 :** Evolution des coefficients de réflexion en fonction de la longueur d'onde incidente (mesures réalisées par réflectométrie des poudres, p 58).

Ces phénomènes ne sont observés que sur les dépôts contenant plus de 30 vol.% TiC. Une telle limite peut être attribuée à l'écart important de réflexion entre les carbures et la matrice. En effet, à la longueur d'onde du faisceau laser Nd:YAG (1,06 µm), les coefficients de réflexion sont respectivement égaux à 11 et 26% pour les poudres de TiC et de Al 12Si (*Figure IV.35*). En conséquence, lors de l'irradiation, les carbures absorbent deux fois plus l'énergie que les particules d'aluminium. Ainsi, quand la quantité de renforts atteint une certaine limite (30% du volume du dépôt), l'apport d'énergie dans le bain liquide est excessif et les phénomènes exposés précédemment apparaissent. Le même comportement instable a été observé par Vreeling et *al.* <sup>[VRE00-1]</sup> en alliage de surface laser avec injection de SiC. Les auteurs ont remarqué que le procédé était extrêmement sensible à la densité d'énergie, à la température de préchauffage et à la vitesse des poudres, réduisant l'intervalle de paramètres acceptables. Ils ont attribué ce comportement à la grande différence de coefficient d'absorption entre le SiC et l'aluminium ainsi qu'à la présence d'une couche d'oxyde sur le bain liquide. Cette couche limite le mouillage des carbures et empêche leur pénétration dans le bain <sup>[VRE00-1]</sup>.

### IV.4.2. Analyse de la microstructure

Tous les cordons réalisés sont exempts de porosités et présentent une dispersion homogène des carbures. Pour la configuration 2000 W, les *Figure IV.36.a* et *Figure IV.36.b* montrent la répartition des carbures dans une matrice de Al 12% Si pour des fractions volumiques de 10 et 30% TiC. La *Figure IV.37* illustre un revêtement composé de Al 12Si et de 50 vol.% TiC obtenu avec le configuration 4000 W.



Figure IV.36 : Macrographies de cordons composés de : a) Al 12% Si et 10 vol.% TiC, b) Al 12% Si et 30 vol.% TiC



Figure IV.37 : Macrographie d'un cordon composé de Al 12%Si et 50% vol TiC.

Selon la quantité de silicium, la microstructure de la matrice est hypoeutectique ou hypereutectique. La *Figure IV.38.a* expose ainsi une micrographie d'un dépôt Al 12Si avec 30 vol.% TiC, l'alliage est composé de carbures de titane non affectés, de dendrites blanches (*Al*) et d'un fin eutectique gris. Comme pour les alliages binaires Al-Si, une microstructure eutectique n'est pas observée conformément au diagramme d'équilibre. Cette différence semble s'expliquer par la solidification rapide caractérisant les procédés laser : les zones d'existence des phases sont modifiées et l'eutectique est décalé vers le côté riche en silicium du diagramme (p 100). Pour un revêtement Al 40Si avec 30 vol.% TiC, l'alliage est constitué de grains de silicium primaire entourés d'une auréole (*Al*), de renforts TiC et d'un eutectique foncé (*Figure IV.38.b*). Comme nous pouvons le constater, cette microstructure révèle un état métastable par la présence conjointe des phases primaires (*Al*) et (*Si*). Le phénomène est observable malgré l'addition de carbures. Il est également rencontré dans les alliages laser Al-Si hypersilicés (Si  $\geq$  30%, p 93).



**Figure IV.38 :** Micrographies de dépôts composés de : a) Al 12% Si et 30 vol.% TiC, b) Al 40% Si et 30 vol.% TiC.

Dans tous les cas, l'observation microscopique ne révèle pas la décomposition des carbures due à leur fusion superficielle. D'ailleurs, l'analyse par XRD (*Figure IV.39*) ne montre pas l'apparition de carbures d'aluminium Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> rencontrés par Lietchi <sup>[LIE96]</sup> pour le rechargement Al + TiC ou SiC. Cependant, ce résultat doit être complété par une analyse plus poussée. En effet, la diffraction de rayons X est sensible à des phases qui représentent plus de 5% du volume du matériau <sup>[BRO97]</sup>. De plus, Park et Lucas <sup>[PAR97]</sup> ont démontré que le carbure Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> peut précipiter sur la périphérie des renforts sous la forme de petites plaquettes

hexagonales. Dans ce cas, leur faible dimension rend l'observation impossible par microscopie optique ou par XRD.



Figure IV.39 : Spectre de diffraction des rayons X réalisé sur le dépôt Al 12Si et 30 vol.% TiC.

L'apparition de ce carbure doit néanmoins être absolument évitée. En effet, la phase Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> est sensible à l'humidité de l'air et se décompose en hydroxyde d'aluminium Al(OH)<sub>3</sub> et en méthane CH<sub>4</sub> <sup>[PAR97]</sup>. Sa précipitation dégrade aussi les propriétés mécaniques du CMM par le durcissement de la matrice et la décohésion entre le renfort et la matrice <sup>[VRE00-2]</sup>. Pour inhiber cette réaction, plusieurs auteurs <sup>[LEE98, LIE95]</sup> emploient une matrice hypersilicée (Si  $\geq$  30%). Le silicium étant plus carburigène que l'aluminium, il se forme alors des carbures de silicium. Cependant, comme la suite de l'étude nous le montrera, l'utilisation d'une une matrice hypersilicée peut nuire à la résistance à l'usure adhésive des dépôts CMM.

Par rapport aux renforts de TiC, les revêtements réalisés avec les carbures WC présentent la même microstructure et l'absence d'aiguilles  $Al_4C_3$ . En revanche, l'addition de SiC entraîne la précipitation de nombreux carbures d'aluminium dans la matrice. Ce phénomène peut être attribué à la température de fusion plus basse du SiC par rapport au WC et TiC (*Tableau IV.8*).

Les mesures de macrodureté moyenne sont exposées sur la *Figure IV.40* pour les CMM avec renforts de TiC et plusieurs teneurs en silicium (configuration 2000 W). La *Figure IV.41* montre l'évolution des mesures sur ses dépôts ayant une matrice Al 12Si et différentes proportions de WC, TiC et WC (configuration 4000 W). Les indentations ont été effectuées avec une charge de 49 N et sur la surface des cordons après usinage. La dureté moyenne a été calculée à partir de six mesures. L'utilisation de la microindentation n'est pas envisageable en raison de l'hétérogénéité de la microstructure CMM, les valeurs de dureté dépendraient alors de la zone d'indentation ( $\approx$ 2000 HV sur un renfort et 80 HV pour la matrice Al 12Si).

L'addition de silicium entraîne une forte augmentation de la dureté : 118 HV<sub>5</sub> sur Al 40Si pour 19 HV<sub>5</sub> dans le cas de l'aluminium pur (*Figure IV.40*). Le durcissement peut être attribué à la présence du silicium primaire (1200 HV<sub>0,2</sub> <sup>[BLA95]</sup>), à la sursaturation de l'aluminium par le silicium et à l'affinement du grain. L'apport de TiC accroît également d'une façon significative la dureté de la surface (*Figure IV.40*). Sa valeur est accrue d'un facteur approximatif 1,5 pour l'addition de 10 vol.% TiC et 2,5 avec un renforcement de 30 vol.% TiC. La macrodureté maximale est ainsi de 250 HV<sub>5</sub> pour l'alliage contenant 40% Si et 30 vol.% TiC. La contribution des carbures au durcissement s'explique par l'effet composite. Ces particules ont une grande dureté (2500 HV<sub>0,2</sub> <sup>[TAS88]</sup>) et leur présence diminue la contrainte effective appliquée sur les dislocations. En revanche, la taille importante des renforts (50-150 µm) et leur grand espacement facilitent leur contournement par les dislocations.



**Figure IV.40 :** Evolution de la macrodureté moyenne avec la teneur en silicium et en carbures (configuration 2000 W).

La *Figure IV.41* présente l'évolution de la macrodureté moyenne avec la teneur volumique de renforts. Ces derniers sont de quatre types : TiC, SiC, WC sphérique et broyé; la matrice est constituée de Al 12Si. L'addition de ces différents carbures durcit de manière appréciable la surface des cordons. Cependant, la nature du renfort affecte peu ce mécanisme, à l'exception du SiC qui se distingue par une résistance supérieure : 280 HV<sub>5</sub> à 30 vol.% SiC par rapport à 180 HV<sub>5</sub> pour 30 vol.% TiC ou WC.



**Figure IV.41 :** Evolution de la macrodureté avec la teneur en carbure pour différents renforts (configuration 4000 W).

Comme précédemment, le durcissement des dépôts CMM peut être attribué à l'effet composite, la nature des renforts intervenant peu (*Tableau IV.8*). Ce comportement semble être occasionné par la grande différence de durcté entre les renforts (*Tableau IV.8*) et la matrice Al 12Si (environ 110  $HV_{0,2}$ ). L'écart est tel que la durcté des carbures influe peu sur la durcté globale du revêtement. Néanmoins, les cordons CMM avec SiC présentent une macrodureté supérieure. Dans ce cas, le durcissement supplémentaire peut être affecté à la précipitation des phases Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> observables dans la matrice. En effet, le carbure SiC a une température de fusion inférieure au WC et TiC (*Tableau IV.8*). Lors du traitement, ce phénomène contribue à la diffusion du carbone hors du renfort et à la précipitation du carbure d'aluminium.

Tableau IV.8 : Caractéritiques des différents carbures utilisés.

Renforts	TiC	WC	SiC
T <sub>f</sub> (°C)	3250	2870	2700
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	4,95	14,9	3,2
Dureté (HV <sub>0,2</sub> )	3200	2500	3350
E (GPa)	422	725	330

## IV.4.4. Essais d'usure adhésive

La tenue à l'usure a été caractérisée par un tribomètre bille/disque. Une bille en WC (1400 HV, diamètre 6mm) exerce une charge de 5 N et frotte sur le dépôt circulaire qui est mis en rotation. La vitesse tangentielle du cordon au niveau de la bille est de 0,4 m.s<sup>-1</sup>. Cette expérimentation est réalisée à température ambiante sous une humidité d'environ 65%. La perte de masse de l'échantillon permet d'évaluer le volume perdu en connaissant la densité du revêtement. La masse volumique est calculée en utilisant une loi des mélanges entre la matrice et les carbures <sup>[ASH93]</sup> (*Tableau IV.8*) Cette approximation est correcte si les carbures ne sont pas dissous dans la matrice.

# IV.4.4.1. Influence de la teneur en silicium et de la proportion en TiC sur une matrice Al-Si

Durant tous les tests d'usure, nous n'avons pas constaté de diminution significative de la masse du frotteur, la bille en carbure de tungstène n'étant pas affectée par les renforts en TiC.

**Tableau IV.9 :** Taux d'usure  $(10^{-3} \text{ mm}^3 \text{.m}^{-1})$  en fonction de la proportion de carbures et de la teneur en silicium de la matrice.

	wt.% Si			
vol.% TiC	0	12	30	40
0	34,63	7,61	3,32	0,73
10	25,13	2,06	1,99	1,25
30	1,76	0,88	1,74	1,26

#### a) Dépôts sans carbure

Sans carbure, l'addition de silicium améliore le comportement à l'usure (*Tableau IV.9*). Pour des matrices Al et Al 12Si, les dépôts montrent une grande détérioration de la surface, avec transfert de matière du cordon sur la bille. Le mode d'endommagement est une usure adhésive sévère (*severe wear*) <sup>[ZHA97]</sup>. Ce comportement est attribué à la plastification des aspérités du cordon. La charge normale exercée par la bille est effectivement supportée par ces aspérités et les ondulations de la surface. Dans le cas d'une surface rugueuse, l'aire réelle de contact peut être très faible : la contrainte exercée est très élevée <sup>[BUD88]</sup>. Les aspérités sont alors en contact intime avec la surface de la bille créant l'adhésion. La fracture de ces jonctions entraîne la formation de débris avec transfert de matière sur le frotteur. Cet endommagement se caractérise par un taux d'usure élevé (*Tableau* IV.9), une grande irrégularité de la piste usée avec une déformation plastique importante (*Figure IV.42*) et la présence de grandes délamination (*Figure IV.43.a*).



Figure IV.42 : Microtopographie de la piste d'usure à 1600 m sur le dépôt Al 12% Si.

Des zones fortement plastifiées sont observées où la matière est poussée et forme des vagues (*Figure IV.43.a*). Après 1600 m de glissement sur le revêtement Al 12Si, la profondeur de la piste usée évolue de 50 à 150  $\mu$ m. Dans le cas de l'aluminium pur, l'essai est arrêté après 400 m car la piste trop accidentée provoque des sauts de la bille.



Figure IV.43 : Micrographies ESEM de la piste d'usure à 1600 m sur le dépôt Al 12% Si.

Sur les alliages hypereutectiques (Al 30Si et Al 40Si) sans carbure, le régime d'endommagement devient une usure douce (*mild wear*) <sup>[ZHA97]</sup>. Nous observons un sillon de profondeur régulière (20 µm pour Al 40Si à 1600 m), une usure homogène (*Figure IV.44* et

*Figure IV.45.a*) et la formation de fin débris noirs. Ce mode d'usure se distingue également par l'absence de grandes délaminations ductiles (*Figure IV.45.a*). En revanche, le cordon contenant 40% Si met en valeur l'arrachement de petites écailles sur le bord intérieur du dépôt (*Figure IV.45.b*). Le profil des fissures sur le contour des écailles indique un comportement fragile du matériau.



Figure IV.44 : Microtopographie de la piste d'usure à 1600m sur le dépôt Al 40% Si.

Le taux d'usure indiqué dans le *Tableau* IV.9 en est fortement réduit : seulement  $0,73.10^{-3}$  mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> pour Al 40Si comparé à 7,61.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> dans le cas de Al 12Si. Ce taux est divisé par un facteur 10.



Figure IV.45 : Micrographies ESEM de la piste d'usure à 1600 m sur le dépôt Al 40% Si.

La transition entre usure sévère et douce avec l'augmentation de la quantité de silicium peut être imputée au durcissement (*Figure IV.40*) qui réduit la déformation plastique de la matière et l'adhésion des aspérités sur la bille. De plus, le coefficient de frottement de la

surface est réduit par l'addition de silicium (*Tableau IV.10*), ce qui facilite le glissement de la bille et contribue à limiter l'usure.

	%vol TiC			
wt.% Si	0	10	30	
0	$0,36 \pm 0,02$	$0,27 \pm 0,03$	$0,20 \pm 0,01$	
12	$0,31 \pm 0,03$	$0,\!27 \pm \!0,\!02$	$0,27 \pm 0,01$	
30	$0,28 \pm 0,03$	$0,24 \pm 0,02$	$0,20 \pm 0,02$	
40	$0,22 \pm 0,02$	0,20 ±0,01	0,20 ±0,03	

Tableau IV.10 : Mesures des coefficients de frottement statique en fonction de la teneur en Si et TiC

#### b) Dépôts avec carbures à matrice hypoeutectique

Nous constatons la même transition avec l'accroissement de la proportion de TiC dans les matrices hypoeutectiques (Si  $\leq 12\%$ ). Sur les revêtements composites Al ou Al 12Si à 30 vol.% TiC, l'usure devient globalement homogène (*Figure IV.46* et *Figure IV.47.a*), la profondeur du sillon est régulière et il se forme de fins débris noirs. Ce mode d'endommagement est caractéristique d'une usure douce <sup>[WIL97]</sup> et coïncide avec l'addition de carbures car sans renfort l'usure est sévère (*Figure IV.42*). Pourtant, il apparaît dans la surface des zones où la détérioration est plus prononcée (*Figure IV.46*), la profondeur du sillon évoluant régulièrement entre 10 et 20 µm. Ce mécanisme peut être attribué à une usure oscillant entre doux et sévère. La transition n'est pas totale comme sur les dépôts Al 40Si. De même, sur le CMM Al 12Si à 30 vol.% TiC, l'observation ESEM révèle de nombreuses écailles (*Figure IV.47*) de faibles dimensions (100 µm) et peu profondes (10 µm).





Ce régime d'endommagement associé à l'ajout de TiC entraîne une forte diminution du taux d'usure des revêtements composites à matrices Al et Al 12% Si (*Tableau IV.9*). Dans le cas d'une matrice Al, le taux d'usure est de 34,63.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> sans carbure et de 1,76.10<sup>-3</sup> mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup> avec 30 vol.% TiC : l'amélioration est de l'ordre d'un facteur 20. Une telle résistance peut être attribuée au glissement de la bille sur le cordon assuré en majorité par les renforts. Ces particules ont une dureté (H = 3200 HV<sub>0,2</sub> <sup>[TAS88]</sup>) et un module d'élasticité (E = 350 GPa <sup>[TAS88]</sup>) bien supérieur ceux de la matrice (H = 20 HV<sub>0,2</sub> et E = 70 GPa pour l'aluminium pur). En outre, nous constatons une diminution du coefficient de frottement (*Tableau IV.10*), facilitant le glissement de la bille.



Figure IV.47 : Micrographies ESEM de la piste d'usure à 1600 m sur le dépôt Al 12% Si à 30% vol TiC.

#### c) Dépôts avec carbures à matrice hypereutectique

Par opposition, l'addition de TiC détériore le comportement à l'usure adhésive des alliages hypereutectiques (Si > 12%). Le taux d'usure est doublé entre 0 et 30 vol.% TiC dans les matrices Al 40Si (*Tableau* IV.9). Les pistes d'usure sont néanmoins moins profondes : environ 15  $\mu$ m pour Al 40Si à 30 vol.% TiC par rapport à 20  $\mu$ m pour Al 40Si sans carbure. Mais de grandes écailles et de nombreuses piqûres (*pitting*) apparaissent sur la surface (*Figure IV.48* et *Figure IV.49*). Sur le revêtement Al 40% Si à 30 vol.% TiC, ces écailles peuvent avoir une profondeur de 10  $\mu$ m, une longueur de 1 mm et une largeur de 30  $\mu$ m. Le comportement est similaire mais moins prononcé avec la matrice Al 30Si.



Figure IV.48 : Microtopographie de la piste d'usure à 1600m sur le dépôt Al 40% Si à 30% vol TiC.

Sur ces revêtements, l'endommagement reste globalement une usure adhésive douce avec une détérioration homogène mais il apparaît une usure par fatigue très prononcée (*surface fatigue*). Les contraintes superficielles générées par la bille détériorent la surface qui subit un mouvement cyclique de glissement pur. L'effet de la pression de Hertz provoque la fissuration en sous couche du matériau, ces fissures se propagent alors jusqu'à la surface et occasionnent la fracture et l'arrachement d'une zone du matériau (*Figure IV.49.b*). Nous observons également la fracture de nombreux carbures (*Figure IV.50*).



Figure IV.49 : Micrographies ESEM de la piste d'usure à 1600 m sur le dépôt Al 40Si à 30% vol TiC.

Ce comportement a pour origine principale la dureté élevée de la matrice hypereutectique (120 HV<sub>5</sub>). Ce durcissement privilégie l'apparition et la propagation de fissures (*Figure IV.49.b*). La cohésion des renforts avec la matrice est également détériorée par les phases de silicium primaire qui précipitent en plaquettes (*Figure IV.38.b*), facilitant l'arrachement des carbures. En plus de ces phénomènes, Budinski explique que l'utilisation de carbures massifs (diamètre supérieur à 10  $\mu$ m) induit des concentrations de contraintes dans le matériau : la formation de fissures en sous couche est alors facilitée <sup>[BUD88]</sup>. Il préconise l'utilisation de renforts fins dont la taille est inférieure à 1  $\mu$ m afin d'obtenir un matériau homogène. Malheureusement, lors du rechargement laser, l'injection de particules inférieures à 20  $\mu$ m est extrêmement difficile. En effet, les poudres trop fines obstruent le système de distribution et la tête d'injection.



Figure IV.50 : Micrographie ESEM de la piste d'usure à 1600 m sur le dépôt Al 40Si à 30% vol TiC.
#### IV.4.4.2. Influence de la nature et de la teneur de différents carbures sur l'usure d'une matrice Al 12Si

Les *Figure IV.51.a* et *Figure IV.51.b* illustrent les taux d'usure de revêtements à matrice Al 12Si renforcée par des carbures WC (sphérique et broyé), TiC ou SiC. Cette matrice a été retenue à partir des résultats du chapitre précédent. L'addition de carbures améliore la résistance à l'usure adhésive. Le taux est globalement réduit d'un facteur 20 par rapport à un dépôt sans renfort. Malgré un grand écart de caractéristiques mécaniques entre les types de carbures (*Tableau IV.8*), aucune différence significative n'est observée sur la résistance à l'usure adhésive (*Figure IV.51*). Comme pour la dureté, ce comportement peut être attribué à l'écart important de propriétés entre la matrice Al 12Si et les renforts. Néanmoins, les carbures WC sphériques offrent une meilleure tenue que les mêmes carbures broyés. En effet, la forme angulaire de ces derniers les rend fragiles et susceptibles d'être arrachés hors de la matrice. Un résultat similaire a été observé par Lagrange <sup>[LAG97]</sup> pour le rechargement laser de surface d'acier par les mêmes renforts.



**Figure IV.51 :** Taux d'usure en fonction de la nature et proportion des carbures : a) WC sphérique et broyé, b) TiC et SiC.

Pour l'ensemble des CMM, le taux d'usure optimum correspond à une proportion d'environ 35 vol.% de renforts (*Figure IV.51*). Concernant les carbures de tungstène, l'endommagement augmente légèrement au-dessus de cette valeur : 0,3 mm<sup>-3</sup>. m<sup>-1</sup> à 35 vol.% et 0,42 mm<sup>-3</sup>. m<sup>-1</sup> à 45 vol.%. Sur tous les dépôts composites, deux régimes sont observables : une usure adhésive sévère qui évolue vers une usure douce avec l'addition progressive de carbures. La transition entre ces deux types d'endommagement est observable pour WC entre

23-30 vol.% (particules sphériques) et 29-38 vol.% (carbures broyés), à 21 vol.% pour TiC et 14-17 vol.% pour SiC.

#### a) Usure sévère

Comme précédemment, l'usure sévère est caractérisée sur tous les composites par une importante déformation plastique de la surface et la délamination de débris de grande taille <sup>[WIL97]</sup>. Le premier phénomène est illustré par la *Figure IV.52* pour des CMM avec des renforts sphériques de WC. Les pistes d'usure présentent une pénétration et une largeur importantes : la profondeur de 120  $\mu$ m sans renfort (*Figure IV.52.a*) diminue à 70  $\mu$ m avec 14 vol.% WC (*Figure IV.52.b*).



**Figure IV.52 :** Microtopographies des pistes d'usure à 1600 m sur les dépôts : a) Al 12Si, b) Al 12Si à 14 vol.% WC shérique.

Les traces sont aussi très accidentées avec une usure irrégulière le long du sillon. A 14 vol.% WC, la profondeur de la piste évolue entre 0 et 70  $\mu$ m. Certaines zones montrent des bourrelets de matière qui dépassent l'altitude originelle du dépôt avant usure (*Figure IV.52.b*). Les micrographies ESEM confirment ces observations par une déformation de la matière dans le sens du frottement (*Figure IV.53.a*). Plusieurs zones du revêtement prouvent que la matrice est excessivement plastifiée, jusqu'à atteindre sa limite à la rupture et créer des débris de grandes dimensions (*Figure IV.53.b*).



**Figure IV.53 :** Importante plastification. Micrographies ESEM réalisées sur les pistes d'usure des dépôts suivants : a) Al 12Si à 14 vol.% WC, b) Al 12Si.

Le second phénomène caractérisant une usure sévère est la délamination de grands débris. La micrographie de la *Figure IV.54.a* montre un débris de taille moyenne (400  $\mu$ m) en cours d'arrachement sur le revêtement contenant 14 vol.% WC. Sans ajout de carbure, la délamination peut atteindre 2 mm de longueur sur 1 mm de largeur (*Figure IV.54.b*).



**Figure IV.54 :** Délamination de débris de grandes tailles. Micrographies ESEM réalisées sur les pistes d'usure des dépôts suivants : a) Al 12Si à 14 vol.% WC, b) Al 12Si.

#### b) Usure douce

Sur les dépôts composites constitués de WC sphériques, l'usure adhésive douce est observée entre 30 et 45 vol.%, teneur limite de notre expérimentation. Ce type d'endommagement se caractérise par une déformation douce et homogène (*Figure IV.55*) et par la délamination de petits débris (*Figure IV.57*) <sup>[WIL97]</sup>. Pour un cordon contenant 29 vol. % de carbures WC, la profondeur de la piste est comprise entre 10 et 40  $\mu$ m (*Figure IV.55.a*). A 44 vol.%WC, elle n'est plus que de 10 - 20  $\mu$ m (*Figure IV.55.b*).



**Figure IV.55 :** Microtopographies des pistes d'usure à 1600m sur les dépôts : a) Al 12Si à 29 vol.% WC sphérique, b) Al 12Si à 44 vol.% WC sphérique.

Les micrographies de la *Figure IV.56* réalisées par ESEM confirment cette observation. Nous y remarquons l'absence de déformations excessives de la matière, par opposition à la *Figure IV.53*, ainsi qu'une usure douce et régulière. Un fort grossissement permet de constater que la surface usée est composée de débris incrustés dans la matière (*Figure IV.56.a*), aux dimensions relativement faibles (de 0,1 à 2  $\mu$ m). Ces derniers semblent provenir de la fracture des carbures. En effet, ils présentent une forme anguleuse et le même contraste que les renforts. De par leur présence, ces débris forment une couche protectrice limitant l'usure.



**Figure IV.56 :** Usure douce et homogène. Micrographies ESEM réalisées sur la piste d'usure du dépôt Al 12Si à 29 vol.% WC.

L'usure adhésive douce offre également la délamination de petits débris, d'environ 20  $\mu$ m (*Figure IV.56.c*). Ces zones peuvent même atteindre 100  $\mu$ m (*Figure IV.57.a* et *Figure IV.57.b*) mais la profondeur ne dépasse jamais quelques microns et n'est pas comparable à celle observée lors d'une usure sévère (*Figure IV.54*). La délamination peut être attribuée à la

plastification de la matrice aluminium/silicium. Ce phénomène est clairement illustré par la *Figure IV.57.c.* Lors du frottement, la matrice très ductile est étalée sur la piste d'usure. Après plusieurs passage de la bille, la limite à la rupture est alors atteinte sur cette zone du matériau générant une fissure. Cette fissure se propage durant la sollicitation cyclique, jusqu'à la délamination complète du débris.



**Figure IV.57 :** Délamination de petits débris. Micrographies MEB réalisées sur les pistes d'usure des dépôts suivants : a) et b) Al 12Si à 44 vol.% WC, c) Al 12Si à 29 vol.% WC.

Lors d'une usure douce, certaines zones de la piste font apparaître la fracture des carbures (*Figure IV.58*). En effet, ces particules très durs et fragiles sont brisées lors du choc avec la bille. Il en résulte la création de très fins débris qui peuvent former une couche protectrice sur la matrice (*Figure IV.56.a*). Ce mécanisme semble également provoquer la fracture de nouveaux carbures. Un morceau de renfort peut effectivement se retrouver sur la surface d'un autre carbure. Lors du passage suivant de la bille, cette particule est alors enfoncée dans le renfort, provoquant sa fracture (*Figure IV.58.b*). L'ensemble de ces phénomènes peut expliquer l'augmentation du taux d'usure à partir de 35 vol.% WC car ces carbures ont une densité très élevée par rapport à la matrice ( $\rho_{WC} = 14g.cm^{-3}$ ,  $\rho_{Al 12Si} = 2,6 g.cm^{-3}$ ) et leur arrachement augmente rapidement la masse perdue.



**Figure IV.58 :** Fractures des carbures. Micrographies MEB réalisées sur la piste d'usure du dépôt Al 12Si à 29 vol.% WC.

#### IV.4.4.3. Discussion

Selon Deuis et *al* <sup>[DEU97]</sup>, les mécanismes d'usure adhésive sur les CMM à base aluminium peuvent être regroupés en quatre phénomènes :

- Déformation plastique de la matière
- Friction
- Formation d'une couche tribologique
- Délamination.

#### a) Déformation plastique de la matière

Selon ces auteurs, l'usure adhésive apparaît quand deux surfaces frottent entre elles avec une pression suffisamment grande pour provoquer une déformation locale et plastique des aspérités en contact. La dureté du matériau détermine alors l'aire réelle de contact entre ces aspérités. La dureté des aspérités est alors considérée comme plus importante que la dureté globale du matériau.

Dans le cas des cordons étudiés, nous avons constaté une augmentation linéaire de la macrodureté des dépôts avec l'addition de renforts et de silicium. Cette amélioration peut expliquer la diminution de la profondeur des sillons et la transition entre usure sévère et douce (*Figure IV.52* et *Figure IV.55*). En effet, selon *l'Équation IV.7* <sup>[COR98]</sup>, la contrainte d'écoulement plastique ( $Y_{\varepsilon}$ ) est reliée à la dureté (*H*), le durcissement provoquant alors la réduction de la déformation plastique du matériau. Lorsque la quantité de carbures n'est pas suffisante (teneur en WC inférieure à 23 vol.% par exemple), cette déformation est excessive.

$$H = 3Y_{\varepsilon}$$

Équation IV.7 : Relation entre la contrainte d'écoulement  $Y_{\epsilon}$  du matériau à une déformation moyenne  $\epsilon$  et la dureté H pour un matériau métallique.

En ce qui concerne les aspérités, l'observation ESEM montre que la quasi totalité de la surface usée est recouverte par la matrice aluminium : *Figure IV.53* et *Figure IV.56*. Les renforts ne limitent donc pas la déformation locale des aspérités. Par contre, ils peuvent intervenir dans les premiers temps de l'usure ou quand la couche d'aluminium est délaminée (*Figure IV.57*). Les carbures sont alors en contact direct avec la bille : le phénomène

Développement d'alliages de surface élaborés sous faisceau laser sur substrat aluminium : application au rechargement

d'adhésion est réduit car les aspérités des renforts ( $H_{WC} = 3200 \text{ HV}_{0,2}$ ) se déforment beaucoup moins que la matrice aluminium ( $H_{Al \ 12Si} = 80 \text{ HV}_5$ ).

D'après Ashby <sup>[ASH93]</sup>, l'augmentation de la proportion de renforts provoque également l'accroissement du module d'élasticité global du dépôt. Cet effet, confirmé par Sallamand <sup>[SAL93]</sup> et Lietchi <sup>[LIE96]</sup> dans le cas de cordons laser sur aluminium (p 48), limite la déformation élastique du revêtement réduisant la surface frottante entre la bille et le dépôt ainsi que l'usure.

#### b) Friction

La friction agit sur la charge tangentielle appliquée au matériau. Elle est régie par trois facteurs : le coefficient de frottement entre les régions planes des surfaces en contact, la présence d'un troisième corps et la déformation des aspérités <sup>[DEU97]</sup>. Dans notre cas, l'utilisation d'un contact ouvert (bille/plan) comme tribomètre réduit la probabilité d'apparition d'un troisième corps, les débris d'usure étant facilement éliminés. Les mesures de coefficient de frottement statique ont ainsi montré que l'adhésion diminuait quand la proportion de carbures augmente dans les dépôts (*Tableau IV.10*). Ce mécanisme facilite le glissement de la bille sur la surface, diminuant la force tangentielle et limitant l'usure.

#### c) Couche tribologique

En usure douce, une couche tribologique (*tribolayer*) se forme sur la surface du sillon. Ce revêtement qui couvre l'ensemble de la piste est principalement composé d'aluminium et de débris d'usure provenant de la fracture des carbures (*Figure IV.56.a*). En effet, l'observation ESEM révèle que de nombreux renforts sont fissurés et éclatés (*Figure IV.58*). Ce comportement très fragile entraîne la formation d'une multitude de débris très fins qui se retrouvent à nouveau incrustés dans la matrice. L'analyse de la couche tribologique par microsonde EDX révèle aussi une quantité d'oxygène élevée (environ 20 at.%). Ces mesures ont été réalisées sur plusieurs cordons et différentes zones (sillons et fonds d'arrachement). Une telle observation nous permet d'affirmer qu'un certain volume d'alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a été formé sur la surface usée durant le frottement, un régime d'usure oxydée (*oxidation wear*) a sans doute été établi. Comme les carbures, cet oxyde possède des propriétés mécaniques élevées. Sa présence conjointe aux débris de carbures sur la piste d'usure participe au rôle protecteur de la couche tribologique.

A l'opposé, les effets de cette couche sont limités lors d'une usure sévère. En effet, la déformation importante des sillons associée à la délamination de larges débris contribue à sa disparition. L'analyse par microsonde EDX confirme cette hypothèse par une faible quantité d'oxygène sur la surface de la piste (< 1 at.%). L'observation microscopique montre aussi la présence de débris de carbures mais dans une proportion moindre par rapport à une usure douce.

L'utilisation d'une matrice hypersilicée détruit également cette couche tribologique. Dans ce cas, le matériau n'est pas assez ductile pour résister aux sollicitations cycliques de la bille. Il apparaît alors une usure par fatigue se caractérisant par de nombreuses écailles peu profondes et un faciès fragile (*Figure IV.49*). La couche tribologique est délaminée laissant à nu la surface des carbures. En raison des chocs successifs de la bille, ces renforts sont ensuite fracturés (*Figure IV.50*) entraînant une élévation du taux d'usure. Le même mécanisme est observé sur les composites à matrices Al et Al 12Si mais dans une moindre mesure (*Figure IV.47* et *Figure IV.58*). Ici la matrice est suffisamment ductile pour réduire la propagation des fissures et la délamination. Paradoxalement, les dépôts CMM doivent être recouverts d'une fine couche d'aluminium très ductile pour offrir une résistance optimale à l'usure adhésive.

#### d) Phénomène de délamination

Lors d'une usure sévère, la matière est fortement déformée. Après un certain nombre de passages de la bille, la contrainte en sous-couche peut dépasser la limite à la rupture : une fissure est alors créée qui se propage jusqu'à la surface (*Figure IV.54*). Sur un dépôt Al 12 Si sans renfort, la taille de ces écailles peut atteindre 2 mm. Lorsque l'usure est douce, la délamination apparaît dans la couche tribologique qui recouvre la piste après une certaine distance de frottement mais elle est limitée par la présence des carbures en dessous de la couche protectrice. Ce mécanisme réduit la taille et la profondeur des écailles (*Figure IV.57*) et par conséquent le taux d'usure. En revanche, la délamination peut offrir un profil fragile (*Figure IV.57.c*). Un tel comportement peut être attribué au durcissement de la couche tribologique par le fort écrouissage qu'elle subit.

#### e) Conclusions partielles

L'augmentation du taux de carbure fait évoluer l'endommagement d'une usure sévère à douce et le volume perdu peut être réduit d'un facteur 20. Cependant, la nature et la forme du renfort influent peu sur ce comportement. Malgré des caractéristiques mécaniques de renforts

différentes (*Tableau IV.8*), aucun écart significatif n'a été effectivement constaté entre les revêtements renforcés par TiC, SiC ou WC. Ce comportement peut être attribué à l'écart très important de propriétés mécaniques entre la matrice et les carbures. La proportion optimale de renforts se situe aux alentours de 35 vol. %. Au dessus de cette limite, la fracture excessive des carbures occasionne une augmentation du taux d'usure. En outre, le comportement à l'usure est régi par la composition de la matrice : avec un alliage Al-Si, la résistance optimale est observable pour une matrice Al 12Si (wt.%). Pour des alliages hypersilicés (Si  $\geq$  30%), la piste d'usure met en valeur une usure par fatigue avec apparition d'écailles et de piqûres (*Figure IV.49*).

Pour conclure, l'amélioration de la résistance à l'usure par addition de carbures peut être attribué à :

- l'augmentation de la dureté et du module d'élasticité global
- la diminution de la friction
- la formation d'une couche tribologique
- la réduction du phénomène de délamination.

# IV.5. Revêtement par rechargement laser : synthèse

Cette deuxième partie a présenté tout d'abord les conditions expérimentales nécessaires à l'élaboration de revêtements par rechargement laser avec injection coaxiale de poudres : la densité de puissance optimale est de l'ordre de 300 W.mm<sup>-2</sup> et nous avons proposé une relation empirique entre la vitesse d'avance et le débit de poudre permettant l'obtention de dépôts corrects. Lors de l'élaboration de CMM avec renfort de carbures, les essais ont montré l'étroitesse de la fenêtre opératoire. Un mauvais réglage peut ainsi provoquer la fusion des carbures et la diffusion du carbone dans la matrice à l'origine de la précipitation de la phase Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>. Pour une vitesse d'avance particulière, l'étude des contraintes résiduelles dans les dépôts a mis en évidence un équilibre des contraintes résiduelles, entraînant une déformation nulle de l'échantillon (méthode de la flèche). D'autre part, quelle que soit la vitesse de traitement, la mesure par diffraction de rayons X a révélé des contraintes résiduelles de compression dans les dépôts avec un maximum de -95 MPa pour une vitesse de 1,4 m.min<sup>-1</sup>.

Suite aux alliages de surfaces obtenus par prédépôt dans la première partie, les éléments Cu, Mo, Ni et Si ont été retenus pour les améliorations qu'ils apportent aux propriétés mécaniques de l'aluminium. Des revêtements en alliages ternaires et quaternaires ont ainsi été réalisés avec ces éléments afin de dépasser la valeur maximale de 250  $HV_{0,2}$  obtenue avec un seul élément, tout en préservant la ductilité des revêtements. Les mesures de macrodureté ont relevé un durcissement proche de 500  $HV_5$  sans fissure. Par la suite, la totalité des dépôts ont subi une usure adhésive avec un tribomètre bille/disque : le gain général par rapport à l'aluminium est proche de 300. En considérant l'ensemble des alliages, les compositions les plus performantes semblent être Al 22Si 27Ni, Al 42Cu 6Fe, Al 18Si 34Cu, Al 41Si 17Cu et Al 40Si 19Mo (wt.%) car elles répondent le mieux aux critères suivants :

- Présence d'une microstructure fine et homogène, garantissant un comportement mécanique isotrope. Ces alliages sont constitués de phases *(Si)* équiaxes et de composés intermétalliques Al<sub>3</sub>Ni, Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe ou Al<sub>8</sub>Mo<sub>3</sub> (dimensions moyennes de 20 et 5 µm), ainsi que d'un fin eutectique.
- Absence de phases aciculaires afin d'éviter le risque de concentration de contraintes pouvant engendrer des fissures lors d'une sollicitation mécanique.

- Absence de fissure ou d'écaille dans le revêtement après l'essai d'usure indiquant un comportement fragile de l'alliage.
- Dureté élevée (comprise entre 350 et 450 HV<sub>5</sub>).
- Bonne résistance à l'usure adhésive (taux d'usure inférieur à 0,2.10<sup>-3</sup>mm<sup>3</sup>.m<sup>-1</sup>).

En ce qui concerne les dépôts composites, l'étude a porté sur l'influence de la teneur en silicium de la matrice (0 à 40%) et de la nature du renfort (SiC, TiC et WC) sur les caractéristiques mécaniques. Les dépôts ne présentent pas de porosité et les carbures y sont répartis uniformément. Le silicium et les renforts augmentent la dureté des cordons par leur présence en tant que particules dures mais la nature du renfort affecte peu ce mécanisme. Le comportement à l'usure des surfaces évolue également avec la teneur en silicium et en carbures. Le taux est globalement réduit d'un facteur 20 par rapport à un dépôt sans renfort. Pour les alliages hypoeutectiques (Si  $\leq$  12%) sans renfort, l'usure est sévère ; avec carbures, le régime devient doux exerçant une baisse significative du taux d'usure. Dans le cas des alliages hypereutectiques (Si  $\geq$  30%) sans renfort, l'usure est adhésive douce avec un faible volume perdu. L'ajout de carbures accélère la détérioration de ces surfaces par apparition d'une usure par fatigue avec formation de piqûres : l'addition de renforts est néfaste dans ces alliages. Malgré un grand écart de caractéristiques mécaniques entre les carbures, aucune différence significative n'est observée entre les revêtements élaborés avec différents types de renforts.

Nous avons développé l'étude microstructurale et la caractérisation de la dureté et de la tenue à l'usure adhésive de revêtements base Al avec addition de Cu, Mo, Ni et Si ou de carbures. Cependant, les combinaisons de matériaux sont nombreuses et il est sans doute possible de découvrir des compositions aux propriétés supérieures. Notre étude a porté sur plusieurs alliages ternaires et quaternaires mais l'utilisation d'éléments supplémentaires semble prometteuse. Comme nous avons pu le constater, le fer et l'étain ajoutés dans de faibles proportions (6 wt.%) donnent respectivement des propriétés de dureté et de frottement très intéressantes. Ils sont sans doute de bons candidats pour compléter les alliages Al-Si-Ni ou Al-Si-Cu développés ici. L'importance de la vitesse d'avance du traitement sur les contraintes résiduelles et les déformations a été également mise en avant. En revanche, il serait intéressant d'observer les conséquences sur la dureté des dépôts ainsi que la déformation sur une pièce industrielle. Les revêtements composites ont un module d'élasticité théorique proche de 200 GPa et une bonne tenue à l'usure adhésive, du même ordre que celle

des cordons sans renfort. Il serait judicieux de les tester en usure abrasive : plusieurs auteurs ont montré leur utilité dans ce cas et nous avons effectivement remarqué que les dépôts contenant plus de 30 vol.% de renforts montraient une très bonne résistance lors de la rectification des échantillons circulaires avant usure.

D'autre part, outre les caractéristiques mécaniques, de nombreux auteurs cherchent à améliorer la tenue à la corrosion de l'aluminium par un traitement de surface laser. Les alliages que nous avons développés ici devront être caractérisés dans ce sens afin d'élargir les applications potentielles. Finalement, une analyse plus poussée devra être menée sur la cohésion matrice/carbure des dépôts composites et l'éventuelle précipitation de la phase  $Al_4C_3$  sensible à la corrosion dans cette interface. Ce point est fondamental pour préserver les propriétés mécaniques des dépôts CMM.

### Conclusions générales et perspectives

La *Figure 1* résume la démarche de ce travail où deux parties sont mises en valeur. En premier lieu, une technique d'alliage de surface par prédépôt a été mise en œuvre. Le substrat est de l'aluminium de pureté 99,5% ; parmi les éléments d'alliages ont été choisis des métaux de transition susceptibles de donner des composés intermétalliques (Cu, Co, Cr, Fe, Mo, Ni) ainsi que le silicium et l'étain capables d'améliorer le comportement en frottement. Des cordons ont été réalisés avec des teneurs en soluté comprises entre 0 et 50%.



Figure 1 : Démarche suivie.

Dans un deuxième temps, deux ensembles optique/tête d'injection ont été mis au point avec des lasers Nd:YAG de 2 et 4 kW pour l'opération de rechargement. Après l'optimisation des paramètres opératoires, ces deux configurations ont permis la réalisation de dépôts sans défaut de largeur de 2 à 5 mm sur un substrat AS7G. Des revêtements d'alliages ternaires ont été réalisés à partir des éléments les plus performants : le cuivre, le nickel, le molybdène et le silicium. Nous avons également étudié l'influence de la teneur en silicium et en divers carbures (SiC, TiC, WC) sur les caractéristiques mécaniques de cordons composites.

La plupart des alliages binaires réalisés par fusion de prédépôts présentent une dureté de l'ordre de 250 à 300 Hv<sub>0,2</sub>, bien supérieure à celle du substrat (20 Hv<sub>0,2</sub>). Les combinaisons ternaires permettent, quant à elle, d'accroître la dureté jusqu'à 500 Hv<sub>5</sub> mais, au-dessus de cette valeur, des fissures apparaissent dans les alliages. Concernant les revêtements composites, la teneur en silicium augmente la dureté, tout comme les carbures jusqu'à un niveau de 250 Hv<sub>5</sub>. Cependant, la nature du renfort affecte peu ce mécanisme, à l'exception du SiC qui pour une même proportion en volume donne une dureté supérieure d'un facteur 1,5 par rapport aux autres carbures.

Des essais d'usure adhésive réalisés avec un tribomètre bille/disque ont mis en évidence trois types d'endommagement selon l'élément d'addition et sa teneur : usure sévère, douce et par fatigue. La tenue a été fortement améliorée par ces ajouts à l'exception du cobalt. Les alliages Al 40Cu et Al 25Ni sont les plus efficaces avec des gains quinze fois supérieurs par rapport au substrat. Les alliages ternaires élaborés par rechargement permettent d'obtenir une résistance à l'usure multipliée par un facteur proche de trente : les plus performants parmi ceux réalisés sont Al 22Si 27Ni, Al 18Si 34Cu, Al 41Si 17Cu et Al 40 Si 19 Mo. Après expérimentation, il semble que les critères à retenir pour réaliser un revêtement performant en usure adhésive soient la présence d'une microstructure fine et homogène, l'absence de phases aciculaires et une dureté comprise entre 350 et 450 Hv<sub>5</sub>. Pour les dépôts composites, le taux d'usure diminue d'un facteur vingt par rapport au matériau de base. Malgré des caractéristiques mécaniques très différentes, aucun écart significatif de résistance à l'usure n'a été observé selon le type de carbure introduit dans le composite.

Ce travail a prouvé que les alliages d'aluminium obtenus par rechargement laser offrent des caractéristiques mécaniques élevées. En terme de dureté (400 HV<sub>5</sub>), ils peuvent se substituer aux aciers de construction mécanique, voire aux aciers faiblement alliés. En ce qui

concerne l'usure adhésive, leur résistance est proche de matériaux courants (acier E24, laiton) et bien supérieure aux alliages d'aluminium 2024 trempés vieillis (*Figure 2*). Leurs propriétés mécaniques sont aussi plus élevées que celles des dépôts cupronickels réalisés actuellement par rechargement laser (300 HV<sub>5</sub>, taux d'usure sur la *Figure 2*), tout en proposant une mise en œuvre plus simple.



**Figure 2 :** Taux d'usure des alliages développés, de certains matériaux de construction et d'un dépôt cupronickel réalisés par rechargement laser (système bille/disque, charge 5 N, vitesse d'usure 0,4 m.s<sup>-1</sup>, distance de frottement 3200 m).

La fiabilité du système optique/tête d'injection ainsi que la stabilité du traitement laissent également présager une industrialisation rapide. Des essais concluants ont déjà été menés dans cette voie pour vérifier la qualité du procédé sur une opération relativement longue (*Figure 3.a*). Dans le cadre d'un projet européen, la solution intégrant un bras robot a aussi été validée pour le rechargement en trois dimensions de sièges de soupape de culasse aluminium (*Figure 3.b*).

Les applications potentielles d'une telle technologie se situent principalement dans les secteurs aéronautique et automobile. La plus grande progression de l'aluminium est cependant pressentie dans le secteur automobile, grâce aux possibilités d'allégement et à sa facilité de recyclage. En effet en 2015, 95% des matériaux constituant une automobile devront être recyclables : l'aluminium sera de la partie. Sur une voiture par exemple, plusieurs organes mécaniques en aluminium pourraient être traités par rechargement laser : sommet du piston, gorge de segments, bloc moteur, paliers (moteur, boîte de vitesses, différentiel ou pompes). Nous pouvons également imaginer que certains éléments en acier soient complètement remplacés par une pièce en aluminium revêtue par laser comme par exemple les disques de

frein. En modifiant les propriétés de surface, les traitements laser offrent la possibilité d'élargir le choix des matériaux.



**Figure 3 :** a) barreau d'aluminium 2024 (Ø50 x 300 mm) rechargé avec un alliage Al 50% Si, b) opération de rechargement laser en 3 dimensions sur culasse.

## Liste des publications

- L. Dubourg, H. Pelletier, D. Vaissière, F. Hlawka, A. Cornet, Mechanical characterisation of aluminium – copper laser surface alloys, accepté par Wear (2002).
- L. Dubourg, F. Hlawka, A. Cornet, Study of aluminium copper iron alloys: application for laser cladding, Surface and Coating Technology 151-152 (2002) 329-332.
- L. Dubourg, D. Ursescu, F. Hlawka, A. Cornet, Laser cladding of MMC on aluminium alloys with a Nd: YAG laser: process, microstructure and wear behaviour, soumis à Surface and Coating Technology.
- L. Dubourg, F. Hlawka, A. Cornet, J. M. Staerck, O. Freneaux, Development of new materials for aluminium laser cladding: investigation of Al - Cu - Fe alloys, Proceeding of Laser'Ap 4 (2002).
- L. Dubourg, F. Hlawka, A. Cornet, Analyse des contraintes résiduelles dans les dépôts réalisés par rechargement laser sur alliage d'aluminium, accepté par le Journal de Physique IV (2002).
- L. Dubourg, F. Hlawka, A. Cornet, Caractérisation d'alliages aluminium silicium nickel déposés par rechargement laser sur alliage d'aluminium, accepté par le Journal de Physique IV (2002).
- L. Dubourg, F. Hlawka, A. Cornet, Contraintes résiduelles et phases durcissantes dans les alliages superficiels aluminium – cuivre obtenus par alliation sous faisceau laser, Journal de Physique IV, Vol. 10 (2002) 137-144.

### Bibliographie

Nombre de références bibliographiques: 114.

- [AGA00]: A. Agarwal et N. B. Dahotre, Mechanical properties of laser-deposited composite boride coating using nanoindentation, Metallurgical and Materials Transcations A, Vol 31A (2000) 401-408.
- [ALM95-1]:A. Almeida, M. Anjos, R. Vilar, *Laser alloying of aluminium alloys with chromium*, Surface and coating technology, 70 (1995) 221 229
- [ALM95-2] :A. Almeida, Y. Y. Que, R. Vilar, *Microstructure of Al 4,3Cr alloy produced by laser surface alloying*, Scripta metallurgica et metarialia, Vol 33, n°6 (1995) 863-870.
- [ALM96]: A. Almeida, R. Vilar, *Laser alloying: A tool to produce improved Al-Mo surface alloys*, Proceedings of ICALEO (1996) section A / 123.
- [ALM98]: A. Almeida, R. Vilar, *Laser surface alloying of aluminium transition metal alloys*, Rev. Metal. Madrid, (1998) 34(2).
- [ALT76]: D. Altenpohl, Un regard à l'intérieur de l'aluminium, Edition Aluminium-Verlag (1976).
- [ALU] : *L'aluminium*, Edition Péchiney.
- [ASH91]: M. F. Ashby et D. R. H. Johns, *Matériaux*, Editeur Dunod (1991) ISBN : 2-04-01-8978-5.
- [ASH93] M. F. Ashby, *Selecting the components of comosites*, Journal de physique IV, Colloque C7, (1993) 1595-1600.
- [ASM86]: J. L. Murray, *Phase diagrams of binary copper alloys, Binary alloys phase diagram*, ASM International, Metals Park, OH (1986) p 103-108.
- [ASM92]: ASM Handbook Vol. 3, *Alloy Phase Diagrams*, ASM international (1992).

- [BAR97]: J. Barralis, G. Maeder, *Précis de métallurgie*, 6° édition, Ed. AFNOR-NATHAN (1997).
- [BEN86]: L. Bendersky et R. J. Schaefer, Materials Science, 21 (1986) 237-242.
- [BLA95]: E. Blank, T. Lietchi, L. Poiré, High performance coatings of aluminium alloys for improved wear resistance and load bearing capability, High performance materails in engine technology, P. Vincenzini Editor (1995) 225-232.
- [BON89]: S. Bonnet, Réalisation d'alliage de surface base aluminium par traitement laser, Rapport de thèse INSA (1989) Lyon.
- [BRO97]: N. Broll, *Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X*, Techniques de l'Ingénieur, PE 1080 Vol. PE2 (1997).
- [BUC70]: H. Bückle, Microdureté et structure, Cahier du groupe français de rhéologie, Tome 2, n°3 (1970).
- [BUC73]: H. Bückle, *the science of hardness testing and its research application*, Metals Park, OH, ASM (1973) p453.
- [BUD88]: K. G. Budinski, *Surface engineering for wear resistance*, Prentice hall, (1988) 30-38.
- [CAY00]: M. H. McCay, N. Kennedy et Narendra B. Dahotre, Wear enhancement of aluminium by laser surface alloying with silicon, Laser in Engineering Vol 10 (2000) 107-122.
- [CER97]: E. Cerri, E. Evangelista et N. Ryum, on the effects of plastic deformation on the coarsening of θ-phase precipitation in an Al-Cu alloy, Metallurgical and Materials transactions A, Vol 28A (1997), p.257-263.
- [COH99]: J. Cohen-Sabban, Mesures physiques : l'optique accélère le contrôle d'états de surface, Mesure n°719, (1999) 85-90.
- [COQ90]: G. Coquerelle and J. L. Fachinetti, *Friction and wear of laser treated aluminium-silicium alloys*, ETCA France (1990) 19-26.
- [COR98]: A. Cornet, J. P. Deville, *Physique et ingénierie des surfaces*, EDP Sciences, ISBN 2-86883-352-7, (1998) p102.
- [CRO89]: A. G. Crooks, E. Hornbogen, Metall. Tecnik 43 (10) (1989) 954.
- [DAS94]: D. K. Das, K. S. Prasad, A. G. Paradkar, Evolution of microstructure in laser surface alloying of aluminium with nickel, Material science and engineering, A174 (1994) 75-84.

- [DAS96]: D. K. Das, M. Roy, A. K. Singh, Microstructural characterisation of alloyed surface layers of an Al-Si alloy laser alloyed with nickel and titanium, Materials science and technology, vol.12, (1996) 295.
- [DAU95]: F. Dausinger, *Strahlwerkzeug laser : Energieeinkopplung und prozeBeffektivitat*, Stuttgart : Teubner, ISBN : 3-519-06217-8 (1995).
- [DEU96]: R. L. Deuis, C. Subramanian et J. M. Yellup, *Abrasive wear of aluminium composites-a review*, Wear 201 (1996) 132-144.
- [DEU97]: R. L. Deuis, C. Subramanian et J. M. Yellup, *Dry sliding wear of aluminium composites-a review*, Composites science and technology 57 (1997) 415-435.
- [DEV89]: R. Develay, Données numériques sur l'aluminium et les alliages d'aluminium de transformation : Aluminium non allié, Techniques de l'Ingénieur, M443 (1989).
- [DUB99]: L. Dubourg, *Traitement superficiel d'aluminium par laser*, rapport de DEA ENSAIS, Strasbourg (1999).
- [FAU93]: F. Faudot, *The Al-Cu-Fe phase diagram: aluminium-rich corner and icosahedral region*, Ann. Chim. Fr., 18 (1993) p445-456.
- [FRE95]: O. Freneaux, J. B. Poulet, O. Lepre, G. Montavon, coaxial nozzle for surface treatment by laser laser irradiation, with supply of materials in powder form, european patent n°0574580, US patent n°5418350 (1995).
- [GAF89] : E. Gaffet, J. M. Pelletier, S. Bonnet, Acta metallurgica 37 (1989) 3205.
- [GAL87]: A. Galerie, M. Pons, M. Caille, *Elaboration d'alliage de surface sous irradiation laser*, Materials science and engineering (1987) 19-25.
- [GAU99] : M. Gaumann, P. Gilgien, W. Kurz, *La solidification des métaux traités par laser,* CLP bulletin de liaison n°34 (1999).
- [GHO99]: K. Ghosh, M. H. McCay, Narendra B. Dahortre, Formation of a wear resistant surface on Al by laser aided in-situ synthesis of MoSi<sub>2</sub>, Journal of Materials processing technology 88 (1999) 169-179.
- [GRE66]: J. A. Greenwood, J.B.P. Williamson, *Contact of nominally flat surfaces*, Proc. Roy. Soc. (1966), p.300-319
- [HAN92]: Handbook of aluminium and aluminium alloys, Lide D.R., CRC Press (1992), p.852.
- [HEG91]: H. J. Hegge, J. Th. M. De Hosson, *The influence of convection on the homogeneity of laser-applied coatings*, Journal of materials science 26 (1991), p711-714.

- [HOS93]: J. Th. M. De Hosson et J. Noordhuis, Mechanical properties and microstructures of laser treated Al-Cu-Mg alloys, Journal de physique IV, Vol. 3 (1993) p.927-932.
- [HOS95]: J. L. de Mol Van Otterlo, D. Pagnoli et J. Th. M. De Hosson, Enhacement mechanical properties of laser treated al-cu alloys : a microstructural analysis, Acta metal. Mater., vol 43, n°7 (1995) 2649-2656.
- [ICH71]: R. Ichikawa et Ikeda, J Jpn. Inst. Met. Vol 34 (1971) 280-284.
- [JUL91]: J. C. Jules, J. M. Pelletier, M. Pilloz, A. B. Vannes, *Surface treatments by laser Cw YAG laser*, Journal de physique IV, Vol 1, (1991) 61-63.
- [KON92]: H. Kong et M. F. Ashby, Wear mechanisms in brittle solids, Acta Metall. Mater., Vol. 40, n°11 (1992) 2907-2920.
- [LAG97]: L. Lagrange, Caractérisation microstructurale et tribologique de revêtements MMC élaborés sous faisceau laser, Rapport de thèse INPL, Nancy (1997).
- [LEE98]: J. C. Lee, J. Y. Byun et H. I. Lee, *prediction of Si contents to suppress formation of Al4C3 in the SiC/Al composite*, Acta materiala, vol. 46 (1998) 1771-1780.
- [LIE95]: T. Liechti et E. Blank, *laser processing of MMC coatings for aluminium alloys*, Surface modification technologies VIII (1995).
- [LIE96]: T. Lietchi, développement de revêtements portants déposés par laser sur des alliages d'aluminium, Rapport de thèse n°1581 EPFL, Lausanne (1996).
- [LIM87]: S. C. Lim et M. F. Ashby, Wear mechanism maps, Acta Metall., Vol. 35, n°1 (1987) 1-24.
- [LIM89-1]: S. C. Lim, M. F. Ashby et J. H. Brunton, *The effects of sliding conditions ont hte dry friction of metals*, Acta Metall., Vol. 37, n°3 (1989) 767-772.
- [LIM89-2]: S. C. Lim, M. F. Ashby et J. H. Brunton, *Wear rate transitions and their relationship to wear mechanisms*, Acta Metall., Vol. 35, n°6 (1989) 1343-1348.
- [LIU91]: Y. Liu, R. Asthana et P. Rohatgi, *A map for wear mechanisms in aluminium alloys*, Journal of materials science 26 (1991) 99-102.
- [LIU94]: Y. Liu, J. Mazumder, K. Shibata, Processing, microstructure and properties of laser-clad Ni alloy FP5 on Al alloy AA333, Metallurgical and Materials transactions B, vol 25B, (1994) 425-434.
- [LIU95]: Y. Liu, J. Mazumder, K. Shibata, *Microstructural study of the interface in laser-clad Ni-Al bronze on Al Alloy AA333 and its relation to cracking*, Metallurgical and Materials transactions A, vol 26A, (1995) 1519-1533.
- [LOU84]: J. L. Loubet, J. M. Georges et G. Meille, J. Tribology, 106 (1984) 43.

- [LOU86]: J.L. Loubet, J.M. Georges, G. Meille, Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering, ASTM STP 889, P.J. Blau and B.R. Lawn, Eds. ASTM, Philadelphia (1986) p.72.
- [MAH93] :M. A. McMahon, A. Green, Z. Liu, K. G. Watkins, W. M. Steen, M. G. S. Ferreira et R. Vilar, *Residual stress measurements in laser processed aluminium alloys*, Proceedings of ICALEO 1993, 746-754.
- [MAH94]: M. A. McMahon, K. G. Watkins, W. M. Steen, R. Vilar, laser surface alloying of 2014 aluminium alloy for enhaced corrosion resistance, Proceedings of ICALEO 1994 135.
- [MAI98]: P. Mairone, G. D'Angelo, D. Stanisor, *Laser cladding of aluminium alloys for advanced combustion engines*, Proceedings of GPC (1998).
- [MAS86]: T. B. Massalki, J. L. Murray, L. H. Bennet, H. Baker, *Binary alloys phase diagram*, ASM International, Metals Park, OH, 1986, p 103-108.
- [MAT94]: H. Matsuyama, K. Shibata, Study of alloying by a defocused laser beam-Surface alloying of aluminium by CO2 laser irradiation, Welding International 8 (4) (1994) 274-278.
- [MOL94]: J. L. De Mol Van Otterlo and J. Th. M. De Hosson, Laser treatment of aluminium copper alloys: a mechanical enhancement, Scripta metallurgica, Vol. 30 (1994) p.1023.
- [MOL95]: J.L de Mol van Otterlo, J. Th. M. De Hosson, *Microscopic clarifications for the increased hardness of laser melted Al-Cu alloys*, Computer methods and experimental measurements for surface treatment effect, International conference, Vol 1 n°1 (1995) p255-263.
- [MON76]: L. F. Mondolfo, *aluminium alloys*, Butterworth and Co ltd (1976).
- [NOO93]: J. Noordhuis et J. Th. M. De Hosson, *Microstructure and mechanical properties of a laser treated al alloy,* Acta metal. Mater., vol 41, n°7 (1993) 1989-1998.
- [NOY95]: I. C. Noyan, T. C. Huang et B. R. York, *Residual stress/strain in thin films by X-ray diffraction*, Critical review in solid state and materials sciences, 20(2) (1995) 125-177.
- [OLI92]: W.C. Oliver and G.M. Pharr, Journal of Material Research, 7 Vol. 6 (1992) p.1564.
- [OTT00]: A. Ott, F. Dausinger, H. Hugel, *Energy coupling in the cladding process of aluminium alloys,* Proceedings of ICALEO 2000.

- [PAN91]: D. Pantelis et A. Houndri, Y. Chryssoulakis, Laser melting treatment by overlapping passes of prefeated nickel electrodeposited coatings on Al – Si alloy, Jour. de Phy. III, Vol1 (1991).
- [PAR97]: J. K. Park et J. P. Lucas, Moisture effect on SiC/6061 Al MMC : dissolution of interfacial Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>, Scripta Materiala, vol. 37 (1997) 511-516.
- [PAV95]: P. A. Vetter, *le rechargement par laser*, Rapport de Thèse ULP, Strasbourg (1995).
- [PEL01]: H. Pelletier, Applications des techniques de nanoindentation aux couches modifiées par implantation d'ions à hautes énergies, rapport de thèse ENSAIS, Strasbourg (2001).
- [PEL91-1]: J. M. Pelletier, A. Issa, F. Fouquet, *Possibilities and limitation of laser surface alloying by melting of predeposited layers*, Jour. de Phy. IV C7, vol 1 (1991).
- [PEL91-2]: J. M. Pelletier, L. Renaud, Solidification microstructures induced by laser surface alloying : influence of the substrate, Materials science and engineering, A134 (1991).
- [PHI98]: J. Phillibert, A. Vignes, Y. Brechet et P. Combrade, *Métallurgie*, Editions Masson (1998).
- [PIC92]: M. Picasso, Simulation numérique des traitements de surface par laser, rapport de thèse n°1011 EPFL, Lausanne (1992).
- [PIE00]: Y. T. Pei, J. Th. M. De Hosson, *Functionnally graded materials produced by laser cladding*, Acta mater. (2000) 2671-2624.
- [PIE89]: M. Pierantoni, E. Blank, Effect of laser surface remelting and alloying on the wear behaviour of Al-Si alloys, Proceedings of 2d seminar of the international federation for heat treatment, Lisbon, (1989).
- [PIL90]: M. Pilloz, *Revêtements laser multicouches multimatériaux : maîtrise des traitements et des contraintes résiduelles*, rapport de thèse INSA, Lyon (1990).
- [PIL92]: M. Pilloz, J. M. Pelletier et A. B. Vannes, Residual stresses induced by laser coatings : phenomenological analysis and predictions, Journal of Materials Science 27 (1992) 1240-1244.
- [POL86] : H. M. Pollock et D Maugis, Acta Metallurgica, 32 (1984) 1323.
- [POL86-2]: H. M. Pollock, D. Maugis, M. Barquins, *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, P.J. Blau and B.R. Lawn, Eds. ASTM, Philadelphia (1986) p.47.

- [QIU98]: Y. Y. Qiu, A. Almeida, R. Vilar, *Structure characterization of a laser-processed Al- Mo alloy*, Jour. Mat. Sci. 33 (1998) 2639.
- [QUI95]: Y. Y. Qui, A. Almeida, R.Vilar, *Microstructure of Al 4,3%at Cr alloy produced by laser surface alloying*, Scripta Metallurgica et Materialia Vol 33 n°6 (1995) p863-870.
- [RIC82]: J. J. Richmond, S.E. Lebeau and K. P. Cooper, *Rapid solidification processing: principles and technologies III*, Edition NBS (1982).
- [SAL94]: P. Sallamand, Alliages de surfaces et revêtements élaborés sous faisceau laser par projection de poudres sur substrat base aluminium, rapport de thèse INSA, Lyon (1994).
- [SHU94]: Shu-Zu Lu, J. D. Hunt, W. Kurz, *Cellular and dentritic growth in rapidilly solidified al-fe, and al-cu alloys*, Acta metal. Mater., Vol 42 (1994).
- [SMU94]: I. Smurov, G. Flamant, L. Covelli, *Innovative intermetallic binary compounds by laser alloying*, High Temp. Chem. Processes 3 (1994) 53-62.
- [SNE65]: I. N. Sneddon, International Journal of engineering Science, Vol. 3 (1965) 47.
- [STE98]: G. Stern, *Absorption des rayonnements laser en traitement de surface*, Soudage et techniques connexes (1998).
- [STO93]: K. J. Stout, P. J. Sullivan, W. P. Dong, H. Zahouani, *The development of methods for the characterisation of roughness in three dimension*, Report EUR 151798 EN (1993), p216-249.
- [TAB51]: D. Tabor, *The hardness of metals*, Clarendon Press, Oxford (1951).
- [TAS88]: P. Tassot, Revue de métallurgie, 1 (1988) p81.
- [TECH1]: Techniques de l'ingénieur, Laser de puissance, Métallurgie M1240 p1-22.
- [TEX99]: V. Teixeira, M. Andritschky, W. Fischer, H. P. Buchkremer et D. Stover, Analysis of residual stresses in thermal barrier coatings, Journal of Materials Proceeding Technology, 92-93 (1999) 209-216.
- [TOM01]: S. Tomida, K. Nakata et T. Kubo, Formation of metal matrix composite layer on aluminium alloy with TiC-Cu powder by laser surface alloying process, Surface and Coating Technology, 142-144 (2001) 585-589.
- [TOM90]: W. J. Tomlinson, J. R. McAra, Fabrication, microstructure and wear of Al-Si laser surface alloyed with additional silicon, Surface engineering, Vol 6 n°3 (1990) 213-220.
- [TOM94]: W. J. Tomlinson, A. S. Bransden, Sliding wear of laser alloyed coatings on Al-12Si, Journal of materials science letters 13 (1994) 1086-1088.

- [TOM95]: W. J. Tomlinson, A. S. Bransden, Laser surface alloying of Al-12Si, Surface engineering, vol 11 n°4 (1995) pp337-344
- [TON69]: A. Tonejc and A. Bonefacic, J. App. Phy., 40 (1969) 419-420.
- [TON70]: A. Tonejc and A. Bonefacic, X ray diffraction and microhardness investigations of rapid quenched Al rich Al Ni alloys, Fizika, 2 (1970) 7.1-7.6.
- [UEN92]: K. Uenishi, A. Sugimoto, K. Kobayashi, *The formation of titanium aluminides* on aluminium surfaces by CO2 laser alloying, Z.Metallkd. 83 (1992) 4
- [VAN94]: J. L. De Mol Van Otterlo, J. M. De Hosson, *Laser treatment of aluminium copper alloys : a mechanical enhacement*, Scripta metallurgica, vol. 30 (1994).
- [VEN70]: R. D. Vengrenovich et V. I. Psarev, Phys. Met. Metallogr. (URSS) 29 (1970) 93-99
- [VRE00-1]: J. A. Vreeling, V. Ocelik et J. Th. M. De Hosson, *laser melt injection in aluminium alloys: on the role of oxide skin,* Acta materiala 48 (2000) 4225-4233.
- [VRE00-2]: J. A. Vreeling, V. Ocelik et J. Th. M. De Hosson, In situ microscopy investigation of failure in Al/SiC metal matrix composite produced by laser embedding, Scripta materiala 42 (2000) 589-595.
- [WIL86]: Dr. William, M. Steen, *Laser cladding, alloying and melting,* Annual review of laser processing (1986)
- [WIL97]: S. Wilson et A. T. Alpas, *Wear mechanism maps for metal matrix composites*, Wear 212 (1997) 41-49.
- [ZHA97]: J. Zhang, A. T. Alpas, *Transition between mild and severe wear in aluminium alloys*, Acta mater, Vol 2, n°2, (1997) 513-528.
- [ZIM91]: M. Zimmermann, M.Carrard, W. Kurz, Characterization of the banded stucture in rapidilly solidified Al-Cu alloys, Materials science and engineerings A134 (1991).

#### Résumé

L'étude a été menée selon 2 axes : le développement du rechargement laser sur aluminium et l'amélioration des propriétés mécaniques des revêtements. L'originalité du travail a résidé dans la mise en œuvre de lasers Nd:YAG couplés avec une buse d'injection coaxiale et dans la pluralité des alliages étudiés (base Al avec addition de 1 ou 2 éléments : Cu, Co, Cr, Fe, Mo, Ni, Si et Sn, élaboration de matériaux composites avec renfort de carbures : WC, TiC ou SiC).

En premier lieu, une technique d'alliage de surface par prédépôt a été utilisée sur un substrat d'aluminium 1050. Des alliages binaires ont ainsi été réalisés avec des teneurs en soluté de 0 à 50 wt.%. Selon l'élément et sa proportion, les matériaux présentent des microstructures variées (hypoeutectique, eutectique ou hypereutectique), un durcissement important (250-300  $HV_{0,2}$ ) et une amélioration de la tenue à l'usure adhésive. La nanoindentation nous a permis d'analyser l'isotropie mécanique de ces alliages et d'appréhender leur comportement élastique et plastique (module d'élasticité, retour élastique et index plastique). En considérant l'ensemble de ces propriétés, les éléments les plus performants pour l'alliation de l'aluminium sous faisceau laser nous a semblé être le cuivre, le molybdène, le nickel et le silicium.

Dans un deuxième temps, deux ensembles optique/tête d'injection ont été mis au point avec des lasers Nd:YAG de 2 et 4 kW pour l'opération de rechargement sur un substrat AS7G. Le travail a alors été poursuivi selon trois voies :

- L'élaboration d'alliages ternaires d'aluminium avec les éléments retenus précédemment (Cu, Mo, Ni, Si).
  Ces matériaux ont révélé un durcissement proche de 500 HV<sub>5</sub> sans fissure et une meilleure résistance à l'usure adhésive que les alliages binaires.
- L'étude des déformations du substrat et des contraintes résiduelles au sein du revêtement.
- La fabrication de composites à matrice métallique avec renfort de carbures (WC, SiC et TiC). L'ajout de renforts et de silicium augmente la dureté globale du CMM et influence fortement le régime d'usure.

# Development of laser surface alloys onto aluminium substrate: application to laser cladding

#### Abstract

Study has been carried out in two main ways: the development of aluminium laser cladding and the enhance of mechanical properties of the coatings. Original aspects were the implement of Nd:YAG lasers with a coaxial injection nozzle and the multiplicity of studied alloys (Al basis with addition of 1 or 2 elements: Cu, Co, Cr, Fe, Mo, Ni, Si and Sn, development of composite materials with carbide addition: WC, TiC or SiC).

In first, laser surface alloying by pre-placed coating was used onto 1050 aluminium substrate. Binary alloys have been carried out with element ratios from 0 to 50 wt.%. As function of added element and its ratio, alloys showed different microstructures (hypoeutectic, eutectic or hypereutectic), a high hardening (250-300  $HV_{0,2}$ ) and a enhance of adhesive wear resistance. Nanoindentation measurements allowed to study the mechanical isotropy and the elastic/plastic behaviour of these alloys (elastic modulus, elastic recovery and plastic index). Considering the whole of these properties, the optimum elements for aluminium laser alloying should be Cu, Mo, Ni and Si.

Afterwards, for laser cladding onto AS7G substrate, 2 optic/injection nozzles have been designed with 2 and 4 kW Nd:YAG lasers. Study has been continued in 3 ways:

- Development of aluminium ternary alloys with the selected elements (Cu, Mo, Ni and Si). These alloys showed a high hardness (500 HV<sub>5</sub>) without crack and a higher wear resistance than binary alloys.
- Study of the substrate distortion and residual stresses into the coatings.
- Development of metallic matrix composites (MMC) with carbide addition (WC, TiC or SiC). Carbide or silicon addition increases the MMC bulk hardness and enhances the wear resistance.

**Discipline :** Sciences Pour l'Ingénieur **Spécialité :** Sciences et technologies industrielles

**Mots-clés :** aluminium, laser, rechargement, alliage de surface, CMM, microdureté, nanoindentation, usure adhésive.

Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces de Strasbourg - EA3435