



#### UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

# Des évolutions en projection thermique depuis une vingtaine d'années

16<sup>ème</sup> Journée du réseau plasmas froids du 3 au 6 octobre 2022

MarieP PLANCHE, Geoffrey DARUT, Hanlin LIAO



Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne - Site UTBM ICB UMR 6303 CNRS / Univ. Bourgogne Franche Comté (UBFC)



### La projection plasma - Généralités



• Impact sur un substrat où elles s'étalent sous forme de lamelles

Substrat

L'empilement conduit à la formation d'un dépôt
Différents procédés existent selon le type de poudres, la thermique, la cinétique ou l'environnement





### Principe de la projection thermique - Généralités

#### UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

- durée d'écrasement : 1 μs
- durée de solidification : 2 à 5 μs (~10<sup>6</sup> K.s<sup>-1</sup>)
- durée avant l'impact d'une particule au même endroit : 1 ms

#### précurseur micrométrique • fusion congruente • T<sub>vap.</sub> = T<sub>fusion</sub> + 200





#### dépôt à structure micrométrique

- matrice
- défauts d'empilement (pores / délaminations)
- fissures (relaxation des contraintes)









### Paramètres opératoires ou "pilotables« Paramètres qui influencent la microstructure









### Caractéristiques des sources





### **Caractéristiques des procédés**



### (r)évolutions dans le domaine de la projection thermique depuis 1980

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

>1<sup>ère</sup> (r)évolution: fin 1970 (et

depuis)

 systèmes automatisés de projection avec débitmètres massiques et

robots multi-axes

- 2<sup>ème</sup> (r)évolution: début 1990 (et depuis)
  - systèmes de diagnostic en ligne

- 3<sup>ème</sup> (r)évolution: milieu 1990 (et depuis)
  - modélisation des procédés
  - modèles CFD transitoires 2D et 3D
- 4<sup>ème</sup> (r)évolution: depuis le début 2000 (et depuis)
  - amélioration de la performance des dépôts par le développement de nouveaux procédés
  - procédés robustes
  - forte puissance de torche







### 4<sup>ème</sup> (r)évolution: depuis le début 2000 (et depuis)... les recherches développées au laboratoire ICB PMDM

- Les améliorations des propriétés des revêtements
  - Projection de Suspension (SPS)- YSZ
- La projection de nouveaux matériaux
  - Projection sous très basse pression VLPPS- TiN
  - Projection à froid (Cold Spray) Mg
- Les améliorations sur les procédés
  - Le développement autour de l'intelligence artificielle







UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

## Améliorer les propriétés des dépôts en innovant sur les procédés La projection de suspension (SPS) de YSZ





### Modification des propriétés d'un dépôt projeté thermiquement

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

- 3 principaux moyens d'action
  - » Composition chimique
  - » Procédé de projection





Flaboheslopertouiquerale

• Dureté 7

ZrO<sub>2</sub>

• Ténacité 🗡

Liet WD H

- o Module élastique 🎍 👘
- Conductivité thermique 7

Coefficient d'expansion

Revêtements d'aluminec.

R. Ahmed, N. H. Faisal, A. M. Paradowska, et M. E. Fitzpatrick, « Residual Strain and Fracture Response of Al2O3 Coatings Deposited via APS and 4, p HVDE Fracture Response of Al2O3 Coatings Deposited via APS and 4, p 938-942, nov. 2010;

ine Intendisciplinging





# Une solution réalisable pour augmenter les performances des revêtements

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

### Réduire la taille des poudres



YSZ #204F (Saint-Gobain,  $d_{50}$  = 25  $\mu$ m)



CY5Z-NA (Saint-Gobain,  $d_{50} = 0.36 \mu m$ )

 $\frac{d_{25}}{d_{0,36}} = 69$  $\frac{S_{25}}{S_{0,36}} = 4823$ 

 $\frac{V_{25}}{V_{0,36}} = 334898$ 

#### Inconvénients



Solution: remplacer le gaz par un liquide porteur







### Mécanismes physiques en voie liquide

#### UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD



P. Fauchais, R. Etchart-Salas, V. Rat, J. F. Coudert, N. Caron, et K. Wittmann-Ténèze, J. Therm. Spray Technol., vol. 17, nº 1, p. 31-59, févr. 2008. J. Fazilleau, C. Delbos, V. Rat, J. F. Coudert, P. Fauchais, et B. Pateyron, Plasma Chem. Plasma Process., vol. 26, nº 4, p. 371-391, avr. 2006. H. Kaßner, R. Vaßen, et D. Stöver, Surf. Coat. Technol., vol. 202, nº 18, p. 4355-4361, juin 2008.





### Systèmes d'injection

#### UNIVERSITÉ DE TRAUNALOGIE DE BELFORT VONTRÉLIMB Injecteur capillaire (jet continu)



- 🙂 Simple
- © Injection localisée
  - Couplage entre paramètres plasma, débit et vitesse suspension
  - Ø Débit de suspension faible



#### LERMPS

### Atomiseur bi-fluide (nuage de gouttelettes)



- Débit de suspension plus élevé (jusqu'à ~ x 4)
- © Fenêtre opératoire plus large
  - S Complexe





### Schéma du système SPS que nous avons utilisé



### Relation entre paramètres et porosité des revêtements

Paramètres fixes du procédé		Valeurs	
Plasma		Ar: 50 NL/min	
		H <sub>2</sub> : 10 NL/min	
		Intensité de courant : 600A	
		Puissance: 41 kW	
Injectio		Paramètres variables	Gamme
suspens	Drocódó	Distance de projection	50~70 (mm)
Injector	Flocede	Pas de projection	3~12 (mm)
injected		Charge massique	10~25 (wt.%)
	Suspension	Phase liquide	Ethanol et eau
Vitesse	-	Dispersant	0 ~2.5 (wt.% de solide)
robot		Matériau	Al et Acier
Refroid	Calculation	Rugosité de surface	0.04~3.51 (μm)
	Substrat	Température de préchauffage	25~300 (°C)
		Épaisseur	5~20 (mm)







### Influence de la distance de projection sur la porosité



# Influence de la charge massique de la suspension sur la porosité



### Influence du matériau substrat sur la porosité



Porosité par analyse d'images : 25,9  $\pm$  1,8 %

		Conductivité Thermique	Capacité thermique spécifique	
		(W·m⁻¹·K⁻¹)	(J⋅Kg <sup>-1</sup> ⋅K <sup>-1</sup> )	
	Alu (Al1050)	227	897	
	Acier (304L)	12.1	502	
L	ERMPS			

### Conclusion

	Paramètres variables	Gamme	<b>Porosité (%)</b> (par analyse d'images )
Drocódó	Distance de projection	40~70 (mm)	23~40
Procede	Pas de projection	3~12 (mm)	29~34
	Charge massique	10~25 (wt.%)	29~33
Suspension	Phase liquide	Ethanol et eau	29~30
	Dispersant	0 ~2.5 (wt.% de solide)	29~36
	Matériau	Al et Acier	25~31
	Rugosité de surface	0.04~3.51 (μm)	23~31
Substrat	Température de préchauffage	25~300 (°C)	23~24
	Épaisseur	5~20 (mm)	25~29





### Conclusion : mise au point d'un modèle prédictif

UN	Puissance du plasma (kW)	Charge massique (wt.%)	Taille de poudre (μm)	Distance de projection (mm)	Pas de projection (mm)	Rugosité du substrat (µm)	
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	<b>X</b> <sub>6</sub>	
	41	10~25	0.36	40~70	6	0,04~3.51	









UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

## Innover sur les procédés pour la projection de nouveaux matériaux La projection sous très basse pression de nitrures





### Les nitrures, principaux procédés de mise en forme



# Comment élaborer par projection thermique des dépôts renfermant des nitrures ?

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

### Sans fusion des nitrures Synthèse in situ des nitrures

### Dépôts cermets



— 50 μm

Dépôt Al-TiN



« SHROUD »
(« confinement »)



S. Matthews, Shrouded plasma spray of Ni-20Cr coatings utilizing internal shroud film cooling, Surface and coatings Technology, Vol. 249, 2014



- liquide/gaz et durée faible
- □ %N < 100%
- oxydation
- colmatage
  - stæchiométrie dépôt

### La projection plasma sous très basse pression (VLPPS)



### La projection plasma réactive sous très basse pression (R-VLPPS)



### Paramètres d'expérience





Poudre Ti 🛛 💻 Paramètres de projection					
Paramètres	Valeur constante				
Torche de plasma	F4-VB				
Pression d'enceinte (Pa)	150				
Intensité du courant (A)	650				
Débit de gaz Ar (NL/min)	45				
Débit de gaz H <sub>2</sub> (NL/min)	12				
Débit de gaz porteur Ar (NL/min)	2,5				
Température du substrat (°C)	700-800°C				





### Elaboration de couches nitrurées par nitruration en vol







### Elaboration de couches nitrurées par nitruration en vol

Massif	Dureté massif (HVN <sub>25g.f.</sub> )	Dépôt	Dureté moyenne (HVN <sub>25g.f.</sub> )	Ecart-type (HVN <sub>25g.f.</sub> )
TiN	2500	Ti-TiN	1003	312
AIN	1400	AI-AIN moyen	341 ne calculée sur s	164

- Dépôts hétérogènes en composition
- Mécanismes de nitruration à renforcer
- Mise en place d'une injection secondaire d'azote



### Mise en place d'une injection secondaire



### Cas des dépôts Ti-TiN Effet de l'anneau sur la teneur en azote





### Cas des dépôts Ti-TiN – Effet de l'anneau sur la dureté

	Dureté massif (HVN <sub>25g.f.</sub> )			
Massif		Dépôt	Dureté moyenne (HVN <sub>25g.f.</sub> )	Ecart-type (HVN <sub>25g.f.</sub> )
TiN	2500	Ti-TiN Sans anneau	1003	326
	TIN 2500		1300	312

- Augmentation de la dureté avec anneau
  - Augmentation du taux de nitrures
- Teneur en nitrures dans les dépôts < 100%</p>



### **Comment améliorer la nitruration des revêtements?**



### Influence du mode d'injection de N<sub>2</sub>

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD



### Post Traitement (PT) de nitruration

	Set 1	Set 2	Set 3	Set 4	Set 5
Revêtement de base fabriqué	Ti nitruré	Ti	Ti nitruré	Ti	Ti
Gaz réactif N <sub>2</sub> (L.min <sup>-1</sup> )	4			4 + 4	
Position d'injection	Torche				Torche + substrat
Distance de projection (mm)	700				
Cinématique de projection	Dépôt <mark>suiv</mark> traiter	<b>/i</b> du post ment	Alternance traite	dépôt / post ement	Dépôt <mark>suivi</mark> du post traitement
Cycles de dépôt	400		8	*50	400
Cycles de post traitement	Cycles de post 100 traitement		8	*6	100





### Influence du Post Traitement (PT) de nitruration



UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

## Innover sur les procédés pour la projection de nouveaux matériaux La projection à froid (Cold spray) de magnésium





### Introduction à la projection à froid



### Critère nécessaire sur la vitesse de projection pour l'obtention d'un revêtement



### Mécanismes d'adhérence

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

Liaison mécanique (Verrouillage mécanique prépondérant)





### Projection à froid et Magnésium Contexte d'étude

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

Difficulté Récencie die laborénties idens dépôts 2Mg par projection à froid

Structure has a gendes material mation his fruction

- Bipt de la bailaire et al di philitaire
- Inflammabilitée électromaginelation???

Objectifs : Elaborerspaticle pôt Mg à faible porosité et à microstructure uniforme

Automobile





### Projection à froid et Magnésium Contexte d'étude

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

Difficultés liées à l'élaboration des dépôts Mg par projection à froid

- Structure hexagonale déformation???
- Point de fusion faible oxydation???
- Inflammabilité manipulation???

**Objectifs : Elaborer un dépôt Mg à faible porosité et à microstructure uniforme** 





### **Dispositifs expérimentaux**

#### UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD



#### mesure de vitesse des particules







### Elaboration des dépôts Mg

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

### Morphologie : irrégulière



### Distribution granulométrique



Paramètres de projection				
Buse	Section circulaire			
Température du gaz principal air (°C)	300, 350, 400, 450, 450, 500, 630			
Pression du gaz (MPa)	2.5			
Substrat	Inox (304) et Al			







### Estimation de la vitesse critique de particule Mg

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD



### Vitesse critique comprise entre 653 et 677 m-s<sup>-1</sup>







# Effet de la température du gaz sur la microstructure des dépôts

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD



Porosité des dépôts diminue avec la température du gaz Degré de déformation des particules augmente avec la température du gaz

### Dureté et adhérence du dépôt Mg

#### UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

Dureté



Faible

ERMPS

### L'évolution de la dureté est en adéquation avec celle de la porosité Adhérence (500°C, 2.5 MPa) 4.0 sur inox 3.5 sur Al Adherence (MPa) 3.0 2.5 2.0 1.5 1.0 0.5 0.0

### Effet de température du gaz sur le rendement de dépôt

#### UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD



Rendement augmente avec l'augmentation de la température du gaz

Rendement faible

### Conclusion

Possibilité d'utilisation du procédé projection à froid pour

élaborer des dépôts de Mg.

Meilleur résultat sur Alliage de Mg : AZ91D





## Rendre les procédés plus robustes Le développement de l'intelligence artificielle dans le cadre de la projection thermique





### introduction

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD





1. Z. Duan, J. Heberlein, Arc instabilities in a plasma spray torch, Journal of Thermal Spray Technology, 11(1), p 44 - 51

### Réseau de Neurones et Logique floue

Développer un système automatique permettant de stabiliser le procédé.

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

automatique: 1) sans intervention humaine

2) temps d'action compatible avec la durée de fluctuation

> stabiliser: 1) nouvelle conception de torche pour  $\Delta U \rightarrow 0$  J.F. Coudert (IRCER- Limoges)

2) contrôler le procédé via  $T_{pr} V_p$ 





### un point de vue pratique







### un point de vue pratique

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD



>paramètres extrinsèques (I, H<sub>2</sub>, Ar)

ÞI	350~750A
≻H₂	0~15 NL/min
≻Ar	34~52 NL/min

>paramètres des particules en vol (T<sub>p</sub>, V<sub>p</sub>)

	≻T <sub>p</sub>	2000~3000 °C
$AI_2O_3 - 13wt. \% TIO_2$	≻V <sub>p</sub>	150∼400 m·s⁻¹







### **RNA 1: particule en vol**



LERMPS



### **RNA 2: paramètres opératoires**



### principe de logique floue



### surface de règles floues



### interface du système automatique

#### UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

#### Path of FLC 2 Path of FLC1 sensor paramètre STOP H:\Taikai LIU\these\ H:\Taikai LIU\these\ Current intensity (A) 3 500 Flow rate of hydrogen (NL/min) Système Automatique FLC 2 1 10 surveillance des Flow rate of Argon (NL/min) paramètres opératoires 40 output modification modification new parameters surveillance des sensor particle current (LA) -200 200 0 Particle Temperature (°C) particules en vol 600 400 2250 500 (2200-2460°C) hydrogen 0 input 800 - 0 200 FLC 1 (NLPM) 1000 0 Particle velocity (m/s) () 300 (248-360m/s) argon current intensity (A) currant intensity (A) (NLPM) 0 8 <sup>10</sup> 12 input output 7,5 14 Coating Porosity (%) 10 temp. (°C) velocity (m/s) 16-0 RNA 1 (2) 0,01 0 prediction n current (I, A) flow rate of H2 (SLPM) hydrogen (NL/min) 0 RNA 2 hydrogen. Path of ANN 1 (NLPM) 40 60 & H:\Taikai LIU\ 0 80 - 0 fichier de RNA .20 Path of ANN 2 argon 100 (NLPM) H:\Taikai LIU\ 0 flow rate of Ar (SLPM) argon (NL/min)

#### fichier de FLC

#### exemple d'interface de système expert sous labview





### conclusion







UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

# applications industrielles nombreuses et très diversifiées

association matériau / procédés / traitements de finition

augmentation de la durée de vie et nouvel outil de conception

"Le bon matériau au bon endroit"





### Développeurs en projection thermique



### 16<sup>ème</sup> Journée du réseau plasmas froids du 3 au 6 octobre 2022

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD

# Merci



