

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE



جامعة بجاية
Tasdawit n'Bgaye
Université de Béjaïa

Université Abderrahmane Mira - Bejaia

Faculté de la Technologie

Département de génie mécanique



جامعة بجاية
Tasdawit n'Bgaye
Université de Béjaïa

Mémoire

Pour l'obtention du Diplôme de Magister en Génie mécanique
Option : Matériaux pour l'ingénierie mécanique

Présenté par : Mr MANSEUR Tayeb

Thème

*Caractérisation et amélioration des propriétés de surface
d'un matériau à base d'alliage de magnésium MgZ91 en
vue d'une utilisation dans l'industrie automobile*

Soutenu le 21 / 11 / 2010 devant le jury

Mr. KERKAR Moussa	Professeur	Université de Bejaia	Président
Mr. KHELFAOUI Youcef	Maître de conférences A	Université de Bejaia	Rapporteur
Mr. BELHAMEL Kamel	Maître de conférences A	Université de Bejaia	Examineur
Mr. SAMAH Madani	Maître de conférences A	Université de Bejaia	Examineur
Mr. BRADAIM. Amokrane	Maître de conférences B	Université de Bejaia	Invité

Année universitaire 2009 – 2010

Remerciements

Mes remerciements vont tout d'abord à notre dieu pour la santé et le courage qu'il m'a donné pour terminer ce modeste travail.

Mes plus vifs remerciements vont également à monsieur le docteur Youcef KHELFAOUI maître de conférence à l'université de Bejaia de m'avoir gracieusement fait bénéficier, tout le long de ce travail, de ces précieuses connaissances, de sa longue expérience dans le domaine des sciences des matériaux et d'avoir été disponible malgré son plan chargé.

J'adresse aussi mes remerciements les plus sincères au professeur Moussa KERKAR, doyen de la faculté science exacte de l'université de Bejaia, qui malgré ses responsabilités a bien voulu s'intéresser à mon travail et pour l'honneur qu'il m'a fait de présider ce jury.

A monsieur Dr. Kamel BELHAMMEL, maître de conférences à l'université de Bejaia, je présente mes remerciements d'avoir accepté de juger mon travail en tant qu'examineur.

Mes remerciements vont également Dr. Samah MADANI maître de conférences à l'université de Bejaia d'avoir accepté de faire partie du jury.

Je voudrais aussi remercier, monsieur M. Amokrane BRADAI docteur à l'université de Bejaia, pour l'intérêt qu'il a bien voulu accorder à ce travail en acceptant d'en être membre de jury.

Que le gérant de l'entreprise Algérie Métallisation, monsieur, GANA et toute son équipe, trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude et qui n'ont ménagé aucun effort lors de la réalisation des travaux expérimentaux.

Que l'ensemble des techniciens et travailleurs du HALL de technologie (Rachid, Baba Ahmed, Nacer, Zahir, ...) trouvent ici notre gratitude pour leurs collaborations.

Je remercie aussi mademoiselle Razika AITOUT, ingénieur au laboratoire de corrosion du département de génie des procédés pour son aide précieuse lors des tests électrochimiques.

Je souhaite aussi exprimer mes remerciements à monsieur BOUDEBANE, enseignant au département de métallurgie et génie des matériaux de l'université de Annaba pour son aide lors des expériences d'usure.

Je tiens à remercier ma famille qui a tellement donné pour que je puisse réussir dans mes études.

Enfin, je remercie toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

dédicaces

Je dédie l'intégralité de ce mémoire à :

Mes très chers parents qui se sont donnés beaucoup de peine dans la vie pour la réussite de leurs enfants, que dieu les protègent.

Mes frères : Mouloud, A. Madjid, Hamid, A. Malek et Nadir.

Mes sœurs : Noria, Karima, Zahia et Khadidja.

Mon petit neveu YASSER et mes petites nièces SISSA et FAIROUZ.

Tous mes amis en particulier : Larbi, Samir, A. Karim, Dido, yassine et Hamid.

Sommaire

Introduction	1
Historique	3
Etude bibliographique	
Chapitre I : Magnésium et alliages de magnésium	
I. Connaissances de base sur le magnésium et ses alliages.....	5
I.1 Propriétés physiques du magnésium.....	5
I.2 Les éléments d'alliage.....	5
I.3 La désignation des alliages de magnésium.....	6
I.4 Le système binaire en aluminium et magnésium.....	7
I.5 Fabrication des alliages de magnésium.....	7
I.6 Les propriétés des alliages de magnésium.....	8
I.7 Utilisation des alliages de magnésium.....	10
Chapitre II : Généralités sur la corrosion	
II Généralités sur corrosion.....	11
II.1 Définition de la corrosion.....	11
II.2 Aspects électrochimiques de la corrosion.....	11
II.2.1 : nature électrochimique de la corrosion.....	11
II.2.2 Conditions nécessaires pour qu'un métal se corrode.....	12
II.3 Corrosion des alliages de magnésium.....	12
II.4 Différentes formes de corrosion.....	15
II.4.1 Corrosions uniformes.....	15
II.4.2 Corrosions par piquûre.....	15
II.4.3 corrosions inter granulaire.....	15
II.4.4 corrosions sous contrainte.....	15
II.4.5 corrosions galvaniques.....	16
II.4.6 corrosion exfoliante (ou feuilletante ou stratifiée).....	16
II.5 Protection contre la corrosion.....	16
II.5.1 Traitement de conversion chimique.....	16
II.5.2 Traitement d'anodisation.....	16
II.5.3 Traitement de protection par revêtements organiques.....	17
II.5.4 Inhibiteur de corrosion.....	17
II.6 Méthodes de caractérisations qualitatives et quantitatives de la corrosion.....	17
II.6.1 Caractérisation par la technique voltampérométrique ($i = f(E)$).....	18
II.6.2 Caractérisation par impédancemétrie électrochimique.....	18
II.6.3 Suivi du potentiel.....	18
II.6.4 Caractérisation par examen microscopique.....	18
Chapitre III : Usure des surfaces et revêtements métalliques	
III.1 Usure des surfaces.....	19
III.1.1 Quelques définitions.....	19
III.1.1.1 Introduction.....	19
III.1.1.2 La tribologie.....	19
III.1.1.3 Les surfaces.....	20
III.1.2 Les principaux modes d'usure.....	22
III.1.2.1 L'usure par abrasion.....	22
III.1.2.2 Usure par adhésion.....	23
III.1.2.3 Usure par corrosion, usure chimique.....	24
III.1.2.4 Erosion.....	24

III.1.2.5 Cavitation.....	25
III.1.2.6 L'usure par fatigue.....	25
III.1.2.7 Usure par fatigue thermique.....	26
III.1.3 Les paramètres qui influent sur l'usure.....	26
III.2 Les revêtements métalliques.....	27
III.2.1 Introduction.....	27
III.2.2 Techniques de projection thermique.....	27
III.2.3 Différents procédés de projection thermique.....	29
III.2.3.1 Flamme supersonique.....	29
III.2.3.1.1 HVOF.....	29
III.2.3.1.2 Canon à détonation.....	30
III.2.3.1.3 Plasma d'arc.....	31
III.2.3.1.4 Arc-fil.....	32
III.2.3.2 Procédé à flamme.....	34
III.2.3.2.1 Flamme –poudre.....	34
III.2.3.2.2 Flamme-fil.....	35
III.2.4 Formation et caractéristiques du dépôt.....	36
III.2.4.1 Formation et structure d'un dépôt réalisé par projection thermique.....	37
III.2.4.2 L'adhérence.....	37
III.2.4.3 La dureté.....	38
III.2.4.4 La densité.....	38
III.2.4.5 Les contraintes résiduelles.....	38
III.2.4.6 Les porosités.....	39
III.2.4.7 Les oxydes.....	39
III.2.5 Méthodologie de réalisation d'un revêtement.....	39
III.2.6 Préparation de surface.....	40
III.2.6.1 Contrôle des surfaces traitées.....	41
III.2.6.2 Principales opérations de préparation de surface.....	41
III.2.6.2.1 Le Dégraissage.....	41
III.2.6.2.2 Le Décapage.....	42

Etude expérimentale

Chapitre IV : Matériaux et techniques expérimentales

Introduction.....	43
IV.1 Le matériau étudié.....	43
IV.2 Composition chimique d'AZ91.....	43
IV.3 Préparation des échantillons.....	44
IV.4 Les dépôts métalliques utilisés.....	44
IV.5 Le pistolet utilisé.....	44
IV.6 Paramètres de projection.....	44
IV.7 Techniques de caractérisation.....	45
IV.7.1 Observation métallographique.....	45
IV.7.2 Analyse par diffraction des rayons X.....	45
IV.7.3 Analyse par microscope électronique à balayage.....	47
IV.7.4 Essai de microdureté.....	48
IV.7.5 Tests d'usure.....	50
IV.7.5.1 Construction de la machine.....	50
IV.7.5.2 Caractéristiques techniques de la machine.....	51
IV.7.5.3 Variation du coefficient de frottement « C_f » en fonction du temps.....	52
IV.7.5.4 Variation de la perte de masse.....	53
IV.7.5.5 Calcul du coefficient d'usure.....	54

IV.7.6 Comportement électrochimique.....	55
IV.7.6.1 Description de la cellule électrochimique.....	55
IV.7.6.2 Principe du suivi en potentiel.....	56
IV.7.6.3 Principe de la voltamétrie.....	57
Chapitre V : Résultats et discussions	
Introduction.....	58
V.1 Caractérisation structurale du substrat et des deux dépôts réalisés.....	58
V.1.1 Le substrat en alliage de magnésium AZ91.....	58
V.1.2 Dépôt en acier inoxydable au Cr-Ni-Mn.....	60
V.1.2.1 Microstructure du dépôt en acier inoxydable au Cr-Ni-Mn.....	60
V.1.2.2 Microanalyse au rayons-X (EDAX).....	61
V.1.2.3 Analyse structurale par diffraction des rayons-X (DRX).....	63
V.1.3 Dépôt en molybdène.....	64
V.1.3.1 Microstructure du dépôt en molybdène.....	64
V.1.3.2 Microanalyse au rayons-X (EDAX).....	65
V.1.3.3 Analyse structurale par diffraction des rayons-X (DRX).....	66
V.2 Caractérisation mécanique des revêtements réalisés.....	67
V.2.1 Mesure de microdureté.....	67
V.2.2 Tests d'usure.....	69
V.2.2.1 Variation du coefficient de frottement « C_f » en fonction du temps.....	70
V.2.2.2 Variation de la perte de masse.....	72
V.2.2.3 Calcul du coefficient d'usure.....	73
V.2.2.4 Micrographie des différents échantillons après usure.....	74
V.3 Etude électrochimique.....	76
V.3.1 Courbes chronopotentiométriques.....	76
V.3.2 La voltamétrie.....	78
V.3.3 Micrographie des différents échantillons après corrosion.....	83
Conclusion générale.....	85

Liste des figures

Figure 1.1 : Le diagramme de phase de l'aluminium-magnésium.....	7
Figure 1.2 : Lingots de magnésium.....	10
Figure 1.3 : L'utilisation du magnésium primaire (données 2002).....	10
Figure 2.1 : Diagramme du Potentiel-pH (diagramme de Pourbaix) de magnésium dans l'eau à 25 ° C.....	13
Figure 3.1 : Synoptique général d'un système tribologique.....	20
Figure 3.2 : Vu théorique en coupe d'une surface.....	21
Figure 3.3 : Perte de matière par unité de temps.....	22
Figure 3.4 : Le principe de la projection thermique.....	28
Figure 3.5 : Le procédé de projection thermique.....	29
Figure 3.6 : schéma du principe de fonctionnement d'un pistolet HVOF	30
Figure 3.7 : schéma de principe d'un canon à détonation.....	31
Figure 3.8 : Schéma de principe d'une torche à plasma d'arc.....	32
Figure 3.9 : Schéma de principe d'un dispositif de projection à l'arc électrique.....	33
Figure 3.10 : schéma de principe d'un pistolet flamme-poudre.....	34
Figure 3.11 : schéma de principe de la projection thermique à Flamme-fil.....	35
Figure 3.12 : Matériaux utilisés pour la projection thermique.....	36
Figure 3.13 : Coupe d'un dépôt obtenu par projection thermique.....	37
Figure 3.14 : Les paramètres à considérer pour la réalisation d'un revêtement par projection thermique.....	40
Figure 4.1 : Diffractomètre à rayons-x type panalytical.....	46
Figure 4.2 : Microscope électronique à balayage analytique Quanta ESEM FEG de la FEI.....	47
Figure 4.3 : Dispositif du microduromètre Zwick HV10 piloté par ordinateur (Laboratoire de technologie des matériaux et génie des procédés, université de Bejaia).....	48
Figure 4.4 : Le pénétrateur en diamant et forme de l'empreinte après essai.....	49
Figure 4.5 : Schéma simplifié du montage d'usure.....	50
Figure 4.6 : Photographie du tribomètre utilisé.....	51
Figure 4.7 : Balance électromagnétique.....	53
Figure 4.8 : schéma représentatif d'un montage utilisé pour l'essai de corrosion.....	55
Figure 4.9 : Schéma de principe du montage à trois électrodes (a gauche), et une cellule	

électrochimique à droite.....	56
Figure 5.1 : Micrographie de l'alliage AZ91.....	58
Figure 5.2 : Analyse EDAX de l'alliage AZ91.....	59
Figure 5.3 : Diffractogramme R-x de l'alliage AZ91.....	59
Figure 5.4 : Morphologie du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.....	60
Figure 5.5 : Analyse EDAX du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn (zone blanche).....	61
Figure 5.6 : Analyse EDAX du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn (zone noire).....	61
Figure 5.7 : Analyse EDAX du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn (zone grise).....	62
Figure 5.8 : Diffractogramme R-x du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.....	63
Figure 5.9 : Morphologie du dépôt en molybdène.....	64
Figure 5.10 : Analyse EDAX du dépôt en molybdène.....	65
Figure 5.11 : Diffractogramme R-x du dépôt en molybdène.....	66
Figure 5.12 : Filiation des empreintes de microdureté.....	67
Figure 5.13 : Profil de microdureté HV _{0,2} pour le substrat et des deux dépôts réalisés.....	67
Figure 5.14 : Courbe d'étalonnage.....	69
Figure 5.15 : Variation du coefficient de frottement en fonction du temps.....	71
Figure 5.16 : Variation de la perte de masse pendant 10mn d'essai.....	72
Figure 5.17 : Micrographie des différents échantillons après usure.....	74
Figure 5.18 : Courbes chronopotentiométriques du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène dans une solution NaCl à 3% pendant deux heures.....	77
Figure 5.19 : Courbes cathodiques du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène dans une solution NaCl à 3%.....	79
Figure 5.20 : Courbes anodiques du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène dans une solution NaCl à 3%.....	80
Figure 5.21 : Courbes de Tafel du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène.....	82
Figure 5.22 : Micrographie des différents échantillons après corrosion.....	83

Liste des tableaux

Tableau 1 : Capacités de production de magnésium primaire.....	2
Tableau 1.1 : Liste des abréviations des lettres les plus communément utilisées pour les éléments d'alliage.....	6
Tableau 1.2 : Propriétés de magnésiums comparés à ceux de fer et à aluminium.....	8
Tableau 4.1 : Composition chimique des alliages de magnésium.....	43
Tableau 4.2 : composition chimique en pourcentage massique de l'acier au chrome-nickel-manganèse.....	44
Tableau 4.3 : Paramètres de projection utilisés.....	45
Tableau 5.1 : Composition chimique de l'alliage AZ91.....	59
Tableau 5.2 : Composition chimique de la zone blanche.....	61
Tableau 5.3 : Composition chimique de la zone noire.....	61
Tableau 5.4 : Composition chimique de la zone grise.....	62
Tableau 5.5 : Composition chimique du dépôt en molybdène.....	65
Tableau 5.6 : Microdureté moyenne du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène.....	68
Tableau 5.7 : Variation des unités mesurées U en fonction de la charge P.....	69
Tableau 5.8 : Efforts tangentielle et coefficient de frottements.....	70
Tableau 5.9 : Coefficient d'usure du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène.....	73
Tableau 5.10 : Potentiel d'abandon du substrat et des deux dépôts après deux heures d'immersion dans une solution de NaCl à 3%.....	76
Tableau 5.11 : Potentiels de corrosion et densités des courants de corrosion du substrat et des deux dépôts.....	81

*Introduction
générale*

Introduction générale

Léger et très résistant, le magnésium est de plus en plus utilisé dans la fabrication d'alliages métalliques, notamment en industrie automobile, et dans les matériels électroniques. Les applications traditionnelles en automobile sont les boîtes de vitesses, carters et couvre culasses. Les pièces en développement sont de plus en plus techniques tels que, support de colonne de direction, poutre de planche de bord, structure de siège ou de porte et tubulures d'admission . Le magnésium présente beaucoup d'avantages tels que la légèreté, la densité inférieure d'un tiers à celle de l'aluminium, bonne usinabilité et facile à couler, forte capacité à absorber les vibrations, excellent blindage, et il est recyclable. Il est notamment utilisé là où les plastiques techniques sont encore trop chers.

Dans l'industrie automobile, le magnésium pourrait attaquer l'habitacle, avec des pièces d'aspect, au niveau de tableau de bord et de la console centrale. Concernant notre travail, l'alliage de magnésium qui sera utilisé est le MgZ91 (AZ91). L'objectif de ce travail est de réaliser des revêtements métalliques par la technique de projection thermique en utilisant le procédé arc-fil utilisé par l'entreprise Algérie métallisation d'Alger d'une part et d'autre part d'évaluer la tenue à l'usure et la résistance à la corrosion des dépôts réalisés. Ceci dans le but d'améliorer les caractéristiques physico-chimiques de surface du matériau étudié.

Plan du mémoire :

Notre thèse s'articule en deux grandes parties :

Après une introduction générale et un brève historique sur le magnésium.

- La première partie sera consacrée aux généralités et l'étude bibliographique, elle est structurée en trois chapitres. Le premier chapitre mettra à la disposition du lecteur une brève généralité sur le magnésium et ses alliages, dans le deuxième chapitre on passera à quelques définitions sur la corrosion et les différentes formes de corrosion, ainsi que les méthodes de protection contre la corrosion, enfin en troisième chapitre, on terminera par des généralités sur l'usure et les méthodes de protection par des revêtements métalliques en utilisant les techniques de projection thermique.

- La deuxième partie est divisée en deux chapitres, dans le chapitre IV, nous donnerons une description détaillée sur le matériau étudié et les différents dépôts réalisés, plus les techniques de caractérisation qui ont été mises en œuvre pour la réalisation de ce projet, à savoir la microscopie optique et électronique à balayage, la diffraction aux rayons-X, tests de microdureté, tests d'usure et enfin, tests électrochimiques. Enfin dans le chapitre V, on présentera les différents résultats obtenus et leurs interprétations qui sont à même d'amener quelques éclaircissements et d'éventuels éléments de réponse au problème posé.

Nous terminons par une conclusion générale, des perspectives envisageables pour la poursuite des ce travail et les références bibliographiques.

*Etude
bibliographique*

Historique

Découvert en 1809 par Davy, le magnésium a été isolé pour la première fois en 1826. Il entre dans l'aire industrielle en 1896 avec la mise en service de la première unité d'électrolyse du chlorure de magnésium à Bitterfeld, en Allemagne. Ses utilisations se limitaient alors aux domaines de la pyrotechnie et de la chimie métallurgique.

Le magnésium a connu un fort développement pendant la Première Guerre mondiale. L'Allemagne, notamment, alors privée de ses approvisionnements en aluminium, a été à l'origine de l'essor des alliages de magnésium comme matériaux de structure pour l'aéronautique [1].

Les États-Unis devinrent les premiers producteurs mondiaux en 1941. Depuis 1945, le magnésium s'est développé comme matériau de structure, surtout dans les industries aéronautiques et spatiales ainsi que dans l'industrie du transport. Son utilisation a ensuite connu une stagnation, voire une régression, liée à sa faible résistance à la corrosion, à son inflammabilité et à l'arrivée de matériaux concurrents faisant l'objet de vastes projets de développement tels que les alliages d'aluminium et les polymères. Les premiers signes de rétablissement sont apparus en 1984.

La pénurie du métal de base a entraîné une hausse du prix du magnésium en 1995. Mais l'apparition sur les marchés occidentaux du métal en provenance de la CEI et de la Chine a inversé cette tendance en 1996. Cela a largement été confirmé, notamment avec l'explosion de la production chinoise depuis le début des années 2000 [1].

Actuellement, l'industrie automobile apparaît comme la plus apte à relancer l'utilisation des alliages de magnésium. En effet, la nécessité croissante de réduire le poids des véhicules ainsi que la consommation de carburant force les constructeurs à favoriser des alliages de faible densité. Le tableau suivant donne l'évolution de la production de magnésium primaire dans le monde [1].

	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006
États-Unis	74	43	35	43	43	43 ^a	43 ^a
Brésil	9	9	7	6	11	6 ^a	6 ^a
Canada	55	65	86	50	55	54 ^a	50 ^a
Chine	218	195	232	354	450 ^b	470 ^b	526 ^b
France	17	7	0	0	0	0 ^a	0 ^a
Israël	2	30	34	30	33	28 ^a	28 ^a
Kazakhstan	10	10	10	14	14	20 ^a	20 ^a
Norvège	50	35	10	0	0	0 ^a	0 ^a
Russie	40	50	52	45	45	45 ^a	50 ^a
Ukraine	2	2	0	0	0	2 ^a	2 ^a
Serbie	2	2	2	2	4	2 ^a	1 ^a
Total	479	448	468	544	655	670	726
Variation annuelle		-6 %	+4%	+16%	+20%	+2%	+8%

Sources: (a) US Geological Survey (USGS) 2007;

(b) China Magnesium Association (CMA).

Tableau 1 : Capacités de production de magnésium primaire (En milliers de tonnes par an).

Chapitre I

*Magnésium et alliages de
magnésium*

I. Connaissances de base sur le magnésium et ses alliages

I.1 Propriétés physiques du magnésium

Le magnésium représente 2.5 % de la croûte terrestre et 0.14 % de l'eau océanique de la terre [2]. La densité de magnésium à 20°C est 1.738 g/cm³ et donc c'est le métal le plus léger disponible pour l'instant. Le magnésium a une structure de treillage hexagonale et a un diamètre atomique (0.160 nm) qui tient compte de la solubilité solide avec une large gamme d'éléments.

I.2 Les éléments d'alliage

Les éléments d'alliage sont utilisés pour améliorer les propriétés de magnésium. Les éléments les plus communs sont l'aluminium, le zinc, le manganèse, le zirconium, l'argent, l'yttrium et les éléments des terres rares. Le cuivre, le nickel et le fer doivent être contrôlés correctement pour assurer la qualité de l'alliage de magnésium [2]. Les adjonctions en aluminium augmentent la dureté de l'alliage, mais réduisent sa ductilité. Le manganèse est utilisé comme un agent d'enlèvement en fer pour améliorer la résistance de corrosion. Le zinc a été trouvé pour améliorer la résistance aux températures élevées de pièce, la résistance à la corrosion et la précipitation de durcissement [2].

Le zirconium est un raffineur de grain dans les alliages de magnésium, mais il ne peut pas être utilisé dans les alliages contenant Al ou Mn, comme il forme des enceintes fermes. Les adjonctions en argent sont utilisées pour améliorer l'agent durcissant des alliages de magnésium, mais il a été limité en raison des hauts prix incités. L'yttrium est utilisé pour donner une résistance au fluage à haute température. Les adjonctions de terre rares incluent du cérium, lanthane, néodyme, gadolinium et praséodyme sont utilisées pour accroître la résistance à haute température, la résistance au fluage, et de réduire les porosités [2].

I.3 La désignation des alliages de magnésium

Pour les alliages de magnésium, la désignation selon l'ASTM (American Society for Testing and Materials) a été largement adoptée. Cette méthode inclut deux lettres suivies par deux nombres. Les deux lettres sont les abrègements de lettre donnés aux deux éléments d'alliage les plus grands et les nombres sont le pour cent en poids de ces éléments d'alliage. Le tableau 1.1 représente la liste des abréviations d'une lettre pour les éléments d'alliage les plus utilisés [2].

Lettre	Éléments d'alliages
A	Aluminium
C	Cuivre
E	Métaux de terres rares
H	Thorium
J	Strontium
K	Zirconium
L	Lithium
M	Manganèse
Q	Argent
S	Silicone
W	Yttrium
X	Calcium
Z	Zinc

Tableau 1.1 : Liste des abréviations des lettres les plus communément utilisées pour les éléments d'alliage.

I.4 Le système binaire en aluminium et magnésium

L'alliage qui sera étudié est l'AZ91, il est fondé sur le système binaire en aluminium-magnésium. La solubilité maximum d'Al dans le Mg varie de 2.1 % en poids à 25°C à 12.6 % en poids à la température eutectique de 437°C. La figure 1.1 montre le diagramme de phase de Mg-Al [3]. La précipitation d'alliage de Mg-Al peut être modifiée par les traitements thermiques mais $Mg_{17}Al_{12}$ précipite dans une manière incohérente et ensuite il a un effet de renforcement limité [4].

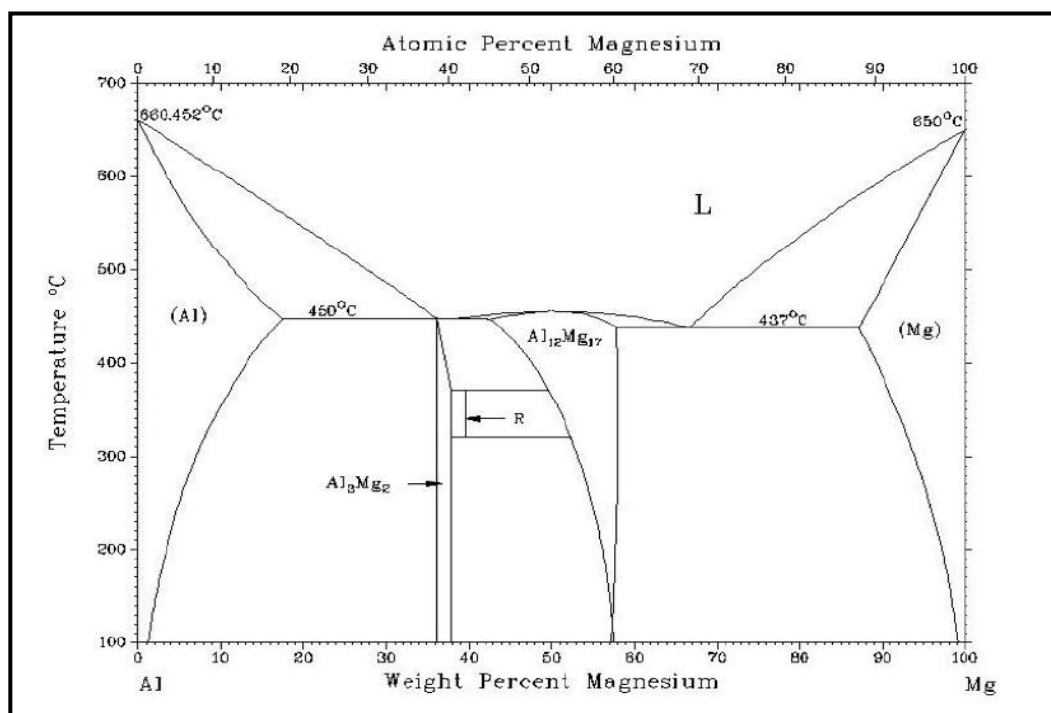


Figure 1.1 : Le diagramme de phase de l'aluminium-magnésium [3].

I.5 Fabrication des alliages de magnésium

Bien que le magnésium puisse être fabriqué par toutes les techniques industrielles, cette recherche se concentre sur les alliages travaillés. Les produits travaillés sont obtenus en travaillant le métal dans une forme désirée. La formabilité des alliages de magnésium est très basse et ils ne peuvent pas être travaillés à froid. Ils peuvent être travaillé à chaud en utilisant l'extrusion, le fait de rouler et la falsification des processus. Très peu de travaux ont été exécutés sur ces alliages travaillés à froid, et ensuite, les alliages de magnésium disponibles comme les produits travaillés sont très limités. Effectivement, les propriétés de magnésium sont très basses à cause de sa structure hexagonale. Le fait de rouler des alliages de

magnésium est une édition qui a causé beaucoup d'études [5-8]. Pendant la déformation plastique, les alliages de magnésium développent une forte texture qui influence le processus de production et les propriétés mécaniques s'ensuivent. Jusqu'à présent, cela a induit des restrictions importantes dans la production commerciale des plaques de magnésium.

I.6 Les propriétés des alliages de magnésium

L'intérêt principal pour les alliages de magnésium est qu'ils sont les plus légers des matériaux métalliques disponible pour l'instant (la densité de magnésium est environ 1.74 g/cm³). Donc, ils ont d'excellentes propriétés spécifiques et ils sont destinés à remplacer l'acier et l'aluminium dans de nombreuses applications structurelles. Cependant, les alliages de magnésium ont quelques défauts, la fatigue et la résistance au fluage à des températures élevées, faible rigidité, ductilité limitée. La formabilité des alliages de magnésium est inférieure à celles des autres matériaux métalliques tels que l'acier et les alliages d'aluminium à cause de la structure hexagonal emballés, mais ils peuvent être amélioré par le raffinement de grain [9, 10]. En général, ils ont à peu près la même résistance à la corrosion que les aciers doux, mais ils sont moins résistants à la corrosion que les alliages en aluminium.

Ils ont aussi des propriétés de surface insuffisantes tels que la faible dureté, la résistance à l'usure et la résistance à la corrosion, et ils présentent un retrait important au cours de solidification. Les alliages de magnésium sont alors toujours dans le développement pour améliorer leurs propriétés. Le tableau 1.2 représente les propriétés de magnésium comparées à ceux de fer et l'aluminium.

Propriétés	Magnésium	Aluminium	Fer
Densité (g/cm ³)	1.74	2.38	7.87
Le coefficient d'expansion thermique (°C ⁻¹)	2.61.10 ⁻⁵	2.4.10 ⁻⁶	12.2.10 ⁻⁵
Module d'élasticité (GPa)	44	68	200
Module d'élasticité spécifique (GPa.g ⁻¹ .cm ³)	25	28	25

Tableau 1.2 : Propriétés de magnésiums comparés à ceux de fer et l'aluminium.

Le magnésium présente beaucoup d'avantages, et il est notamment utilisé là où les plastiques techniques sont encore trop chers :

Ses principaux avantages sont :

- Légèreté, densité inférieure d'un tiers à celle de l'aluminium,
- Bonne usinabilité et facile à couler,
- Forte capacité à absorber les vibrations,
- Haute conductivité électrique et thermique
- Plus rentable que les plastiques
- Précision et stabilité dimensionnelle élevées
- Capacité exceptionnelle en parois minces
- Bonnes caractéristiques de finition
- Recyclabilité totale

Ses principaux handicaps tiennent à :

- Son état de surface et sa mauvaise tenue à la corrosion,
- Sa limite de tenue en température (300-350° C), qui lui interdit pour l'instant, par exemple, le bloc moteur.
- Des risques d'incendie en usinage (copeaux, poussières) qui lui donnent une réputation de matériau dangereux à travailler.

Cela n'empêche pas l'automobile, surtout nord américaine de l'utiliser de plus en plus. Ainsi en Ontario (Québec - 2ème producteur nord américain de pièces auto derrière le Michigan), la production de composants en alliages de magnésium coulés sous pression augmente de 12 à 15% par an depuis 1993 ! [11]

I.7 Utilisation des alliages de magnésium

Le magnésium est par ordre d'importance, le troisième alliage transformé en fonderie sous pression, il est en croissance mais encore loin, cependant derrière l'aluminium et le zamak.



Figure 1.2 : Lingots de magnésium.

Les deux principales utilisations de magnésium sont liées à la fonderie, on a 40% sont utilisés comme éléments d'addition dans les alliages, (aluminium, zinc... etc.) et 35% sont utilisés comme alliage de magnésium (fonderie sous pression).

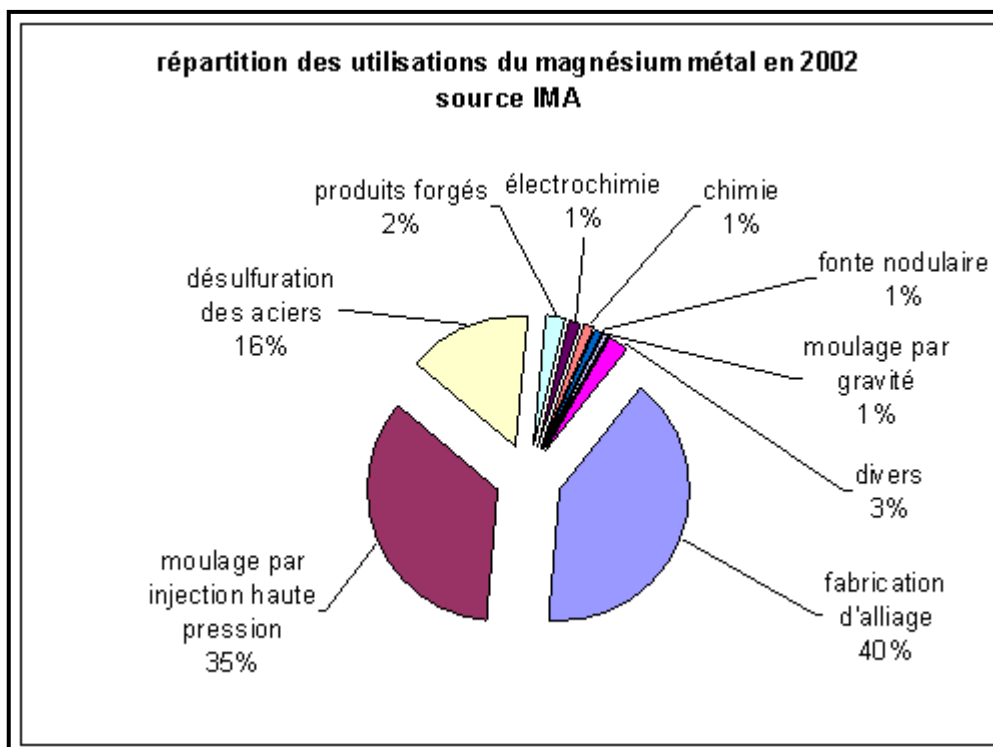


Figure 1.3 : L'utilisation du magnésium primaire (données 2002).

Chapitre II

*Généralités sur la
corrosion*

II Généralités sur corrosion

II.1 Définition de la corrosion

La corrosion est une réaction inter faciale irréversible d'un matériau avec son environnement, qui implique une consommation du matériau ou une dissolution dans le matériau d'une composante de l'environnement [12].

Du point de vue étymologique, le terme « corrosion » vient du latin « corrodere » qui signifie « ronger, attaquer » [13]. La corrosion est un domaine d'une grande importance économique et les dépenses qu'elle induit sont considérable.

Ainsi une civilisation industrielle dépend d'une manière cruciale de la stabilité des métaux utilisés dans la fabrication des machines, et d'une manière générale, et de tous les objets utilisés par l'homme [12,14].

II.2 Aspects électrochimiques de la corrosion

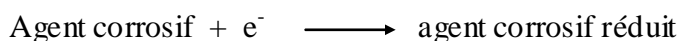
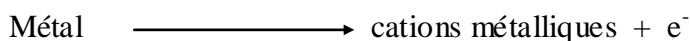
II.2.1 : nature électrochimique de la corrosion

L'étude et la connaissance des phénomènes de la corrosion des métaux en milieu aqueux ont fait des progrès considérable depuis qu'U.R. Evans eut formulé en 1923 la théorie électrochimique de la corrosion des métaux selon laquelle celle-ci se déroule suivant un processus électrochimique [15].

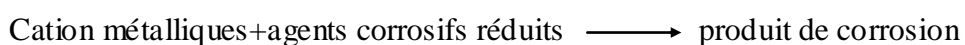
On appelle la réaction électrochimique une transformation qui implique un transfert de charges à l'interface entre un conducteur électrochimique, appelé électrode, et un conducteur ionique, appelé électrolyte [12]. Ceci signifie qu'elle n'est pas le fait d'une réaction chimique directe du type :



mais plutôt que cette réaction globale représente la combinaison des deux réactions électrochimiques :



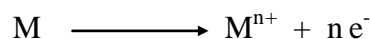
et de la réaction chimique :



Ces réactions sont souvent complexes.

On sait, en effet que la phase métallique solide comprend des ions métallique M^{n+} disposés suivant un réseau cristallin et des électrons de conduction libres de se déplacer dans tout le volume du métal en assurant la neutralité électrique globale du cristal.

Quand un métal est mis au contact d'un milieu conducteur ionique, l'électrolyte, les ions métalliques M^{n+} du réseau ont tendance à passer dans celui-ci en abandonnant une charge électrique équivalente du nuage électronique.



Dans le cas où ces électrons peuvent être consommés en d'autres endroits de la surface du métal, cette réaction d'oxydation (c'est à dire perte d'électrons) qui conduit à la destruction de la surface du métal peut se poursuivre dans le temps. On a donc formation d'une pile entre des zones anodique siège de la réaction d'oxydation du métal, et des zones cathodiques où se produisent des réactions de réduction. On définit donc la réaction de corrosion comme une réaction d'oxydoréduction.

II.2.2 Conditions nécessaires pour qu'un métal se corrode

La condition nécessaire pour provoquer la corrosion d'un métal donné, est d'avoir un système accepteur (subissant une réduction), capable d'échanger des électrons avec le système donneur d'électrons (le métal) qui subit une oxydation anodique. Autrement dit, si la tension d'équilibre du premier système est supérieure à celle du second, la corrosion de ce dernier est thermodynamiquement possible.

Donc pour qu'un métal se corrode il est nécessaire (en absence de courant extérieur) qu'il existe dans la solution, un constituant oxydant tel que le potentiel d'équilibre E_c de la réaction cathodique soit plus élevé que le potentiel d'équilibre E_a de la réaction anodique de dissolution du métal [14]. Alors la condition de corrosion est donc: $E_c > E_a$

II.3 Corrosion des alliages de magnésium

Les applications de magnésium dans l'ingénierie ont été limitées en raison principalement de sa mauvaise corrosion. Une bonne compréhension des mécanismes de la corrosion sous-jacents est donc importante afin de réduire ou de prévenir la corrosion. Le magnésium est le plus actif du métal utilisé dans des applications d'ingénierie et corrode si facilement, dans certains milieux les alliages de magnésium sont souvent des anodes sacrificielles, sur des structures telles que les coques de navires et de tuyaux en acier. Malgré ce problème, le

magnésium est plus résistant à la corrosion atmosphérique que les aciers doux. La raison en est que l'oxyde de magnésium se forme à la surface du magnésium qui est exposé à l'atmosphère à la température ambiante.

Il y a deux raisons principales pour la faible résistance à la corrosion des alliages de magnésium. Tout d'abord, il est interne causée par la corrosion galvanique, à cause de la deuxième phase ou des impuretés. Deuxièmement, la quasi-passivité du film d'hydroxyde de magnésium est beaucoup moins stable que le film passif qui se forme sur des métaux comme l'aluminium et les aciers inoxydables. Cette quasi-passivité ne fournit que la faible résistance à des piqûres de magnésium et de ses alliages. Le diagramme de Pourbaix pour l'eau-Mg est illustré à la figure 2.1. L'ensemble du domaine de la stabilité de magnésium est bien inférieur à celui de l'eau. Le Magnésium dissout donc en Mg^{2+} et Mg^+ avec accompagnement d'hydrogène

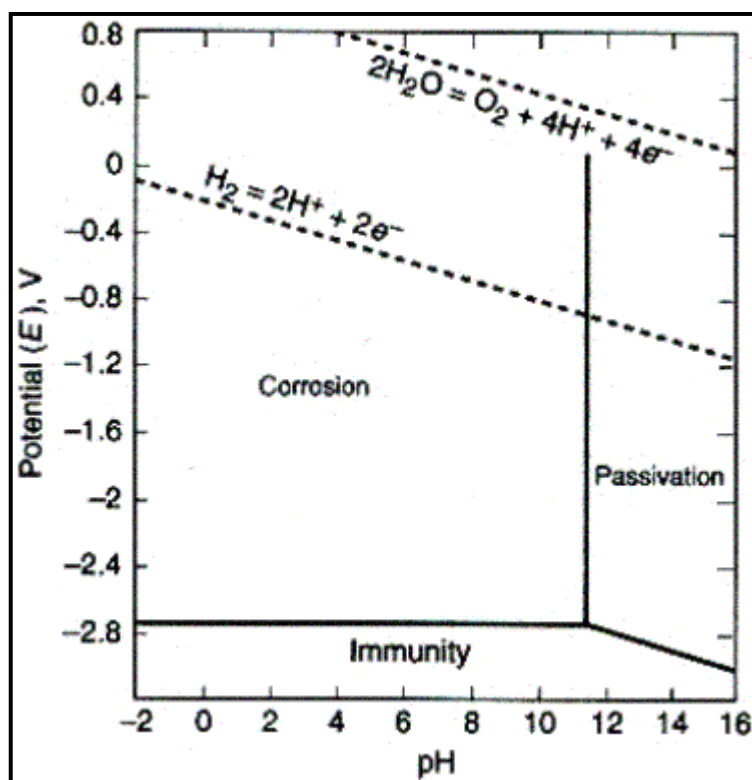
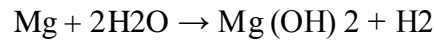


Figure 2.1 : Diagramme du Potentiel-pH (diagramme de Pourbaix) de magnésium dans l'eau à 25 ° C.

Les films qui se forment sur le magnésium sont légèrement solubles dans l'eau et ne fournissent pas de protection sur de longues périodes. Ils se décomposent en présence de certains ions, comme le chlorure, bromure, sulfate et de chlorate dans l'eau ou exposés à des gaz acides tel que le CO_2 .

La dissolution de magnésium dans des environnements aqueux habituellement électrochimique selon la réaction suivante, avec la formation de l'hydroxyde de magnésium et d'hydrogène, un mécanisme qui est très insensible à la concentration d'oxygène. Ensuite, tout ce qui est nécessaire pour l'intervention rapide de corrosion.



Pour qu'il y ait réduction il faut que le potentiel de réduction de Mg soit supérieur à -2,4 V, c'est à partir de ce potentiel que le magnésium se corrode rapidement. C'est seulement à un pH plus élevé (pH=11) que la stabilité de la couche de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ peut se former et assurer une protection contre de nouvelles corrosions. Cette protection est très dépendante des conditions environnementales et Mg se transforme en être de caractère face à Al, Il est résistant aux alcalis mais pas aux acides, tandis que Al est résistant aux acides faibles, mais attaqué par les alcalis puissants.

Le magnésium est soumis à la fois à la corrosion généralisée et localisée. Le potentiel très électro-négatif des alliages de Mg les rend très vulnérables à la corrosion galvanique. L'attaque galvanique peut être interne en raison de la microstructure des composants de plus noble potentiel (par exemple des impuretés ou de la deuxième phase) ou externe, si Mg est couplée avec des métaux différents.

Comme un métal naturellement passif, Mg peu souffrir des piqûres de corrosion. L'alliage AZ91 contenant des chlorures dans l'environnement présente une variété de formes de corrosion localisée, y compris des piqûres d'emblée (les sites d'initiation sont peut nombreux et sont associés à des particules intermétalliques), la corrosion filiforme au début du processus de propagation et d'une attaque de type cellulaire, en phase terminale. L'apparition de la corrosion filiforme sur la surface de AZ91, ce qui n'est pas le cas pour le non allié, le magnésium nu, suggère la présence d'un air plus résistante d'oxyde formée sur l'alliage.

La corrosion du magnésium et ses alliages est semblable à d'autres matériaux métalliques, elle dépend de l'environnement et de la microstructure. Toutefois, l'importance relative de ces facteurs est grandement amplifiée pour tous les matériaux en magnésium en raison de leur faible résistance à la corrosion, à la suite de la position extrême active dans la fin de la série électrochimique combiné à l'incapacité de former un film protecteur stable.

II.4 Différentes formes de corrosion

Dans les diverses conditions de corrosion que l'en rencontre pratiquement on peut observer des types variés d'attaque :

II.4.1 Corrosions uniformes

Ce type de corrosion se traduit par une diminution d'épaisseur uniforme et régulière de toute la surface du métal. On ne distingue pas, à l'échelle macroscopique, les lieux cathodiques des lieux anodiques. La surface du métal est simultanément cathode et anode.

II.4.2 Corrosions par piquûre

C'est une forme de corrosion très localisée qui se traduit par la formation de trous dans le métal, dont le diamètre et la profondeur varient suivant un certain nombre de facteurs propre au métal, au milieu et aux conditions d'emploi [15]. Les métaux qui possèdent des couches d'oxyde protectrices sont généralement endommagés par la corrosion localisée (par piquûre ou inter granulaire) [16]

II.4.3 corrosions inter granulaire

C'est une attaque sélective aux joints de grains [12]. Elle est causée par les différences de potentiel entre cette zone des joints de grains et la matrice des grains eux même [17]. La corrosion inter granulaire peut être associée à des milieux et à des modes de corrosion très variés elle est en effet liée à la coexistence des deux effets suivants [14, 17, 18]:

- Existence d'une hétérogénéité de propriétés (composition, contraintes, inclusions, etc.....)
- Existence d'un milieu corrosif permettant de différencier les comportements du joint et du reste du grain.

Elle résulte, en effet, de la présence aux joints d'une phase continue et anodique par rapport à l'intérieur des grains.

II.4.4 corrosions sous contrainte

Appelé également corrosion sous tension, cette forme de corrosion résulte de l'action combinée d'une contrainte mécanique : flexion, traction ...et d'un milieu corrosif 'qui séparément n'auraient pas d'action importante ou appréciable sur la tenue du métal). La corrosion sous contrainte aboutie dans certain cas a la rupture de pièces de service [15, 17,18]. Ce phénomène est l'objet d'une attention toute particulière, notamment dans les industries aéronautique et astronautique [17, 19]. En fait les phénomènes de corrosion sous tension concernent essentiellement les alliages à haute résistance, mais ces phénomènes ont pu être

minimisés voir même annihilés en agissant sur les conditions de traitements thermiques, qui s'avèrent primordiales à cet égard [17].

II.4.5 corrosions galvaniques

Appelé aussi corrosion bimétallique, elle résulte du fonctionnement de la pile constituée par l'assemblage de deux métaux « ou alliage » dont les potentiels de dissolution dans le milieu considéré sont différents. La dégradation du métal le moins résistant s'intensifie [12, 15, 17]. Ce type de corrosion est important pour l'aluminium, étant donné sa position du point de vue de potentiel : en effet parmi les métaux courant, seuls le magnésium et le zinc sont plus anodiques et assurent donc sa protection. Les assemblages les plus dangereux sont ceux effectués avec le graphite, les aciers doux, les alliages cuivreux [17].

II.4.6 corrosion exfoliante (ou feuilletante ou stratifiée)

La corrosion feuilletante se caractérise par une progression parallèlement à la direction de la déformation et se traduit par une pénétration de la corrosion parallèlement aux fibres du métal, et par un feuilletage de la structure sous l'effet du gonflement des produits de corrosion [17-19].

Comme la corrosion inter granulaire, la corrosion feuilletante est de nature électrochimique et se traduit par la dissolution préférentielle des phases anodiques [19].

Comme les précédents phénomènes de corrosion structurale, la corrosion exfoliante peut être éliminée par des traitements thermiques particuliers.

II.5 Protection contre la corrosion

Il existe plusieurs types de protection contre la corrosion :

II.5.1 Traitement de conversion chimique

Ces traitements tendent à renforcer très largement la couche naturelle soit par augmentation de son épaisseur, soit par la formation d'oxyde complexe dans des bains de phosphatation ou de chromatisation. Ces traitements n'augmentent que très légèrement la résistance à la corrosion. Ils servent principalement de base d'accrochage de revêtements par peinture ou par vernis [15, 20].

II.5.2 Traitement d'anodisation

L'anodisation consiste à renforcer le film d'oxyde naturel par une oxydation anodique. Ces traitements permettent de former des couches d'oxydes dont les épaisseurs sont habituellement comprise entre 5 et 25 microns, elles apportent une très bonne tenue à la corrosion [12, 15, 20].

II.5.3 Traitement de protection par revêtements organiques

Les revêtements organiques forment une barrière plus au moins imperméable entre le substrat métallique et le milieu corrosif [12].

Le facteur le plus important pour l'obtention d'une bonne adhérence et d'une bonne protection par peinture et la préparation de surface des alliages de magnésium. Les traitements de conversion chimique décrits précédemment et, quelquefois, les traitements d'anodisation, constituent les meilleures bases d'accrochage pour les vernis et les peintures.

II.5.4 Inhibiteur de corrosion

Les inhibiteurs de corrosion sont constitués des composés qui, ajoutés au milieu corrosif à faible dose, modifient les réactions électrochimiques qui s'y déroule, sans toutefois y participer eux même. Ils agissent en créant une « barrière » entre le métal et le milieu [14, 15]. On distingue les inhibiteurs anodiques, cathodiques ou mixtes, selon qu'ils agissent plus spécialement sur la réaction anodique, la réaction cathodique ou sur les deux en même temps.

II.6 Méthodes de caractérisations qualitatives et quantitatives de la corrosion

La manière la plus simple et la plus sûre d'étudier la résistance à la corrosion d'un matériau métallique est de le mettre dans un bain rempli d'un ou plusieurs produits, et d'observer l'apparition dans le temps de la corrosion. Etant donné la nature complexe des phénomènes de corrosion en cause, cette méthode est le meilleur outil pour une telle étude. Toutefois, ces essais de conservation sont coûteux et souvent peu pratiques car ils exigent de longues durées d'observation.

On s'efforce donc souvent de mettre au point des essais de laboratoire susceptible de donner une réponse en un temps relativement court.

Théoriquement de tels essais devraient reproduire les conditions existant effectivement dans la nature; mais la connaissance des réactions de corrosion et des facteurs qui influencent leur rapidité est souvent incomplète et il est impossible de remplir ces conditions. On se contente d'avoir recours à l'emploi de milieux corrosifs dans des conditions pratiques.

Cette façon de procéder exige donc l'établissement d'une corrélation entre les essais de laboratoire et les essais réels de conservation.

Les méthodes électrochimiques permettent d'apprécier, de façon beaucoup plus rapide que les mesures classiques de perte de masse, la vitesse de corrosion d'un échantillon métallique.

II.6.1 Caractérisation par la technique voltampérométrique ($i = f(E)$)

Les méthodes électrochimiques d'étude de la corrosion consistent généralement à tracer des diagrammes courant potentiels ($i = f(E)$) expérimentaux afin de déterminer le courant de corrosion.

II.6.2 Caractérisation par impédancemétrie électrochimique

Pendant les dernières décennies, l'impédance électrochimique a été utilisée avec succès dans l'investigation des mécanismes de corrosion des métaux industriels [21, 22].

L'avantage de cette méthode sur les autres est la large bande de fréquence exploitée, ce qui permet l'obtention d'information sur les constantes de temps du processus électrochimique ayant lieu à l'interface métal/solution. Les informations peuvent servir à vérifier la pertinence du mécanisme de corrosion proposé.

II.6.3 Suivi du potentiel

Le suivi de potentiel permet de classer les métaux et leurs alliages en fonction de leurs potentiels de corrosion et renseigne donc sur le rôle des éléments d'addition.

Une étude a montrée qu'il est possible, à partir du potentiel de corrosion, mesuré dans une solution de méthanol et de tétrachlorure de carbone, de déterminer la résistance à la corrosion feuilletante [23].

II.6.4 Caractérisation par examen microscopique

La première tentative de Caractérisation de la corrosion dans les laboratoires s'effectue par examen visuel ou à l'aide d'un microscope optique avec prise de photo normalisée. Souvent, cette simple méthode peut nous donner des informations intéressantes sur le processus de corrosion qui a eu lieu. Bien entendu, des études complémentaires sont nécessaires pour élucider des mécanismes mis en jeu.

Chapitre III

*Usure des surfaces et
revêtements métalliques*

III.1 Usure des surfaces

III.1.1 Quelques définitions

III.1.1.1 Introduction

Le frottement d'un matériau est un processus complexe, étroitement lié aux facteurs mécaniques, thermiques et physico-chimiques. Le frottement est avant tout un problème d'interface, car, mise à part quelques cas spéciaux, le frottement dépendra beaucoup plus des propriétés des couches superficielles que des propriétés volumiques du corps considéré.

De nombreuses classifications d'usure existent depuis longtemps et plusieurs types sont reconnus : adhésion, délamination, abrasion, érosion, usure par petits débattements (fretting), par impact, par corrosion et par oxydation, par diffusion... Il faut toutefois reconnaître que la détermination des mécanismes de base est difficile à cerner en raison de la complexité des phénomènes rencontrés en pratique.

D'une manière générale, les modes de dégradations par usure peuvent être considérés comme la résultante de trois mécanismes de base incluant l'adhésion, l'abrasion et la délamination. Dans tous les cas, les modes de dégradation conduisent à l'émission de particules.

III.1.1.2 La tribologie

Un système tribologique se définit comme un système mécanique, formé de deux matériaux antagonistes en contact, animé de mouvements relatifs. Ces deux solides évoluent dans un milieu ambiant et peuvent être séparés par un film intercalaire appelé troisième corps.

Sur le plan tribologique, le troisième corps est un opérateur qui transmet la charge (ou portance) d'un premier corps sur l'autre et accommode en s'écoulant (débit) d'une façon dissipative (frottement) l'essentiel de la différence de vitesse entre deux corps. Les troisièmes corps séparent partiellement ou entièrement les premiers corps. Ils sont introduits dans le contact ou bien par entraînement cinématique (lubrifiants solides ou liquides) ou par formation de particules détachées. L'interface d'un tel système devient alors le siège de phénomènes dissipatifs d'énergie, regroupés sous le terme générique de frottement.

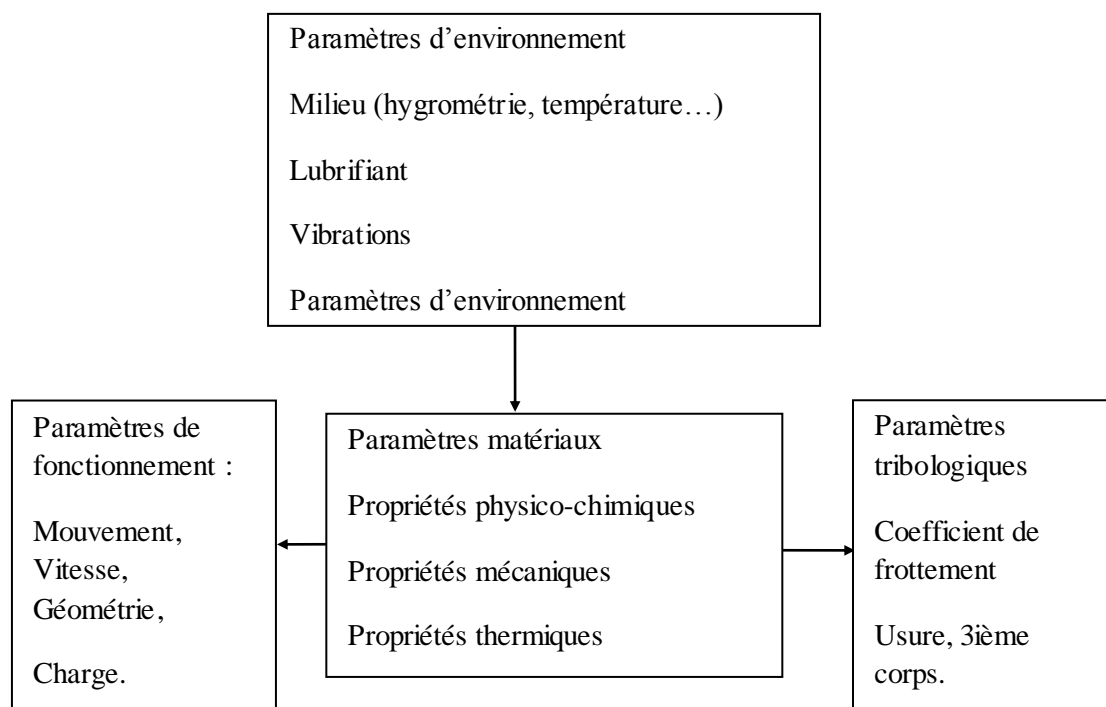


Figure 3.1 : Synoptique général d'un système tribologique [24].

III.1.1.3 Les surfaces

Par définition, la surface d'un corps est le lieu des points séparant ce corps du milieu environnant. Elle correspond donc à une discontinuité dans l'aménagement périodique des atomes de celui-ci.

En surface, le nombre de plus proches voisins est différent de ce qu'il est en volume. On parle aussi d'interface solide -gaz, solide-liquide, solide-solide.

La notion d'état de surface comprend :

- L'état physico-chimique (nature, structure, texture des couches superficielles)
- L'état géométrique (ensemble des écarts géométriques de la surface réelle par rapport à la surface géométrique idéale).

Les surfaces présentent des défauts géométriques de différents ordres :

- Ordres macroscopiques liés à des écarts de grande amplitude dus généralement aux défauts géométriques de la machine génératrice,
- Ordres microscopiques liés à des écarts de faibles amplitudes dus à l'outil de coupe, aux grains abrasifs, aux particules de sablage ou grenailage, aux vibrations de la machine ou encore aux piqûres de corrosion et la rugosité,

En réalité, le terme surface représente une couche d'épaisseur comprise entre 10^{-2} et 10^{-6} mm.

La composition chimique et les propriétés mécaniques de cette zone peuvent être très

différentes de celles du cœur du matériau. La surface peut être recouverte de films contaminant (gaz adsorbés, produits organiques), d'oxydes et dans le cas de métaux, peut être écrouie. La présence de ces écrans va modifier le comportement tribologiques des corps en contact (*Figure 3.2*).

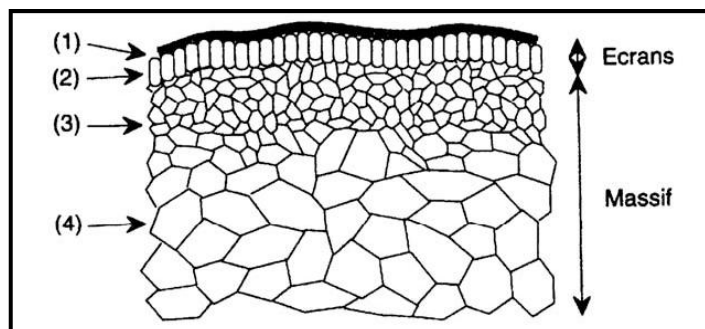


Figure 3.2 : Vue théorique en coupe d'une surface [25].

La surface est donc l'endroit le plus perturbé d'une pièce. La zone (1) est un film de contamination (0,3 à 3 nm) constitués de couches absorbées. La zone (2) est un film d'oxydes (1 à 10 μm). La zone (3) est une zone mécaniquement perturbée (1 à 50 μm) de structure écrouie ou structure de couche de diffusion. La zone (4) partant de 100 μm est le matériau massif.

Lorsque l'usure est limitée à l'enlèvement des films de surface, elle est appelée « usure douce ». Ces écrans détruits peuvent être reconstitués par réaction avec l'environnement. Lorsque l'usure s'étend au massif, elle est appelée usure « destructrice » ou « sévère ».

Le contact peut être selon les géométries des corps :

- Ponctuel (sphère/sphère, sphère /plan,...)
- Linéaire (cylindre/plan)
- Surfactive (rotule dans sphère)
- Conformel (cylindre/cylindre) ou contraformel (cylindre dans cylindre creux).

Le contact statique entre deux solides ne s'effectue donc pas sur la surface apparente commune aux deux solides, mais sur un ensemble de zones discrètes (aussi appelées aspérités) dont la somme des aires donne la surface réelle de contact. Dans le cas d'un frottement de glissement, les zones de contact sont sans cesse renouvelées. Le rapport aire réelle sur aire apparente peut varier de façon significative : il est alors plus facile de raisonner en terme de force appliquée plutôt que de pression.

En général, une pièce subit tout au long de sa vie 3 étapes d'usure :

- **Rodage** : usure rapide avec une vitesse d'usure régulièrement décroissante.
- **Marche normale** : durée de vie (usure faible et constante).
- **Vieillessement et mort** : vitesse d'usure croissante.

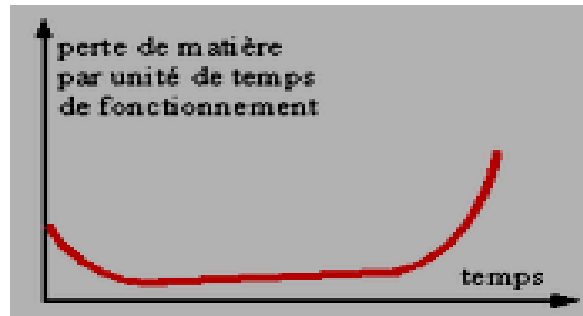


Figure 3.3 : Perte de matière par unité de temps [26].

III.1.2 Les principaux modes d'usure [26]

III.1.2.1 L'usure par abrasion

Il est dû à l'action de particules dures libres ou liées à l'une des surfaces (ex. aspérités), qui viennent agresser les surfaces par action de coupe ou de déformation.

Cette forme de dégradation est généralement combattue, mais aussi utilisée pour l'usinage : des taux d'usure importants sont recherchés et obtenus avec des outils abrasifs en rectification, affûtage, etc. . L'abrasion coûte très cher, on lui attribue à peu près le tiers du total des pertes économiques dues à l'usure. Elle concerne de nombreux mécanismes fonctionnant dans des conditions sévères : machines agricoles, matériels de travaux publics, matériel minier.

L'usure peut résulter des protubérances d'une des pièces ou des particules qui circulent dans l'interface. On peut distinguer deux modes d'usure par abrasion :

- l'abrasion à deux corps, dans laquelle la pièce la plus dure <<lime>>, <<râpe>> la plus tendre,
- l'abrasion à trois corps, dans laquelle des éléments plus durs que les pièces en présence s'incrudent dans la pièce la moins dure.

L'abrasion combine déformation et coupe. Elle creuse d'abord des sillons puis, si les capacités de déformation sont dépassées, elle enlève des micros copeaux. Lors d'un usinage par abrasion, on fait tout pour que le métal soit enlevé sous forme de petits copeaux, tels que ceux que l'on retrouve dans le fluide d'une rectifieuse.

Pour rayer une surface il suffit d'une autre plus dure de **20 à 25%**. L'usure croît dès que la dureté de l'abrasif atteint **0,7** fois celle de la surface usée et se stabilise quand elle atteint **1,7** fois. L'abrasion par coupe, fonction de la forme des aspérités est négligeables si le rapport des duretés est compris entre **0,8** et **1,3**.

Les débris émis par les surfaces acquièrent une dureté bien supérieure à celle des matériaux en présence, provoquant une abrasion à trois corps. Ceci est dû à l'écrasement et à l'oxydation, cette dernière dépendant entre autres de l'humidité atmosphérique. L'abrasion modifie profondément les couches superficielles qui deviennent comparables à celles obtenues par laminage. Les surfaces durcissent et résistent mieux à l'abrasion elle-même.

Les surfaces présentent des sillons de profondeur variable, parallèles au déplacement.

L'usure est assez constante au cours du temps, le volume des débris croît linéairement avec la charge appliquée et la distance parcourue. La vitesse n'intervient que si l'échauffement modifie les caractéristiques du matériau.

III.1.2.2 Usure par adhésion

Se caractérise par l'établissement de liaisons inter-faciales entre les surfaces de contact. Se manifeste généralement par des transferts de matière d'une surface à l'autre et peut se généraliser pour produire le grippage épidermique, voire la soudure des composants.

Le matériau d'une pièce est transféré et solidement soudé sur l'autre. Les pièces peuvent être immobilisées par un grippage, dont la forme n'est reconnaissable qu'au début, avant que les surfaces ne soient complètement défigurées. Contrairement à ce que se passe dans le cas de l'abrasion, de brusques changements de régime d'usure peuvent résulter de légères modifications des paramètres. Pour des surfaces non lubrifiées, le coefficient de frottement n'est pas multiplié par plus de vingt mais le taux d'usure peut varier d'un facteur un million. Il faut insister sur la solidité des soudures formées par usure adhésive.

La matière d'une pièce est transférée sur l'autre pendant le mouvement par soudage en phase solide. Les métaux, s'ils sont mutuellement solubles, forment des alliages par diffusion.

- si l'interface est moins solide que les pièces, les jonctions se cisailent par rupture adhésive, l'usure est modérée ou quasi nulle.
- si l'interface est plus solide qu'une des pièces, il y a rupture cohésive, usure sévère, voire grippage.

L'interface se fixe sur la pièce la plus résistante ou se détache sous forme de particules qui, écaillées et oxydées, peuvent contribuer à l'abrasion.

Le grippage épidermique, conséquence extrême du frottement par soudure, est facilité par divers facteurs comme :

- l'accumulation de matière devant les aspérités du frotteur qui augmente l'aire réelle du contact,
- la mise à nu des structures cristallines sans possibilité de pollution,
- l'accumulation de reliefs dans un sens parallèle à la direction du déplacement,
- l'échauffement.

III.1.2.3 Usure par corrosion, usure chimique

La corrosion n'est pas directement liée aux mouvements des pièces, mais elle interagit avec le frottement.

Les pièces sont rongées et portent de nombreuses piqûres. L'usure est aggravée par les contraintes mécaniques et le frottement. La corrosion attaque de façon différentielle les constituants des matériaux polyphasiques. Elle peut par exemple éliminer le plomb d'un cuproplomb, le métal est devenu alors poreux en surface. Dans une fonte grise elle peut détruire la perlite et laisser en place le graphite et la cémentite.

Les surfaces réagissent avec les ambiances agressives, les lubrifiants altérés . . . L'attaque chimique ou électrochimique est en général d'abord rapide, puis ralentie par la formation de films plus ou moins protecteurs qui peuvent passiver les matériaux et stopper, au moins provisoirement, le processus.

Le frottement peut accélérer la corrosion s'il élimine des films d'oxydes ou des sels peu résistants, inversement la corrosion peut détruire les qualités frottantes des surfaces. Les films superficiels durs peuvent améliorer la résistance à l'usure mais s'ils se détachent, ils risquent de favoriser l'abrasion.

III.1.2.4 Erosion

L'érosion est une usure abrasive particulière, causée par des impacts de particules solides contenues dans un fluide en mouvement ou par des particules liquides en milieu gazeux. Le comportement est très différent selon la nature du matériau.

-Si ce dernier est ductile, on trouve des rides annulaires très écrouies et cassantes et la vitesse d'usure passe par un maximum pour des angles d'incidence de **20 à 30°**.

-S'il est très dur et fragile, on ne trouve que des craquelures et l'usure augmente continûment avec l'angle d'incidence.

L'érosion diffère de l'abrasion car elle est corrélée avec l'énergie cinétique des particules qui frappent les surfaces à grande vitesse, créent des petits cratères par déformation plastique du matériau sous l'effet du cisaillement. La perte de matière résulte de la coupe ou des déformations alternées des aspérités formées par les impacts successifs.

Quand l'angle d'impact est faible, le phénomène de coupe est important, la résistance du matériau dépend très étroitement de sa dureté. S'il est grand, l'usure est due à la déformation des surfaces et le phénomène est beaucoup plus complexe : un matériau moins dur mais plus tenace peut fort bien résister.

III.1.2.5 Cavitation

La cavitation exige un mouvement relatif entre un solide et un fluide. Elle concerne en premier les organes pour fluides, pompes, hélices de bateaux . . . etc. mais aussi certains mécanismes lubrifiés : coussinets de moteurs ou engrenages, par exemple.

Des trous, à peu près hémisphériques, apparaissent hors de la zone frottante ou à sa limite, puis l'ensemble de la surface est rongé. La destruction, souvent catastrophique, est très rapide et très bruyante. C'est la cavitation que l'on entend l'eau<<chante>> dans une bouilloire.

Quand la pression du fluide descend localement au dessous d'une valeur critique (pas forcément sa tension de vapeur), des bulles se forment soudain à partir de germes : gaz dissous, microbulles, impuretés, rayures . . . Quand la pression remonte, les bulles implosent, la brutale condensation de la vapeur projette les molécules du liquide sur les parois, créant une onde de choc.

La théorie n'a pas encore permis de relier la cavitation aux propriétés mécaniques des matériaux. On sait par contre qu'elle est maximale à une certaine température, qui dépend du fluide : en dessous, ce dernier ne bout pas facilement, au-dessus, l'implosion est moins violente.

III.1.2.6 L'usure par fatigue

Elle est liée à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement.

L'usure par fatigue se manifeste par des fissures, des écailles et des changements de structure métallurgique. Il est lent et habituellement masquée par l'abrasion et l'adhésion. Induite par le frottement de roulement ou roulement avec glissement sous fortes charges répétées, on le rencontre essentiellement dans les engrenages et les roulements dont elle constitue le mode normal de destruction.

Il y a en fait deux sortes d'avaries distinctes :

- **La fatigue superficielle par écrouissage :**

Elle est due aux contraintes maximales de traction ou de compression.

- **La fatigue profonde ou écaillage :**

Après un long temps de vieillissement se produit une émission brutale de particules dont la surface atteint quelques mm^2 , la profondeur quelques dixièmes de mm, et dont la taille est sans rapport avec la structure du métal.

Les aspérités recevant des pressions cycliques se dégradent par fatigue, même lorsqu'elles sont séparées par un lubrifiant. Les pièces bombées qui reçoivent des contraintes bien plus fortes que les pièces planes s'usent beaucoup plus.

L'endommagement créé par les déformations plastiques, en surface ou en profondeur selon les conditions, provoque des transformations métallurgiques (par exemple, il transforme la martensite en troostite plus fragile) et l'amorçage de fissures.

III.1.2.7 Usure par fatigue thermique

C'est une dégradation par alternance d'échauffement et de refroidissements, qui touche des pièces comme les cylindres de laminoirs, les matrices de forge et aussi les surfaces rectifiées dans de mauvaises conditions.

La fissuration finale a un aspect caractéristique de mosaïque, dit de « faïençage ». Les fissures sont plus ou moins polygonales et suivent les joints de grains et s'enfoncent dans les matériaux perpendiculairement à la surface.

Les contraintes par flash thermique font alterner très vite compressions et tractions. Les premières déforment plastiquement les surfaces, les secondes descendent les grains par cisaillement, surtout si les joints sont oxydés. Le faïençage peut exister avant ou après frottement. Les contraintes résiduelles de traction, ou les contraintes de traction provoquées par frottement, facilitent la dégradation.

III.1.3 Les paramètres qui influent sur l'usure

L'usure est influencé par :

- Les propriétés mécaniques des matériaux (dureté, élasticité, la charge de rupture, ...);
- La pression de contact ;
- L'état des surfaces ;
- La température de fonctionnement.

On y remédie par le choix des matériaux, la lubrification, le refroidissement, le polissage des surfaces [27].

III.2 Les revêtements métalliques

III.2.1 Introduction

Différentes technologies de dépôts permettent d'apporter un matériau à la surface d'une pièce pour modifier ses propriétés. Parmi les techniques les plus utilisées nous pouvons citer : l'électrodépôt, les dépôts chimiques, l'immersion dans un bain de métal en fusion, les dépôts physiques ou chimiques en phase vapeur et la projection thermique. Les applications de ces dépôts concernent essentiellement la protection contre l'usure et la corrosion, la décoration ou la réalisation de dépôts à propriétés physiques spécifiques (électrique, magnétique, thermique,...).

III.2.2 Techniques de projection thermique

La projection thermique regroupe l'ensemble des procédés dans lesquels un matériau d'apport est fondu ou porté à l'état plastique grâce à une source de chaleur, puis est projeté à l'aide d'un gaz vecteur sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie. La matière à déposer, sous forme de poudre, de fil ou de baguette est fondue totalement ou partiellement dans une source de chaleur (flamme, arc électrique, plasma) (**figure 3.4**). Ces techniques permettent de projeter une grande gamme de matériau : métaux et alliages, cermets, céramiques et dans certaines conditions, des polymères. Une différence de **300°K** entre la température de fusion et la température de décomposition ou d'évaporation du matériau est nécessaire pour que le matériau puisse être projeté dans de bonnes conditions. [28]

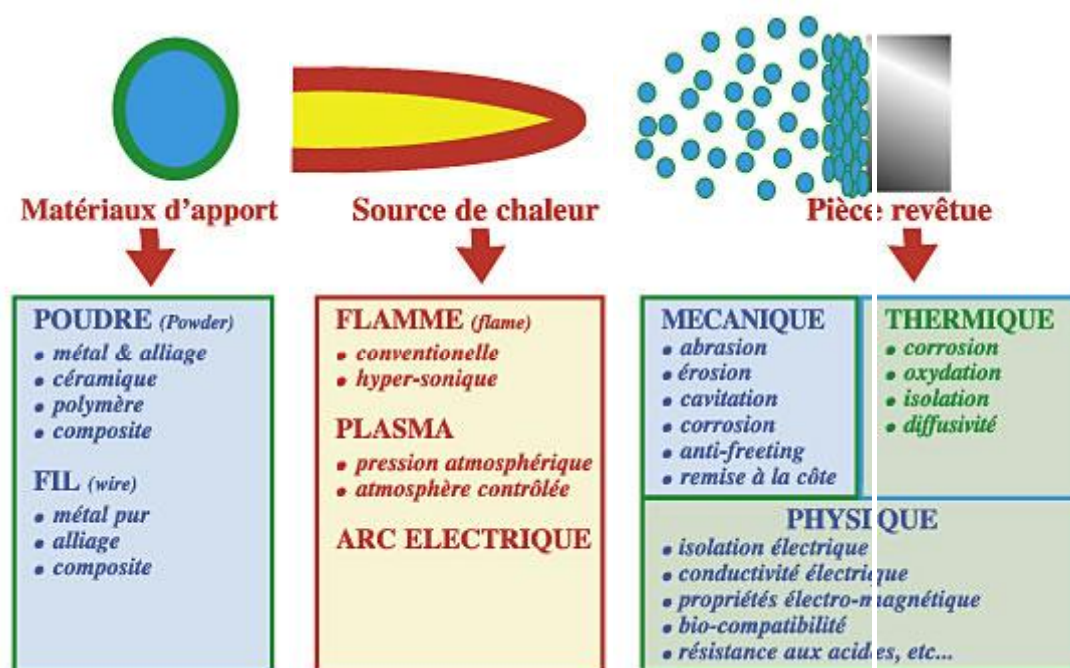


Figure 3.4 : Le principe de la projection thermique [28].

Il peut s'agir de projection par plasma, de projection par flamme (conventionnelle ou HVOF) ou de projection par arc électrique ; dans tous les cas le principe est le même, seules diffèrent les températures de traitement. La projection par flamme est bien adaptée pour la réalisation de dépôts de matériaux bas point de fusion (les thermoplastiques et certains métaux par exemple), la projection par arc électrique est utilisée pour la réalisation de revêtements à base de matériaux conducteurs électriques, la projection par plasma est adaptée aux matériaux très réfractaires comme les céramiques, oxydes par exemple.

Le procédé de projection se déroule de la façon suivante :

- Le matériau du revêtement désiré est injecté dans une source chaude (flamme, plasma ou arc électrique) sous forme pulvérulente ou sous forme de fil ;
- Le matériau est alors fondu sous forme de fines gouttelettes qui sont alors projetées sous l'effet du débit de gaz de la source chaude pour aller s'écraser à grande vitesse sur le substrat à revêtir ;
- Celles-ci se refroidissent extrêmement rapidement en cédant leurs calories au substrat ou aux couches précédemment déposées ;
- L'accrochage avec le substrat est très intime si celui-ci a été préalablement préparé.

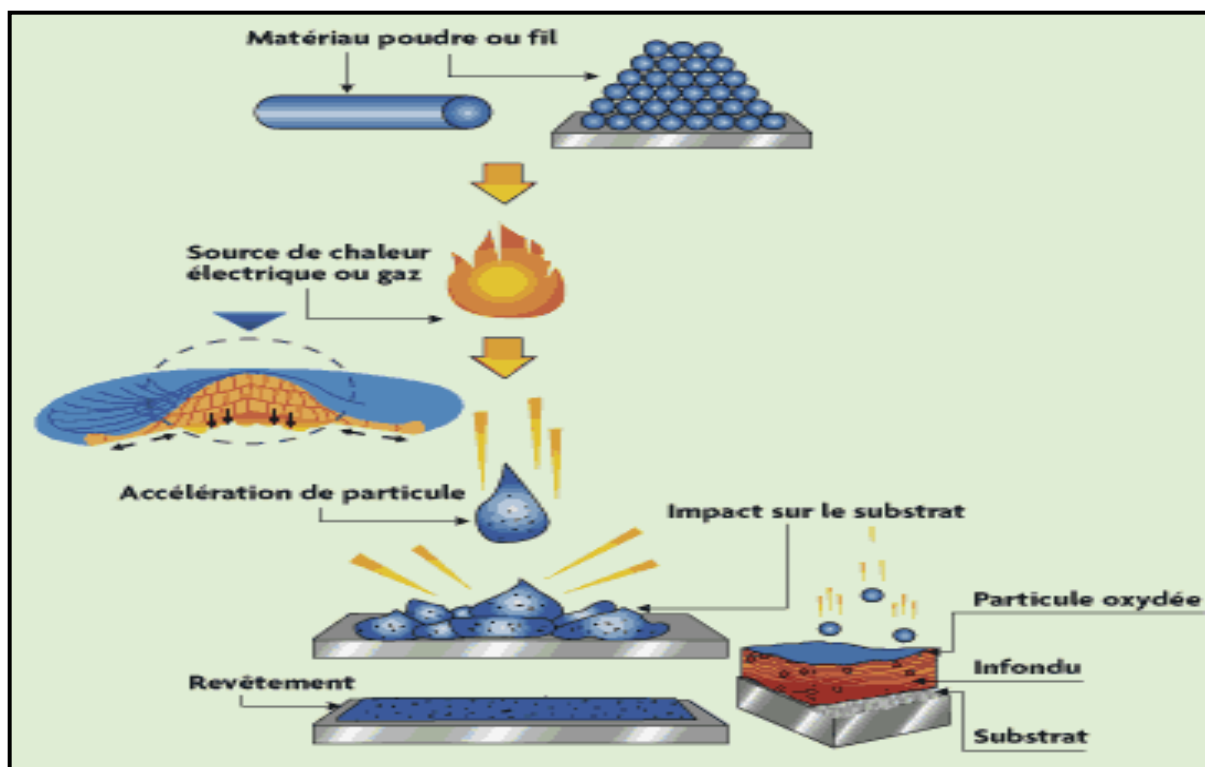


Figure 3.5 : Le procédé de projection thermique [29].

III.2.3 Différents procédés de projection thermique

Les procédés de projection thermique peuvent être classés en deux catégories suivant la source d'énergie utilisée flamme ou arc électrique.

III.2.3.1 Flamme supersonique

III.2.3.1.1 HVOF

La projection à la flamme supersonique utilise également une torche à flamme mais la géométrie spéciale de la tuyère et l'ajout d'une chambre de combustion (où règne une pression de **0.5 à 0.7 MPa**), suivie d'une tuyère convergente-divergente, permet à la flamme d'atteindre des vitesses supersoniques. Le matériau à projeter se présente généralement sous forme de poudre. Il est injecté à l'aide d'un gaz neutre dans la flamme où il est fondu et accéléré dans la tuyère à une vitesse de **300–600 m/s**. (Figure 3.6).

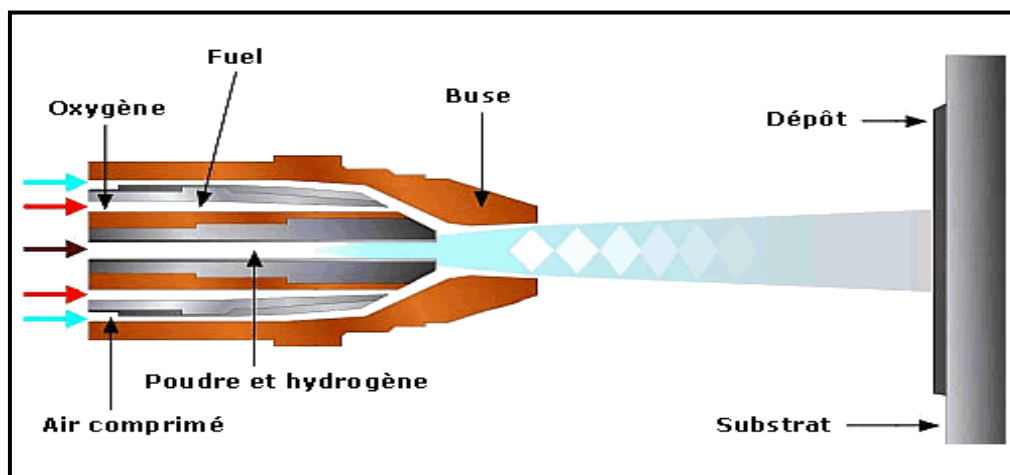


Figure 3.6 : schéma du principe de fonctionnement d'un pistolet HVOF [30].

Les pressions importantes atteintes dans le pistolet n'autorisent pas l'utilisation de l'acétylène comme gaz combustible (risque d'explosion). Pendant leur temps de séjour très court (quelques dixièmes de millisecondes) dans la flamme, les particules sont généralement chauffées à l'état pâteux, l'énergie cinétique (vitesse $>300\text{m/s}$) acquise permettant cependant la réalisation de dépôt caractérisés par une faible porosité ($<2\%$), une bonne adhérence ($70\text{-}100\text{MPa}$) et une faible rugosité de surface.

Les principales applications de ce procédé sont la projection de cermets (WC-Co , Cr-Co ou NiCr), de métaux, d'alliages et d'alliages auto fusibles.

HVOF: High Velocity Oxyfuel Flamme

III.2.3.1.2 Canon à détonation

Cette technique de projection thermique consiste à introduire le matériau d'apport sous forme de poudre, dans un tube fermé à une extrémité, en même temps que les gaz de combustion (généralement constitués d'oxygène et d'acétylène en quantité égales). Ce mélange détone grâce à une étincelle, les gaz brûlés sont balayés par de l'azote et les gaz explosifs frais réinjectés à la fréquence de 6 à 60 allumage par seconde. La poudre chauffée et éjectée à très grande vitesse (950m/s) par l'onde de choc qui se propage dans le tube avec une surpression de l'ordre de 2MPa (figure 3.7). Le régime de projection est discontinu. Les particules impactent dans un état plastique donc avec une oxydation très faible (moins de 0.1% en poids). La densification du dépôt est excellente compte tenu de la vitesse d'impact.

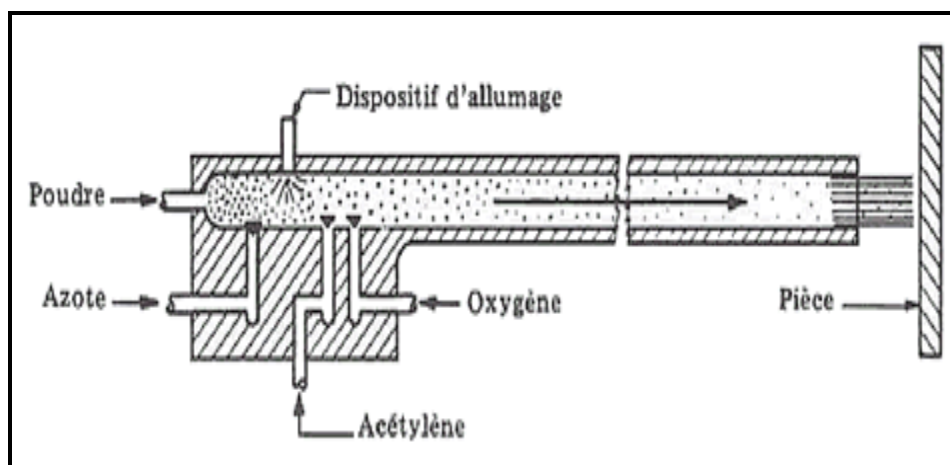


Figure 3.7 : schéma de principe d'un canon à détonation [30].

Ce procédé permet d'obtenir des dépôts très denses (porosité inférieure à **1%**), avec une adhérence élevée (souvent supérieure à **80 MPa**) et une rugosité faible ($Ra = \pm 3 \mu m$). Les taux de dépôt sont compris entre **2** et **5 Kg/h**. Il est, cependant, peu répandu du fait de la complexité et du prix du matériel. Les revêtements par canon à détonation sont réservés aux pièces techniques nécessitant une qualité de dépôt optimale. Les plus fréquemment utilisés sont les carbures de chrome ou de tungstène avec un liant métallique (**Ni** ou **Co**), l'alumine et l'oxyde de chrome. Une des principales applications de cette technique est la protection de rouleaux d'imprimerie par le cermet **WC-Co** et le revêtement de têtes de foreuses.

III.2.3.1.3 Plasma d'arc

La source de chaleur utilisée est un plasma thermique créé par l'ionisation partielle d'un gaz plasmagène. Le jet de plasma est caractérisé par des températures comprises entre **10000** et **14000 °K**. Celles-ci dépendent essentiellement de la composition du gaz plasmagène et de son enthalpie spécifique. Les vitesses de l'écoulement sont typiquement de l'ordre de **800** à **2200 m/s** en sortie de tuyère avec un plasma ayant une très faible densité ($1/30$ à $1/40$ du gaz froid). Cependant, l'écoulement reste subsonique du fait des vitesses élevées du son à ces températures. Ainsi, elle est supérieure à **2800 m/s** à **14000 °K** pour les mélanges **Ar-H** qui sont très utilisés pour la projection des matériaux réfractaires. Les particules de poudre sont introduites dans le jet de plasma à l'aide d'un gaz porteur, généralement de l'argon en raison de sa masse molaire élevée (Figure 3.8).

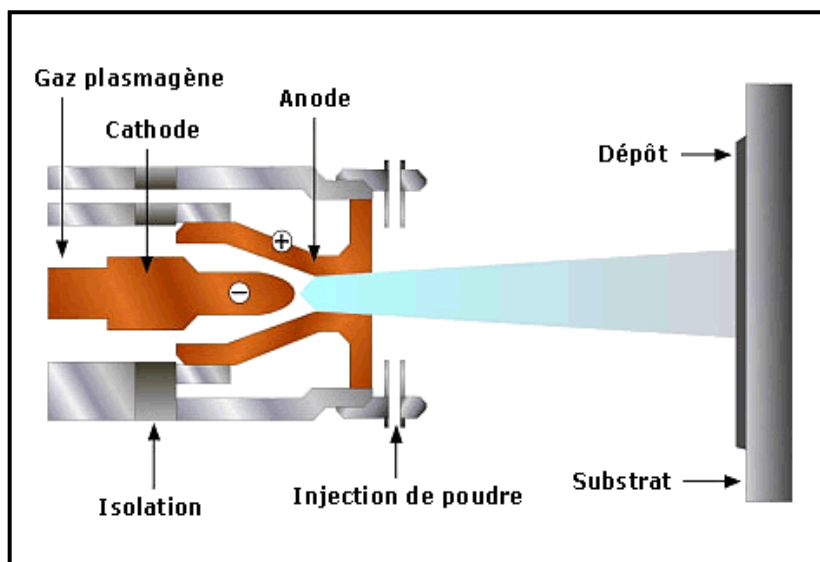


Figure 3.8 : Schéma de principe d'une torche à plasma d'arc [30].

Les dépôts réalisés avec cette technique ont de nombreuses applications : barrières thermiques, protection contre l'oxydation et la corrosion, résistance au frottement et à l'usure, revêtements conducteurs électriques et isolants, implants médicaux, etc.

III.2.3.1.4 Arc-fil

La projection arc-fil est une technique de revêtement de surface relativement économique qui compte de nombreuses applications industrielles. Elle est utilisée industriellement en Europe depuis 1945.

Le principe consiste à faire éclater un arc électrique entre deux fils ductiles consommables et à atomiser le matériau aussi fondu par un jet de gaz comprimé (généralement de l'air) qui le projette sur le substrat (**figure 3.9**). Les pistolets à arc électrique sont alimentés par des générateurs à courant continu avec des tensions d'arc comprises entre **25** et **40 V**, pour des intensités de courant allant de **100** à **500 A**. Ils sont essentiellement constitués de deux parties :

- La première sert à l'entraînement des fils ;
- La seconde assure la fusion et la projection du métal fondu ;

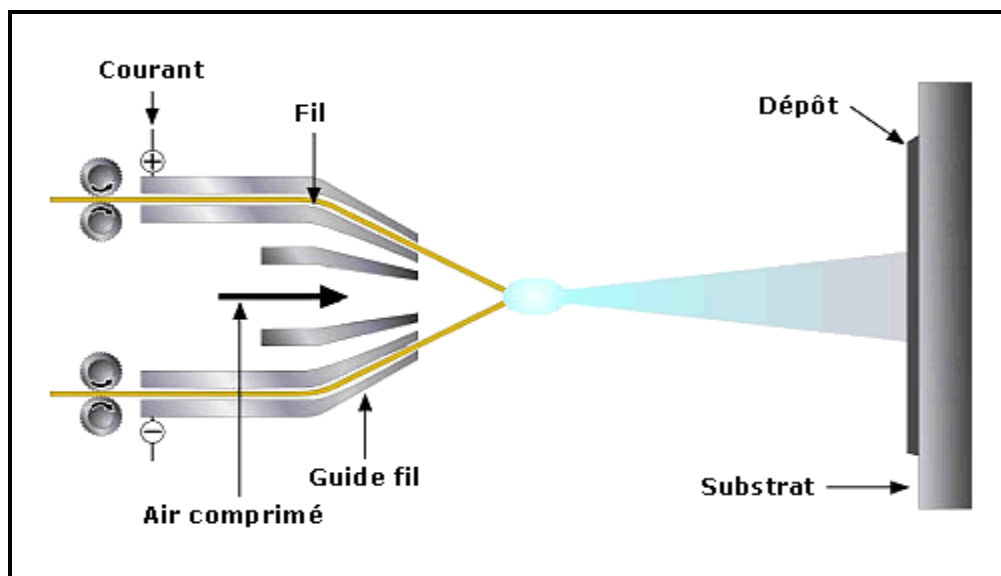


Figure 3.9: Schéma de principe d'un dispositif de projection à l'arc électrique [30].

A l'intérieur du pistolet, les fils sont guidés par deux tubes permettant, d'une part, le positionnement du fil avant son entrée dans la zone de fusion et, d'autre part, la transmission du courant électrique aux fils. Une buse située derrière le point d'intersection des fils, dirige un flux de gaz comprimé à grande vitesse sur l'extrémité des fils en fusion, et propulse le matériau atomisé sur le substrat. La température de l'arc, d'environ **6000°K** dans l'air à pression ambiante, est largement au-dessus du point de fusion des matériaux projetés, ce qui peut entraîner une vaporisation relativement importante et un chauffage excessif des gouttelettes. Cependant, ce dernier peut aider à créer des zones d'interaction métallurgique dans le dépôt ou à l'interface dépôt-substrat et des zones de diffusion améliorant, ainsi, sensiblement l'adhérence et la cohésion des dépôts.

Cette technique permet de réaliser des dépôts dont l'épaisseur varie. Son coût de mise en œuvre est relativement peu élevé par rapport aux procédés à la torche plasma ou à flamme en raison de conception particulièrement simple nécessitant une maintenance réduite. La technique de projection à l'arc électrique tire également sa compétitivité d'une productivité très élevée. Celle-ci peut aller jusqu'à **40kg/h** pour certaines modèles de pistolet, mais va jusqu'à **15kg/h** pour les modèles courants ce qui permet de réduire de **3 à 6** fois le cycle par rapport aux torches flamme ou plasma. [30]

III.2.3.2 Procédé à flamme

La projection thermique utilisant l'énergie calorifique provenant de la combustion de gaz est connue sous le nom de projection flamme.

III.2.3.2.1 Flamme –poudre

On désigne généralement sous le nom de projection flamme-poudre le procédé de projection thermique le plus ancien, consistant à introduire un matériau sous forme de poudre dans une flamme oxycombustible et à le véhiculer grâce à l'énergie cinétique transmise par les gaz de combustion (**figure 3.10**).

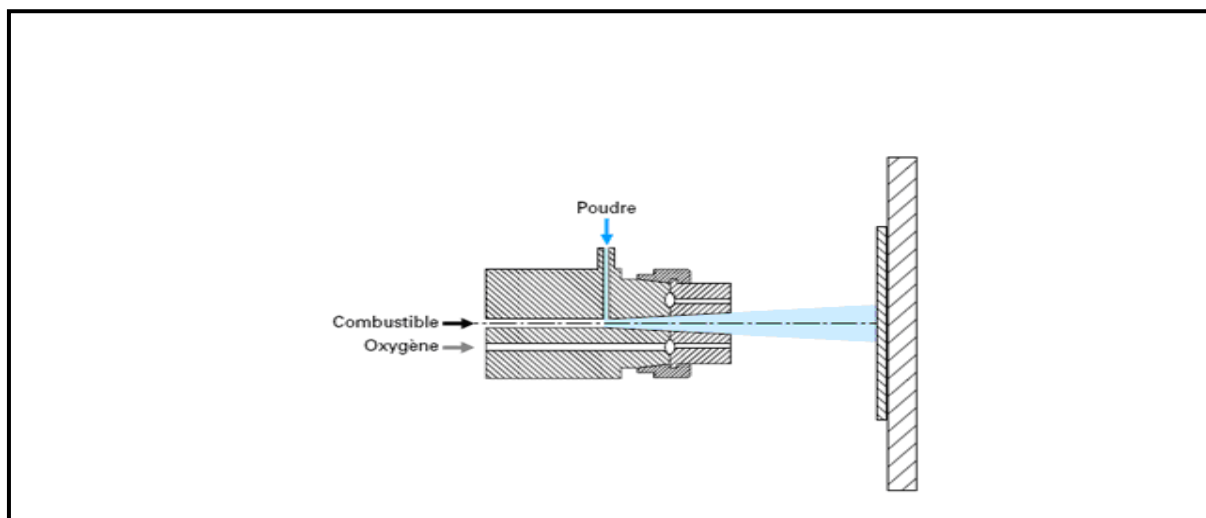


Figure 3.10 : schéma de principe d'un pistolet flamme-poudre [31].

Ce sous procédé utilise un pistolet flamme-poudre à réservoir séparé ou intégré. La poudre constituant le métal d'apport, tombant par gravité, se trouve aspirée par les combustibles et véhiculée par un gaz porteur (air, gaz neutre) vers la flamme où elle sera fondue et enfin projetée sur le substrat.

Il est nécessaire de rappeler que ce dernier est probablement le plus simple des procédés de projection thermique. Mais cela n'empêche qu'il soit apprécié par les services de maintenance pour sa facilité d'emploi et pour le grand intérêt qu'il représente dans la résolution des problèmes comme le rattrapage des cotes et les problèmes d'abrasion ou de corrosion.

III.2.3.2 Flamme-fil

Il existe également un procédé appelé « projection Flamme-fil» où le matériau d'apport est sous forme de fil, de baguette ou de cordon. Il utilise les mêmes gaz que ceux utilisés en projection flamme-poudre (**oxygène+gaz combustible**) auxquels s'ajoutent de l'air comprimé servant à l'atomisation de l'extrémité fondue des fils. La vitesse des particules est plus élevée (environ **150m/s**). La température de l'extrémité du fil ou de la tige peut atteindre **0,95** fois la température de la flamme ce qui permet de projeter des céramiques. Les taux horaires varient de **1 kg/h** à plus de **30 kg/h** en fonction du matériau, des diamètres de fil ou de baguettes utilisées et des propriétés de dépôts recherchées (**figure 3.11**) [28].

La projection Flamme-fil, plus connue sous le nom de métallisation ou shoopage a été inventée en 1910 par le suisse *Schoop* qui a développé le premier pistolet de projection thermique de fils métalliques. L'appareil consistait en un brûleur dans lequel un carburant, acétylène ou hydrogène, était mélangé avec de l'oxygène pour créer une flamme en sortie de tuyère de brûleur. Un jet d'air comprimé entourant la flamme atomisait et propulsait le métal fondu. La continuité du procédé dépendait de l'approvisionnement du fil dans la flamme avec une vitesse contrôlée de façon à le fondre et le projeter avec un flux continu. *Schoop* résolut ce problème en utilisant une turbine qui actionnait un système d'engrenages et de molettes qui tirait le fil dans la tuyère du brûleur. Cette appareillage lui apparut similaire à un pistolet, depuis c'est pour cette raison que l'on parle de « pistolets » de projection thermique et rarement de « torche ». Le principe de fonctionnement d'un tel pistolet est illustré sur la figure du dessous.

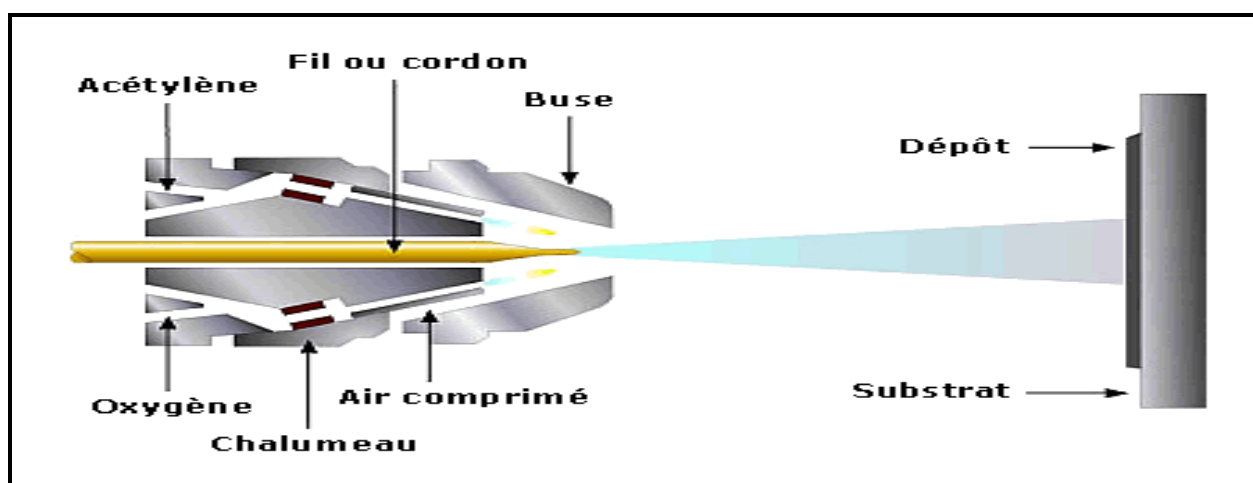


Figure 3.11: schéma de principe de la projection thermique à Flamme-fil [29].

Ce type de procédé de projection thermique a été très largement utilisé et l'est encore aujourd'hui pour les travaux de réparation d'éléments de machine et la protection contre la corrosion.

III.2.4 Formation et caractéristiques du dépôt

En associant les différentes techniques de projection thermique, nous pouvons dire que les matériaux utilisés sont très nombreux et que leur nombre augmente en fonction d'applications nouvelles.

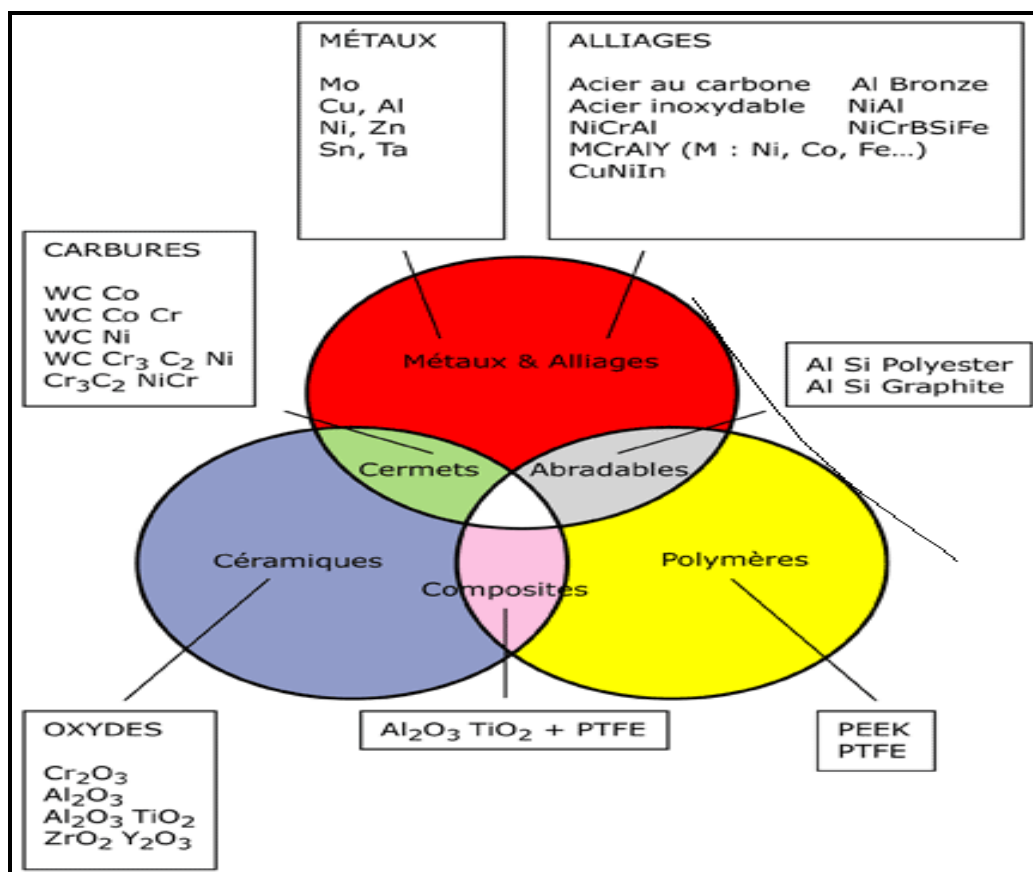


Figure 3.12 : Matériaux utilisés pour la projection thermique.

Les revêtements sont caractérisés par plusieurs facteurs dont les plus significatifs sont :

- La structure ;
- L'adhérence ;
- La dureté ;
- La densité (porosité) ;
- Les contraintes résiduelles ;

III.2.4.1 Formation et structure d'un dépôt réalisé par projection thermique

Les particules qui sont projetées sur un substrat s'écrasent sur celui-ci pour donner une superposition de couches sous forme lamellaire (**figure 3.13**). En général, la phase de solidification débute avant la fin de la phase d'étalement, les particules impactent sur des lamelles déjà solidifiées, donc le dépôt résulte de l'empilement de lamelles, il a une structure lamellaire et ses propriétés sont différentes de celles de matériau massif. [32]

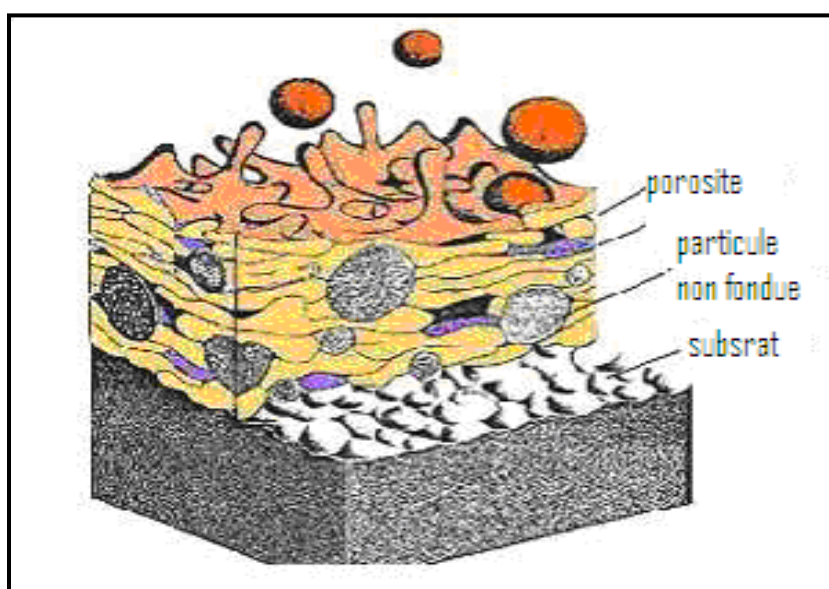


Figure 3.13 : Coupe d'un dépôt obtenu par projection thermique [33].

III.2.4.2 L'adhérence

De façon générale, le comportement d'un revêtement dépend fortement de la qualité d'adhérence entre le substrat et les couches préalablement déposés. Cette adhérence est essentiellement de type mécanique : sous l'influence des forces de pression à l'impact. La matière à l'état plastique est projetée dans les creux de la surface en établissant des points d'encrage.

Des publications prétendent à ce sujet que pour certains matériaux, par exemple sur certains substrats (alumine de nickel, et de molybdène sur base fer), il est possible d'observer une zone de diffusion intermétallique.

Néanmoins, en général, l'accrochage du dépôt est seulement mécanique, et suivant les matériaux projetés et les paramètres de projection l'adhérence varie de 20 à 150 MPa[34].

Le problème d'adhérence des dépôts projetés thermiquement est l'un des points essentiels à résoudre pour obtenir des résultats fiables dans des conditions d'utilisations sévères.

Pratiquement, on retiendra les conclusions de zaat [35]

- Le substrat doit être très propre et le dépôt doit être effectué au plus tard dans les **20mn** qui suivent le sablage [34].
- La surface doit être rugueuse afin de faciliter l'adhésion mécanique, d'augmenter la surface de contact et l'énergie de surface par déformation plastique.
- Les contraintes résiduelles entre le dépôt et le substrat peuvent entraîner le décollement du dépôt au refroidissement.

III.2.4.3 La dureté

Les matériaux projetés thermiquement sont constitués de particules juxtaposées, liées entre elles. Ceci se traduit en générale par une dureté, elle est généralement influencée par :

- Les duretés intrinsèques des particules ;
- Le degré de cohésion entre particules ;
- Le taux de porosité et les inclusions d'oxydes.

L'impact des particules suivantes sur les précédentes entraîne un phénomène d'écrouissage. Les particules sont soumises à un phénomène de trempe, lié à leur trajet et à la température du support. En un temps très court, la température d'un acier projeté à **1500°C**, chute rapidement à **100°C**.

III.2.4.4 La densité

Les dépôts projetés à chaud dans l'air sont poreux. Cette porosité est plus ou moins importante suivant le mode de projection. La dimension des particules et leur vitesse ont une influence importante en ce qui concerne la densité des dépôts. Pour les dépôts métalliques, cette densité est également fonction du taux d'oxydes formés pendant la projection [36].

III.2.4.5 Les contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles, qui sont généralement dues au retrait du dépôt pendant le refroidissement. Au fur et à mesure de l'édification du revêtement, les contraintes augmentent.

A l'atteinte d'une certaine épaisseur, ces contraintes dépassent la contrainte d'adhérence donnant lieu à une décohésion du dépôt. L'état global des contraintes résiduelles dans le revêtement et dans le substrat est lié aux procédés de projection utilisés, à la nature des matériaux et leurs microstructures.

Pour remédier à ce phénomène, il faut réduire les gradients de températures par préchauffage avant la projection et maintenir le plus possible le revêtement à une température basse.

III.2.4.6 Les porosités

Par convention tous les revêtements obtenus par projection thermique contiennent des pourcentages en porosités allant de (0,025 jusqu' à 50) [29]. Ces substances ont pour cause :

- La basse énergie d'impact (fusion partielle) ;
- Le relâchement et le rétrécissement des contraintes.

Les porosités peuvent nuire au revêtement car :

- ☞ Elles favorisent la corrosion ;
- ☞ Elles ont une mauvaise aptitude à subir des finitions en usinage ;
- ☞ Elles abaissent les caractéristiques d'usure, l'adhérence et la micro dureté.

Elles peuvent aussi représenter des avantages en ce qui concerne :

- ☞ La lubrification (elles constituent des réservoirs de lubrification) ;
- ☞ La réduction des niveaux de contraintes ;
- ☞ L'augmentation des propriétés de résistance aux chocs ;
- ☞ L'augmentation de la barrière thermique.

III.2.4.7 Les oxydes

Tous les procédés de projection sont caractérisés par la formation de couches d'oxydes dans le dépôt. Elles sont généralement beaucoup plus dures que le métal dans lequel elles sont incluses, les couches contenant de grands taux d'oxydes sont habituellement plus dures et plus résistantes à l'usure, par contre elles représentent des inconvénients en ce qui concerne la corrosion et les forces d'adhésion.

III.2.5 Méthodologie de réalisation d'un revêtement

Réaliser un revêtement suivant l'état de l'art nécessite toute une démarche qui peut être illustrée par le diagramme suivant et par le recensement des différentes phases successives :

- **Analyse du problème de surface à résoudre** : elle doit aboutir à la définition du cahier des charges du revêtement à mettre en œuvre,
- **Le choix du matériau du revêtement** : Il est sélectionné en fonction des contraintes du problème,
- **Le choix de la technique de projection** : elle est sélectionnée en fonction du matériau sélectionné et des caractéristiques du revêtement recherché,

- **Le choix de la technique de préparation de surface** : elle doit être compatible avec le substrat traité,
- **La définition de l'épaisseur optimale du revêtement** : elle est définie par le composant et ses sollicitations de fonctionnement. Dans le cas d'une surface qui subit de l'usure, l'épaisseur minimale est déterminée par le maximum d'usure autorisé et une épaisseur minimale de dépôt uniforme, et aussi essentiellement par le coût. Le surplus d'épaisseur nécessaire à l'usinage final ou à la rectification ou rodage doit être correctement estimé ; il est important d'apprécier que si à la suite de l'usinage final la côte n'est plus bonne pour l'utilisation de la pièce traitée, toute l'opération de traitement de surface est à refaire, il faut donc prévoir une marge de sécurité. La rugosité du revêtement est alors un paramètre à prendre en compte pour la mesure des épaisseurs déposées. Typiquement des épaisseurs de **150** microns à plus d'un millimètre (voir plusieurs millimètres dans le cas de certains matériaux et certaines techniques de projection),

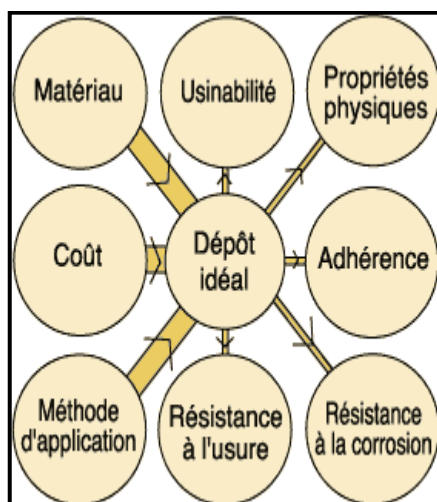


Figure 3.14 : Les paramètres à considérer pour la réalisation d'un revêtement par projection thermique [29].

III.2.6 Préparation de surface

Dans le terme préparation, il y a l'idée d'opération préalable. Bien que ces opérations soient utilisées le plus souvent, pour la mise en condition des surfaces de façon à les rendre aptes à recevoir une finition, une couche, un dépôt, la notion de mise en condition de réception ne peut servir à la définition générale des préparations de surfaces, les buts des préparations étant plus diversifiés.

Le but d'un traitement de surface est de communiquer à cette surface des propriétés qu'elle n'a pas spontanément. Si le métal possède intrinsèquement ces propriétés, une préparation de surface pourra les révéler, sinon un changement de nature de la surface est nécessaire.

Dans le premier cas la préparation de surfaces est une finition, dans le second cas la préparation est une mise en condition de réception de la surface pour un revêtement (conversion, galvanoplastie, etc.). La même opération peut donc avoir des objectifs différents et les critères de jugement de la quantité de la préparation seront différents.

En particulier, pour des opérations souvent vues comme de simples nettoyages, la notion de surface propre, au sens nettoyée, n'est pas suffisante pour décrire la validité d'une préparation à un but donné.

III.2.6.1 Contrôle des surfaces traitées

Les laboratoires de contrôle disposent de moyens et de méthodes variés pour mesurer les qualités d'une surface traitée (rugosimètre, brillance mètre, analyses chimiques diverses, métallographie). La surface dont nous parlons est en fait un volume, avec des éléments étrangers sur le métal, dans les imperfections de continuité du métal (joints de grains, fissures, porosité, jonctions et assemblage de pièces).

Ces éléments étrangers dépendent de l'origine de la pièce, il s'agit :

- Des oxydes et des scories de traitement ou d'usage à hautes températures (fonderie, laminage, reprise après traitement thermique);
- Des «calamines» et des graisses brûlées;
- Des poussières et des copeaux (polissage, usinage);
- Des traces d'eau ;
- Des sels minéraux
- Des éléments de la couche superficielle du métal écrouie ou non ;
- Des bavures (traitement de surface, usinage).

III.2.6.2 Principales opérations de préparation de surface [29]

III.2.6.2.1 Le Dégraissage

Ce que l'on cherche à éliminer dans cette opération, ce sont des graisses animales, végétales ou minérales ainsi que leurs produits de dégradation et toutes les souillures qu'elles retiennent. Le dégraissage s'effectue soit par dissolution en milieu de solvants organiques, soit par saponification (donc en milieu alcalin), soit par émulsification à l'aide d'un tensioactif.

Dans la plupart des cas, on aura recours à une élévation de température suffisante pour ramollir la souillure grasse. De même un effet mécanique (jets, brosses, ultrasons, bulles de gaz émis par électrolyse) est souvent nécessaire. Suivant les besoins, le dégraissage sera plus ou moins profond. Pour un dégraissage très poussé, il convient de faire suivre le dégraissage chimique d'un électrolytique (dont l'action ne saurait se résumer à l'action des bulles)

III.2.6.2.2 Le Décapage

Le nom générique de décapage regroupe les procédés éliminant les produits solides adhérents au métal (oxydes, sable de la «peau de fonderie»). Pour le fer et l'acier, le décalaminage élimine les couches d'oxydes anhydres formées à hautes températures, alors que le dérouillage concerne les oxydes hydratés de la corrosion naturelle. En effet, dans les ateliers, on utilise souvent un vocabulaire légèrement « décalé » par rapport à la langue et la réalité technique, notamment en matière de décapage, avec des termes comme décalaminage, décrochage, désoxydation, etc. .

Les méthodes de décalaminage sont chimiques, électrochimiques, mécaniques ou thermiques. Les méthodes chimiques et électrochimiques utilisent des solutions agressives acides ou alcalines, ou encore des oxydants forts.

Dans la plupart des cas, une mauvaise préparation de surface est l'origine d'un traitement de surface défaillant, mais sa situation très en amont dans la chronologie de la gamme des traitements rend parfois difficile l'identification de la culpabilité.

La qualité d'une préparation est une notion relative. Selon les utilisations, ni les éléments gênants ni leur teneur limite ne sont les mêmes.

*Etude
expérimentales*

Chapitre IV

*Matériaux et techniques
expérimentales*

Introduction

Dans ce chapitre nous présentons les techniques expérimentales que nous avons utilisées pour caractériser les matériaux étudiés.

Plusieurs techniques ont été mises en œuvre pour la caractérisation métallurgique, tribologique et électrochimique telles que :

- ✓ Microscope électronique à balayage.
- ✓ Diffraction des rayons X.
- ✓ Potentiostat (études électrochimiques).
- ✓ Micro duromètre (profil de microdureté).
- ✓ Tribomètre à disque rotatif.

IV.1 Le matériau étudié

Le matériau sur lequel est basée notre étude est un alliage de magnésium de nuance AZ91 sous forme d'une tôle mince de 3 mm.

IV.2 Composition chimique d'AZ91

La composition chimique des principaux alliages de magnésium est la suivante :

Tableau 4.1 : Composition chimique des alliages de magnésium.

Eléments (%)	Al	Zn	Mn
AZ91HP	8,5-9,5	0,45-0,9	0,15
AM50	5,3	0,16	0,35
AM60	5,7-6,3	0,2	0,15

Autres impuretés : Cu, Si, Fe, Ni

IV.3 Préparation des échantillons

A partir d'une tôle initiale, on a découpé neuf échantillons de (30×20 mm²) qu'on a partagé en trois groupes de trois échantillons, deux groupes ont subies des dépôts métallique et le troisième est resté à l'état brut.

IV.4 Les dépôts métalliques utilisés

Les dépôts que nous avons projetés sur la surface de notre alliage sont les suivantes :

- Le premier dépôt est un acier au chrome-nickel-manganèse Cr-Ni-Mn de composition chimique suivante :

Tableau 4.2 : composition chimique en pourcentage massique de l'acier au chrome-nickel-manganèse.

Éléments	C	Cr	Ni	Mn	Si
Composition chimique	0,15%	18%	8%	6%	0,4

- Le deuxième dépôt est en molybdène.

IV.5 Le pistolet utilisé

La projection de ces deux dépôts a été réalisée auprès de l'entreprise Algérie métallisation située au niveau d'Alger, au moyen d'un pistolet à arc électrique en utilisant deux fils de type « thermo spray 234 » où les deux fils sont de même composition chimique.

IV.6 Paramètres de projection

Avant de procéder à la projection, les surfaces à revêtir doivent d'abord être rigoureuses, cela a été réalisé par le sablage, en projetant des fines particules de corindon à haute pression en vue de les rendre rugueuses (formation d'aspérités), afin d'augmenter l'adhérence mécanique du dépôt sur le substrat.

Le sablage présente également l'avantage d'induire sur la surface de la pièce à revêtir des contraintes de compression qui améliorent notamment l'adhérence du dépôt au substrat [37].

La durée de sablage est de 4 à 5 mn sur chaque pièce à revêtir.

Les paramètres qu'on a utilisés dans l'entreprise Algérie métallisation sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.3 : Paramètres de projection utilisés.

Diamètre du fil	Pression de projection	Tension de générateur	Intensité du courant	Distance de projection	Angle de projection
2mm	3Bar	30V	100A	140-160mm	90°

IV.7 Techniques de caractérisation

IV.7.1 Observation métallographique

La préparation des échantillons pour observation métallographique passe par le polissage mécanique à l'aide d'une polisseuse sous aspersion de l'eau avec des papiers abrasifs de différents granulométries (du plus gros au plus fin : n° 180, 220, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500, 2000 et 2500).

Pour révéler la microstructure de nos échantillons après polissage en vue des observations au microscope métallographique, ils sont attaqués chimiquement en utilisant le Nital comme réactif composé de 5% soit 5 ml d'acide nitrique (HNO₃) et 95% soit 95 ml d'alcool éthylique.

IV. 7.2 Analyse par diffraction des rayons X

La Diffraction par les rayons X permet l'identification des phases en présence et leurs évolutions, elle permet aussi la détermination de l'orientation des grains sur les couches superficielles du matériau (environ 10 µm). Les composés cristallisés obtenus sont caractérisés à partir de la position des raies et en se basant sur les données des fiches ASTM (*American Society for Testing Materials*), on peut identifier et indexer, dans les limites de précision de la technique, les phases et les constituants des matériaux.

La présence d'une phase nécessite l'identification d'au moins trois de ces pics caractéristiques, alors que sa prédominance est indiquée par ceux les plus intenses.

L'ensemble des spectres de diffraction a été réalisé au niveau du hall de génie de procédés de l'université de Bejaïa à l'aide d'un diffractomètre à rayons-x de type panalytical ayant les caractéristiques suivantes :

- ✓ Tube à rayon-X type PW3373/00 Cu LFF DK157668.
- ✓ Une anticathode en Cu.
- ✓ Un voltage de 45KV.
- ✓ Un courant d'intensité $I = 30 \text{ mA}$.

Le diffractomètre Panalytical est un diffractomètre à rayons X haute résolution offrant la possibilité de cartographie en espace réciproque 2-D. La source de rayons X emploie le rayonnement monochromatique $K\alpha_1$ du Cu, avec une divergence angulaire de 12 secondes grâce à un monochromateur Bartels. Le porte-échantillon peut accommoder une plaquette pleine grandeur jusqu'à 150 mm de diamètre et offre la cartographie en X-Y pleine grandeur. Deux modes d'optique secondaire sont disponibles; le mode de fente réceptrice et un cristal analyseur à axe triple, préféré pour la cartographie en espace réciproque. Le porte-échantillon permet des déplacements en X-Y pour produire des cartes d'espace réel 2-D des caractéristiques des pics de Bragg.



Figure 4.1 : Diffractomètre à rayons-x type panalytical.

IV.7.3 Analyse par microscope électronique à balayage

La spectroscopie dispersive des rayons X en énergie est une technique de microanalyse qui utilise les rayons X émis par l'échantillon sous l'impact du faisceau d'électron et permet de déterminer la composition élémentaire du volume irradié.

L'ensemble des analyses sont faites au niveau du département de génie de procédés de l'université de Bejaia à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type FEI Quanta ESEM FEG.

Le Quanta ESEM FEG de la FEI est un type spécial de haute performance microscope électronique à balayage (MEB). Il est équipé d'un canon de campagne de Schottky d'émission (FEG) pour une résolution spatiale optimale. L'instrument peut être utilisé en mode haut vide (HV), low-mode aspirateur (LV) et le mode dite ESEM (Environmental SEM) qui permet d'étudier des échantillons à des pressions allant jusqu'à 5 Torr. Le microscope est équipé d'un Inca Oxford Energy Dispersive X-ray (EDX) système pour l'analyse chimique, Analyse qualitative et quantitative de la cartographie élémentaire.

Les conditions d'utilisation sont en général : une tension d'accélération de 0.5-30 kV pour un courant de faisceau < 10 nA et une résolution à 30Kv est égale à 2nm.

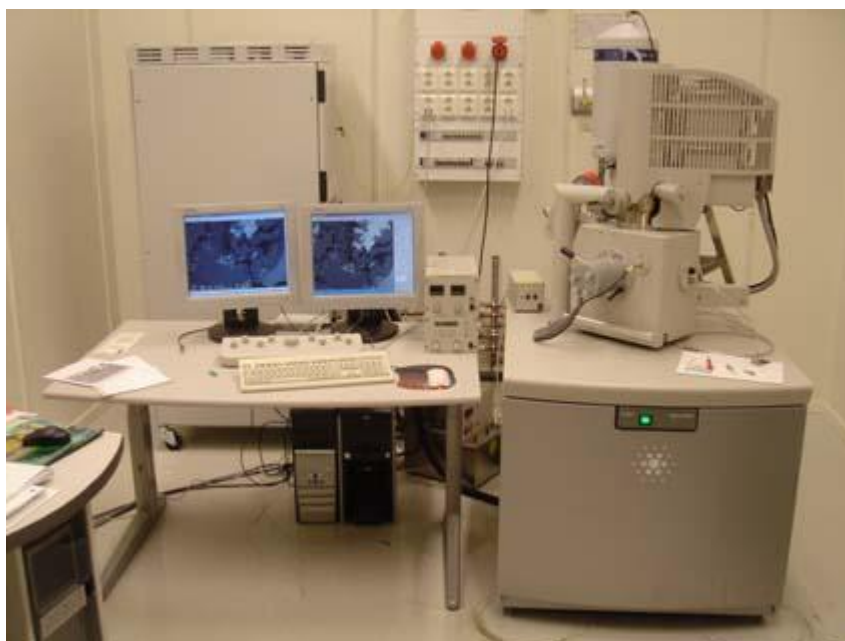


Figure 4.2 : Microscope électronique à balayage analytique Quanta ESEM FEG de la FEI.

IV.7.4 Essai de microdureté

La microdureté est une mesure de la résistance opposée par la surface d'un matériau à la pénétration d'un pénétrateur plus dur, sous faible charge (0.1 N à 10 N) [24].

L'ensemble des observations métallographiques et les essais de microdureté Vickers sous 200gr ont été réalisés au microduromètre Zwick HV 10 (Figure 4.3). Il est équipé d'une caméra CCD, l'ensemble est relié à un ordinateur qui permet le traitement des images et la mesure des empreintes de microdureté.

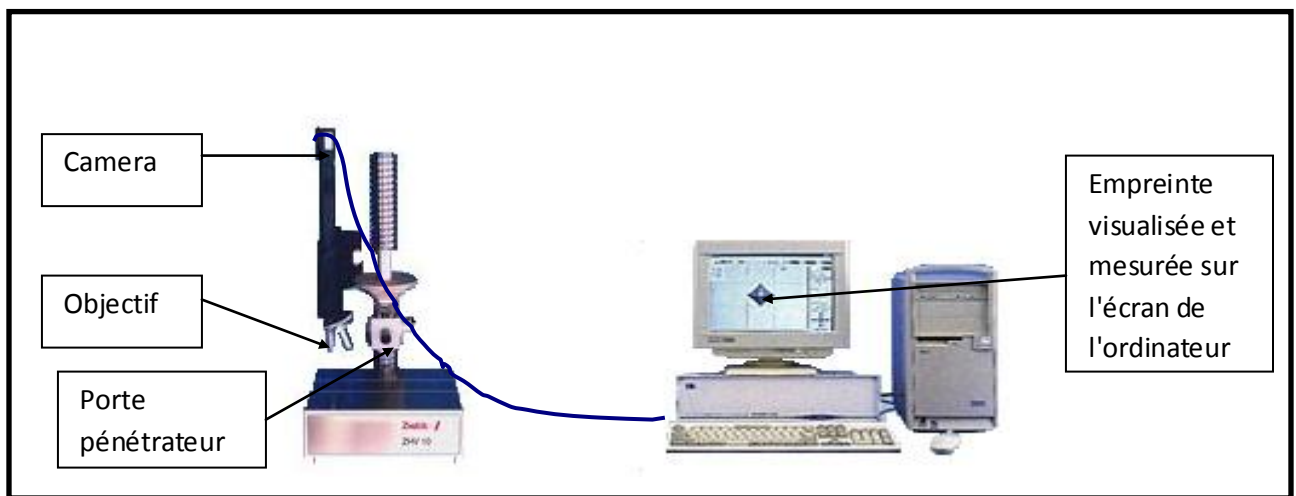


Figure 4.3 : Dispositif du microduromètre Zwick HV10 piloté par ordinateur (Laboratoire de technologie des matériaux et génie des procédés, université de Bejaia).

Dans les essais de microdureté Vickers, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet entre deux faces triangulaires vaut 136° (Figure 2.4). La dureté Vickers est alors définie par le rapport :

$$HV = \frac{m}{S}$$

Avec : m la charge appliquée (en kg) par le pénétrateur.

S la surface latérale (en mm^2) de l'empreinte pyramidale.

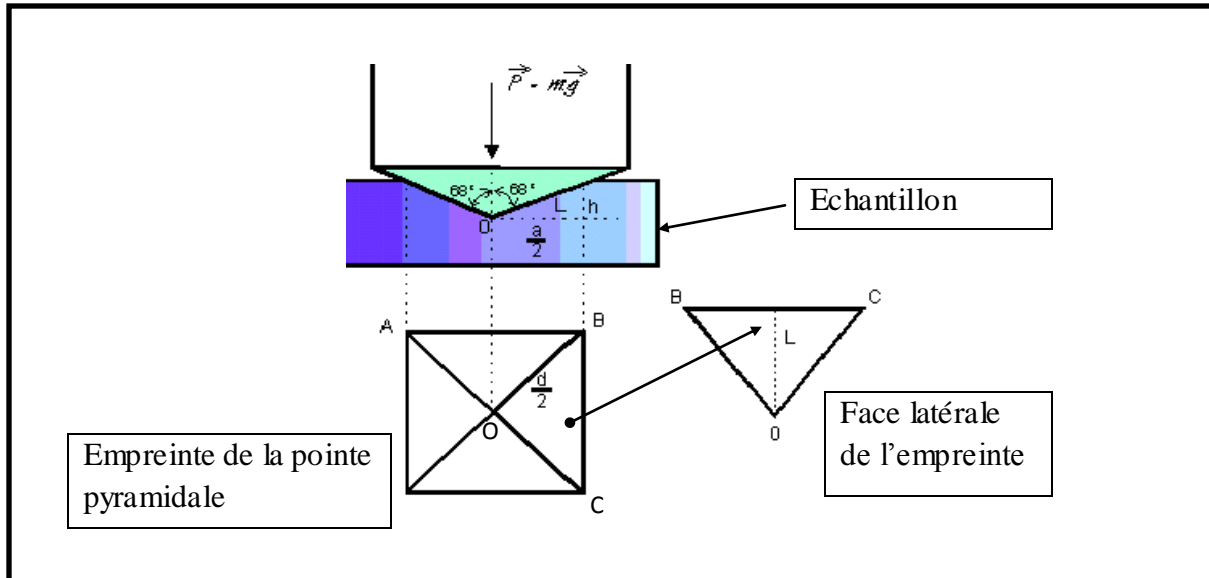


Figure 4.4 : Le pénétrateur en diamant et forme de l'empreinte après essai.

La surface latérale de l'empreinte étant $S = 4.L.a/2$.

Avec $L = a / (2.\sin 68^\circ)$ et $a = d / \sqrt{2}$,

On a alors $S = d^2 / (2.\sin 68^\circ)$

Soit : $HV = 1,8544.m/d^2$

Avec : m en kg et d en mm.

Il suffit de mesurer la longueur d de la diagonale de la base carrée de l'empreinte pour accéder à la valeur de la dureté Vickers. En pratique, on mesure les longueurs d_1 et d_2 des deux diagonales et on en prend la valeur moyenne.

Les essais effectués ont été réalisés avec une charge 200 gr. L'empreinte après essai est mesurée à l'aide du logiciel TextXPert.

IV.7.5 Tests d'usure

Dans la partie suivante, on tentera de montrer le principe de base se rapportant aux essais de frottement, d'usure et de perte de masse. On présentera dans un premier temps, la démarche d'utilisation de la machine lors de la mesure de la force tangentielle jusqu'à l'établissement de la courbe de la variation du coefficient de frottement en fonction du temps, dans un deuxième temps, on va calculer la perte de masse pour chaque échantillon, enfin en troisième cas, on indique la méthode d'essai d'usure basée sur la loi d'ARCHAD. Dans tout les cas, l'échantillon est soumis à une force normale « F_n » produite par la charge « P » et une vitesse de rotation réglable par un convertisseur de fréquences.

Les testes d'usure ont été effectués au niveau du département de métallurgie et génie des matériaux de l'université de BADJI Mokhtar de Annaba.

IV.7.5.1 Construction de la machine

La machine à essai d'usure (tribomètre) est composée de (voir la figure 4.5 et la figure 4.6)

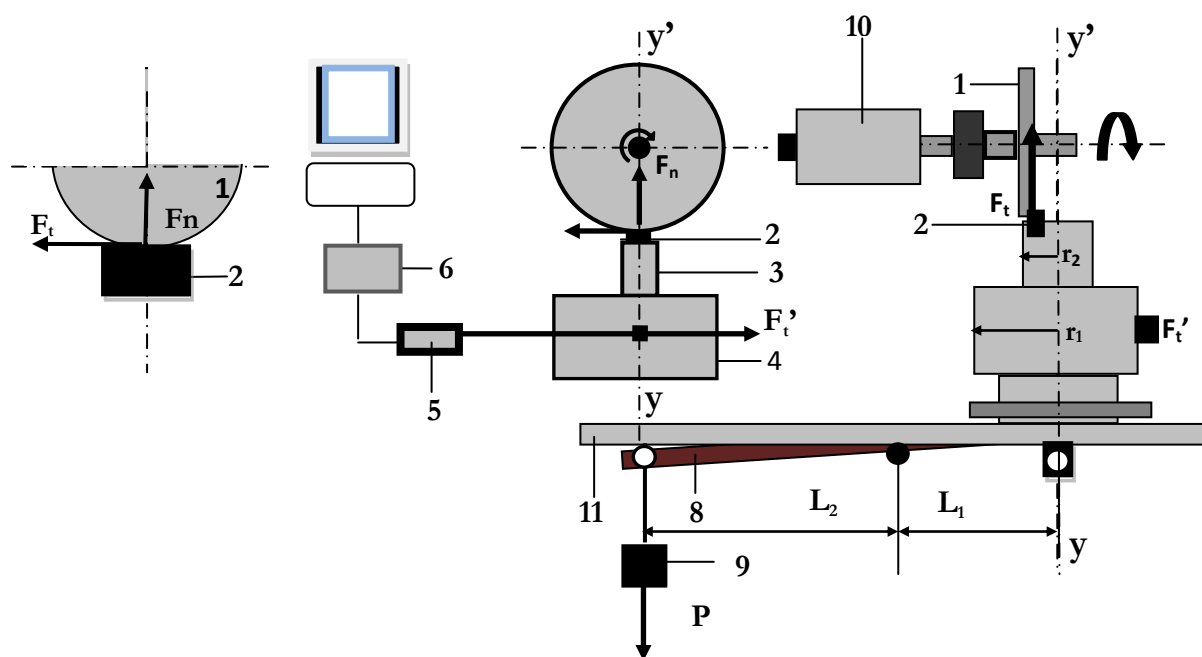


Figure 4.5 : Schéma simplifié du montage d'usure.

La figure 2.6 montre le schéma du tribomètre qui comprend : Un galet en acier 100C6 traité (1), au contact de l'échantillon (2) ; (3) porte échantillon ; une balance de chargement (8) reliée, d'un côté, au tambour (4) et de l'autre au poids (9) ; un capteur (5) pour mesurer l'effort tangentiel, relié au tambour ; (6) interface ; (7) ordinateur ; (10) moteur ; (11) table ;



Figure 4.6 : Photographie du tribomètre utilisé.

L'ensemble d'acquisition des mesures lors des essais est constitué d'un capteur de force travaillant à l'extension, d'une carte interface et d'un logiciel SCAIME qui nous permet d'afficher la valeur en unité de la force tangentielle.

IV.7.5.2 Caractéristiques techniques de la machine

- | | |
|---|------------------------------|
| • Dimension | L×B×H est 1000×600×900 (mm). |
| • Poids | 120Kg. |
| • Alimentation | 380V. |
| • Fréquence maximum | 50Hz. |
| • Vitesse de rotation maximum du moteur | 2895tr/mn. |
| • Puissance du moteur | 3KW. |
| • Charge maximum | 12Kg. |
| • Diamètre du galet | 60mm. |

IV.7.5.3 Variation du coefficient de frottement « C_f » en fonction du temps

Avant de réaliser des essais, les étapes suivantes doivent être effectuées :

Raccorder la machine au réseau électrique, puis, placer le capteur de force et le raccorder à la carte d'interface, cette dernière sera aussi raccordée au micro-ordinateur, enfin on fixe l'échantillon sur le support de port échantillons.

Pour réaliser l'essai, on applique une charge de 1Kg (reste constante pendant toutes les manipulations) sur l'échantillon, puis, on va mettre le moteur en marche et on doit laisser stabiliser la vitesse pendant un certain temps à une valeur fixe de 15Hz (reste constante pendant toutes les manipulations) qui correspond à 920 tr/mn, on relève les valeurs de la force tangentielle (Valeur mesurer par le capteur) sur l'écran du micro-ordinateur chaque deux minutes, après on arrête le moteur et on passe à l'autre essai.

La durée de chaque essai est de 10 minutes.

Le coefficient de frottement « C_f » est défini comme le rapport de la force tangentielle F_t sur la force normale F_n :

$$C_f = \frac{F_t}{F_n} \quad \dots (4.1)$$

La force tangentielle « F_t » est calculée suivant le schéma ci-dessous :

$$\sum M/o = 0$$

$$F_t' \times r_1 = F_t \times r_2$$

$$D'où: F_t = F_t' \times \frac{r_1}{r_2} \quad \dots (4.2)$$

Et d'après la formule (4.1)

$$C_f = F_t' \times \frac{r_1}{r_2} \times \frac{1}{F_n} \quad \dots (4.3)$$

Avec: F_n : La force normale.

F_t' : La force mesurée par le capteur.

F_t : La force tangentielle au point de contact.

r_1 : La distance entre le capteur et l'axe de l'échantillon. ($r_1 = 45$ mm).

r_2 : La distance entre l'axe de l'échantillon et le point de contact. ($r_2 = 14$ mm).

La force normale se calcule de la façon suivante :

$$F_n = P \times \frac{L_2}{L_1} \quad \dots (4.4)$$

Avec : $L_1 = 200$ mm et $L_2 = 620$ mm.

L_1 : La distance entre l'axe du balancier et l'axe de la charge P.

L_2 : La distance entre l'axe de balancier et l'axe de la force F_n .

IV.7.5.4 Variation de la perte de masse

Les paramètres pris en compte pour cet essai sont la charge appliquée, la vitesse de rotation et le temps d'essai qui doivent être maintenus constants ; la perte de masse est la différence de poids de l'échantillon, pesé avant et après l'essai avec un micro balance électronique dont la précision de mesure est de l'ordre de 10^{-3} g (Voir la figure 4.7).

La perte en masse absolue a été déterminée selon la relation suivante :

$$\Delta m = \text{masse initiale} - \text{masse finale}$$



Figure 4.7: Balance électromagnétique.

IV.7.5.5 Calcul du coefficient d'usure

Pour calculer le coefficient d'usure on va utiliser la loi expérimentale d'ARCHAD

$$V = \frac{K_u \times F_n \times L}{H}$$

$$\text{D'où : } K_u = \frac{V \times H}{F_n \times L} \quad \dots (4.5)$$

Avec : K_u : Coefficient d'usure.

F_n : Force normale (N).

L : Distance parcourue (mm).

H : Dureté (N/mm^2).

V : Volume de la matière enlevée (mm^3).

$$\text{On a : } \Delta V = \Delta m / \rho \quad \dots (4.6)$$

Δm : variation de la masse après usure et ρ : masse volumique.

La distance parcourue L :

$$L = v \times t$$

Avec : v : vitesse linéaire (m/mn) et t : temps d'essai (mn).

$$v = \omega \times r$$

$$\omega = \frac{2\pi \times n}{60}$$

$$\text{D'où : } v = \frac{\pi \times n}{30} \times r$$

$$\text{Alors : } L = \frac{\pi \times n \times r}{30} \times t \quad \dots (4.7)$$

Avec : n : vitesse du moteur (tr/mn) ;

ω : vitesse angulaire (rad/s) ;

r : rayon du galet (mm) ;

D'après les formules (4.5), (4.6) et (4.7) :

$$K_u = \frac{30 \times \Delta m \times H}{\pi \times \rho \times F_n \times n \times r \times t} \quad \dots (4.8)$$

IV.7.6 Comportement électrochimique

Les tests de corrosion ont été réalisés au niveau du département de génie des procédés de l'université de Bejaia et ont comme but de déterminer expérimentalement les paramètres suivants:

- ✓ Le potentiel à l'abondant.
- ✓ Le potentiel de corrosion.
- ✓ Le courant de corrosion.

IV.7.6.1 Description de la cellule électrochimique

Les mesures de la chronopotentiométrie et les voltamétries ont été effectuées à l'aide d'un potentiostat type : PGP201 de marque Tacussel. Ce dernier est piloté par un micro-ordinateur muni d'un logiciel d'application « volta master », ce logiciel contrôle l'ensemble des fonctions du PGP201 et permet de traiter les résultats obtenus.

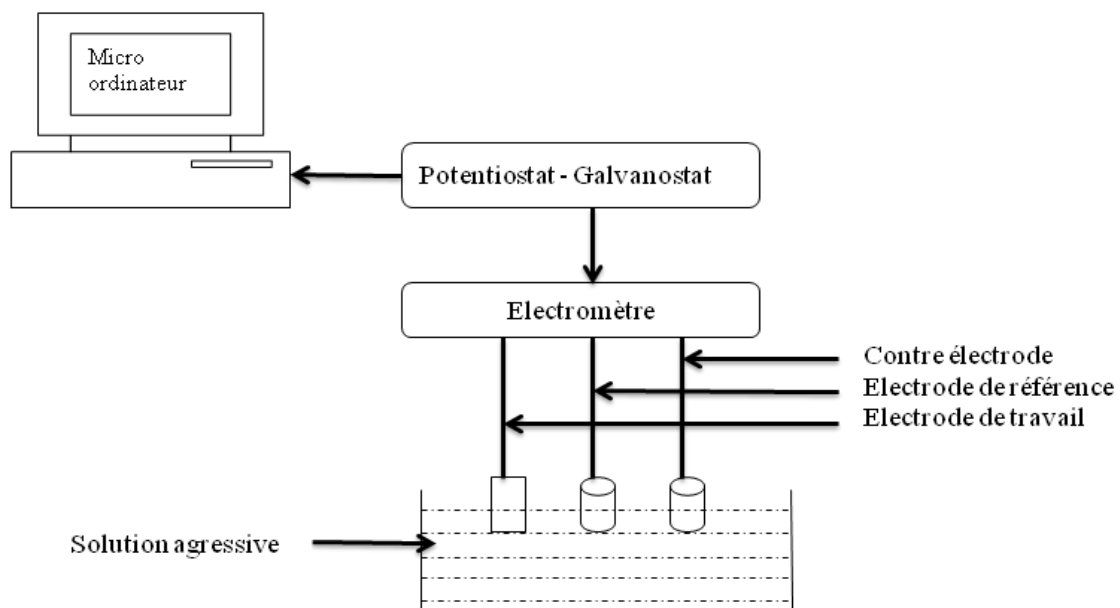


Figure 4.8: schéma représentatif d'un montage utilisé pour l'essai de corrosion.

La cellule utilisée est en verre, à trois électrodes ; une électrode de travail (**T**) c'est la surface à étudier, une contre électrode ou électrode auxiliaire (**A**) en platine et une électrode de référence (**R**) au calomel saturée (**ECS**). Cette cellule, présentée dans la figure 4.9, est conçue de façon à maintenir une distance fixe entre les trois électrodes. L'électrode de référence au calomel saturé est utilisée pour polariser l'électrode de travail par rapport à la solution.

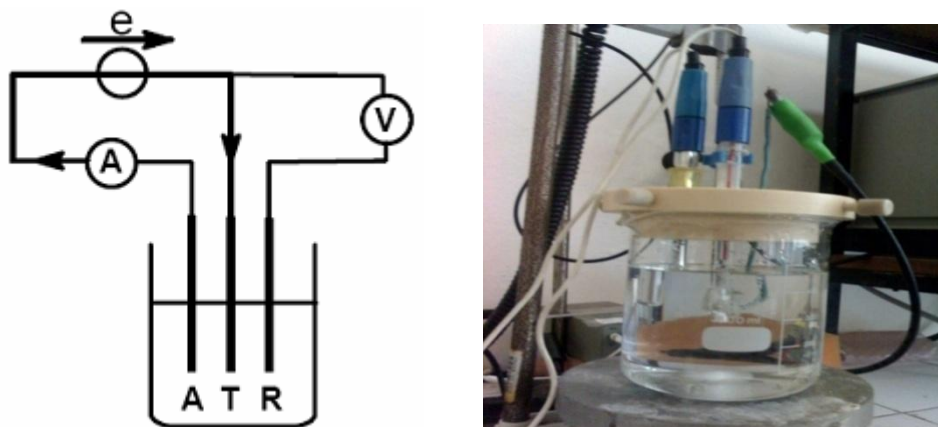


Figure 4.9 : Schéma de principe du montage à trois électrodes (à gauche), et une cellule électrochimique à droite.

Le milieu corrosif qu'on a utilisé est une solution de chlorure de sodium (NaCl) à 3%, cette composition a été maintenue constante durant toutes les expériences.

Avant de passer aux expériences les échantillons ont été protégés par une résine époxy (sauf la surface à étudier) après avoir soudé un fil en cuivre pour assurer la continuité du courant.

IV.7.6.2 Principe du suivi en potentiel

Cette technique permet de suivre l'évolution du potentiel de l'électrode de travail en fonction du temps. L'échantillon est immergé dans l'électrolyte et le potentiel libre de l'électrode de travail est mesuré en fonction du temps pendant l'immersion. Son évolution donne des informations sur les phénomènes qui se déroulent à l'interface métal/solution, ce qui permet d'évaluer la stationnarité du système.

IV.7.6.3 Principe de la voltamétrie

La voltamétrie est une méthode potentiodynamique, la technique consiste à appliquer à l'électrode de travail un potentiel (E), variant linéairement avec le temps définissant la vitesse de balayage. La réponse en courant induit permet de tracer les courbes de polarisation $i = f(E)$ ou $\log [abs(i)] = f(E)$ caractéristiques des phénomènes électrochimiques qui s'effectuent à la surface de l'électrode.

La vitesse de balayage des potentiels choisie est 0,5 mV/s, car elle est suffisamment faible pour assurer des conditions stationnaires à l'interface métal/solution.

Le tracé des courbes de polarisation cathodique et anodique s'effectue de la façon suivante :

- Balayage du potentiel d'équilibre (E_{eq}) jusqu'à un potentiel cathodique de valeur limite égale à $E_{eq} - 500\text{mV}$.
- Balayage du potentiel d'équilibre (E_{eq}) jusqu'à un potentiel anodique de valeur limite égale à $E_{eq} + 500\text{mV}$.

Avant chaque balayage, l'électrode de travail subit un polissage puis une immersion de deux heures dans l'électrolyte pour que le potentiel se stabilise, le polissage des électrodes se fait avec des abrasifs de granulométries de plus en plus fines (400, 600, 800, 1000, 1500, 2000 et 2500).

Chapitre V

Résultats et discussions

Introduction

Dans ce chapitre nous présenterons en premier la caractérisation structurale des deux types de revêtements élaborés par le procédé de projection thermique utilisant la technique de projection par arc électrique utilisée par l'entreprise Algérie métallisation d'Alger et cela en utilisant les techniques de microanalyse au rayons-X (EDAX), ainsi que les observations microscopiques et l'analyse par diffraction au rayons-X. La deuxième partie sera consacrée pour la caractérisation mécanique des deux dépôts élaborés et cela en se basant sur les profils de microdureté HV sous une charge de 200Gr, ainsi que des tests d'usure à l'aide d'un tribomètre à disque rotatif. Enfin, en troisième partie, on va s'intéresser à l'étude électrochimique pour déterminer lequel des revêtements résiste mieux à la corrosion en utilisant un Potentiostat / Galvanostat relié à un micro-ordinateur.

V.1 Caractérisation structurale du substrat et des deux dépôts réalisés

V.1.1 Le substrat en alliage de magnésium AZ91

La figure 5.1 illustre la micrographie de l'alliage AZ91, elle représente un empilement de fines lamelles uniformément réparties qui lui donne une structure plus dense et plus compacte.

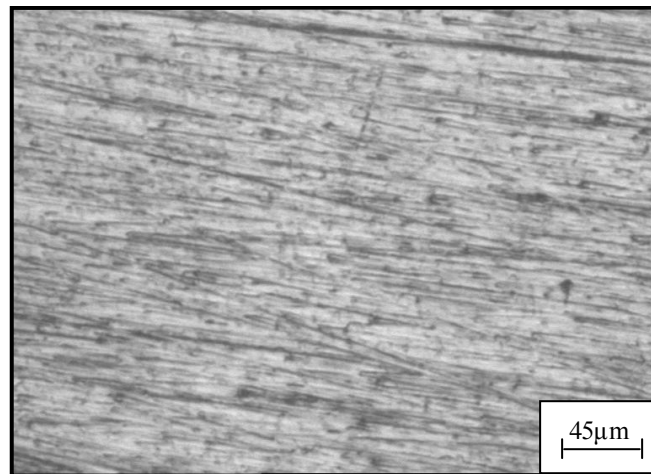


Figure 5.1 : Micrographie de l'alliage AZ91.

La figure 5.2 représente l'analyse qualitative réalisée au micro analyseur du MEB qui met en évidence la présence de Mg et Al. Le tableau 5.1 représente le pourcentage atomique et le pourcentage en poids des éléments de cet alliage qui sont en accord avec la composition chimique de l'alliage AZ91.

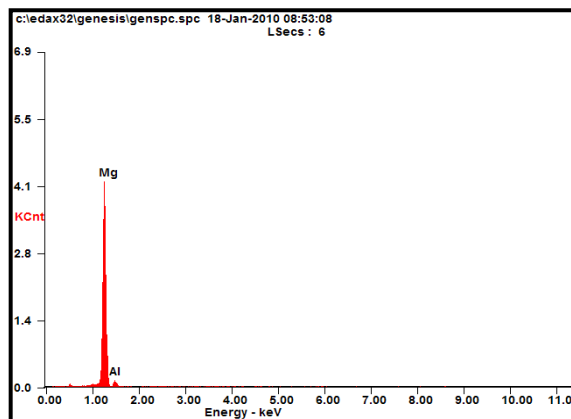


Tableau 5.1 : Composition chimique de l'alliage AZ91.

Element	Wt %	At %
MgK	89.80	90.71
AlK	10.20	09.29

Figure 5.2 : Analyse EDAX de l'alliage AZ91.

La figure 5.3 montre le spectre R-X de l'alliage AZ91 avec les raies indexés. En comparant aux fiches techniques ASTM (annexe 1 et annexe 2), on remarque la présence de deux phases, l'une est cubique ($Al_{12}Mg_{17}$) qui a un paramètre de maille $a=10,56 \text{ \AA}$ et l'autre est hexagonale ($Al_{0,1}Mg_{0,9}$) qui a les paramètres de maille $a=b=3.1692 \text{ \AA}$ et $c=5.1581 \text{ \AA}$.

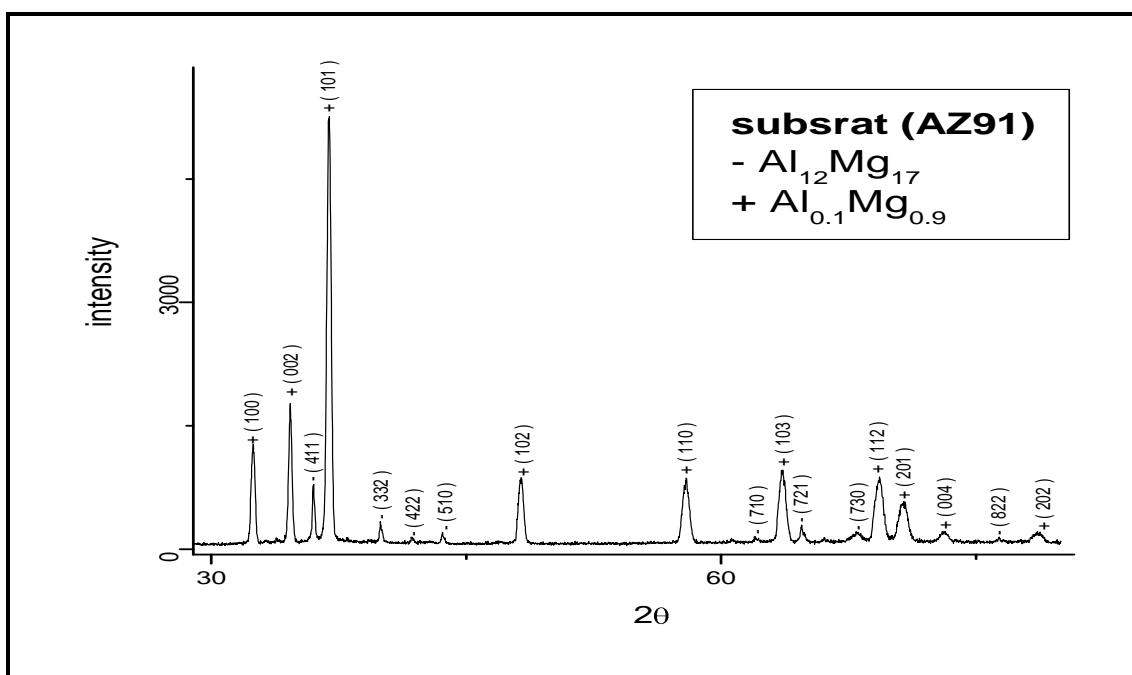


Figure 5.3 : Diffractogramme R-X de l'alliage AZ91.

V.1.2 Dépôt en acier inoxydable au Cr-Ni-Mn

V.1.2.1 Microstructure du dépôt en acier inoxydable au Cr-Ni-Mn

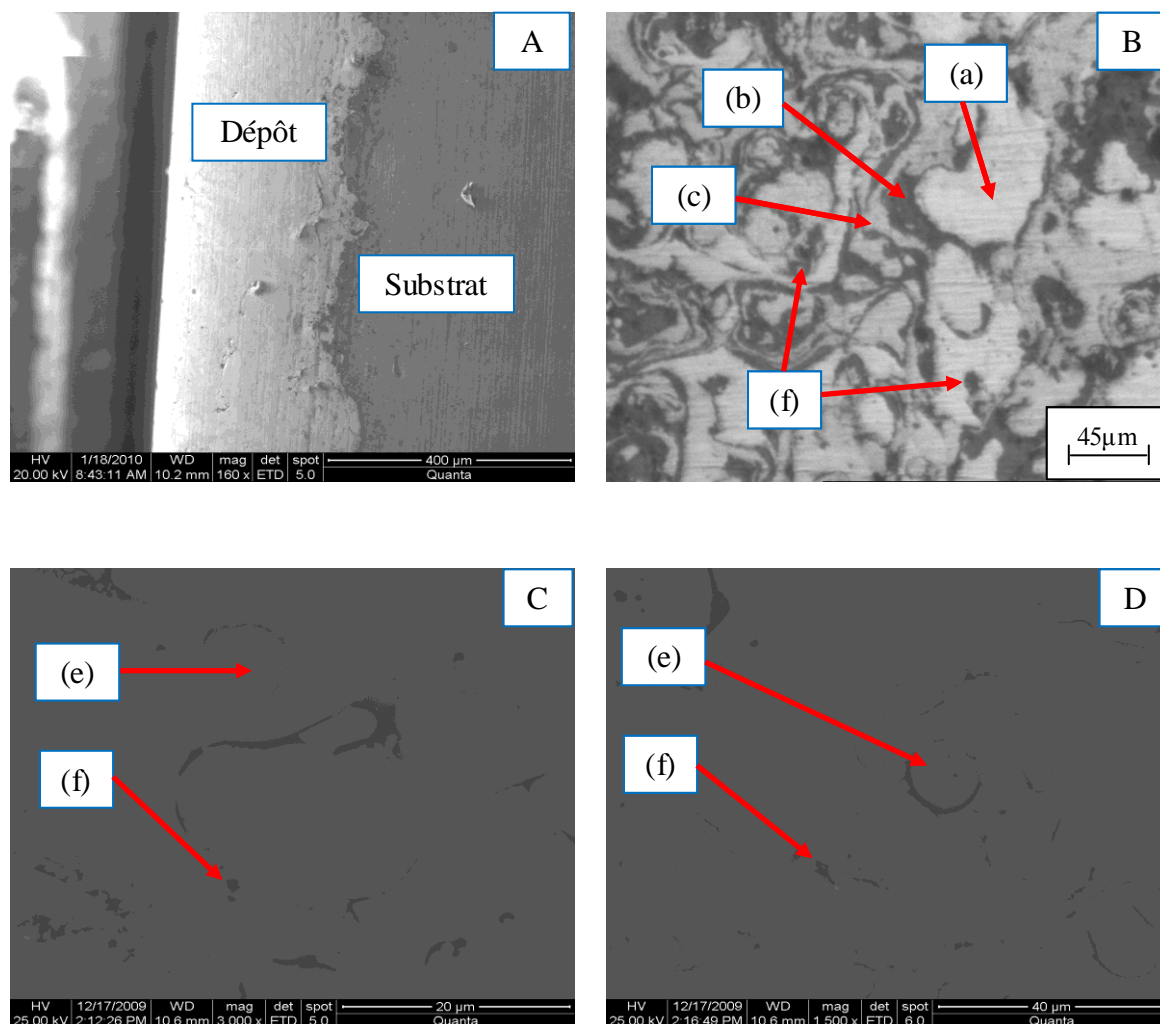


Figure 5.4 : Morphologie du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.

(A) Représente l'épaisseur du dépôt.

(B) Aspect de la microstructure du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.

(C) et (D) morphologie observée au microscope électronique à balayage à différents grossissements.

La figure 5.4 (A) nous montre l'épaisseur du dépôt au Cr-Ni-Mn qui est de l'ordre de 300 μm, on voit bien qu'il y a une certaine adhérence entre le substrat et le dépôt mais ça reste à confirmer par des tests d'adhérence.

La figure 5.4 (B) illustre la morphologie du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn, on remarque la présence de trois phases notés par les lettres (a), (b) et (c), la zone (a) en blanc est majoritaire sous forme de grandes particules étendues, la zone (b) en noire elle est minoritaire au vue des nombreuses observations effectuées sur toute la surface de l'échantillon, par contre la zone (c) en gris représente des lamelles qui entourent les zones blanches.

On remarque aussi des particules sphériques, zone (e), dit particules non fondues est dû au fait qu'elles soient initialement à l'état semi fondu ou pateux à la sortie de la buse du pistolet et continuent leurs refroidissement pendant leurs envol avant leurs impact avec la surface du substrat [28, 32, 38].

On observent aussi des porosités, zone (f), Celles-ci trouvent leurs origines probablement dans le piégeage de l'air entre les différentes couches déposées.

V.1.2.2 Microanalyse au rayons-X (EDAX)

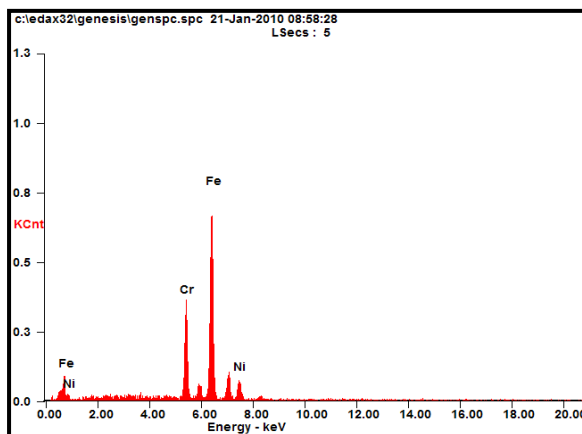


Tableau 5.2 : Composition chimique de la zone blanche.

Element	Wt %	At %
CrK	20.40	21.71
FeK	67.79	67.16
NiK	11.81	11.13

Figure 5.5 : Analyse EDAX du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn (zone blanche).

La figure 5.5 présente le spectre d'analyse qualitative de la zone blanche du dépôt au Cr-Ni-Mn, on remarque la présence des éléments de Fe, Ni et Cr.

Le tableau 5.2 illustre le résultat de l'analyse quantitative de la zone blanche, on remarque qu'elle est riche en fer (67%) avec des proportions de (20%) et (11%) pour le Cr et Ni respectivement.

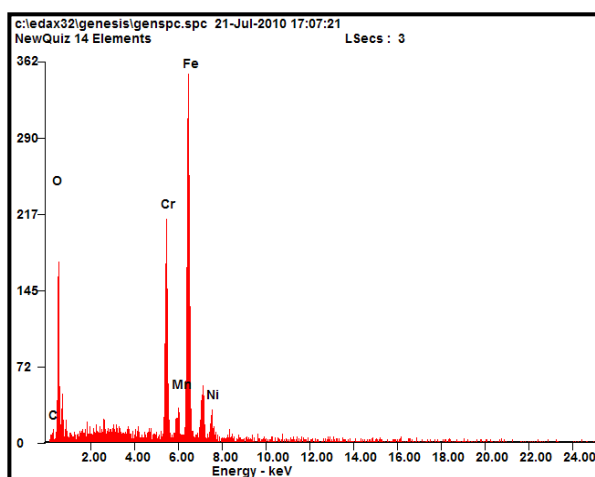


Tableau 5.3 : Composition chimique de la zone noire.

Element	Wt %	At %
C K	09.16	20.40
O K	29.86	49.95
CrK	15.08	07.76
MnK	01.17	00.57
FeK	40.21	19.27
NiK	04.52	02.06

Figure 5.6 : Analyse EDAX du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn (zone noire).

La figure 5.6 présente le spectre d'analyse qualitative de la zone noire du dépôt au Cr-Ni-Mn, on remarque la présence des éléments de Fe, C, Mn, Ni, Cr et O.

Le tableau 5.3 illustre le résultat de l'analyse quantitative de la zone noire. D'après ces résultats on remarque que la zone noire est riche en oxygène, carbone et le fer avec un pourcentage en atome presque égal pour le carbone et le fer (19,24% pour le Fe et 20,40 % pour le C) avec la présence du Cr, Ni et Mn qui confirme le caractère d'un acier inoxydable au Cr-Ni-Mn.

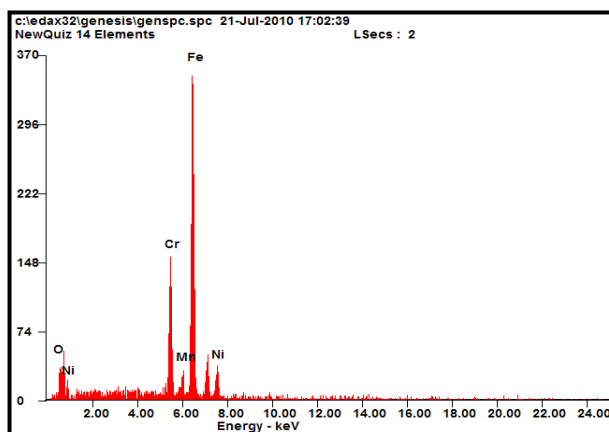


Tableau 5.4 : Composition chimique de la zone grise.

Element	Wt %	At %
O K	07.93	22.95
CrK	17.54	15.63
MnK	01.61	01.36
FeK	61.88	51.34
NiK	11.04	08.71

Figure 5.7: Analyse EDAX du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn (zone grise).

La figure 5.7 présente le spectre d'analyse qualitative de la zone grise du dépôt au Cr-Ni-Mn, on remarque la présence des éléments de Fe, O, Ni, Mn et Cr.

Le tableau 5.4 représente le résultat de l'analyse quantitative de la zone grise, d'après ces résultats on remarque que la zone grise est riche en fer et oxygène, avec la présence du Cr, Ni et Mn avec des compositions en atome un peu plus faible que celles du fer (51,34%) et d'oxygène (22,95%).

III.1.2.3 Analyse structurale par diffraction des rayons-X (DRX)

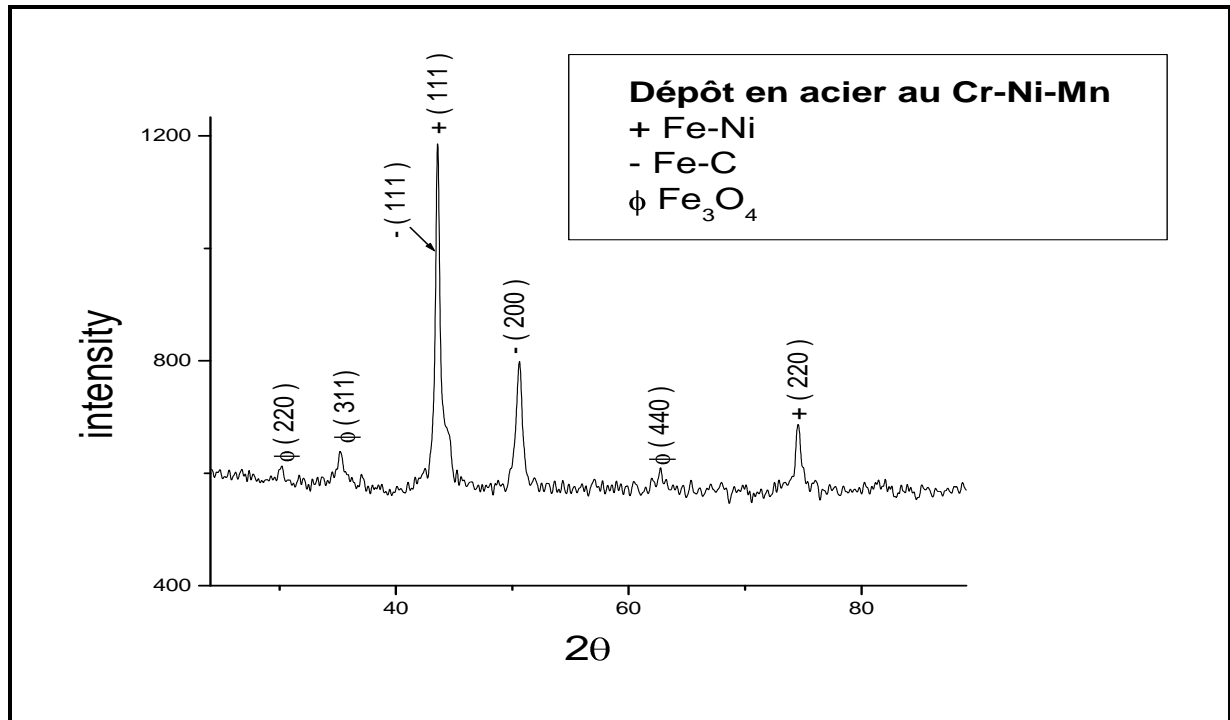


Figure 5.8 : Diffractogramme R-X du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.

La figure 5.8 illustre le spectre R-X du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn, l'identification des raies caractéristiques de ce dépôt, en les comparant aux fiches techniques ASTM (annexe 3, annexe 4 et annexe 5), nous confirme la présence de trois phases, on comparent à l'analyse EDAX des trois phases identifiées au par avant, la zone blanche correspond à une phase cubique en fer nickel (Fe-Ni) avec un paramètre cristallin $a = 3,5975 \text{ \AA}$, la zone noire correspond à une phase cubique austénitique en fer carbone (Fe,C) de paramètre cristallin $a = 3,6 \text{ \AA}$ et la zone grise correspond a une phase aussi cubique en oxyde de fer (Fe₃O₄) de paramètre cristallin $a = 8.3740 \text{ \AA}$.

V.1.3 Dépôt en molybdène

V.1.3.1 Microstructure du dépôt en molybdène

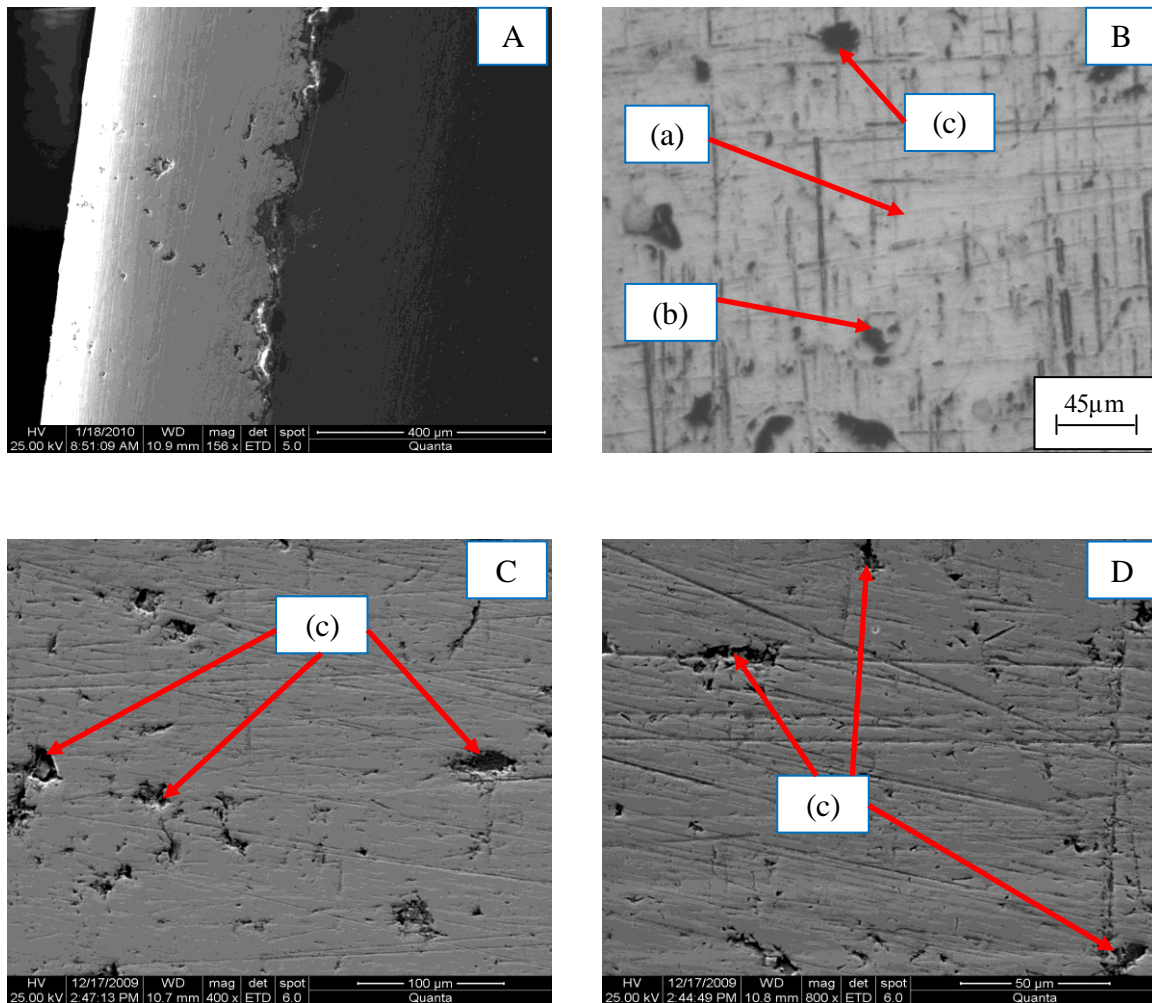


Figure 5.9 : Morphologie du dépôt en molybdène.

(A) Représente l'épaisseur du dépôt.

(B) Aspect de la microstructure du dépôt en molybdène.

(C) et (D) Morphologie observée au microscope électronique à balayage à différents grossissements.

La figure 5.9 (A) nous montre l'épaisseur du dépôt en molybdène qui est de l'ordre de 320 μm, bien que pour le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn, le dépôt en molybdène a une adhérence presque parfaite mais ça reste toujours à confirmer par des tests d'adhérence.

La figure 5.9 (B) illustre la morphologie du dépôt en molybdène, on remarque la présence de deux phases notés par les lettres (a) et (b), la zone (a) en blanc est majoritaire, c'est presque toute la surface de l'échantillon, la zone (b) sont des petites particules sphériques dispersées un peu partout en vue des nombreuses observations effectuées sur toute la surface de

l'échantillon. La microstructure est un empilement de lamelles formées du Mo et d'oxydes de type MoO_2 [39].

On observe aussi beaucoup de porosités, la zone (c), Celles-ci trouvent leurs origines probablement dans le piégeage de l'air entre les différentes couches déposées.

Comparativement au premier dépôt, nous constatons l'absence de particules non fondues observées sur le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.

V.1.3.2 Microanalyse au rayons-X (EDAX)

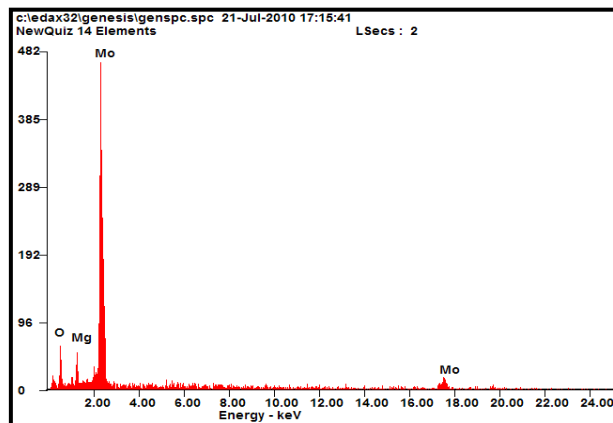


Tableau 5.5 : Composition chimique du dépôt en molybdène.

Element	Wt %	At %
O K	30.30	67.57
MgK	05.93	08.71
MoK	63.77	23.72

Figure 5.10 : Analyse EDAX du dépôt en molybdène.

La figure 5.10 présente le spectre d'analyse qualitative du dépôt en molybdène, on remarque la présence des éléments de MoO_2 et une faible composition de Mg qui est de l'ordre 8% en atome qui est probablement due au substrat en alliage de magnésium.

Le tableau 5.5 représente le résultat de l'analyse quantitative du dépôt en molybdène, d'après ces résultats on constate que la composition en atome de l'oxygène est beaucoup plus supérieure à celle du molybdène ce qui favorise la formation de l'oxyde de molybdène MoO_2 .

V.1.3.3 Analyse structurale par diffraction des rayons-X (DRX)

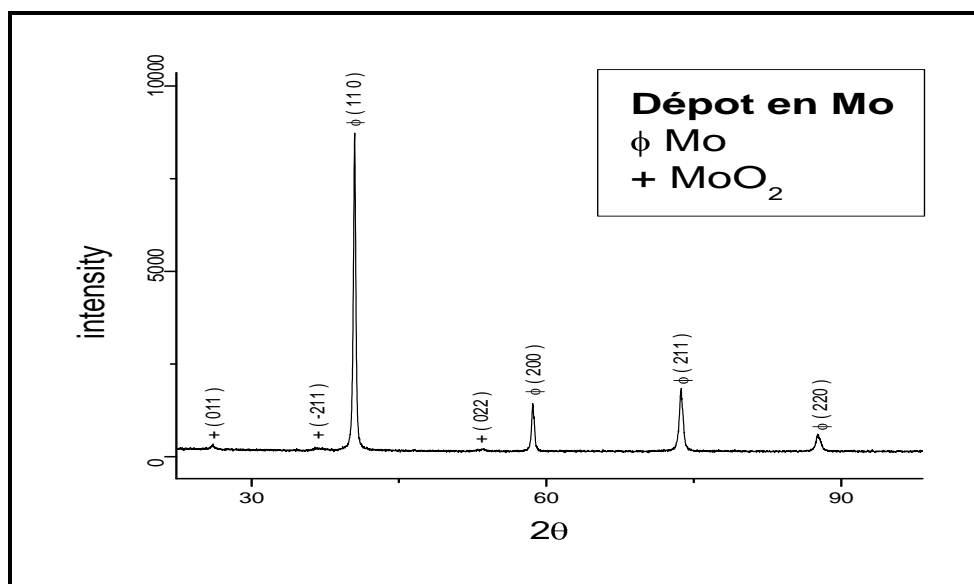


Figure 5.11 : Diffractogramme R-X du dépôt en molybdène.

La figure 5.11 illustre le spectre R-X du dépôt en molybdène, l'identification des raies caractéristiques de ce dépôt, en le comparant aux fiches techniques ASTM (annexe 6 et annexe 7), nous confirme la présence de deux phases, on comparant à l'analyse EDAX des deux phases identifiées au par avant, la zone (a) en blanc correspond à une phase cubique en molybdène avec un paramètre cristallin $a = 3.1472 \text{ \AA}$, la zone (b) correspond à une phase monoclinique en oxyde de molybdène (MoO_2) de paramètres cristallins $a = 5,6090 \text{ \AA}$, $b = 4,8600 \text{ \AA}$ et $c = 5,6280 \text{ \AA}$.

V.2 Caractérisation mécanique des revêtements réalisés

Pour évaluer la résistance à l'usure des différents dépôts, on commencera par réaliser des filiations de microdureté Vickers, après, on passera aux tests d'usure qu'on a réalisés sur un tribomètre à disque rotatif.

V.2.1 Mesure de microdureté

Les résultats obtenus sous une charge de 200g avec un pas d'environ 300 μ m (figure 5.12) sont illustré dans la figure 5.13.

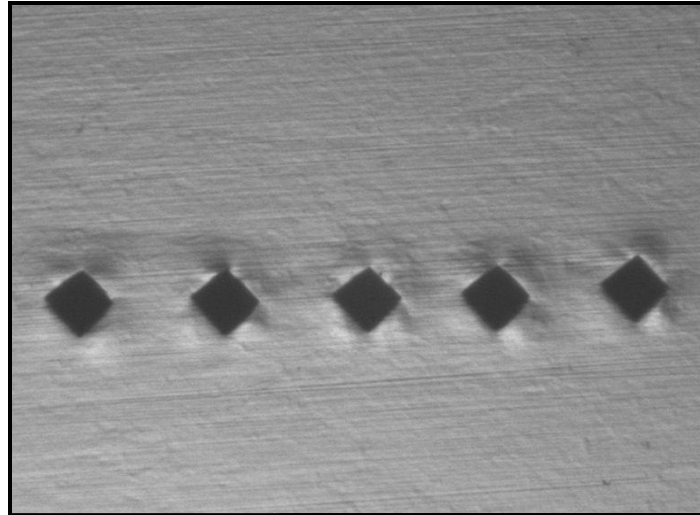


Figure 5.12: Filiation des empreintes de microdureté.

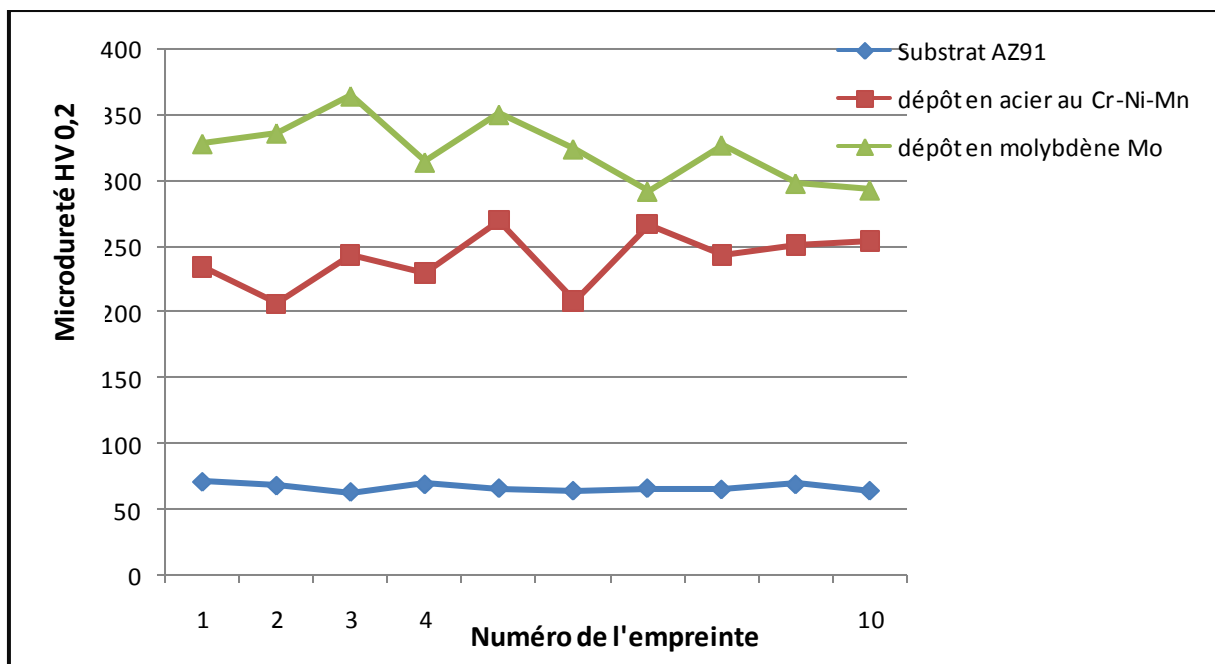


Figure 5.13: Profil de microdureté HV $_{0,2}$ pour le substrat et des deux dépôts réalisés.

D'après la figure 5.13, on constate que la microdureté en moyenne des deux revêtements est nettement supérieure à celle du substrat AZ91 qui est en moyenne de 66.5HV.

On comparant entre la microdureté des deux dépôts on constate que celle du dépôt en molybdène est légèrement supérieure à celle du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn, (240,6 HV pour l'acier au Cr-Ni-Mn et 322,6 HV pour le molybdène), soit une augmentation de 14.55%. Cela est dû probablement au fait que le dépôt en molybdène est constitué d'une seule phase en molybdène très compacte et des particules de dioxyde du molybdène qui le rend plus dur, alors que le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn est constitué de plusieurs phases dispersées d'une manière non uniforme qui lui donne une certaine hétérogénéité qui le rend moins compacte que pour le dépôt en molybdène. En plus du fait que le molybdène est caractérisé par une haute dureté comparativement à l'acier au Cr-Ni-Mn.

Le tableau 5.6 nous illustre la microdureté moyenne du substrat AZ91 et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en Molybdène.

Tableau 5.6 : Microdureté moyenne du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène.

<i>Echantillon</i>	<i>Microdureté moyenne (HV_{0,2})</i>
<i>Substrat (AZ91)</i>	66,5
<i>Dépôt au Cr-Ni-Mn</i>	240,6
<i>Dépôt en molybdène (Mo)</i>	322,6

V.2.2 Tests d'usure

Avant de commencer les tests d'usure une courbe d'étalonnage sera établie dans le but de définir la correspondance des informations mesurées par rapport aux valeurs réelles de la charge, en utilisant les différents poids.

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 5.7 : Variation des unités mesurées U en fonction de la charge P .

Charge P (N)	3,9	6	7,8	9,9	11,16	12,4
Unités mesurées U	214	306	385	498	567	636

L'évolution des unités mesurées en fonction de l'augmentation de la charge P (N) est illustrée par la courbe de la figure 5.14.

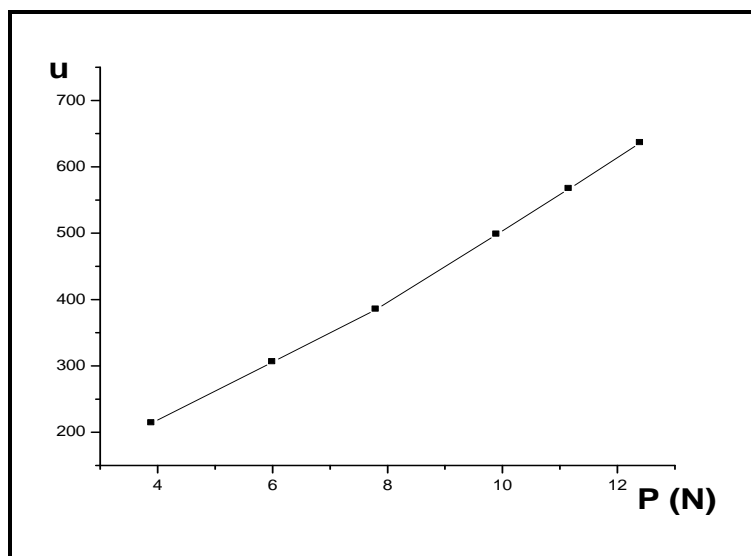


Figure 5.14 : Courbe d'étalonnage.

On en déduit de cette courbe :

$$\text{tg } \alpha = \frac{636-214}{12,4-3,9} = 49.64$$

D'où : une unité de mesure U est équivalente à 0.02 N.

Ce qui donne d'après (4.2) : $F_t = 0.02 \times F_t' \times \frac{r_1}{r_2}$

V.2.2.1 Variation du coefficient de frottement « C_f » en fonction du temps

Pendant cet essai, le galet est soumis à une vitesse constante $n = 920$ tr/mn. Le but c'est de voir la variation du coefficient de frottement en fonction du temps $C_f = F(t)$, en utilisant une charge constante $P = 10$ N pendant 10 minutes.

$$\text{D'après (4.4) : } F_n = P \times \frac{L_2}{L_1} = 10 \times \frac{620}{200} = 31 \text{ N}$$

$$\text{D'après (4.3) : } C_f = F_t' \times \frac{r_1}{r_2} \times \frac{1}{F_n}$$

Les valeurs des efforts tangentiels et des coefficients de frottement sont consignés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 5.8 : Efforts tangentielle et coefficient de frottements

Substrat	Alliage de magnésium AZ91					
Temps (mn)	1	2	4	6	8	10
Ft' (U)	28	52	87	93	98	101
Ft (N)	1,8	3,34	5,59	5,98	6,3	6,49
C_f	0,05	0,1	0,18	0,19	0,2	0,2
Dépôt	Dépôt en acier au Cr-Ni-Mn					
Temps (mn)	1	2	4	6	8	10
Ft' (U)	172	233	259	268	275	281
Ft (N)	11,05	14,98	16,65	17,22	17,68	18,06
C_f	0,35	0,48	0,53	0,55	0,57	0,58
Dépôt	Dépôt en Molybdène Mo					
Temps (mn)	1	2	4	6	8	10
Ft' (U)	295	336	347	353	358	362
Ft (N)	18,96	21,6	22,3	22,69	23,01	23,27
C_f	0,61	0,69	0,71	0,73	0,74	0,75

D'après la figure 5.15, qui représente les courbes de variation du coefficient du frottement en fonction du temps, on constate que les courbes ont presque la même allure, on remarque une augmentation rapide du coefficient du frottement puis il tend à se stabiliser à la fin de l'essai. Cette augmentation rapide est due à l'augmentation de la surface de contact entre l'échantillon et le disque rotatif qui fait augmenter la force tangentielle et automatiquement fait augmenter le coefficient frottement, c'est le début d'usure de l'échantillon.

Après un certain temps d'essai, le coefficient de frottement tend à se stabiliser, ceci s'explique par le phénomène d'augmentation de la température qui favorise le glissement du galet par rapport à l'échantillon.

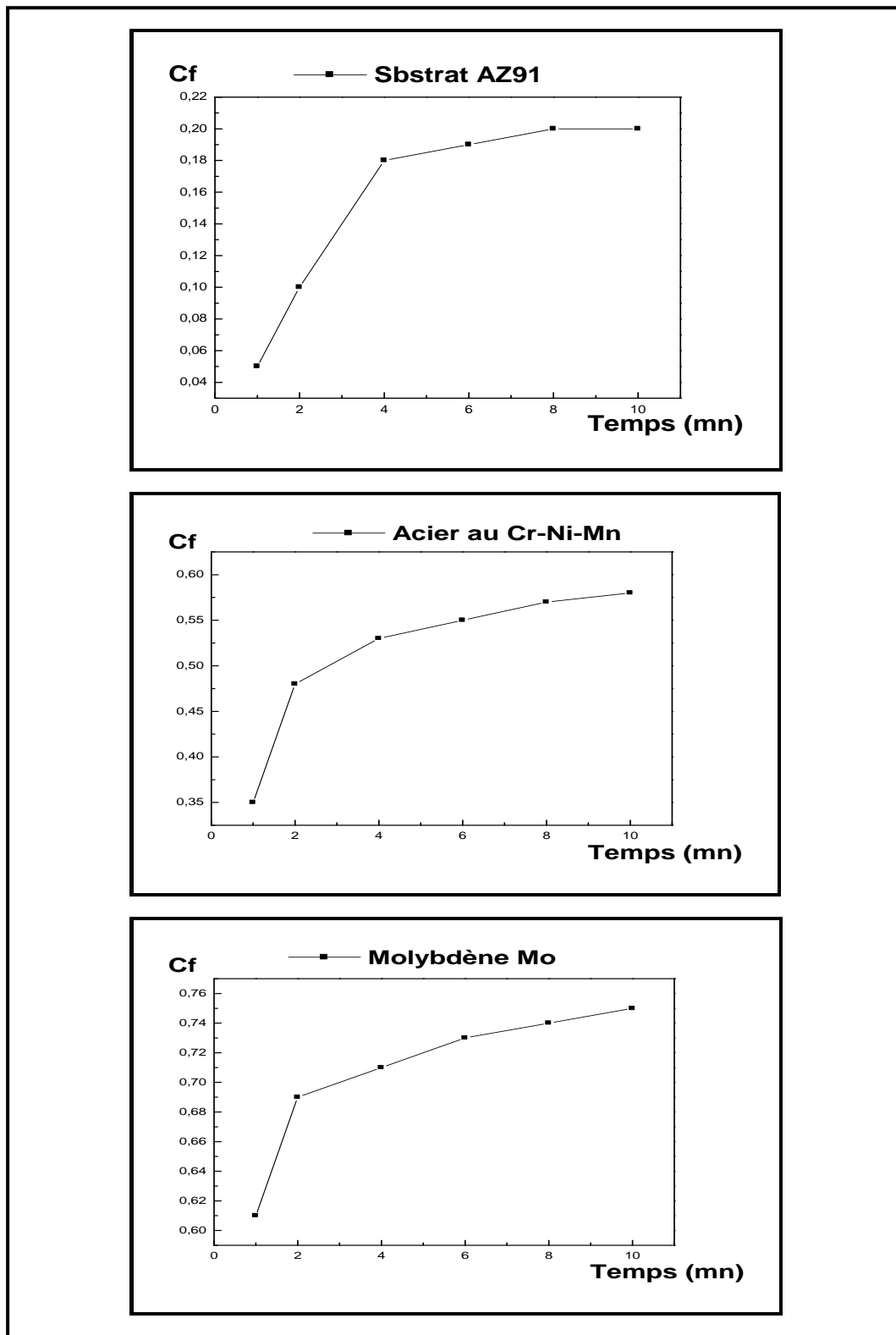


Figure 5.15: Variation du coefficient de frottement en fonction du temps.

V.2.2.2 Variation de la perte de masse

La figure 5.16 rassemble les résultats de la tenue à l'usure exprimée en terme de perte de masse relative pendant 10 minute d'essai sous une charge constante de 31N avec une vitesse constante de 920 tr/mn.

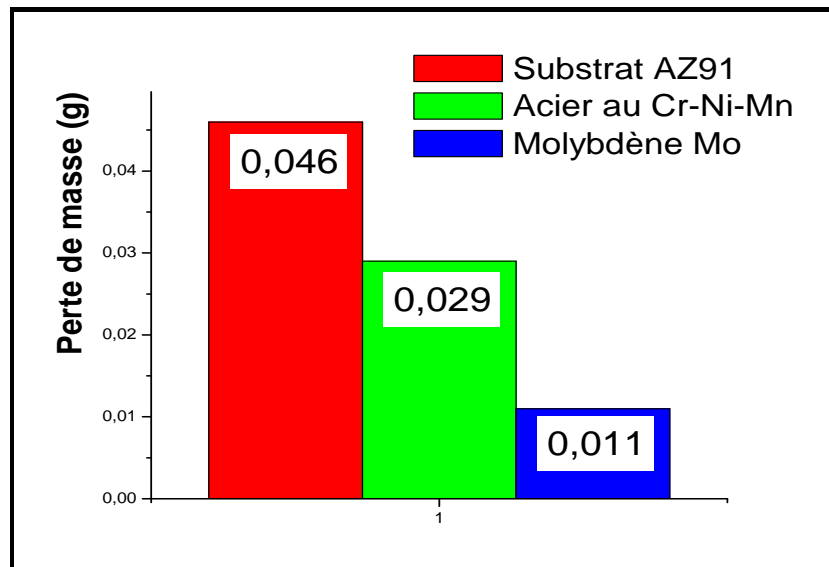


Figure 5.16: Variation de la perte de masse pendant 10mn d'essai.

D'après les résultats de la figure 5.16, on remarque que la perte de masse pour l'alliage du magnésium AZ91 est plus intense (de l'ordre de 0,046 g) et cela à cause de sa faible résistance à l'usure. Si on compare la perte de masse du l'acier au Cr-Ni-Mn qui est de l'ordre de 0,029 g à celle du molybdène qui est de l'ordre de 0,011 g, on peu dire que le dépôt en molybdène résiste mieux à l'usure malgré que le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn a aussi fait augmenté la résistance à l'usure du l'alliage étudié.

V.2.2.3 Calcul du coefficient d'usure

Le coefficient d'usure est calculé d'après les résultats obtenus dans le calcul de la perte de masse et en utilisant la loi expérimental d'ARCHAD.

D'après la relation (4.8) :

$$K_u = \frac{30 \times \Delta m \times H}{\pi \times \rho \times F n \times n \times r \times t}$$

Avec :

$$\begin{array}{l} \text{Pour l'alliage AZ91} \\ \text{Pour le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn} \\ \text{Pour le dépôt en molybdène} \end{array} \left\{ \begin{array}{l} \Delta m = 0,046 \text{ g} \\ H = 66,5 \text{ Hv} \\ \rho = 1,8 \text{ g/cm}^3 \\ \Delta m = 0,029 \text{ g} \\ H = 240,6 \text{ Hv} \\ \rho = 7,85 \text{ g/cm}^3 \\ \Delta m = 0,011 \text{ g} \\ H = 322,6 \text{ Hv} \\ \rho = 10,22 \text{ g/cm}^3 \end{array} \right.$$

$$F_n = 31 \text{ N}, r = 30 \text{ mm}, n = 920 \text{ tr/mn}, t = 10 \text{ mn}$$

Les résultats des coefficients d'usure sont illustrés dans le tableau 5.9 :

Tableau 5.9 : Coefficient d'usure du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène.

Surface	Substrat AZ91	Acier au Cr-Ni-Mn	Molybdène Mo
Coefficient d'usure (Ku)	1.8×10^{-9}	9.86×10^{-10}	3.85×10^{-10}

D'après le tableau 5.9, on constate que le coefficient d'usure de l'alliage AZ91 est plus élevé que celui des deux autres dépôts qui s'explique par le fait que cet alliage a une faible résistance à l'usure que les deux autres dépôts. Ces résultats viennent pour confirmer ceux obtenus par la méthode de perte de masse.

V.2.2.4 Micrographie des différents échantillons après usure

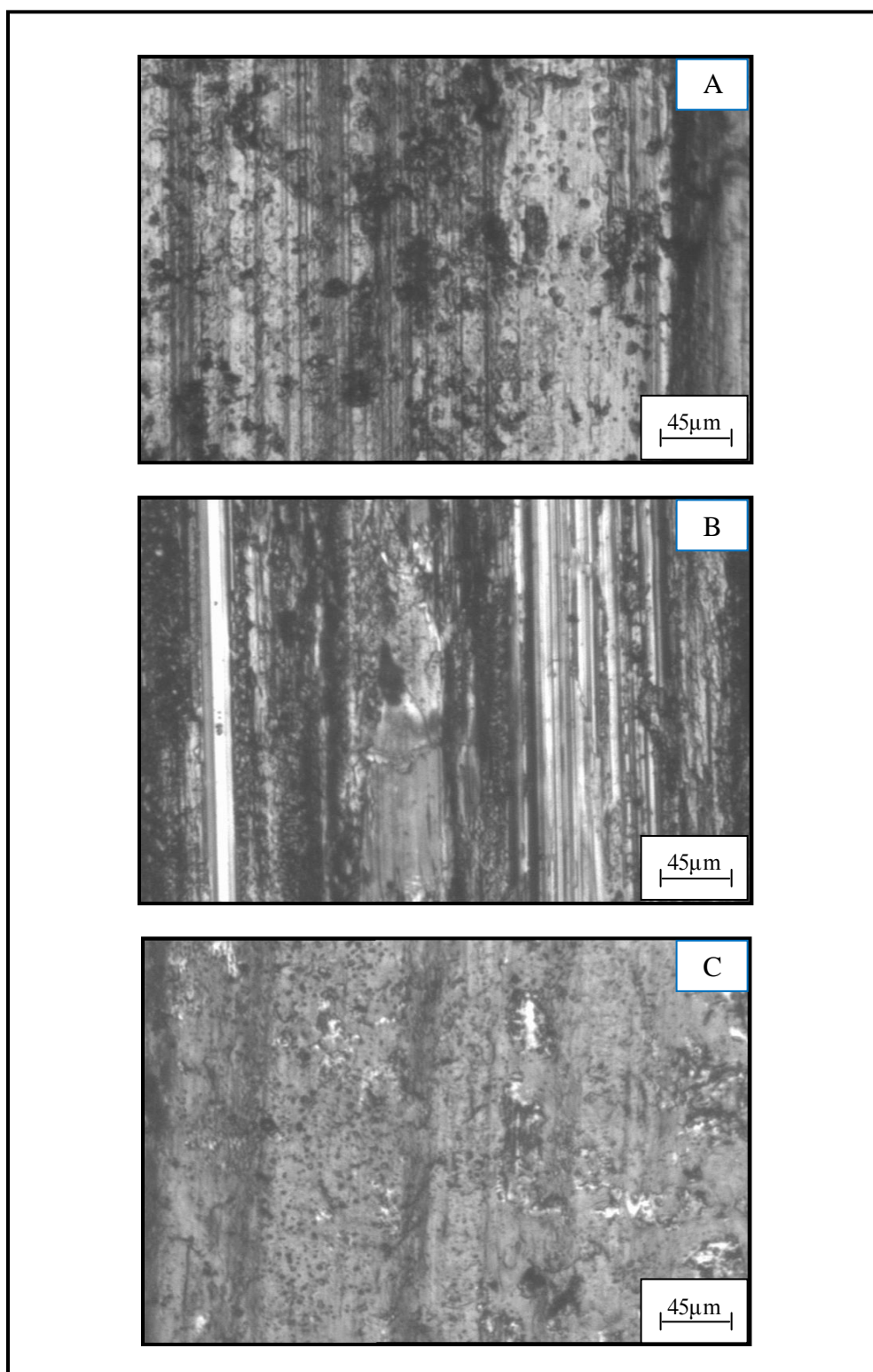


Figure 5.17: Micrographie des différents échantillons après usure.

(A) Substrat en alliage de magnésium.

(B) Dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.

(C) Dépôt en molybdène.

La figure 5.17 illustre les micrographies des différents échantillons après usure. D'après les observations microscopiques on constate bien les traces d'usure sur le substrat et es deux dépôts. Pour la figure (A) qui représente celle du l'alliage AZ91 on remarque plein de stries qui sont très fines. On remarque la même chose pour la figure (B) qui représente les traces d'usure pour le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn sauf que pour ce cas les stries sont plus larges que ceux observés dans la figure (A). Enfin pour la figure (C) qui est celle du dépôt en molybdène, on remarque que le nombre de stries est faible par-rapport aux deux autres figures ceci s'explique probablement du fait que le molybdène est plus dure que les deux autres échantillons. Vu les traces obtenues après usure on peu dire quelles reflètent le cas de l'usure adhésive qui s'explique par l'action adhésive du galet en 100C6 avec les différents échantillons.

Comme conclusion, on peut dire que les deux dépôts ont amélioré la résistance à l'usure de l'alliage de magnésium AZ91, mais d'après les résultats expérimentaux, le dépôt en molybdène résiste mieux à l'usure que le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.

V.3 Etude électrochimique

Cette partie nous permis de comparer la résistance à la corrosion entre le substrat en alliage de magnésium et les deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène. Pour ce faire, des méthodes électrochimiques ainsi que des observations microscopiques ont été utilisées.

V.3.1 Courbes chronopotentiométriques

Le suivi des potentiels d'abandon du substrat et des deux dépôts a été fait à l'aide du montage de la figure 2.9 du chapitre précédent et cela pendant deux heures d'immersion dans une solution NaCl à 3%.

La figure 5.18 rassemble les courbes chronopotentiométriques à circuit ouvert du substrat AZ91 et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène.

Les allures des courbes de chronopotentiométriques à circuit ouvert montre que le potentiel d'abandon évolue très rapidement dans les premières minutes après il commence à se stabilisé vers une valeur limite quasi-stationnaire et ceci pour les courbe de dépôt en molybdène et celle du substrat, mais pour la courbe du l'acier au Cr-Ni-Mn le potentiel d'abandon d'arrive pas à se stabilisé pendant deux heures, probablement il demande plus de temps pour bien se stabilisé.

Le tableau 5.10 rassemble les potentiels d'abandon du substrat et des deux dépôts enregistrés après deux heures d'immersion des électrodes de travail.

Tableau 5.10 : *Potentiel d'abandon du substrat et des deux dépôts après deux heures d'immersion dans une solution de NaCl à 3%.*

<i>Echantillon</i>	<i>Potentiel d'abandon (mV/ ECS)</i>
<i>Substrat (AZ91)</i>	-1567
<i>Dépôt en acier au Cr-Ni-Mn</i>	-420
<i>Dépôt en molybdène (Mo)</i>	-1260

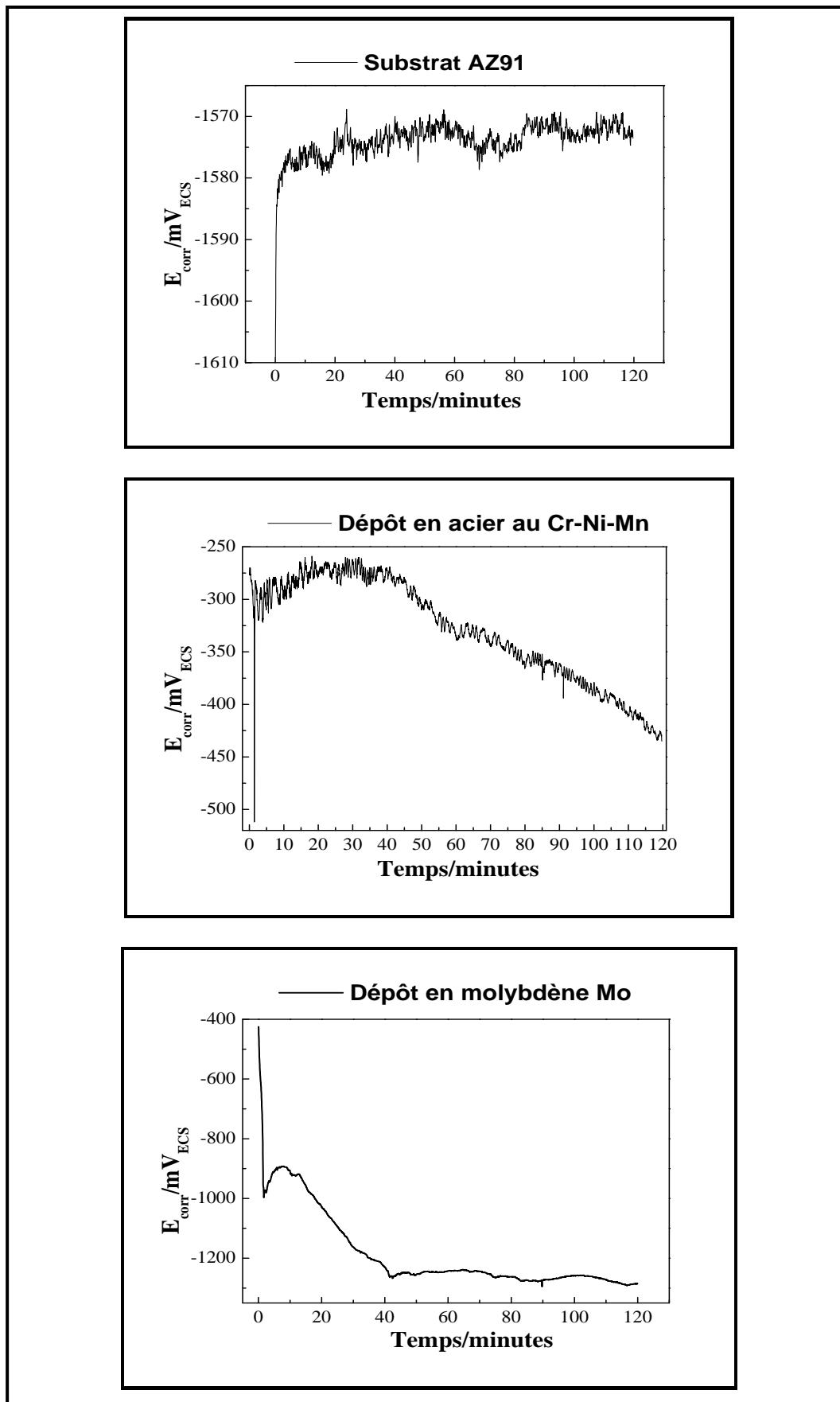


Figure 5.18: Courbes chronopotentiométriques du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène dans une solution NaCl à 3% pendant deux heures.

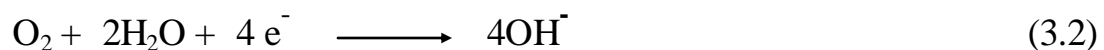
V.3.2 La voltamétrie

Les essais de polarisation cathodiques et anodiques effectués sur les différentes surfaces des échantillons ont été réalisés avec une vitesse de balayage de 0,5mV/s après une immersion de deux heures dans l'électrolyte. Les tracés des courbes cathodiques sont réalisés dans des domaines de balayage de potentiel [Eeq, Eeq-500mV], et les tracés des courbes anodiques sont réalisés dans un domaine de balayage de potentiel [Eeq, Eeq+500mV].

Les différentes courbes sont rassemblées dans les figures 5.19 et 5.20 respectivement.

L'analyse de la figure 5.19 montre la présence d'un palier de diffusion sur la courbe cathodique du substrat et l'absence de ce dernier sur les courbes cathodiques des dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène, cela signifie que la réaction cathodique du substrat est plus rapide et se corrode plus rapidement que les deux autres dépôts.

On remarque aussi une augmentation rapide de la densité du courant, cette augmentation est due à la réduction de l'eau et celle de l'oxygène dissous dans le milieu.



Pour la figure 5.20, on remarque que la courbe anodique du dépôt au Cr-Ni-Mn présente un palier de passivation vers -400mV jusqu'à -100mV et cela est dû probablement à la formation d'une couche d'oxyde qui joue le rôle d'un protecteur, mais à partir de -100mV on remarque une augmentation rapide de la densité du courant de corrosion et cela est dû à la détérioration de la couche protectrice formée au par avant.

Pour les courbes anodiques du substrat et du dépôt en molybdène, on constate l'absence du palier de passivation, cela se traduit par leurs dépassivations facile sur toute la surface d'où la dissolution continue du matériau.

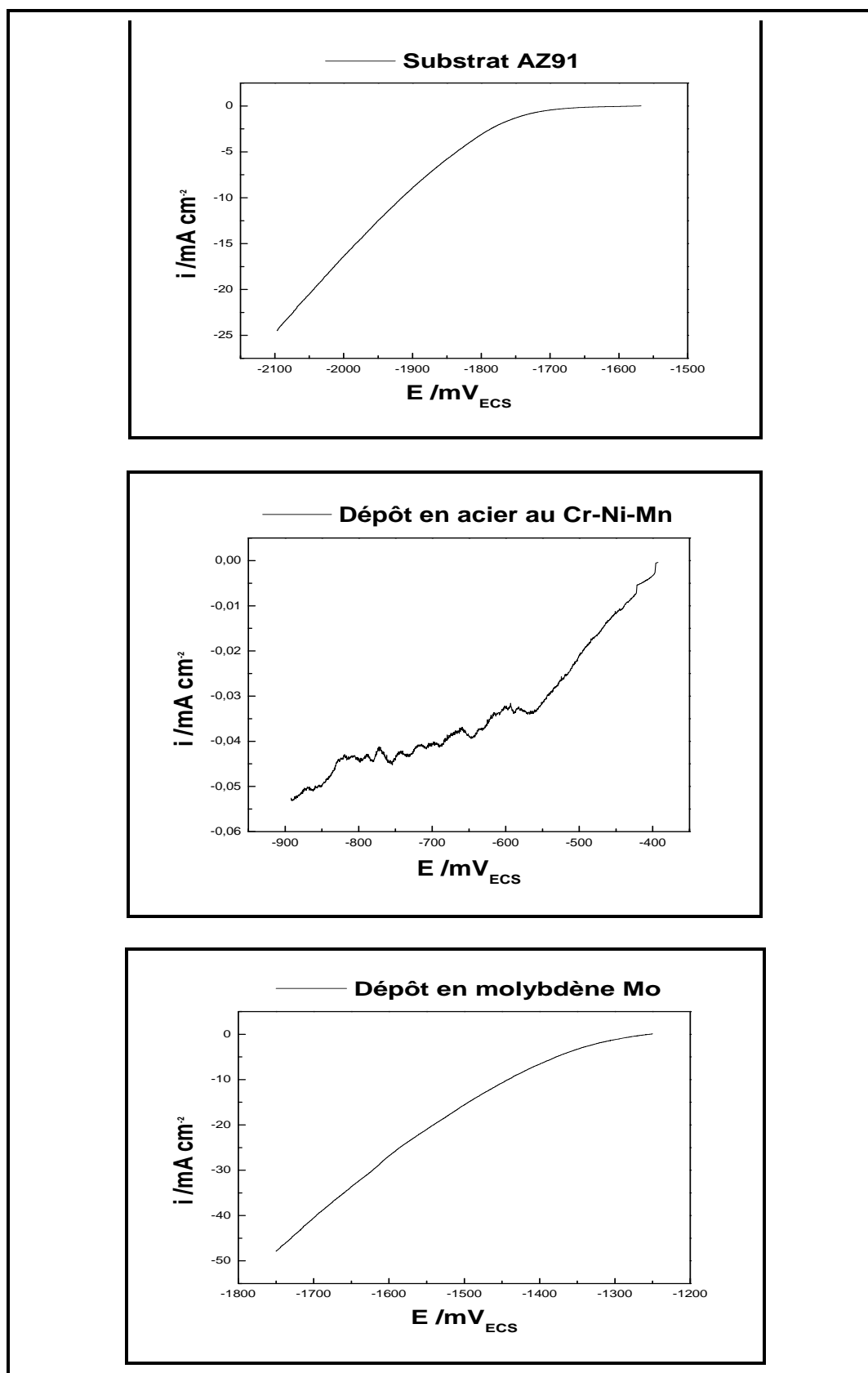


Figure 5.19 : Courbes cathodiques du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène dans une solution NaCl à 3%.

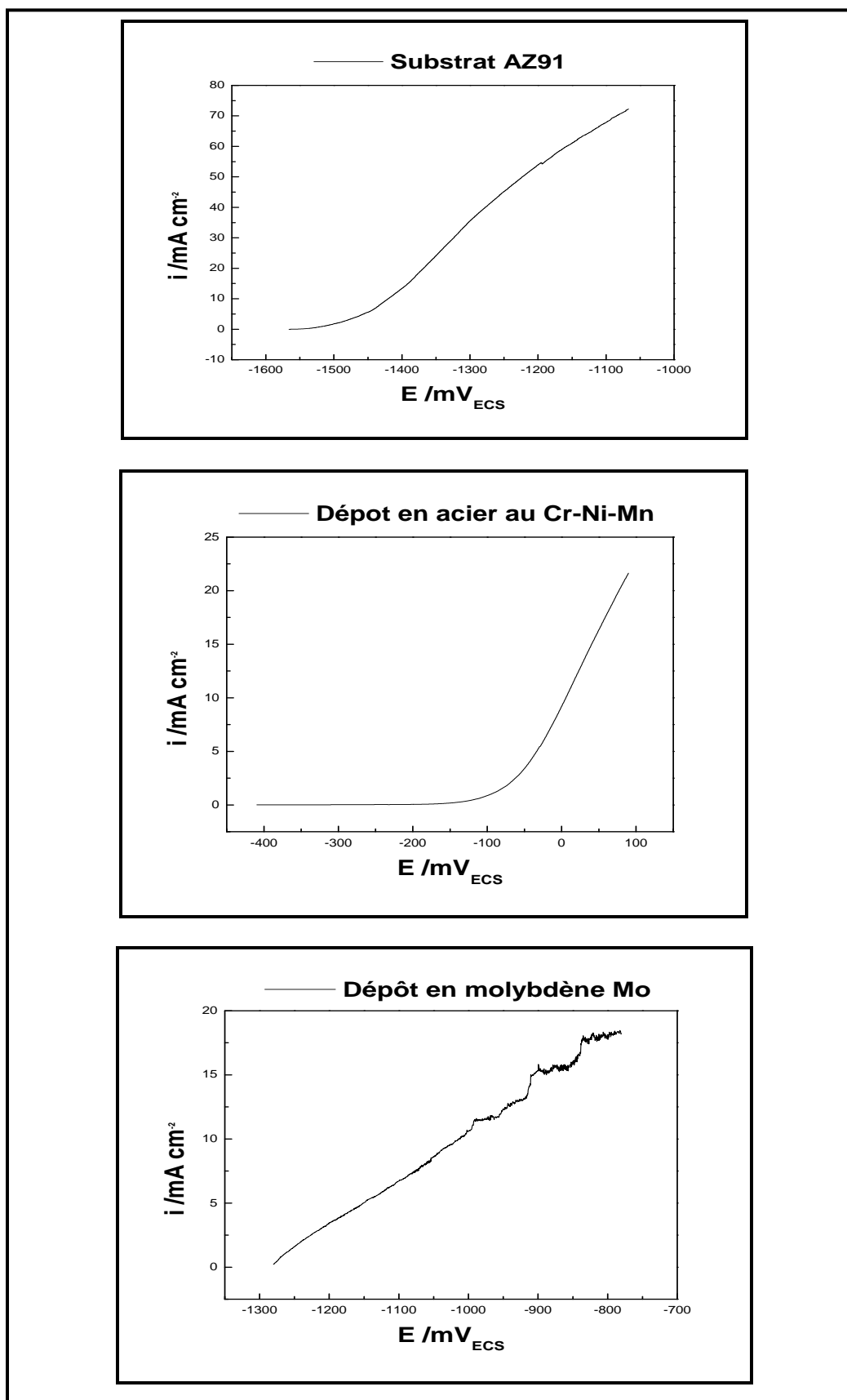


Figure 5.20 : Courbes anodiques du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène dans une solution NaCl à 3%.

Les courbes de Tafel représentées sur la figure 5.21 sont réalisées à partir de l'exploitation des courbes anodiques et cathodiques des différents échantillons. Ces courbes nous ont permis de déterminer, pour chaque dépôt et pour le substrat, le potentiel de corrosion (E_{corr}) et la densité du courant de corrosion (I_{corr}). Les résultats obtenus après l'exploitation des ces courbes sont représenté dans le tableau 5.11.

Tableau 5.11 : Potentiels de corrosion et densités des courants de corrosion du substrat et des deux dépôts.

Echantillon	Potentiel de corrosion E_{corr} (mV/ECS)	Densité du courant de corrosion I_{corr} (mA/cm ²)
Substrat (AZ91)	-1571	2,268
Dépôt au Cr-Ni-Mn	-405	0,021
Dépôt en molybdène (Mo)	-1277	1,947

L'examen du tableau 5.11 montre que le potentiel du corrosion du dépôt au Cr-Ni-Mn est supérieur à celui du dépôt en molybdène et celui du substrat, ceci nous permis de déduire que le dépôts en acier au Cr-Ni-Mn améliore bien la résistance à la corrosion.

D'après les résultats des densités du courant de corrosion, on constate que le dépôt au Cr-Ni-Mn présente la densité du courant de corrosion la moins élevée. Cette faible densité de courant montre l'existence d'une couche d'oxyde compact sur la surface du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.

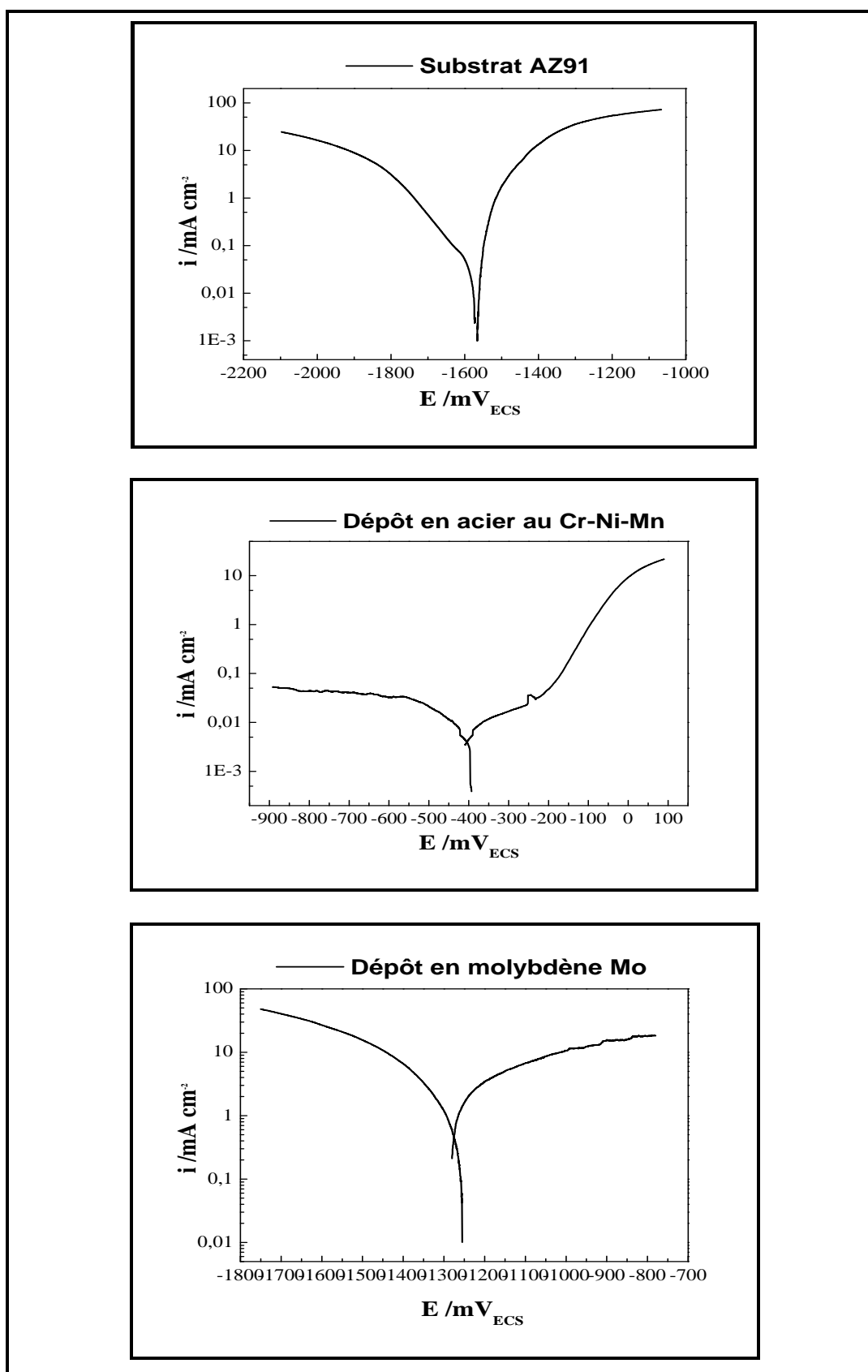


Figure 5.21: Courbes de Tafel du substrat et des deux dépôts en acier au Cr-Ni-Mn et en molybdène.

V.3.3 Micrographie des différents échantillons après corrosion

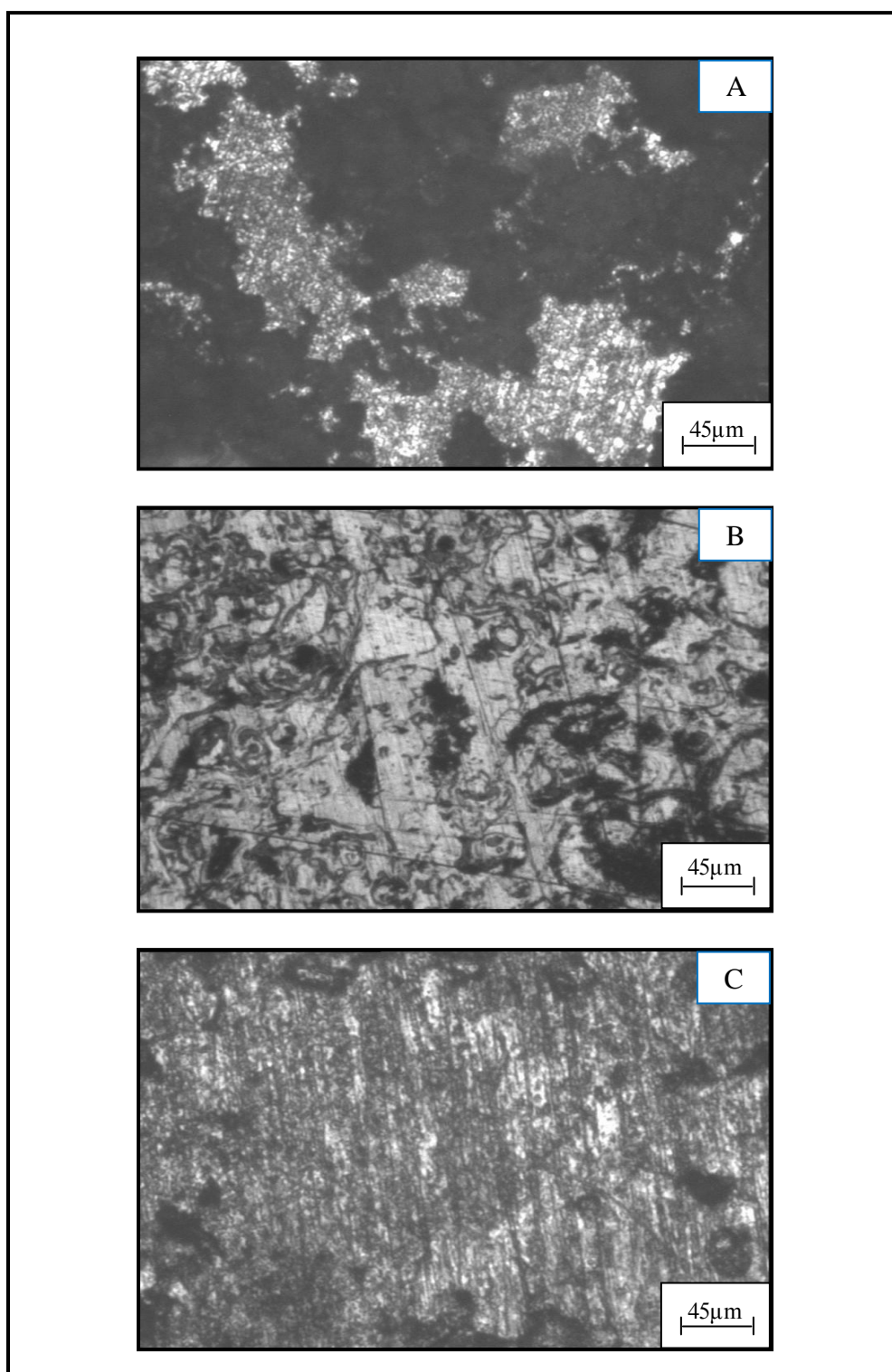


Figure 5.22 : Micrographie des différents échantillons après corrosion.
(A) Substrat en alliage de magnésium.
(B) Dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.
(C) Dépôt en molybdène.

La figure 5.22 illustre la micrographie des différents échantillons après corrosion. D'après les observations microscopiques on constate que, pour le substrat en alliage de magnésium, presque toute la surface de l'échantillon est corrodée. Pour le dépôt en molybdène, on constate que la surface de l'échantillon est corrodée mais la corrosion est moins intense que celle observée sur la surface du substrat. Enfin pour le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn, la surface de l'échantillon reste presque inchangée sauf dans certaines zones où on constate une légère corrosion. Cela vient pour confirmer les résultats obtenus par les tests électrochimiques. L'observation microscopique des différents échantillons met aussi en évidence l'existence d'une corrosion intergranulaire sur les trois surfaces examinées, cette corrosion est probablement provoquée par la ségrégation des impuretés telles que le soufre et le phosphore aux frontières des grains [40-41] et la précipitation des carbures.

*Conclusion
générale*

Conclusion générale

Depuis de nombreuses années, le rêve des fabricants automobiles est de réduire le poids des véhicules et le magnésium est considéré comme idéal dans cet objectif. En effet, une pièce en magnésium est 1/3 plus légère qu'une pièce en aluminium et 4 fois plus légère qu'une pièce en acier. Ce métal est considéré comme la matière idéale dans la course à l'économie d'énergie dans le domaine des "Energy-Saving cars". Pour être efficace, le magnésium doit être résistant mais aussi être capable d'absorber les chocs, les vibrations et de résister à la corrosion. A l'état pur, il n'est pas assez "solide" pour être utilisé dans la fabrication de véhicules, mais les propriétés peuvent être améliorées en le combinant à d'autres éléments tels que l'aluminium, le silicium, ...etc. et aussi de lui faire subir des traitements de surface tel que les revêtements métalliques.

L'objectif de ce travail est de réaliser des revêtements métalliques par la technique de projection thermique en utilisant le procédé arc-fil utilisé par l'entreprise Algérie métallisation d'Alger d'une part et d'autre part d'évaluer la tenue à l'usure et la résistance à la corrosion des dépôts réalisés. Ceci dans le but d'améliorer les caractéristiques physico-chimiques de surface du matériau étudié.

Les principaux résultats obtenus dans ce travail se résument comme suit :

- Les observations métallographiques effectuées sur la surface de l'alliage de magnésium représentent un empilement de fines lamelles uniformément réparties qui lui donne une structure plus dense et plus compacte. D'après la microanalyse EDAX et la diffraction X (DRX), on remarque la présence de deux phases, l'une est cubique ($Al_{12}Mg_{17}$) qui a un paramètre de maille $a = 10,56 \text{ \AA}$ et l'autre est hexagonale ($Al_{0,1}Mg_{0,9}$) qui a les paramètres de maille $a=b = 3.1692 \text{ \AA}$ et $c = 5.1581 \text{ \AA}$.
- Pour la morphologie du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn, on remarque la présence de trois phases, la microanalyse EDAX et la diffraction X (DRX), confirment l'existence de ces trois phases, la première est une phase cubique en fer nickel (Fe-Ni) avec un paramètre cristallin $a = 3,5975 \text{ \AA}$, la deuxième est une phase cubique austénitique en fer carbone (Fe,C) de paramètre cristallin $a = 3,6 \text{ \AA}$ et enfin la troisième correspond à une phase aussi cubique en oxyde de fer (Fe_3O_4) de paramètre cristallin $a = 8.3740 \text{ \AA}$.

- Concernant le dépôt en Molybdène, les observations métallographiques, la microanalyse EDAX et la diffraction X (DRX), mettent en évidence la présence de deux phases, l'une correspond à une phase cubique en molybdène (Mo) avec un paramètre cristallin $a = 3.1472 \text{ \AA}$ et l'autre correspond à une phase monoclinique en oxyde de molybdène (MoO_2) de paramètres cristallins $a = 5,6090 \text{ \AA}$, $b = 4,8600 \text{ \AA}$ et $c = 5,6280 \text{ \AA}$.
- On remarque de petites particules sphériques, dit particules non fondues sur le dépôt au Cr-Ni-Mn, elles sont dû au fait qu'elles soient initialement à l'état semi fondu ou pateux à la sortie de la buse du pistolet et continuent leurs refroidissement pendant leurs envol avant leurs impact avec la surface du substrat. Comparativement au premier dépôt, nous constatons l'absence de particules non fondues observées sur le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn. On observe aussi beaucoup de porosités sur le dépôt en Molybdène par rapport à celui du l'acier au Cr-Ni-Mn, Celles-ci trouvent leurs origines probablement dans le piégeage de l'air entre les différentes couches déposées.
- D'après les tests de microdureté, on constate que la microdureté du dépôt en molybdène est légèrement supérieure à celle du dépôt en acier au Cr-Ni-Mn soit une augmentation de 14.55%, du fait que le molybdène est caractérisé par une haute dureté comparativement à l'acier au Cr-Ni-Mn.
- Les tests d'usure en fonction du temps dans la configuration pion disque sous une charge de 10N mettent en évidence une meilleure performance de la tenue à l'usure du revêtement issu du dépôt en Molybdène. Le calcul du coefficient d'usure et les observations microscopiques des différents dépôts vient pour confirmer ce résultat.
- On peut dire que les deux dépôts ont amélioré la résistance à l'usure de l'alliage de magnésium AZ91, mais d'après les résultats expérimentaux, le dépôt en molybdène résiste mieux à l'usure que le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn.
- Les courbes anodiques, cathodiques et les courbes de Tafel ont été exploitées afin de déterminer le revêtement le plus sensible à la corrosion, d'après les résultats obtenus, on constate que les deux dépôts ont améliorés la résistance à la corrosion, mais on comparant ces résultats, on peut dire que le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn résiste beaucoup mieux à la corrosion que le dépôt en Molybdène.

En perspective, nous envisageons une étude d'adhérence pour bien caractériser les deux dépôts étudiés, utiliser d'autre techniques de projection et projeter d'autre dépôts afin d'améliorer encore plus les propriétés physico-chimiques de surface du l'alliage de magnésium AZ91.

Bibliographie

Références bibliographiques

- [1] GAËL KHELIFATI LAËTITIA KIRSCHNER, Magnésium et alliage de magnésium, Dunod (2008).
- [2] M.M. AVEDESIAN AND H. BAKER. Magnesium and magnesium alloys. ASM Specialty Handbook, (1999).
- [3] ASM INTERNATIONAL. Aluminium-magnesium binary diagram, (2006).
- [4] G.V. RAYNOR. The Physical metallurgy of Magnesium and its alloys. New York Pergamon Press, (1959).
- [5] S. R. AGNEW AND O. DUYGULU. Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B. International Journal of Plasticity, 21:1161-1193, (2005).
- [6] M.T. PEREZ-PRADO, J.A. DEL VALLE, AND O.A. RUANO. Effect of sheet thickness on the microstructural evolution of an Mg AZ61 alloy during large strain hot rolling. Scripta Materialia, 50:667–671, (2004).
- [7] J.A. DEL VALLE, M.T. PEREZ-PRADO, AND O.A. RUANO. Texture evolution during large-strain hot rolling of the mg AZ61 alloy. Materials Science and Engineering A, 355:68-78, (2003).
- [8] R. GEHRMANN, M.M. FROMMERT, AND G. GOTTSTEIN. Texture effects on plastic deformation of magnesium. Materials Science and Engineering A, 395:338–349, (2005).
- [9] H. WATANABE, H. TSUTSUI, T. MUKAI, H. ISHIKAWA, Y. OKANDA, M. KOHZU, AND K. HIGASHI. Grain size control of commercial wrought Mg-Al-Zn alloys utilizing dynamic recrystallization. Materials Transactions, 42:1200–1205, (2001).

[10] C.I. CHANG, C.J. LEE, AND J.C. HUANG. Relationship between grain size and zener-holloman parameter during friction stir processing in AZ31 Mg alloys. Scripta Materialia, 51(6):509–514, (2004).

[11] FRANCOIS STAUDER, Le magnésium dans l'automobile, Février (2004).

[12] D. LANDOLD « corrosion et chimie de surfaces des métaux ». Presses polytechnique et universitaire romandes Lausanne (1993).

[13] M.MEZIANE, Thèse de magister de L'USTHB, « comportement des aciers au carbone en milieux aqueux saturé en CO₂. Influence des inhibiteurs de corrosion ». Algérie (1989).

[14] Y.ADDA, J.M.DUPOUY, « Élément de métallurgie physique », commissariat à l'énergie atomique (1991) tome 6, Paris.

[15] C.VARGEL, « le comportement d'aluminium et de ces alliages ». Dunod technique (1979) 27-105.

[16] J.L.CROLET « Utilisation des métaux et alliages passivables », technique de l'ingénieur (7-1978) 153.

[17] F.OVARI, L. TOMCSANYI ET T. TURMEZEY, Electrochim. Acta, 33(1988)323.

[18] R. DEVELAY, « Propriétés de l'aluminium et des alliages corroyés ». Technique de l'ingénieur 54-1977) M440, 2-7.

[19] C.KUNTZ-LAGUERRE, Thèse de doctorat de l'université de paris VI, « contribution à l'étude de la compréhension des phénomènes chimiques engendrant la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium et de la quantification de cette corrosion ». (1997) France.

[20] J.VERECKEN, journée d'électrochimie, Toulouse (1999) France.

[21] R.L.HORST JR, B.WLIFKA, Corrosion nace, 26(1970) 111

[22] M.KEDDAM, O.R. MATTOS ET H. TAKENOUTI, J. ELECTROCHEM. Soc, 128(1981)257.

[23] C. GABRIELLI ET M. KEDDAM, electrochim, Acta, 41(1996)957.

[24] G. ZAMBELLI, L. VINCENT, « Matériaux et Contacts – une approche tribologique » (1998), Presses Polytechniques et Universitaires Romandes.

[25] J. DENAPE, « Science Friction – introduction à la tribologie », DEA sciences des matériaux (2001).

[26] F. ROBBE-VALOIRE, B. BAFFONI, R. PROGRI, « Load transmission by elastic, elasto-plastic or fully plastic deformation of rough interface asperities». (2001), Mechanics of Materials, Vol. 33, pp. 617-633.

[27] O. BARRAU, « Etude tribologique de revêtement en régulation de turbines », Rapport de stage Turboméca-ENIT (1999).

[28] A. PRONER, Revêtement par projection thermique, technique de l'ingénieur : Traité Matériaux métalliques, Vol. M1645, (1999) 1-20

[29] MANA Toufik, Projet de fin d'étude : « Evaluation de la tenue à l'usure d'un dépôt en acier 100Cr6 réalisé par la technique de projection thermique à flamme-fil ».Université de Bejaia (2007).

[30] S. NOUROUZI, « Contribution à l'étude du procédé ARC-FIL, pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive ». Thèse de Doctorat, de L'UNIVERSITÉ DE LIMOGES (2004),

[31] A. PRONER, technique de l'ingénieur M 1645, (1992)

[32] M. VARDELLE, S. BANSARD, P.FAUCHAIS, C. BOSSOUTROT, F. BRAILLARD. Laboratoire Science des procédés et de traitements de surface (SPCTS), UMR-CNRS 6638.Journée scientifique barrière thermique (ONERA 23 mai 2002).LIMOGES, France.

[33] M. DUCOS, « Revêtements par projection thermique» M 1665, Technique de l'ingénieur (1992)

[34] D.H.SITZER, Métal prog, (1964), pp.86, 28.

[35] J.H.ZAAT, Proceedings of the 9th international thermal spraying conference, la Haye 19-23 mai (1980).

[36] C.CHABROL-F.SCHUSTER, « Caractérisation et contrôle des couches » (1998).

[37] A.Hamimi, « projection thermique dans la rénovation des pièces mécanique usées effet de paramètre de projection, de l'état de surface de substrat et de la sous couche de molybdène », mémoire de fin d'étude, BEJAIA (2005).

[38] J. VETTER, G.BARBEZAT, J. CREMMENAUER, J. AVISSAR, « Surface treatment selection for automotive applications », Surface & Coatings Technology 200, (2005) 1990-1993.

[39] M.A. BRADAI, « Rénovation des pièces mécaniques usées par la technique de projection thermique. Caractérisation structurale et mécanique de deux types de revêtements métallique ». Thèse de doctorat, BEJAIA, Décembre (2007).

[40] S.TRIGWELL, G.SALVADURAY, «Effects of welding on the passive oxide film of electropolished 316L stainless steel». Journal of Materials processing Technology, Vol 166, 2005, p.30.

[41] V. PILOUS, R. KOVARIK, M. KOUTNIK, «Examination of the heat-affected zone by Auger electron spectroscopy», Weld. Int. Vol 1. 1989, p. 76.

Annexes

Annexe 1

Name and formula

Reference code: 00-001-1128
PDF index name: Aluminum Magnesium
Empirical formula: $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$
Chemical formula: $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: I-43m
Space group number: 217
a (Å): 10.5600
b (Å): 10.5600
c (Å): 10.5600
Alpha (°): 90.0000
Beta (°): 90.0000
Gamma (°): 90.0000
Volume of cell (10^6 pm^3): 1177.58
Z: 2.00
RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Common Phase
Forensic
Quality: Blank (B)

Comments

General comments: This may be \bar{a} -Al₁₂ Mg₁₇ because the reflections can be indexed on an I-cell with a=10.56. (Ed.).
Unit cell data source: Powder Diffraction.

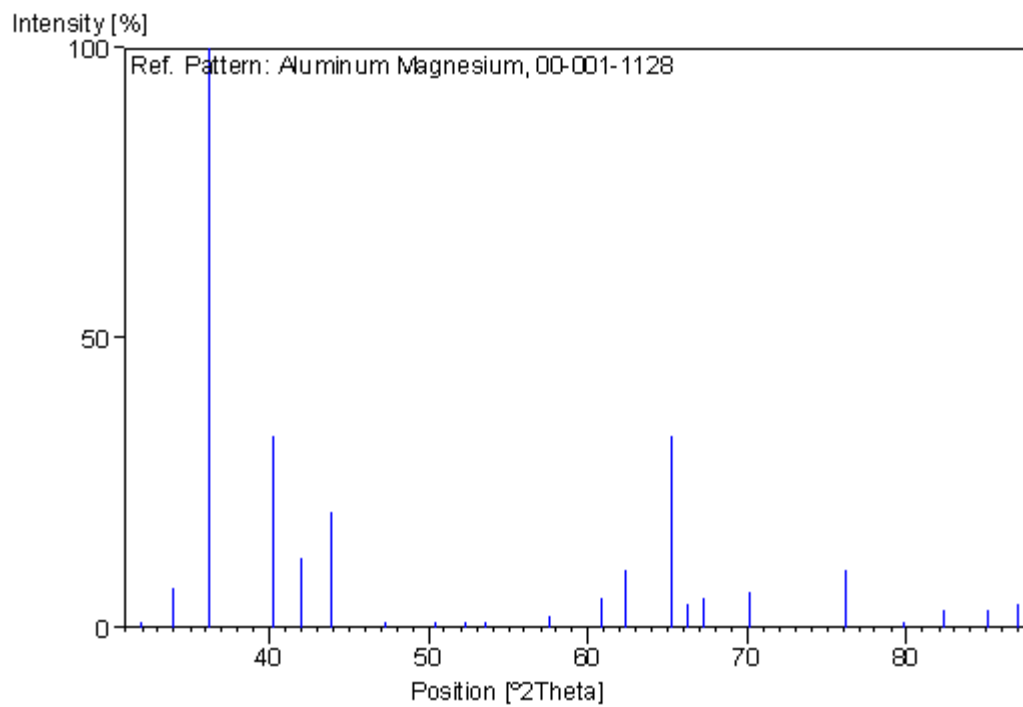
References

Primary reference: Hanawalt, J., Rinn, H., Frevel, L., *Anal. Chem.*, **10**, 457, (1938)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	3	2	1	2.80000	31.937	1.0
2	4	0	0	2.64000	33.929	7.0
3	4	1	1	2.48000	36.191	100.0
4	3	3	2	2.24000	40.227	33.0
5	4	2	2	2.15000	41.989	12.0
6	5	1	0	2.06000	43.917	20.0
7	5	2	1	1.92000	47.306	1.0
8	4	3	3	1.81000	50.375	1.0
9	6	0	0	1.75000	52.230	1.0
10	6	1	1	1.71000	53.547	1.0
11	6	2	2	1.60000	57.559	2.0
12	4	4	4	1.52000	60.899	5.0
13	7	1	0	1.49000	62.260	10.0
14	7	2	1	1.43000	65.186	33.0
15	6	4	2	1.41000	66.229	4.0
16	7	3	0	1.39000	67.307	5.0
17	7	3	2	1.34000	70.178	6.0
18	8	2	2	1.25000	76.084	10.0
19	7	5	2	1.20000	79.870	1.0
20	9	1	0	1.17000	82.352	3.0
21	9	2	1	1.14000	85.017	3.0
22	6	6	4	1.12000	86.907	4.0

Stick Pattern



Annexe 2

Name and formula

Reference code: 01-071-5832
PDF index name: Aluminum Magnesium
Empirical formula: $\text{Al}_{0.1}\text{Mg}_{0.9}$
Chemical formula: $(\text{Al}_{0.1}\text{Mg}_{0.9})$

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
Space group: P63/mmc
Space group number: 194

a (Å): 3.1692
b (Å): 3.1692
c (Å): 5.1581
Alpha (°): 90.0000
Beta (°): 90.0000
Gamma (°): 120.0000

Volume of cell (10^6 pm^3): 44.87
Z: 2.00

RIR: 3.84

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
ICSD Pattern
Quality: Indexed (I)

Comments

ANX: N.
Wyckoff Sequence: c (P63/MMC). Minor Warning: No R value given in the paper. No e.s.d. reported/abstracted on the cell dimension.
Unit cell data source: Powder Diffraction.
ICSD collection code: 57963.

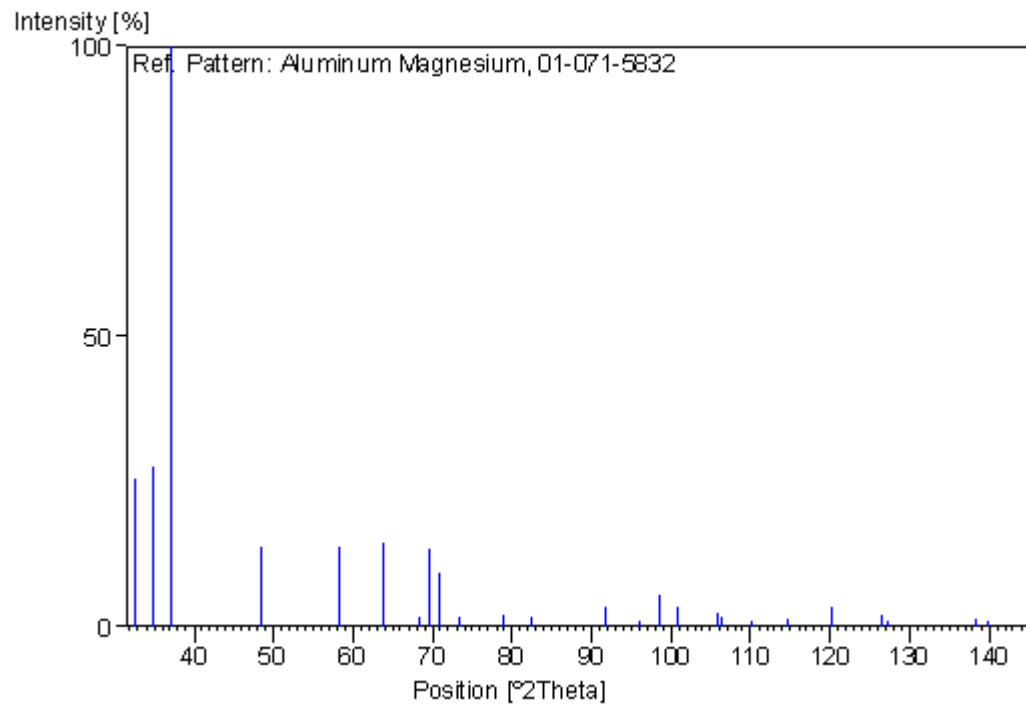
References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*
Structure: Busk, R.S., *Trans. Am. Inst. Min. Metall. Pet. Eng.*, **188**, 1460, (1950)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	2.74461	32.599	25.3
2	0	0	2	2.57905	34.756	27.5
3	1	0	1	2.42296	37.074	100.0
4	1	0	2	1.87947	48.391	13.7
5	1	1	0	1.58460	58.171	13.8
6	1	0	3	1.45707	63.830	14.4
7	2	0	0	1.37230	68.294	1.8
8	1	1	2	1.35012	69.576	13.4
9	2	0	1	1.32617	71.020	9.3
10	0	0	4	1.28953	73.361	1.8
11	2	0	2	1.21148	78.964	2.0
12	1	0	4	1.16712	82.600	1.7
13	2	0	3	1.07256	91.810	3.3
14	2	1	0	1.03736	95.900	1.0
15	2	1	1	1.01700	98.475	5.3
16	1	1	4	1.00019	100.735	3.3
17	1	0	5	0.96566	105.821	2.2
18	2	1	2	0.96243	106.331	1.6
19	2	0	4	0.93973	110.110	0.6
20	3	0	0	0.91487	114.699	1.2
21	2	1	3	0.88822	120.279	3.3
22	3	0	2	0.86223	126.603	2.0
23	0	0	6	0.85968	127.282	1.1
24	2	0	5	0.82461	138.180	1.3
25	1	0	6	0.82038	139.753	0.5
26	2	1	4	0.80829	144.729	0.9

Stick Pattern



Annexe 3

Name and formula

Reference code: 00-047-1417
Mineral name: Taenite, syn
PDF index name: Iron Nickel
Empirical formula: Fe
Chemical formula: (Fe , Ni)

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Fm-3m E
Space group number: 225

a (Å): 3,5975
b (Å): 3,5975
c (Å): 3,5975
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000

Volume of cell (10⁶ pm³): 46,56
Z: 4,00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Mineral
Alloy, metal or intermetallic
Quality: Blank (B)

Comments

General comments: Cell parameter generated by least squares refinement.
Sample preparation: Prepared by solid state reaction at 800 C for 100 hours.
Additional pattern: To replace 23-297.
Unit cell: Reference reports: a=3.5949(5).

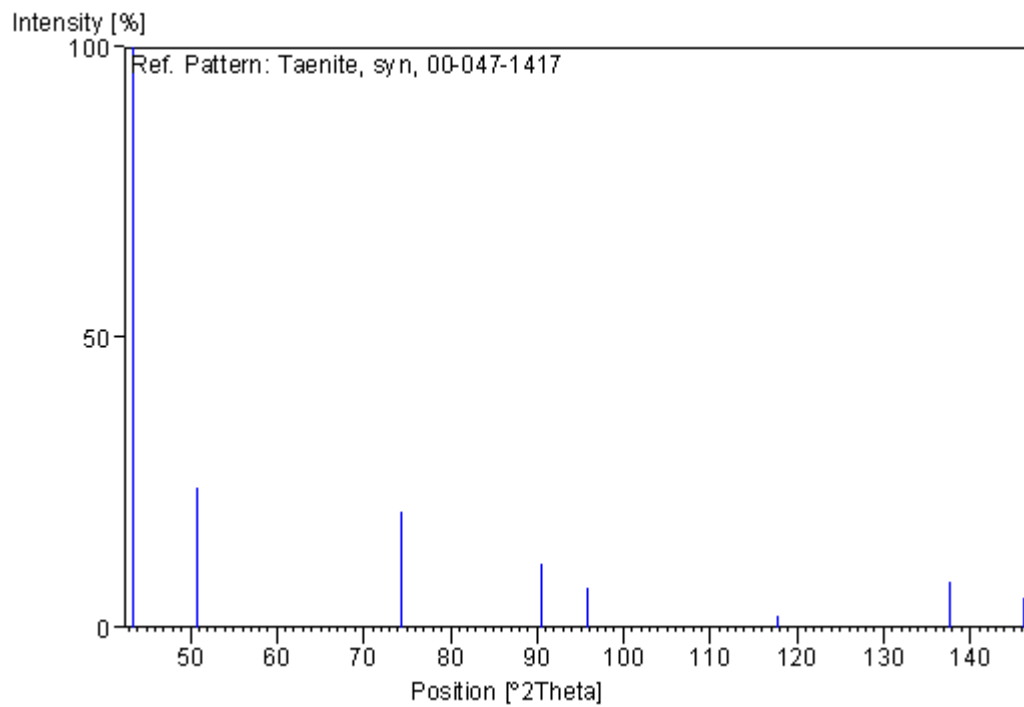
References

Primary reference: Morra, M., Ballinger, R., Hwang, I., *Metall. Trans. A*, **23**, 3177, (1992)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,07900	43,495	100,0
2	2	0	0	1,80000	50,674	24,0
3	2	2	0	1,27200	74,541	20,0
4	3	1	1	1,08500	90,462	11,0
5	2	2	2	1,03800	95,821	7,0
6	4	0	0	0,90000	117,716	2,0
7	3	3	1	0,82600	137,677	8,0
8	4	2	0	0,80500	146,232	5,0

Stick Pattern



Annexe 4

Name and formula

Reference code: 00-023-0298
Common name: Austenite
PDF index name: Iron
Empirical formula: $C_{0.05}Fe_{0.95}$
Chemical formula: (Fe , C)

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Fm-3m E
Space group number: 225
a (Å): 3,6000
b (Å): 3,6000
c (Å): 3,6000
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000
Volume of cell (10^6 pm^3): 46,66
Z: 4,00
RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Quality: Doubtful (O)

Comments

Deleted by: Deleted by 31-619.

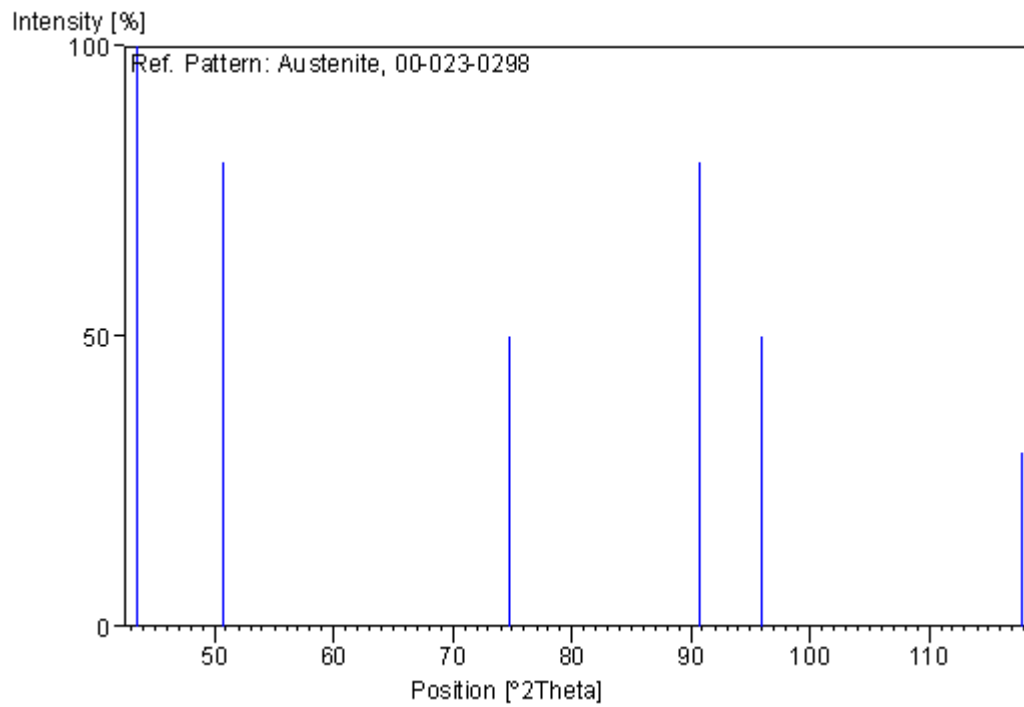
References

Primary reference: Goldschmidt., *Metallurgia*, **40**, 103, (1949)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,08000	43,473	100,0
2	2	0	0	1,80000	50,674	80,0
3	2	2	0	1,27000	74,679	50,0
4	3	1	1	1,08300	90,676	80,0
5	2	2	2	1,03700	95,944	50,0
6	4	0	0	0,90000	117,716	30,0

Stick Pattern



Annexe 5

Name and formula

Reference code: 00-001-1111
Mineral name: Magnetite
PDF index name: Iron Oxide
Empirical formula: Fe_3O_4
Chemical formula: Fe_3O_4

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Fd-3m
Space group number: 227
a (Å): 8.3740
b (Å): 8.3740
c (Å): 8.3740
Alpha (°): 90.0000
Beta (°): 90.0000
Gamma (°): 90.0000
Measured density (g/cm³): 5.18
Volume of cell (10⁶ pm³): 587.22
Z: 8.00
RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Mineral
Alloy, metal or intermetallic
Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: see Brindley report May-June, 1955.
Color: Black.
Melting point: 1590.

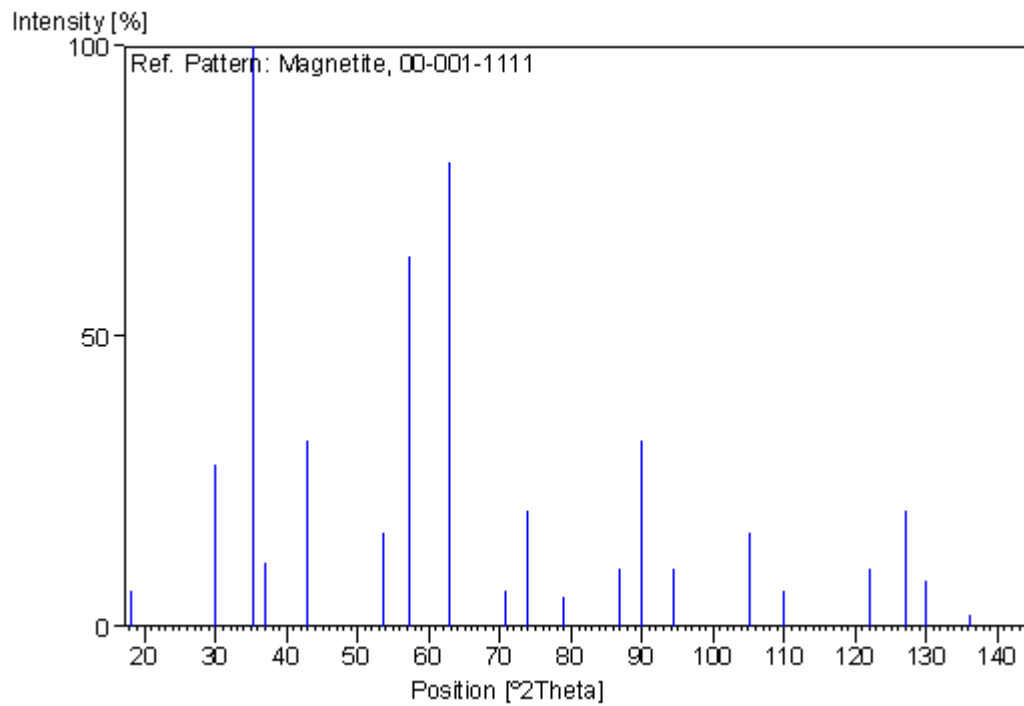
References

Primary reference: Hanawalt. et al., *Anal. Chem.*, **10**, 475, (1938)
Optical data: *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed.*
Unit cell: *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed.*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	4.85000	18.277	6.0
2	2	2	0	2.97000	30.064	28.0
3	3	1	1	2.53000	35.452	100.0
4	2	2	2	2.42000	37.121	11.0
5	4	0	0	2.10000	43.038	32.0
6	4	2	2	1.71000	53.547	16.0
7	5	1	1	1.61000	57.168	64.0
8	4	4	0	1.48000	62.728	80.0
9	6	2	0	1.33000	70.785	6.0
10	5	3	3	1.28000	73.997	20.0
11	4	4	4	1.21000	79.079	5.0
12	6	4	2	1.12000	86.907	10.0
13	7	3	1	1.09000	89.934	32.0
14	8	0	0	1.05000	94.381	10.0
15	7	5	1	0.97000	105.145	16.0
16	8	4	0	0.94000	110.063	6.0
17	9	3	1	0.88000	122.171	10.0
18	8	4	4	0.86000	127.196	20.0
19				0.85000	129.980	8.0
20				0.83000	136.273	2.0
21	9	5	1	0.81000	143.974	10.0

Stick Pattern



Annexe 6

Name and formula

Reference code: 00-004-0809
PDF index name: Molybdenum
Empirical formula: Mo
Chemical formula: Mo

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Im-3m
Space group number: 229

a (Å): 3.1472
b (Å): 3.1472
c (Å): 3.1472
Alpha (°): 90.0000
Beta (°): 90.0000
Gamma (°): 90.0000

Calculated density (g/cm³): 10.22
Volume of cell (10⁶ pm³): 31.17
Z: 2.00

RIR: 7.38

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Common Phase
Forensic
NBS pattern
Quality: Star (S)

Comments

Deleted by: Deleted by 42-1120; Weissmann 7/91.
Color: Dark gray.
Sample preparation: Sample made by fused salt electrolysis.
Analysis: Spectrographic analysis shows weak reflections of Al, Fe, Mg and Si, and traces of Ca, Cu, Mn, and Pb.
Unit cell data source: Powder Diffraction.
Temperature: Pattern at 26 C.

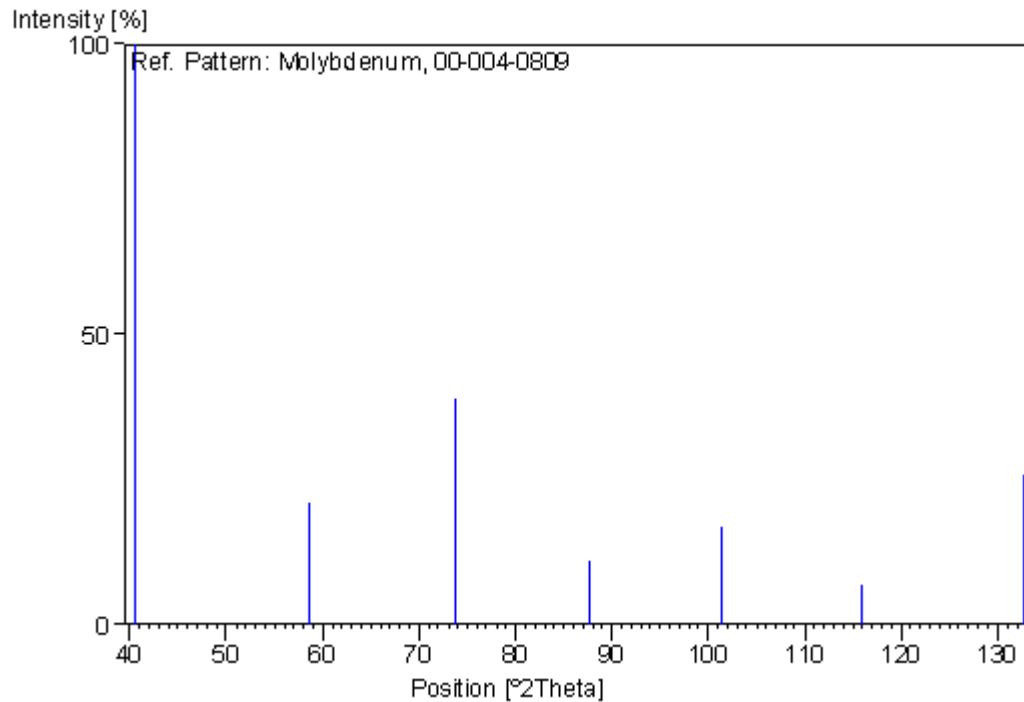
References

Primary reference: Swanson, Tatge., *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539*, **1**, 20, (1953)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	2.22500	40.510	100.0
2	2	0	0	1.57400	58.601	21.0
3	2	1	1	1.28500	73.662	39.0
4	2	2	0	1.11270	87.622	11.0
5	3	1	0	0.99520	101.432	17.0
6	2	2	2	0.90850	115.964	7.0
7	3	2	1	0.84110	132.646	26.0

Stick Pattern



Annexe 7

Name and formula

Reference code:	01-078-1069
Mineral name:	Tugarinovite titanian, syn
Common name:	molybdenum(IV) oxide
PDF index name:	Molybdenum Oxide
Empirical formula:	MoO ₂
Chemical formula:	MoO ₂

Crystallographic parameters

Crystal system:	Monoclinic
Space group:	P21/c
Space group number:	14

a (Å):	5.6090
b (Å):	4.8600
c (Å):	5.6280
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	120.9400
Gamma (°):	90.0000

Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	131.59
Z:	4.00

RIR:	8.83
------	------

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Mineral Alloy, metal or intermetallic Corrosion ICSD Pattern
Quality:	Star (S)

Comments

ANX:	AX2.
Wyckoff Sequence:	e3 (P121/C1).
Analysis:	Mo1 O2. Formula from original source: Mo O2.
Additional pattern:	See PDF 00-032-0671 and 01-086-0135.
ICSD collection code:	62206.

References

Primary reference:
Structure:

Calculated from ICSD using POWD-12++, (2004)
Ghedira, M., Do, D.C., Marezio, M., *J. Solid State Chem.*, **59**, 159,
(1985)

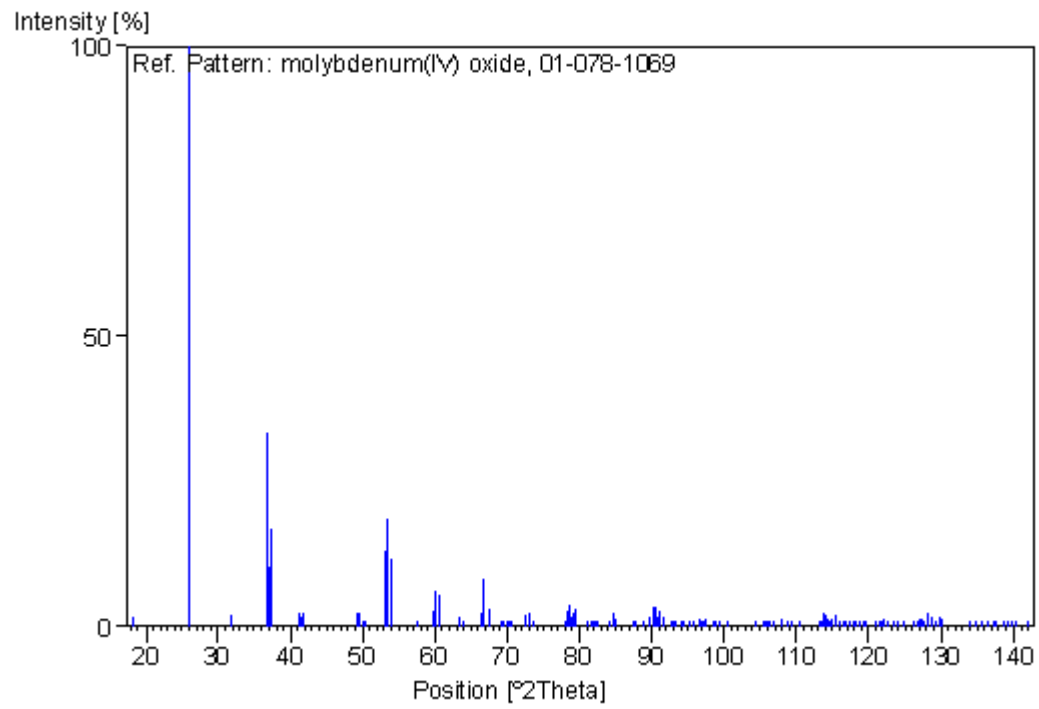
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	4.81087	18.427	1.6
2	0	1	1	3.42487	25.996	100.0
3	-1	0	2	2.81370	31.777	2.0
4	-2	0	2	2.44430	36.739	12.4
5	-1	1	2	2.43505	36.883	8.8
6	-2	1	1	2.42877	36.982	33.3
7	0	0	2	2.41359	37.223	10.2
8	1	1	1	2.40544	37.354	17.0
9	-2	1	2	2.18368	41.312	2.5
10	-1	2	1	2.17600	41.464	1.5
11	0	2	1	2.17050	41.574	0.9
12	0	1	2	2.16169	41.751	0.7
13	2	1	0	2.15583	41.870	2.3
14	-3	0	2	1.84161	49.451	2.4
15	-1	2	2	1.83909	49.524	2.4
16	1	2	1	1.82650	49.888	0.3
17	1	0	2	1.81540	50.215	0.1
18	-2	1	3	1.72585	53.017	11.0
19	-2	2	2	1.72330	53.102	13.0
20	-1	1	3	1.71764	53.290	7.7
21	0	2	2	1.71244	53.465	18.6
22	2	2	0	1.70952	53.564	16.6
23	1	1	2	1.69849	53.940	11.7
24	3	0	0	1.60362	57.417	0.5
25	-3	1	3	1.54500	59.812	2.7
26	0	3	1	1.53582	60.206	6.3
27	0	1	3	1.52751	60.568	5.6
28	3	1	0	1.52286	60.772	3.0
29	-3	2	2	1.46773	63.313	1.6
30	-1	2	3	1.46496	63.446	0.8
31	1	2	2	1.45436	63.963	0.1
32	-2	0	4	1.40685	66.396	2.5
33	-2	3	1	1.40272	66.617	8.3
34	1	3	1	1.39831	66.855	4.1
35	2	0	2	1.38462	67.604	3.0
36	-3	0	4	1.35561	69.254	1.0
37	-3	2	3	1.35137	69.502	0.6
38	-1	0	4	1.34505	69.876	0.8
39	0	2	3	1.34160	70.082	0.5
40	3	2	0	1.33844	70.272	0.5
41	2	1	2	1.33163	70.685	0.2
42	-4	1	3	1.30350	72.449	2.0
43	-4	1	1	1.29159	73.225	2.5
44	3	1	1	1.28358	73.757	0.2
45	-4	0	4	1.22215	78.142	0.4
46	-2	3	3	1.21767	78.485	2.7
47	0	4	0	1.21500	78.690	3.8

48	-3	3	1	1.21270	78.869	1.6
49	1	3	2	1.20794	79.241	2.2
50	0	0	4	1.20679	79.331	2.0
51	2	2	2	1.20303	79.628	2.9
52	-3	2	4	1.18385	81.185	1.1
53	1	4	0	1.17825	81.652	0.3
54	-1	2	4	1.17680	81.774	0.6
55	-4	2	1	1.17326	82.074	0.3
56	0	1	4	1.17122	82.248	0.1
57	1	2	3	1.16910	82.429	0.1
58	4	1	0	1.16750	82.567	0.1
59	-3	3	3	1.14887	84.209	0.8
60	0	3	3	1.14162	84.868	2.4
61	3	3	0	1.13968	85.047	1.2
62	-1	4	2	1.11545	87.351	0.2
63	1	4	1	1.11177	87.714	0.6
64	3	0	2	1.10017	88.880	0.1
65	-3	1	5	1.09184	89.741	1.6
66	-2	4	2	1.08800	90.144	3.5
67	0	4	2	1.08451	90.515	3.4
68	0	2	4	1.08084	90.908	1.5
69	4	2	0	1.07791	91.225	2.6
70	2	1	3	1.07392	91.661	1.8
71	-5	0	4	1.06525	92.625	0.5
72	-2	3	4	1.06222	92.968	0.3
73	-4	3	2	1.06013	93.206	0.1
74	2	3	2	1.05255	94.082	0.1
75	1	0	4	1.05003	94.378	0.1
76	-4	1	5	1.04203	95.332	0.5
77	-4	3	3	1.03849	95.761	0.7
78	-1	1	5	1.03244	96.507	1.3
79	1	3	3	1.02960	96.862	0.9
80	-5	1	1	1.02922	96.909	0.9
81	1	1	4	1.02635	97.272	0.4
82	4	1	1	1.02400	97.571	1.3
83	-3	2	5	1.01696	98.480	0.1
84	-5	2	3	1.01417	98.847	0.4
85	-5	2	2	1.01098	99.270	0.8
86	1	4	2	1.00973	99.437	0.1
87	2	2	3	1.00223	100.454	0.1
88	-5	2	4	0.97562	104.286	1.1
89	3	4	0	0.96843	105.389	0.2
90	-5	2	1	0.96627	105.726	0.1
91	1	2	4	0.96389	106.099	0.2
92	5	0	0	0.96218	106.371	0.2
93	-5	1	5	0.95852	106.958	1.1
94	0	5	1	0.95287	107.879	1.4
95	0	1	5	0.94693	108.873	1.1
96	5	1	0	0.94385	109.397	0.6
97	-3	0	6	0.93790	110.431	0.4
98	-4	0	6	0.92309	113.124	0.3
99	-6	0	4	0.92112	113.496	1.0
100	-2	4	4	0.91954	113.796	2.3
101	-4	4	2	0.91819	114.056	2.1
102	1	5	1	0.91667	114.350	1.2
103	-6	0	2	0.91449	114.774	0.4
104	2	4	2	0.91325	115.017	1.4

105	2	3	3	0.91068	115.526	1.9
106	2	0	4	0.90770	116.125	0.6
107	-4	1	6	0.90640	116.390	0.8
108	-6	1	4	0.90478	116.722	0.9
109	-4	4	3	0.90402	116.877	0.6
110	-2	1	6	0.90212	117.273	0.4
111	-1	4	4	0.90162	117.377	0.4
112	-4	4	1	0.89872	117.988	0.2
113	1	4	3	0.89814	118.110	0.1
114	3	4	1	0.89730	118.290	0.1
115	5	2	0	0.89460	118.871	0.4
116	2	1	4	0.89227	119.378	0.2
117	4	1	2	0.89099	119.661	0.6
118	-1	3	5	0.88536	120.928	0.4
119	-5	3	1	0.88294	121.483	0.6
120	1	3	4	0.88113	121.905	0.3
121	4	3	1	0.87964	122.256	1.2
122	-5	0	6	0.87815	122.609	0.7
123	-3	2	6	0.87499	123.370	0.9
124	-6	2	3	0.87237	124.013	0.5
125	-1	0	6	0.86957	124.711	0.2
126	-6	1	5	0.86313	126.367	0.4
127	-4	4	4	0.86165	126.756	0.5
128	-6	2	4	0.86106	126.913	0.6
129	-2	5	3	0.86008	127.175	1.3
130	-1	5	3	0.85882	127.514	1.2
131	-3	5	1	0.85832	127.650	0.9
132	2	5	1	0.85663	128.112	2.4
133	4	4	0	0.85476	128.630	1.5
134	-6	1	1	0.85280	129.181	1.1
135	2	2	4	0.85031	129.889	1.7
136	4	2	2	0.84924	130.200	1.3
137	-5	3	5	0.83708	133.917	0.9
138	-3	5	3	0.83477	134.668	0.8
139	0	5	3	0.83198	135.597	0.8
140	0	3	5	0.82933	136.503	0.7
141	5	3	0	0.82726	137.227	0.4
142	-5	2	6	0.82588	137.721	0.9
143	-3	4	5	0.82339	138.624	0.5
144	-2	4	5	0.82190	139.178	0.1
145	-5	4	2	0.82021	139.819	0.7
146	-1	2	6	0.81872	140.391	0.7
147	-6	0	6	0.81477	141.966	0.1

Stick Pattern



Résumé

Le magnésium est le matériau idéal dans les applications où l'économie de poids est une priorité, en raison de sa densité la plus basse de tous les métaux de structure, presque aussi léger que le plastique. Pour être efficace, le magnésium doit être résistant mais aussi être capable d'absorber les chocs, les vibrations et de résister à la corrosion. A l'état pur, il n'est pas assez "solide" pour être utilisé dans la fabrication de véhicules, mais les propriétés peuvent être améliorées en le combinant à d'autres éléments tels que l'Aluminium, le Silicium, ...etc. et aussi de lui faire subir des traitements de surface tel que les revêtements métalliques. L'objectif de ce travail est de réaliser deux dépôts métalliques, l'un en acier au Cr-Ni-Mn et l'autre en Molybdène, par la technique de projection thermique en utilisant le procédé arc-fil sur un alliage de magnésium (AZ91) d'une part et d'autre part d'évaluer la tenue à l'usure et la résistance à la corrosion des dépôts réalisés. Ceci dans le but d'améliorer les caractéristiques physico-chimiques de cet alliage.

Des techniques de caractérisation ont été mises en œuvre pour la réalisation de ce projet, à savoir la microscopie optique et électronique à balayage, la diffraction aux rayons-X, tests de microdureté, tests d'usure et des tests électrochimiques. Les caractérisations structurales ont mises en évidence plusieurs phases. Pour le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn on a observé trois phases, une cubique en fer nickel (Fe-Ni), l'autre cubique austénitique en fer carbone (Fe-C) et une phase cubique en oxyde de fer (Fe_3O_4). D'après les tests d'usure, on peut dire que les deux dépôts ont amélioré la résistance à l'usure de l'alliage de magnésium AZ91, mais d'après les résultats expérimentaux, le dépôt en molybdène résiste mieux à l'usure que le dépôt en acier au Cr-Ni-Mn. Une comparaison entre les tests électrochimiques a été faite. Cette dernière a montré que le dépôt au Cr-Ni-Mn résiste mieux à la corrosion comparativement au dépôt en Molybdène.

Mots-clés : Magnésium, Dépôts métalliques, Projection thermique, Microstructure, Analyse des phases, Résistance à l'usure, Corrosion électrochimique.

Abstract

Magnesium is the ideal material in applications where weight saving is a priority, because its lowest density of any metal structure, almost as light as plastic. To be effective, magnesium must be strong but also being able to absorb shock, vibration and corrosion resistant. When pure, it is not enough "solid" for use in the manufacture of vehicles, but the properties can be improved by combining it with other elements such as aluminum, silicon, and also apply any surface treatments such as metallic coatings. The objective of this work is to make two deposits of metal, a steel Cr-Ni-Mn and the other molybdenum, by the technique of thermal spraying using the arc / wire on a magnesium alloy (AZ91) on one hand and secondly to evaluate the resistance to wear and corrosion resistance of the deposits. This in order to improve the physicochemical characteristics of this alloy.

Characterization techniques have been implemented for this project, namely optical microscopy and scanning electron diffraction X-rays, microhardness testing, wear testing and electrochemical tests. The structural characterizations were carried out several phases. For filing steel Cr-Ni-Mn was observed three phases, a cubic nickel-iron (Fe-Ni) and one cubic carbon austenitic iron (Fe-C) and a cubic phase of iron oxide (Fe_3O_4). From the wear tests, we can say that both deposits have improved the wear resistance of magnesium alloy AZ91, but from the experimental results, the deposition of molybdenum is more resistant to wear than the filing steel Cr-Ni-Mn. A comparison between the electrochemical tests was made. The latter showed that the deposition of Cr-Ni-Mn more resistant to corrosion compared to the deposit of molybdenum.

Keywords: Magnesium, metal deposits, Thermal Spraying, Microstructure, Phase Analysis, Wear resistance, Corrosion resistance.