

JOURNAL INTERNATIONAL DE TECHNOLOGIE, DE L'INNOVATION,  
DE LA PHYSIQUE, DE L'ENERGIE ET DE L'ENVIRONNEMENT

# **Elaboration de dépôts avec une torche à plasma d'arc pulsé, synchronisée avec une injection jet d'encre**

F. Mavier, F. Zoubian, V. Rat, M. Bienia, M. Lejeune



**ISSN : 2428-8500**

**DOI : 10.18145/jitipee.v3i2.148**

*Le sujet de cet article a été présenté oralement lors de la manifestation conjointe du colloque sur les arcs électriques et du workshop sur les arcs et contacts électriques (CAE-ACE) les 20 et 21 mars 2017 à Nancy (France).*

*L'article a fait l'objet d'une expertise indépendante par deux spécialistes du domaine.*

## Elaboration de dépôts avec une torche à plasma d'arc pulsé, synchronisée avec une injection jet d'encre

Fabrice Mavier <sup>(1)</sup>, Fadi Zoubian <sup>(1)</sup>, Vincent Rat <sup>(1)</sup>, Marguerite Bienia <sup>(1)</sup>, Martine Lejeune <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Université de Limoges, CNRS SPCTS, UMR 7315, F-87000 Limoges, France  
fabrice.mavier@etu.unilim.fr

**Résumé** – Afin d'améliorer la reproductibilité et la maîtrise des procédés SPS (Projection Plasma de Suspension ou Suspension Plasma Spraying) et SPPS (Projection Plasma de Précurseurs en Solution ou Solution Precursors Plasma Spraying), notre équipe travaille sur la compréhension des instabilités du plasma dues en partie au mouvement de l'arc électrique dans les torches à plasma. Des travaux précédents ont mis en évidence l'obtention d'un nouveau mode de résonance qui permet d'obtenir un plasma pulsé avec des oscillations auto-entretenues de la tension d'arc. Un système jet d'encre à la demande piézoélectrique synchronisé avec le plasma est utilisé. Ce dispositif permet à l'aide d'un actionneur piézoélectrique de délivrer une gouttelette à un instant voulu. Il permet d'introduire dans chaque bouffée de plasma une gouttelette déclenchée par les oscillations périodiques de la tension d'arc (~1400 Hz). Ce système permet un traitement en vol reproductible, dans le but d'un contrôle accru de la morphologie et de la composition chimique des dépôts. Des dépôts à partir d'une solution de sel de nitrate ont été réalisés afin de montrer l'intérêt de ce dispositif de synchronisation.

**Mots clés** : projection plasma de suspension (SPS), projection plasma de solutions (SPPS), jet d'encre, plasma d'arc pulsé, instabilités du plasma, injection jet d'encre

**DOI** : 10.18145/jitipee.v3i2.148

### Introduction

Un intérêt croissant est porté sur les dépôts comportant des nanostructures. Ces derniers possèdent des caractéristiques particulières leur conférant des améliorations significatives de leurs propriétés dans différents domaines (optiques, électriques, magnétiques etc...) [1]. La projection par plasma d'arc, de par sa polyvalence et son coût relativement modéré, s'avère être une solution intéressante pour réaliser des dépôts nanostructurés à une échelle industrielle. Deux techniques prometteuses ont émergé: la projection de suspensions (SPS) et de solutions de précurseurs (SPPS). Cependant, des verrous technologiques sur la reproductibilité et la qualité des dépôts obtenus doivent être levés par une compréhension accrue de ce procédé [2]. Les instabilités continues du jet de plasma, due en partie aux

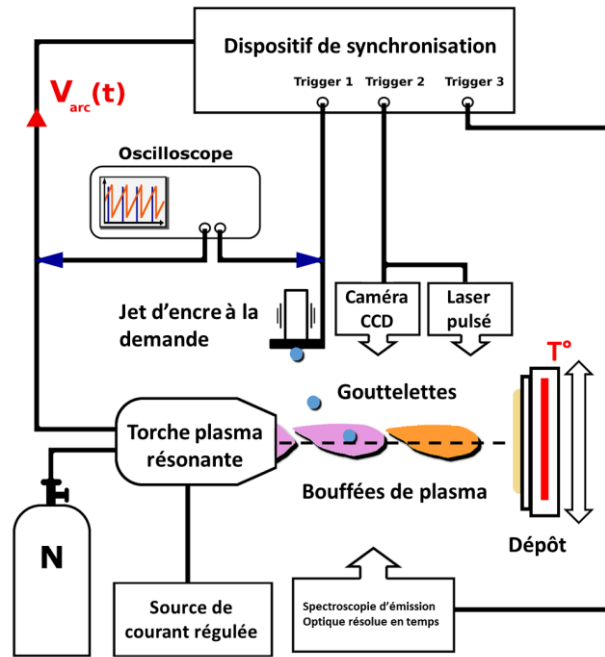
instabilités de l'arc électrique des torches à mono-cathodes, génèrent une tension d'arc fortement fluctuante. Cela modifie les vitesses et les températures, ce qui va impacter fortement les transferts vers les matériaux injectés [3]. Par ailleurs, le jet de plasma en extinction est affecté au niveau macroscopique par des interactions complexes dues en partie à des turbulences lors du mélange avec l'air ambiant. Cela oblige un contrôle précis du système d'injection pour que le matériau arrive le plus près possible de l'axe de la torche [4]. Les deux systèmes d'injection généralement utilisés, l'injection mécanique et l'atomisation, ne permettent pas un contrôle strict en termes de trajectoire, de taille et de vitesse des gouttelettes injectées dans le plasma. Peu d'études sont présentées dans la littérature et peu de solutions alternatives ont été explorées [5], exceptée la fragmentation du jet de liquide à une fréquence contrôlée [6, 7]. Notre équipe, en se basant sur la compréhension des instabilités liées à l'arc électrique, a étudié le comportement de la torche lorsque ces instabilités dues au réamorçage de l'arc coïncident avec les modes de Helmholtz [8, 9]. Un nouveau mode de résonance, baptisé Mosquito, a ainsi été mis en évidence. Le plasma généré peut être qualifié de pulsé car une modulation temporelle des propriétés du jet est observée. Ainsi la tension d'arc, la température, l'enthalpie spécifique et la forme du jet ont un comportement reproductible à environ 1400 Hz. Ce nouveau mode présente des caractéristiques intéressantes pour la réalisation de dépôts car il produit un jet laminaire avec un phénomène stable et reproductible qui peut être exploité en vue du contrôle du traitement thermique des particules injectées. Notre objectif est d'en tirer parti afin de contrôler à la fois le plasma et l'injection pour comprendre et améliorer la fiabilité des procédés d'injection par voie liquide. L'idée de base du système présenté ici est une injection synchronisée dans le plasma d'arc pulsé, c'est-à-dire l'injection d'un liquide à un instant voulu pour obtenir des conditions de traitement thermique et cinétique identiques. Pour cela, un système de synchronisation avec la tension d'arc et une tête d'impression jet d'encre à la demande (Drop-on-Demand) ont été retenues [10]. Le présent travail propose d'approfondir la réalisation de dépôts et de montrer l'intérêt de synchroniser l'injection.

### 1. Procédure expérimentale

Les dépôts sont réalisés avec une torche à courant continu développée au laboratoire SPCTS, capable de fonctionner en mode pulsé Mosquito à faible puissance (environ 1,5 kW). Le schéma du montage expérimental est présenté sur la Figure 1. Le gaz plasmagène est du diazote. La source de courant régulé utilisée (Micronics systems, France) délivre un courant continu de 25 A, modulé en amplitude à une fréquence de 1400 Hz afin d'améliorer la stabilité du mode pulsé. La tension d'arc oscille de manière régulière entre 40 et 100 V à ~1400 Hz. L'enthalpie spécifique moyenne est déterminée par mesure des pertes thermiques dans le circuit d'eau de refroidissement. Les paramètres opératoires sont présentés dans le Tableau 1.

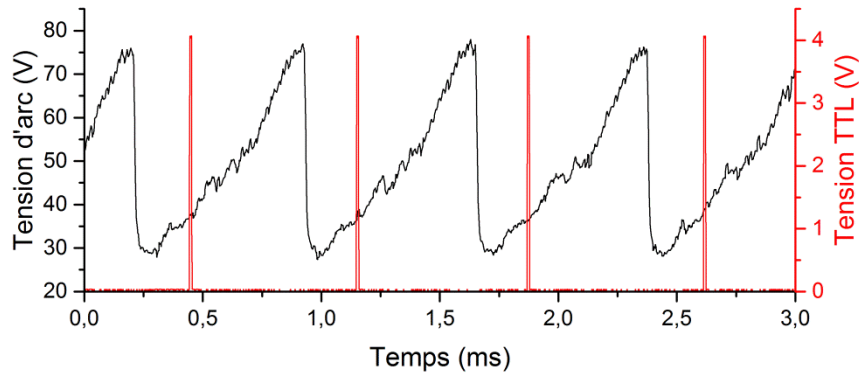
Paramètre	courant	Modulation courant	Enthalpie moyenne	Diamètre de tuyère	Gaz plasmagène	Débit
valeur	25 A	1400 Hz	14 MJ.kg <sup>-1</sup>	4 mm	Diazote	3,33. 10 <sup>-5</sup> m <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup>

**Tableau 1.** Paramètres expérimentaux de la torche



**Figure 1.** Schéma de principe de l'injection synchrone de gouttelettes dans un plasma d'arc pulsé.

Pour injecter la solution dans chaque bouffée de plasma, une tête jet d'encre Drop-on-Demand (Microfab, USA) est fixée au-dessus de la sortie de la tuyère. Des gouttelettes de 80  $\mu\text{m}$  de diamètre sont émises lors du déclenchement par un système de synchronisation (Ceradrop, France) qui permet de générer une gouttelette individuelle pour chaque oscillation de la tension d'arc. Un exemple de synchronisation est représenté Figure 2 avec les pulses de tension appliqués à la tête jet d'encre par rapport aux oscillations de la tension d'arc. La solution utilisée est une solution aqueuse de nitrate d'aluminium, (Alfa Aesar, USA), avec 65g de sel dissous pour 100 mL d'eau. Sa formulation a été ajustée afin d'être éjectable avec notre dispositif, notamment en ajoutant du glycérol pour augmenter la viscosité et un tensio-actif pour diminuer la tension de surface. La distance de tir est fixée à 35 mm de la sortie de la tuyère. Un dispositif de déplacement du substrat permet de faire des passages à 300  $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ . Les substrats sont en acier inoxydable poli-miroir de 15×15×1 mm. Le temps de dépôt effectif est fixé à 1 min pour limiter les contraintes de dilatation thermique trop importantes. La trajectoire des gouttelettes est suivie avec une caméra à obturation rapide reliée au dispositif de synchronisation (Pixelfly, PCO, Allemagne). La morphologie des dépôts et la composition élémentaire sont caractérisées par microscopie électronique à balayage (MEB) (JSM-IT300, Jeol, Japon) couplée avec un détecteur pour une analyse dispersive en énergie (EDS). L'observation de la structure cristalline est réalisée par diffraction des rayons X (DRX) (D8 Advance, Allemagne). Les observations à fort grossissement des nano-grains sont réalisées par microscopie électronique à transmission (MET) (TEM, JEOL2010, UK).



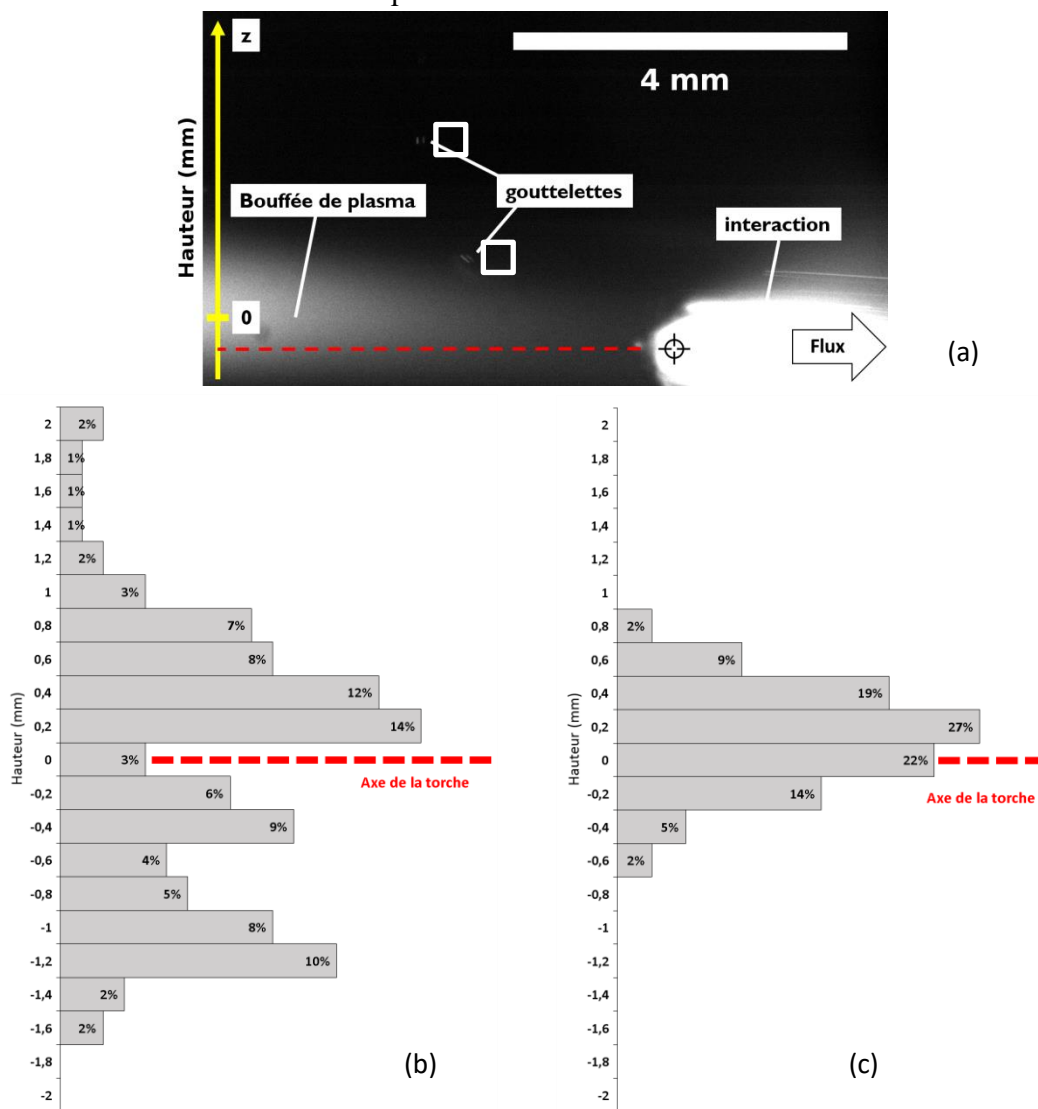
**Figure 2.** Exemple de synchronisation pour un délai fixé. Signal de tension d'arc oscillant en mode pulsé et pulses de sollicitation de la tête jet d'encre associés.

## 2. Résultats

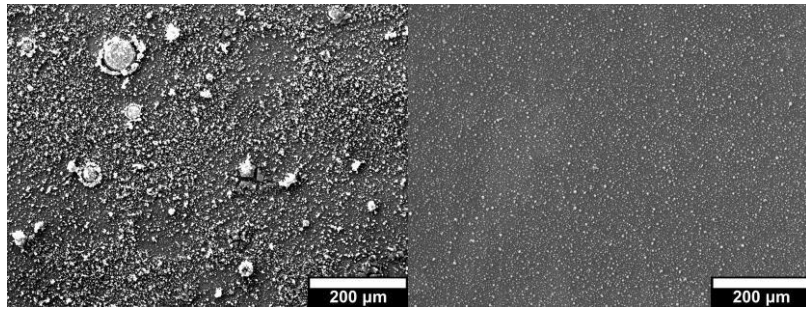
Deux dépôts sont présentés ici. Un premier est réalisé avec synchronisation du système d'éjection et un second avec une éjection sans synchronisation. Une analyse par imagerie rapide synchronisée est réalisée afin de montrer l'influence de la synchronisation sur la pénétration des gouttelettes dans le plasma (Figure. 3). Durant les tirs, des séries de 150 images sont prises au point d'injection de la solution dans le plasma (Figure. 3-a). L'interaction qui résulte de l'interception de la gouttelette par le plasma est alors visible sous la forme d'un halo lumineux. Les hauteurs de ces interceptions par rapport à l'axe de la torche sont alors relevées et présentées sous la forme d'histogrammes afin de rendre compte de la dispersion des valeurs pour des conditions expérimentales comparables. Les gouttelettes avec une injection synchronisée ont tendance à être plus rapprochées de l'axe de la torche où la température est la plus élevée (Figure. 3-b). Sans synchronisation, l'interaction entre la gouttelette et le plasma intervient sur une plus large distribution de hauteur (Figure. 3-c). Le traitement thermique et la trajectoire des particules en vol seront donc plus homogènes avec la synchronisation, ce qui se traduira sur la qualité des dépôts obtenus.

A faible grossissement, le dépôt synchronisé montre une surface homogène avec une bonne répartition des particules déposées (Figure. 4-droite). Le dépôt non synchronisé apparaît beaucoup plus hétérogène. Des résidus séchés qui polluent l'ensemble du dépôt sont observés (Figure. 4-gauche). Ils proviennent de la solution desséchée qui n'a pas subi un traitement thermique suffisant en périphérie du plasma à cause du manque de contrôle de la trajectoire des gouttelettes. Les observations des surfaces à plus fort grossissement révèlent une morphologie fine en forme de chou-fleur de quelques microns (Figure. 5) composée de cristallites d'environ 10 nm (Figure. 6). Ces structures sont très poreuses, à la fois entre chaque chou-fleur mais également au sein d'une même structure. Les dépôts présentent également des billes sphériques uniformément réparties de l'ordre de quelques micromètres. L'épaisseur des dépôts est d'environ 7  $\mu\text{m}$  avec synchronisation et d'environ 5  $\mu\text{m}$  sans synchronisation, avec des variations d'épaisseurs plus importantes. Les structures en chou-fleur ont été isolées en prélevant une partie du dépôt qui a ensuite été mis dans un bain à ultrasons (Figure. 5-droite) puis observé au MEB et au MET. Cela confirme la forme des structures en chou-fleur colonnaire d'une taille d'environ 3 à 7  $\mu\text{m}$ . L'observation MET (Figure. 6) montre que les grains qui composent les structures sont entièrement amorphes

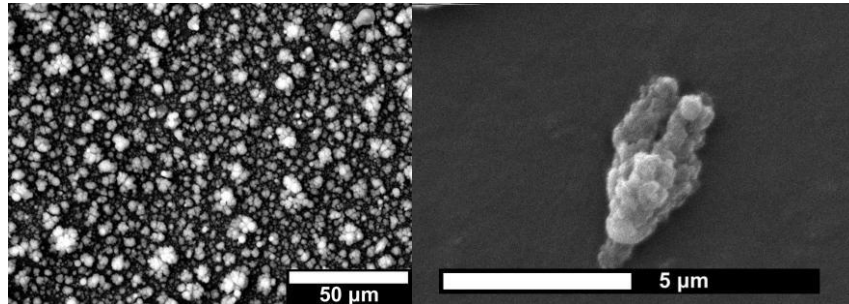
tandis que les inclusions de billes sphériques sont parfaitement cristallisées. L'analyse élémentaire par EDS révèle la présence uniquement d'aluminium et d'oxygène, aucune nitruration n'est observée. Le ratio aluminium/oxygène reste constant sur l'ensemble du dépôt et des structures observées. L'analyse DRX montre une phase cristallisée d'alumine  $\alpha$  ainsi que la présence d'une phase amorphe. La synchronisation a un effet concret sur l'élaboration des dépôts : elle homogénéise la trajectoire des gouttelettes, augmentant le rendement et la maîtrise de la morphologie obtenue. Par ailleurs, la stabilité du mode Mosquito permet une reproductibilité des conditions expérimentales. Ainsi, les résultats présentés ici sont reproductibles sur différentes campagnes de projection. A noter que les dépôts ne présentent pas d'adhérence sur le substrat en inox poli-miroir. Des investigations sont en cours pour tenter d'améliorer les liaisons chimiques avec le substrat.



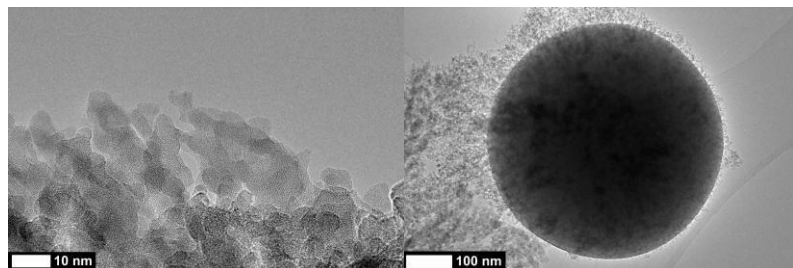
**Figure 3.** Imagerie synchronisée résolue en temps du point d'interaction plasma-gouttelette (a). Histogramme de la position du point d'interaction gouttelette-plasma par rapport à l'axe de la torche avec une injection non-synchronisée (b) et synchronisée (c), réalisés avec 150 captures.



**Figure 4.** Images MEB surface du dépôt avec injection non synchronisée (à gauche) et synchronisée (à droite).



**Figure 5.** Images MEB surface dépôt avec injection synchronisée (à gauche) et structure chou-fleur (à droite).



**Figure 6.** Images MET structure en chou-fleur amorphe (à gauche) et bille sphérique cristallisée (à droite).

## Conclusion

Le dispositif d'injection synchrone avec un plasma d'arc pulsé aide (i) d'une part à isoler l'interaction entre une seule gouttelette et le plasma pour tenter de comprendre le schéma cinétique de traitement en vol des matériaux et (ii) d'autre part à réaliser un traitement en vol reproductible pour envisager un contrôle accru de la morphologie et de la composition chimique des dépôts. Des dépôts à partir d'une solution de sel de nitrate ont été réalisés afin d'obtenir des dépôts nanostructurés. La synchronisation de l'injection montre une morphologie plus homogène et un rendement supérieur à une injection sans synchronisation avec le plasma.

## Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier l'Association Arc Electrique (AAE) qui a financé en partie ces travaux. Le personnel du service commun de Caractérisation des Matériaux du Limousin (CARMALIM) est remercié pour son aide dans la caractérisation des dépôts.

## Références

- [1] P. Fauchais, G. Montavon, R. S. Lima, B. R. Marple, (2011), Engineering a new class of thermal spray nano-based microstructures from agglomerated nanostructured particles, suspensions and solutions: an invited review, *Journal of Physics D: Applied Physics*, volume 44 (9). Doi : 10.1088/0022-3727/44/9/093001
- [2] P. Fauchais, (2015), Current status and future directions of thermal spray coatings and techniques, In *Future Development of Thermal Spray Coatings*, 1ere édition, N. Espallargas, Woodhead Publishing, Chapitre 2. Doi : 10.1016/B978-0-85709-769-9.00002-6
- [3] R. Etchart-Salas, V. Rat, J.F. Coudert, P. Fauchais, N. Caron, K. Wittman, S. Alexandre, (2007), Influence of Plasma Instabilities in Ceramic Suspension Plasma Spraying, *Journal of Thermal Spray Technology*, volume 16 (5), pp. 857-865. Doi : 10.1007/s11666-007-9084-x
- [4] E. Pfender, J. Fincke, R. Spores, (1991), Entrainment of cold gas into thermal plasma jets, *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, volume 11 (4), pp. 529-543. Doi : 10.1007/BF01447164
- [5] P. Fauchais, M. Vardelle, A. Vardelle, and S. Goutier, (2015), What Do We Know, What are the Current Limitations of Suspension Plasma Spraying?, *Journal of Thermal Spray Technology*, volume 24 (7), pp. 1120-1129. Doi : 10.1007/s11666-015-0286-3
- [6] P. Blazdell, S. Kuroda, (2000), Plasma spraying of submicron ceramic suspensions using a continuous ink jet printer, *Surface and Coatings Technology*, volume 123 (2-3), pp. 239246.
- [7] J. Oberste Berghaus, S. Bouaricha, J. G. Legoux, C. Moreau, (2005), Injection Conditions and In-Flight Particle States in Suspension Plasma Spraying of Alumina and Zirconia NanoCeramics, ITSC.
- [8] J. Krowka, V. Rat, J. F. Coudert, (2013), Investigation and control of dc arc jet instabilities to obtain a self-sustained pulsed laminar arc jet, *Journal of Physics D: Applied Physics*, volume 46 (50). Doi : 10.1088/0022-3727/46/50/505206
- [9] V. Rat, J. Krowka, J. F. Coudert, (2015), Enthalpy modulation of a laminar pulsed nitrogen arc jet: time-resolved diagnostics and model, *Plasma Sources Science and Technology*, volume 24 (4). Doi : 10.1088/0963-0252/24/4/045009
- [10] J. Krowka, V. Rat, S. Goutier, J. F. Coudert, (2014), Synchronization of Suspension Plasma Spray Injection with the Arc Fluctuations, *Journal of Thermal Spray Technology*, volume 23 (5), pp. 786-794. Doi : 10.1007/s11666-014-0081-6