



République algérienne démocratique et populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche
scientifique

Université Saad dahleb Blida



Institut d'Aéronautique et des Etudes Spatiales

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme MASTER

Option : Structure avions

Thème

**Elaboration et caractérisation par les
méthodes non destructives de
revêtement sur les alliages utilisés en
aéronautique par voie chimique**

Présenté par :

BOUZIRI Ahmed

Et

SILAA Foudhil

Encadré par

Dr ZIOUCHE Aicha

Et

Mme BOUDJELLAL Hayet

Année Universitaire 2018-2019

Résumé : Dans ce travail, une élaboration de revêtement par conversion chimique à base de molybdène a été effectuée avec une incorporation de différents oxydes métallique (SiO_2 , CrO_3 , CeO_2 et Sb_2O_3) dans le bain initial.

Ce genre de revêtement présente une alternative du revêtement toxique à base du chrome hexavalent.

L'élaboration des revêtements a été effectuée sur les alliages AZ91 et AL2024 qui sont largement utilisés en aéronautique, des évaluations non destructives ont été faite par les courants de Foucault des surfaces ainsi que leurs morphologies par microscopie électronique à balayage (MEB).

Une caractérisation électrochimique vis-à-vis la corrosion a été effectuée sur les échantillons dans un milieu de NaCl en absence et en présence de ces revêtements

Mots clés : Corrosion, revêtement, courant de Foucault, MEB.

Abstract: In this work, molybdenum based chemical conversion coating eroding was performed with incorporation of different metal oxides (SiO_2 , CrO_3 , CeO_2 et Sb_2O_3) into the initial bath.

This kind of coating presents an alternative of the toxic coating based on hexavalent chromium.

Coating development was carried out on AZ91 and AL2024 alloys, which are widely used in aeronautics, non-destructive evaluations, were made by surface eddy currents as well as their morphologies by scanning electron microscopy (SEM).

Electrochemical corrosion characterization was performed on the samples in NaCl medium in the absence end presence of these coating.

Key words: corrosion, coating, eddy current, SEM.

المخلص: في هذا العمل، تم تصنيع تليفيق الطلاء الكيمياء القائم على المولبيديوم مع دمج أكاسيد معدنية مختلفة (SiO_2 , CrO_3 , CeO_2 و Sb_2O_3) في الحمام الأولي.

يقدم هذا النوع من الطلاء بديلاً عن الطلاء السام القائم على الكروم سداسي التكافؤ.

تم تطوير الطلاء على سبائك المغنيسيوم 91 والألومنيوم 2024، والتي تستخدم على نطاق واسع في مجال الطيران، وقد تم إجراء تقييمات غير مدمرة من قبل التيارات الدوامة السطحية وكذلك التشكلات عن طريق مسح المجهر الإلكتروني.

تم إجراء توصيف تآكل كهروكيميائي على العينات في وسط كلوريد الصوديوم في غياب وجود هذه الطلاءات.

الكلمات المفتاحية: التآكل، طلاء، الدوامة الحالية، مسح المجهر الإلكتروني.

Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au centre de recherche en technologies industrielles C.R.T.I.

Nous tenons à remercier nos encadreurs, Mme ZIOUCHE Aïcha, Mme BOUDJELLAL Hayet pour leur aide, encouragements et leurs précieux conseils tout au long de notre travail.

Nos sincères remerciements vont aussi à monsieur le président et messieurs les membres du jury pour avoir expertisé notre travail et nous avoir honorés par leurs présences.

Nous exprimons nos profondes gratitudeux aux enseignants de l'institut de l'Aéronautique de l'Université de Saad Dahleb Blida 1.

On voudrait adresser un remerciement particulier à Mr BOUCHEROU Nacer, Mr HADDAD Ahmed et Mme FEGHOUL Amira, pour leurs encouragements, leur soutien sans faille et leur assistance aussi bien matérielle que morale qui m'ont permis de faire ce mémoire dans de bonnes conditions,

On remercie tout le personnel du centre particulièrement "équipe électrochimie et Corrosion", combien disponible et dévoué !

A toutes et à tous un grand merci et une infinie reconnaissance

Dédicace

Nous tenons tout d'abord à remercier ALLAH tout puissant de nous avoir donné la force, la santé, le courage et la patience pour la réalisation de ce travail.

Je dédie ce modeste travail à mes très chers particulières parents mon Père, ma mère qui ont sacrifié les plus belles années de leur vie pour me voir un jour réussir et pour leur soutien morale et l'encouragement durant toute ma vie et au moment particulier du projet.

Je dédie à toute ma famille en particuliers mon cher frère et ma chère soeur « Abdelkader et samah ».

Je dédie aussi mes meilleurs camarades : Chakib, Ali, Zaki, Farid, Houssin, Arslan, Billel, Kada, Walid, Hamza, Alim, Mustapha, Zohir, Amine, Sami, Oussama, Imad, Alla, Hacen, Seddiki et Amar.

Mes chers amis : Yahia, Mustapha, Ayouni, Jbala, isli et surtout Khali le petit.

Mes dédicaces vont aussi à mon cher binôme Fodhil, et tous les binômes qui ont été avec nous durant notre stage en particulier Fatiha et Hadjer.

Ahmed

Sommaire

SOMMAIRE

RESUME

REMERCIEMENTS

DEDICACES

SOMMAIRE

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES

LISTE DES ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE.....	1
Chapitre I : Généralité sur les alliages d'aluminium et magnésium utilisés en aéronautique	
Introduction.....	3
I-1-L'aluminium	3
I-1-1-Aluminium et alliages d'aluminium.....	3
I-1-2-Structure de l'aluminium.....	4
I-1-3-Les propriétés de l'aluminium.....	4
I-1-4-Les familles d'alliages d'aluminium	6
I-1-5-Définition de la série 2000 (Al-Cu et Al-Cu-Mg).....	7
I-2-Le magnésium.....	8
I-2-1-Propriétés physiques du métal	8
I-2-2-Caractéristiques physiques	9
I-2-3-Caractéristiques mécaniques	9
I-2-4-Caractéristiques chimiques.....	9
I-2-5-Diagramme de phase binaire Mg-Al	9
I-2-6-Domains d'utilisation du magnésium métallique	11
I-2-7-Voies d'élaboration des alliages de magnésium.....	11
I-2-8-Les alliages de magnésium.....	12
I-2-9-Alliage AZ91	14

Conclusion	15
Chapitre II : Corrosion et protection par voie chimique	
II-1-La corrosion.....	16
II-1-1-Définition de la corrosion.....	16
II-1-2-Impact économique de la corrosion	16
II-1-3-Processus de corrosion	16
II-1-4-Classification de la corrosion	17
II-1-4-1-La corrosion chimique	18
II-1-4-2-La corrosion bactérienne.....	18
II-1-4-3-La corrosion électrochimique	18
II-1-5-Les formes de corrosion	19
II-1-5-1-généralisé	19
II-1-5-2-Localisée	19
II-1-6-Facteurs physiques et chimiques influençant la corrosion	23
II-1-7-Les moyenne de lutte contre la corrosion	24
II-2-Méthodes de protection chimiques des alliages métalliques.....	24
II-2-1-Utilisation d'inhibiteurs de corrosion.....	25
II-2-2-Traitements de conversion chimique.....	25
II-2-2-1-Importance du prétraitement.....	25
II-2-2-2-Chromatation ou mordantage.....	26
II-2-2-3-Phosphatation.....	26
II-2-3-Revêtements réalisés dans des solutions à base de terres rares.....	26
II-2-4-Carboxylation	26
II-2-5-Autres grandes familles de traitements de surface.....	27
II-2-5-1-L'anodisation	27
II-2-6-L'aluminisation	27
II-2-7-Le procédé Sol-Gel	28

II-2-8-L'électrodéposition	28
Chapitre III : Contrôle non destructif	
Introduction.....	29
III-1-Principales méthodes de contrôles non destructifs.....	29
III-1-1-Les méthodes de surfaces	29
III-1-2-Les méthodes volumiques.....	30
III-2-Les Différentes Techniques De Contrôle Non Destructif	30
III-3-Contrôle Par Courants De Foucault	33
III-3-1-Principes Des Courants De Foucault	33
III-3-2-Diagramme d'impédance	35
III-3-3-Mesures par courant de Foucault.....	36
III-4-Mesure de revêtement conducteur sur un matériau conducteur.....	36
III-4-1-Les capteurs à courants de Foucault.....	37
III-4-2-Distribution des courants de Foucault dans la cible.....	38
Chapitre IV : Méthodes d'étude et conditions expérimentales	
IV-1-Matériaux.....	40
IV-2-Analyse chimique.....	40
IV-3-Préparation des échantillons.....	41
IV-3-1-Découpage.....	41
IV-3-2-Polissage.....	41
IV-4-Caractérisation microstructurale par microscopie optique.....	42
IV-4-1-Microscope Optique.....	42
IV-5- traitement de conversion chimique à base de molybdène	42
IV-5-1-nettoyage et décapage des échantillons.....	42
IV-5-2-préparation de revêtement de conversion.....	43
IV-6-Observation par microscopie électronique à balayage (MEB).....	44

IV-7-Caractérisation par les courants Foucault classiques.....	46
IV-7-1-Principes Des Courants De Foucault.....	47
IV-7-2-Préparation de la sonde de courant de Foucault.....	48
IV-8-La cartographie.....	49
IV-9-Comportement Electrochimique des substrats.....	49
IV-9-1-Dispositif expérimental.....	50
IV-9-2-Techniques expérimentales.....	52
IV-9-2-1-Méthodes stationnaires.....	52
Chapitre V : Résultats et interprétations	
V-1-Analyse chimique.....	53
V-2-Etude microstructurale des matériaux.....	53
V-3-Les tests appliqués sur les alliages.....	55
V-4-Morphologie des revêtements élaborés.....	55
V-4-1-Caractérisation de la taille et de la morphologie.....	55
V-4-1-1-Observation par MEB.....	56
V-5-Comportement vis-à-vis la corrosion des revêtements	58
V-5-1-Evolution de potentiel en fonction de la durée d'immersion E(t).....	58
V-5-2-la courbe de polarisation	60
V-6-Résultats et discussion.....	63
V-6-1- Diagrammes d'impédances avant l'attaque chimique.....	63
V-6-2- Diagrammes d'impédances après l'attaque chimique.....	64
V-6-3- Analyse des épaisseurs des revêtements des différents échantillons.....	66
V-6-4- Analyse par cartographie à courants de Foucault.....	67
CONCLUSION.....	68

Liste de Tableaux

Tableau 01 : Caractéristiques mécaniques de l'aluminium.

Tableau 02 : Définitions des familles d'alliage d'aluminium.

Tableau 03 : Composition d'alliage d'aluminium.

Tableau 04 : Propriétés des principales méthodes de contrôles non destructifs.

Tableau 05 : Composition chimique de l'alliage 2024 (Al Cu Mg).

Tableau 06 : Composition chimique de l'alliage AZ91 (Mg Al Zn).

Tableau 07 : Les différents tests appliqués sur nos alliages.

Tableau 08 : Résultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo.

Tableau 09 : Résultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo + CrO₃

Tableau 10 : Résultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo + CeO₂.

Tableau 11 : Résultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo + Sb₂O₃.

Tableau 12 : Résultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo + SiO₂.

Tableau 13 : Les paramètres caractéristiques relevés de l'explication des droites de Tafel.

Tableau 14 : Paramètre d'impédance de la corrosion des alliages dans le NaCl 35 g/l sans et avec l'addition de nos extraits à différentes concentrations à 298K.

Liste des figures

Figure I.1 : La structure d'AL en perspective.

Figure I.2 : La courbe de traction.

Figure I.3 : Diagramme de transformation des alliages Al-Cu.

Figure I.4 : Assemblage d'un Dewoitine D.333(1934) : le fuselage de cet avion était entièrement en duralumin.

Figure I.5 : Maille hexagonale de magnésium.

Figure I.6 : Diagramme d'équilibre du système binaire Mg-Al.

Figure I.7 : Photographie de la coulée par gravité d'alliages de magnésium (Fonderie SpecialValimo, Finlande).

Figure I.8 : Pièce moulée en magnésium AZ91.

Figure I.9 : Utilisation des alliages de magnésium dans l'industrie l'automobile [REI.04] : (a) Boite fixe d'embrayage en AZ91D (VW AUDI). (b) Socle pour bras de changement de vitesse en AM60 (SaturnVue). (c) Devant de tableau de bord .

Figure I.10 : Eléments de boite de vitesse d'hélicoptère en alliage de magnésium.

Figure II.1 : Corrosion chimique.

Figure II.2 : Corrosion généralisée.

Figure II.3 : Corrosion galvanique résultante d'un assemblage de deux métaux différents : robinet en cuivre et conduite en acier galvanisé.

Figure II.4 : Aspect et mécanisme d'attaque de la corrosion caverneuse

Figure II.5 : Corrosion par piqûre de l'aluminium.

Figure II.6 : Corrosion intergranulaire de l'aluminium.

Figure II.7 : Mécanisme de la corrosion sélective d'un laiton (alliage cuivre-zinc)

Figure II.8 : Aspect et mécanisme de la corrosion-érosion.

Figure II.9 : La tribocorrosion.

Figure II.10 : La corrosion sous contrainte.

Figure II.11 : Schémas représentatifs des deux types de

traitement de carboxylation, en milieu acide ou basique.

Figure III.1 : Principe des courants de Foucault.

Figure III.2 : Profondeur de pénétration des courants de Foucault.

Figure III.3 : Diagramme d'impédance normalisé.

Figure III.4 : Mesure de revêtement par courants de Foucault

Figure III.5 : Présentation de circulation des courants

Figure III.6 : Cartographie du champ magnétique de 3 fissures successives lorsqu'elles sont balayées par une nappe de courants de Foucault orientée perpendiculairement aux fissures

Figure IV.1 : Spectromètre à étincelle

Figure IV.2 : Tronçonneuse

Figure IV.3 : Polisseuses

Figure IV.4 : Microscopie optique

Figure IV.5 : Nettoyage des échantillons

Figure IV.6 : Bain de conversion à base de molybdène.

Figure IV.7 : Préparation de revêtements de conversion d'oxyde de Chrome, cérium silicium et l'antimoine

Figure IV.8 : Microscopie électronique à balayage (MEB)

Figure IV.9 : Principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon

Figure IV.10 : Spectre énergétique de l'émission électronique

Figure IV.11 : Schéma de principe du microscope électronique à balayage

Figure IV.12 : Analyseur d'impédance de marque Agilent 4284A

Figure IV.13 : Distribution des courants de Foucault générés par une bobine excitatrice.

Figure IV.14 : Appareil de mesure d'épaisseur par induction magnétique.

Figure IV.15 : Les étapes de la préparation de la sonde

Figure IV.16 : Système d'acquisition et de balayage à Courants de Foucault

Figure IV.17 : a) Cellule en verre pour EDT, b) Cellule plate

Figure IV.18 : Montage et appareil de mesures électrochimiques.

Figure IV.19 : La méthode des droites de Tafel.

Figure V.1 : Microstructure de l'échantillon AL (Gx 200)

Figure V.2 : Microstructure de l'échantillon MG

Figure V.3 : Morphologie des différents dépôts élaborés à 500 μm

Figure V.4 : Les courbes de potentiel par rapport de temps d'Al2024

Figure V.5 : Les courbes de potentiel par rapport de temps d'AZ91

Figure V.6 : Les courbes de Tafel de Al2024

Figure V.7 : Les courbes de Tafel d'AZ91

Figure V.8 : Les courbes d'impédance par les CF pour Al2024 avant l'attaque

Figure V.9 : Les courbes d'impédance avec les CF pour d'AZ91 avant l'attaque

Figure V.10 : Les courbes d'impédance par les CF pour Al2024 après l'attaque

Figure V.11 : Les courbes d'impédance par les CF pour AZ91 après l'attaque

Figure V.12 : Les impédances avant et après attaque chimique de Al 2024

Figure V.13 : Les impédances avant et après attaque chimique sur AZ91

Figure V.14 : Les impédances et les épaisseurs avant l'attaque chimique de Al 2024

Figure V.15 : Les impédances et les épaisseurs avant l'attaque chimique de AZ91

Figure V.16 : Cartographie par courants de Foucault de l'alliage d'Aluminium 2024

Liste des abréviations

CFC : Cubique à faces centrées.

LCSM : Laboratoire de Chimie du Solide Minéral.

CND : Contrôle non destructif.

f : Fréquence du signal d'excitation

C : Vitesse de la lumière dans le vide.

Jo : Densité du courant de surface la pénétration des courants de Foucault

MEB : Microscopie électronique à balayage

EDS : Syndrome d'Ehlers-Danlos

CF : Courant de Foucault

I : Intensité de courant de corrosion

E : Potentiel de corrosion

V : vitesse de corrosion

B_c : le coefficient cathodique de tafel

B_a : le coefficient anodique de tafel

Z_{im max} : L'impédance maximale

F : fréquence de contrôle

Introduction Générale

INTRODUCTION GENERALE

Grâce à leurs caractéristiques importantes comme la rigidité et la légèreté, il est très connu que les alliages d'aluminium et de magnésium sont des matériaux de choix pour diverses applications, par exemple dans les domaines alimentaire, aéronautique, ménager et surtout en domaine aéronautique. Ces matériaux présentent une faible résistance à la corrosion et spécialement le magnésium.

Les caractéristiques mécaniques des métaux purs sont la plupart du temps relativement faibles. Le fait d'ajouter d'autres éléments permet de « durcir » le métal en augmentant ses caractéristiques mécaniques. Outre les renforcements mécaniques engendrés par déformation, tel que l'écaillage, il existe des durcissements chimiques par addition d'éléments en solution solide ou par précipitation de phases secondaires durcissantes telles que les carbures. Ces ajouts permettent également de modifier les caractéristiques chimiques, telle que la résistance à la corrosion, ou d'améliorer d'autres caractéristiques, les alliages sont les plus utilisés en construction aéronautique à cause de leur adaptation, possibilité commerciale, économiques, pratique et ils ont rendu simple, des constructions très robustes et résistantes à la corrosion.

L'alliage d'aluminium 2024 est un alliage d'aluminium dont le principal élément d'alliage est le cuivre. Il est utilisé en aéronautique et dans les applications nécessitant un rapport résistance/poids élevé, ainsi qu'une bonne résistance à la fatigue. Il est soudable uniquement par soudage par friction et présente une usinabilité moyenne. En raison de sa faible résistance à la corrosion, les alliages de la série 2XXX étaient appelés duralumin.

Les alliages de magnésium sont des mélanges de magnésium et d'autres métaux, souvent d'aluminium, de zinc, de manganèse, de silicium, de cuivre, de terres rares et de zirconium. Le magnésium est le métal de structure le plus léger, les alliages de magnésium sont généralement utilisés comme alliages moulés comme AZ91 pour les moulages sous pression, depuis 2003.

L'industrie utilise une grande variété de traitements de surface des métaux. Ces traitements modifient ou confèrent une propriété superficielle. En première approximation, on peut distinguer les traitements chimiques des traitements mécaniques, thermiques, physiques ou électrochimiques.

La conversion est l'un des traitements chimiques qui s'appliquent sur presque tous les métaux usuels pour en améliorer l'aspect décoratif, la résistance à la corrosion, la tenue aux frottements ou l'aptitude à l'accrochage des peintures.

Le traitement s'effectue, le plus souvent, en plusieurs opérations élémentaires :

- conditionnement de la surface (décapage, dégraissage...) ;
- traitement chimique proprement dit ;
- finition ;

Ces phénomènes ont pris de nos jours une importance considérable, étant donné l'utilisation de plus en plus grande des métaux et alliages dans la vie moderne.

Nous nous proposons donc d'étudier le comportement d'Al2024 et AZ91 soumis aux traitements de corrosion après l'attaque chimique qui seront caractérisés par les méthodes classiques à savoir la méthode d'électrochimique, et les méthodes de Contrôle Non Destructives « CND », Courant de Foucault « CF » et ça Cartographie .

Dans ce travail on va entamer un premier chapitre, qui comporte une étude sur les alliages Al2024, AZ91 et leurs principales caractéristique.

Un deuxième chapitre qui parle des types de corrosion et les méthodes de protection (électrochimiques, inhibiteur,...)

Le troisième chapitre parle des techniques et méthode de Contrôle Non Destructive.

Le quatrième parle les techniques expérimentales et les étapes qui nous faisons au stage pratique.

Et enfin on clôture ce travail par un cinquième chapitre qui comporte les résultats des méthodes et technique de caractérisation utilisés, ainsi que leurs interprétations.

Chapitre I

Généralité sur les alliages D'aluminium et magnésium Utilisés en aéronautique

Introduction

Les constructeurs de turboréacteurs et d'équipements aéronautiques doivent répondre sans cesse à des défis techniques, économiques et environnementaux pour satisfaire les demandes des clients exigent un produit conforme aux réglementations à moindre coût. Les matériaux et procédés associés mis en œuvre sont indiscutablement au cœur de ces défis :

- contraintes techniques : le produit fourni doit être performant, léger, de hautes résistances mécaniques, de tenue en température, de bonne fiabilité et durable ;
- contraintes économiques : produit de moindres coûts à tous les niveaux, de la conception à la fabrication ;
- contraintes environnementales : elles correspondent aux produits permettant une réduction du bruit et de diminution des émissions polluantes répondant aux axes de développement durable.

I-1-L'aluminium

I-1-1-Aluminium et Alliages d'aluminium

L'aluminium et ses alliages ont une structure cristalline cubique à face centrées, ils font preuve à l'état recuit d'une excellente ductilité, et ce à toute température [1].

De masse volumique de 2700 Kg/m³, ils résistent bien à la corrosion, grâce à la couche d'oxyde (Al₂O₃) qui se forme à leur surface.

La structure d'un avion est généralement en alliages d'aluminium de la série 2000 et la série 7000. Les alliages de titane présentent aussi de bonnes propriétés mais ils ne sont pas utilisés dans le fuselage d'avions pour une raison de prix.

L'aluminium est facilement malléable, ce qui rend la construction des parties un peu plus élaborées de l'avion plus facile [2]. Cependant, la résistance à la corrosion des alliages d'aluminium diminue dès lors que l'on réalise des alliages avec des métaux plus électropositifs (comme le cuivre ou le zinc), cela a tendance à détruire la couche d'alumine et ne plus protéger l'aluminium.

I-1-2-Structure de l'aluminium

La structure de l'aluminium émane de celle du CFC, c'est-à-dire Cubique à Faces Centrées (compact). Le CFC correspond donc à la maille présentée en (figure I.1) qui montre la structure en perspective [2] :

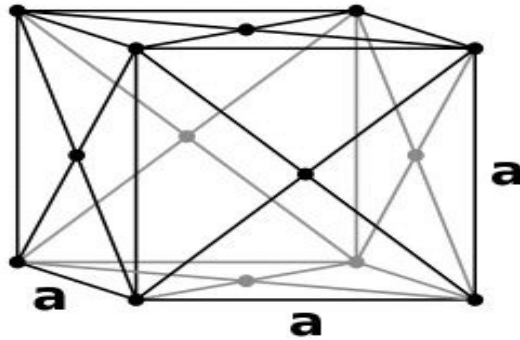
**Perspective : Figure 1**

Figure (I.1) : La structure d'AL en perspective

I-1-3-Les propriétés de l'aluminium**❖ Les propriétés mécaniques :**

Les principales caractéristiques mécaniques de l'aluminium :

Tableau 01 : Caractéristiques mécaniques de l'aluminium

Allongement à la rupture	%	20 à 30
Module d'élasticité YONG	GPa	67.5
Coefficient de poisson	SANS DIM	0.34
Capacité calorifique volumique	MJ/M³K	2.39
Limite élastique à la traction	MPa	30
Module de torsion	GPa	27
Limite de résistance à la rupture	MPa	60 à 125

Les courbes de traction ci-dessous nous montrent les différentes caractéristiques mécaniques de L'aluminium :

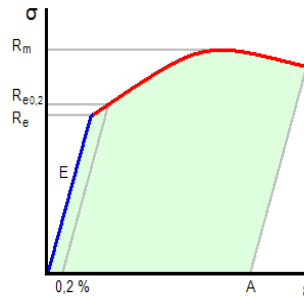


Figure (I.2) : La courbe de traction

Re : limite d'élasticité : c'est la contrainte qui marque la fin du domaine élastique et le début du domaine plastique. Elle n'est pas toujours facile à repérer notamment sur les métaux purs de structure CFC.

Rm : contrainte à laquelle est soumise le matériau au maximum de la charge, c'est à dire avant que n'apparaisse la striction.

Re0.2 : La résistance du matériau a un pourcentage spécifique de déformation (Exemple: 0.2%)

Ar (A%) : allongement après rupture : c'est la mesure exprimée en pourcentage de l'allongement plastique total obtenu.

$$Ar = A\% = (l - l_0) / l_0 \cdot 100. [2]$$

- **Autres Propriétés de l'aluminium :**

- métal blanc de bel aspect décoratif
- masse volumique faible 2,73 kg/dm³
- température de fusion faible 658 °C
- bonne résistance à la corrosion, vis à vis des agents atmosphériques : formation d'une couche d'oxyde protectrice, l'ALUMINE
- conductibilité thermique élevée : échangeurs thermiques
- conductibilité électrique élevée : conducteurs électriques
- non toxique : industrie alimentaire
- grande résistance au froid : sa résistance mécanique augmente jusqu'à -250 °C
- amagnétique : l'aluminium et ses alliages ne prennent pas l'aimantation
- grande affinité avec l'oxygène : désoxydant

- pouvoir réflecteur élevé : éclairage, De plus, il possède des aptitudes technologiques très intéressantes de bonnes malléabilité, fluidité et soudabilité et de grande facilité d'usinage.

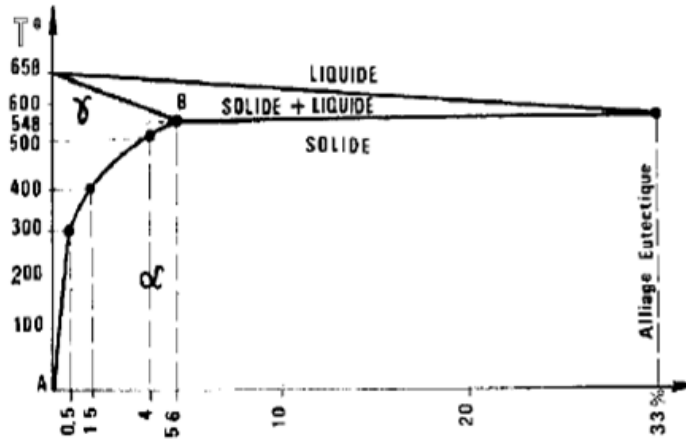


Figure (I.3) : Diagramme de transformation des alliages Al-Cu

Les températures de mise en solution sont déterminées par la courbe.

Exemple :

- ✚ À 300° C mise en solution de 0.5 % de Cu
- ✚ à 400° C mise en solution de 1.5 % de Cu
- ✚ à 500° C mise en solution de 4 % de Cu
- ✚ à 548° C mise en solution de 5.6 % de Cu

(Valeur maxi) point de saturation.

Au-dessus de 5.6 % de Cu seule une partie du cuivre rentra en solution dont la quantité sera fonction de la température [2].

I-1-4-Les familles d'alliages d'aluminium

Les familles d'alliages d'aluminium sont Classées en 8 séries :

Tableau 02 : Définition familles d'alliages d'aluminium

1000	Al non allié
2000	Alliages avec Cu
3000	Alliages avec Mn
4000	Alliages avec Si

5000	Alliages avec Mg
6000	Alliages avec Mg et Si
7000	Alliages avec Zn
8000	Alliages avec d'autres éléments principaux

I-1-5-Définition de la série 2000 (Al-Cu et Al-Cu-Mg)

L'élément d'alliage de la famille 2000 est le cuivre (Cu). Ils obtiennent leurs caractéristiques mécaniques par durcissement structural. Ils sont caractérisés par de bonnes caractéristiques mécaniques notamment à l'état trempé revenu ou mûré. C'est grâce à ces caractéristiques mécaniques qu'ils ont été choisis pour les applications aéronautiques. Ils présentent également de bonnes aptitudes de tenue à chaud et pour le décolletage. En revanche, ils ont une résistance à la corrosion faible en atmosphère corrosive du fait de la présence de cuivre.

Ces alliages ont de nombreuses applications en aéronautique et en mécanique. En général, ils sont utilisés pour des pièces soumises à des contraintes [1].



Figure (I.4) : Assemblage d'un D.333(1934) : le fuselage de cet avion était en duralumin.

Le 2017 (ou AU4G) anciennement appelé en France duralumin est utilisé pour ses bonnes aptitudes à l'usinage. Il a été découvert par le métallurgiste allemand Alfred Wilm en 1906 grâce à l'effet du vieillissement d'un alliage d'aluminium et de cuivre. Peu après la première guerre mondiale, il a remplacé les toiles durcies par un vernis d'acétate de cellulose ou de nitrocellulose qui recouvraient les ailes et le fuselage des premiers avions. En revanche ses caractéristiques mécaniques sont moyennes.

L'alliage 2024 a de meilleures caractéristiques mécaniques grâce à un taux plus élevé en magnésium. Il présente une bonne tenue à la ténacité et à la propagation de criques (fissures). Le 2024 est très utilisé en construction aéronautique

Tableau 03 : Composition d'alliage d'aluminium

Alli age	-	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Zr+ Ti	trace	Total	Al
2024	Min	/	/	3,80	0,30	1,20	/	/	/	/	/	/	/	le reste
	Ma x.	0,5	0,5	4,90	0,90	1,80	0,1	/	0,25	0,15	0,20	0,05	0,15	

Remarque :

La présence du Fer est souvent nuisible, car à cause de la formation du Cu_2FeAl_7 , le Fer diminue la quantité de cuivre nécessaire au durcissement structural.

Si on plus de Fer, on ajoute du Nickel, il y a une formation du composé Al_9FeNi , qui donne à l'alliage une bonne tenue mécanique jusqu' à 230°C (par exemple : Al-2618 qui est utilisable pour la fabrication des moteurs à turbine et des structures d'avions supersonique) [2].

I-2-Le magnésium**I-2-1-Propriétés physiques du métal**

Douzième élément suivant la classification périodique de Mendeleïev, le magnésium est un métal blanc argenté, très léger, malléable et relativement mou. De masse atomique $24,305 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, il a pour symbole Mg. Appartenant à la deuxième colonne du tableau périodique qui adopte une structure hexagonale. Sous la pression atmosphérique, sa température de fusion est de 650°C et son point d'ébullition se situe à 1105°C .

Avec une masse volumique de $1,738 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ à 20°C , le magnésium est le plus léger des métaux. Sa densité le classe nettement avant l'aluminium (2,7), le titane (4,5) ou encore l'acier (7,8).

Le magnésium (Mg) est un élément chimique métal alcalino-terreux de numéro atomique égal à 12. Il est classé après l'aluminium, le fer, le calcium et le sodium. Il occupe la huitième place du point de vu abondance de la croûte terrestre. Il existe dans la nature sous forme de

sels dans la mer ou sous forme de saumure et de minéraux sur terre et roches. Sa structure cristalline est hexagonale paramètres de mille $a=3,21 \text{ \AA}$ et $c=5,21 \text{ \AA}$ [3].

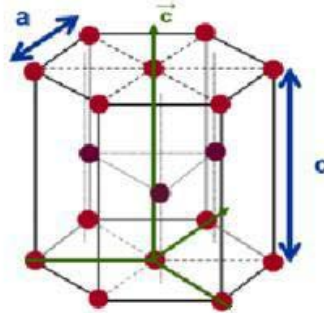


Figure (I.5) : Maille hexagonale de magnésium [4]

I-2-2-Caractéristiques physiques

Masse volumique à température ambiante est de 1.74 g.cm^{-3}

Température de fusion est égale à 651°C

Température d'ébullition est de l'ordre 1107°C

I-2-3-Caractéristiques mécaniques

Le magnésium présente des propriétés mécaniques acceptables :

- ✓ Module d'élasticité est de l'ordre de 45.5 GPa
- ✓ Module de rigidité est égale à 16.7 GPa
- ✓ Allongement à la rupture est de l'ordre de 15%
- ✓ Coefficient de Poisson est égal à 0.35
- ✓ Dureté Vickers est de l'ordre de 45 Hv [4].

I-2-4-Caractéristiques chimiques

Il y a des inconvénients (corrosion) et avantages (anode sacrificielle) selon leur utilisation, le magnésium possède un caractère chimique très marqué :

- Pouvoir réducteur très puissant : potentiel électrochimique de l'ordre de -2.34 V ,
- Réactivité importante vis à vis des acides et de leurs sels [4].

I-2-5-Diagramme de phase binaire Mg-Al

Le système binaire Mg-Al est à l'origine de certains des plus anciens et les plus couramment alliages de fonderie. Alliages tels que AZ91, AM50, AM60 représentent toujours une toute grande partie de coulée en alliage de magnésium. (Figure I.6) montre le diagramme de phases Mg-Al. La solubilité solide maximale de l'aluminium dans le

magnésium est de l'ordre de 2.1% Poids à température ambiante et de 12.6% Poids à la température d'eutectique 437 °C. La composition eutectique est 32.3% Poids et l'eutectique est compris entre le $Al_3Mg_2(\beta)$ et le $Mg_{17}Al_{12}$. Quand la teneur en magnésium dépasse 5,5% (poids), des phases intermétalliques binaires Al_3Mg_2 , Mg_5Al_3 , $Mg_5Al_8(R)$, $Mg_{17}Al_{12}$, peuvent se former en bordure des grains.

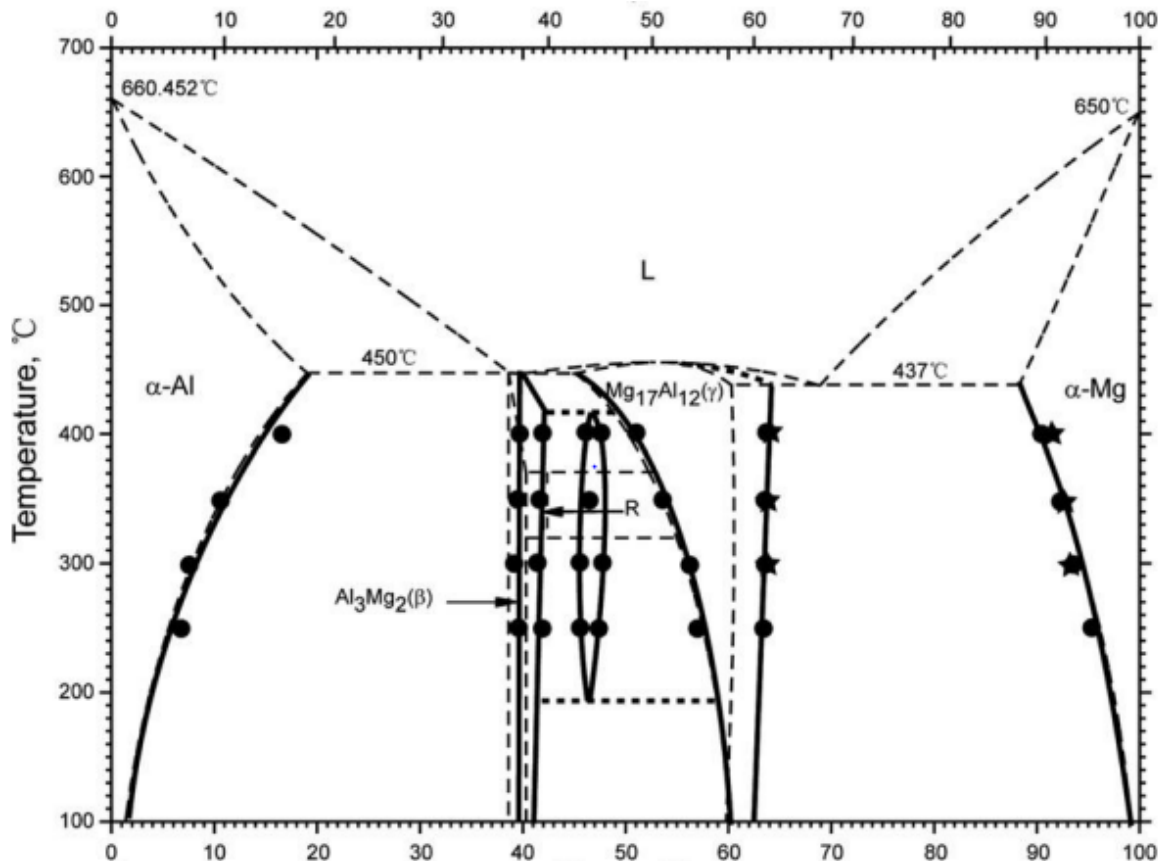


Figure (I.6) : Diagramme d'équilibre du système binaire Mg-Al

Comme on s'y attendait d'après le diagramme de phase, les alliages binaires mg-al sont thermiquement traitables, bien mise en solution et leur vieillissement n'a pas l'efficacité rencontrée dans le cas de nombreux alliages Al-Si que la $Mg_{17}Al_{12}$ se forme d'une manière incohérente. Ces alliages peuvent présenter de bonnes propriétés mécaniques. Cependant, des alliages commerciaux sont rarement binaires ; ils sont principalement des alliages ternaires et quaternaires avec des additions de métaux tels que le zinc, le manganèse. Cependant, ils compliquent également le comportement de solidification de l'alliage [5].

I-2-6-Domains d'utilisation du magnésium métallique

Le magnésium a des applications très diverses. Il est principalement utilisé en tant qu'élément d'addition dans les alliages à base d'aluminium, notamment ceux qui sont utilisés pour leurs propriétés de déformation plastique (canettes de boisson métalliques, emballages alimentaires...). En métallurgie, il intervient dans les processus de désulfuration du fer et des aciers, dans la fabrication des fontes nodulaires, et en tant qu'agent réducteur dans la préparation de certains métaux (Be, V, Ti). Le magnésium est également employé comme réactif dans les industries chimiques et pharmaceutiques, ainsi que dans la protection sacrificielle des métaux. Le métal seul est aussi utilisé dans les poudres des flashes photographiques, les bombes incendiaires et les feux de signalisation.

Cependant, depuis les années 1990, l'utilisation du magnésium en tant que base de nouveaux alliages est en pleine expansion. Ces derniers offrent surtout de grandes potentialités dans les domaines de l'aéronautique et de l'automobile, car une diminution de poids permet d'engendrer une réduction des pollutions sonore et environnementale, due principalement à une plus faible consommation en carburant. La légèreté et les caractéristiques mécaniques de ses alliages rendent également le magnésium précieux pour des usages particuliers comme la réalisation de petites mallettes résistantes, de boîtiers d'ordinateurs portables ou d'appareils photo haut de gamme. Il est également utilisé en tant qu'alliage dans les membres artificiels, aspirateurs, instruments optiques, skis, brouettes, tondeuses à gazon et meubles d'extérieur [3].

I-2-7-Voies d'élaboration des alliages de magnésium

Il existe trois façons principales de produire des alliages de magnésium :

- **La coulée par gravité** : L'introduction du métal liquide dans le moule est principalement due à la pesanteur d'où le nom de coulée par gravité (Figure I.7).



Figure (I.7) : Photographie de la coulée par gravité d'alliages de magnésium (Fonderie SpecialValimo, Finlande).

Plusieurs méthodes existent : le moule peut être métallique, en sable, ou basé sur la technique de la cire perdue (coquille céramique). On peut également employer une faible pression pour couler ces alliages plus facilement. Généralement, un traitement thermique ultérieur est nécessaire afin d'améliorer les propriétés intrinsèques des alliages coulés suivant cette voie.

- **La coulée sous pression ou « High Pressure Die Casting »** : les alliages obtenus par cette méthode sont très répandus car ils présentent de bonnes propriétés en coulée et offrent la possibilité de réaliser des pièces de faible épaisseur et de forme complexe, avec une fréquence de production élevée et un coût de revient relativement faible. Dans ce procédé, le métal sous forme liquide est injecté très vite et sous pression. La solidification se fait alors assez rapidement. Cette méthode d'élaboration permet d'obtenir des tailles de grain plus faibles que pour les alliages obtenus par coulée gravitaire, ce qui améliore considérablement les propriétés intrinsèques. Un traitement thermique ultérieur pour améliorer les propriétés mécaniques n'est en général pas systématique dans ce cas.
- **Le thixoformage ou thixomoulage** : initialement développé pour les alliages d'aluminium, il s'agit du procédé le plus récent utilisé pour les alliages de magnésium. Le métal à l'état semi-solide (fusion partielle) et présentant une forte viscosité, est injecté dans le moule sous pression. Les propriétés de coulée de ces alliages sont excellentes et la fréquence de production peut être assez élevée [2].

I-2-8-Les alliages de magnésium

- Les alliages magnésium/manganèse contiennent 2 % de manganèse. Ils améliorent la résistance à la corrosion et s'utilisent en forgeage, laminage, soudage ; terminé par un recuit à 400 °C. En tôles, il fait des carénages ou des réservoirs de carburant (bonne soudabilité).
- Les alliages magnésium/aluminium/zinc : 3 % à 10 % d'aluminium, 0,5 % à 3 % de zinc, 0,35 % à 0,5 % de manganèse et contiennent au moins 90 % de magnésium pur. On distingue :
 - G-A9 (alliage de fonderie) ;
 - G-A9Z1 (alliage de magnésium comprenant 9 % d'aluminium et 1 % de zinc) employé en fonderie ;
 - G-A7Z1 (alliage de forge), les alliages de forge sont moins utilisés en aéronautique ;

- G-A9 est utilisé pour les carters moteurs, les stators compresseurs, les roues d'avion, les sièges, les boîtiers d'instruments de bord.
- Il existe également des alliages magnésium/zinc/métaux spécifiques.
 - Le zirconium et le cérium permettent ainsi d'améliorer les caractéristiques mécaniques et la résistance à chaud :
 - G-TR3 Z2 Zr (2 % de zinc, 0,7 % de zirconium, 2,5 % de cérium), (TR pour métal de la famille des terres rares).
 - Le thorium améliore la résistance au fluage (utilisés comme alliages de fonderie, ils servent à fabriquer les pièces volumineuses des réacteurs : carter central, carter compresseur) :
 - G-Th3 Z2 Zr (3 % de thorium, 2 % de zinc, 0,7 % de zirconium) ;
 - G-Z5 Th Zr (5 % de zinc, 1,8 % de thorium, 0,7 % de zirconium) [4].

Alliages et caractéristiques :

- AZ63 Bonne résistance à la température ambiante et la ductilité.
- AZ81 Difficiles, les pièces moulées étanchent avec 0,0015 être utilisés pour effectuer la pression
- emporte-pièce coulage.
- AZ91 Alliage usage général utilisé pour sable et pièces coulées.
- AM50 Pièces coulées à haute pression.
- AM20 Une bonne ductilité et une résistance aux chocs.
- AS21 De bonnes propriétés de fluage à 150 °C.
- ZK51 Moulages de sable, la bonne vigueur à température ambiante et la ductilité.
- ZE41 Moulages de sable, bonne résistance à la température et coulabilité améliorée.
- ZC63 Moulages d'étanche à la pression, Une bonne résistance à la température élevée et soudable.
- EZ33 Bonne coulabilité, étanche à la pression, soudable et résistante au fluage à 121°C.
- HK31 Moulages de sable, une bonne coulabilité, soudable et résistante au fluage à 350 °C.
- QE22 Étanche à la pression, soudable et bonne élasticité jusqu' à 250 °C.
- QH21 Étanche à la pression, soudable, bonne résistance au fluage et le stress preuve à 300 °C.

- WE54 Haute résistance à des températures ambiantes élevées et bonne résistance à la corrosion et soudable.
- WE43 Bonne résistance à la corrosion, soudable.
- M1 Faible à moyen alliage de force, soudable et résistant à la corrosion.
- AZ31 Alliage de force moyenne, soudable avec bonne formabilité.
- AZ61 Alliage à haute résistance et soudable.
- ZM21 Alliage de force moyenne, bonne formabilité et bon amortissement.
- ZMC711 Alliage à haute résistance.
- ZK60 Une bonne formabilité.
- HM21 Haute résistance au fluage à 350 ° C, durée d'exposition à 425°C et soudable.
- WE43 Résistance au fluage à haute température.
- LA141 Poids ultra-léger [6].

I-2-9-Alliage AZ91

L'alliage de magnésium d'AZ91 selon le processus de fabrication peut être divisé en deux types importants d'alliage de magnésium.

Alliage de magnésium de fonte, il a de bonnes propriétés mécaniques, principalement pour les pièces des véhicules à moteur, les pièces de machine et le matériel de transmissions, et ainsi de suite.

Comparé à l'alliage moulé de magnésium, la déformation de l'alliage de magnésium d'AZ91 a un plastique plus de haute résistance et meilleur, principalement pour les plats, l'extrusion et les pièces forgées minces et ainsi de suite.

Actuellement, l'alliage de magnésium d'AZ91 dans l'application des véhicules à moteur est également très large. Comme la coquille d'embrayage, le capot, culasse de boîte de vitesse, coquille de climatiseur, parenthèse de direction, frein encadrent et ainsi de suite. Afin d'améliorer l'absorption effectuez et poids après l'impact de la voiture, l'utilisation de l'alliage de magnésium dans le volant et chaise.

L'alliage AZ91 est le matériau le plus populaire parmi les alliages de magnésium coulé en raison de sa résistance relativement élevée, de son excellente résistance à la corrosion et de sa bonne aptitude au moulage.

Alliage AZ91 de magnésium de bâti, avec de haute résistance à la vibration et à la représentation endothermique, qui est le matériel idéal pour la fabrication du hub d'avions [7].



Figure (I.8) : Pièce moulée en magnésium AZ91



Figure (I.9) : Utilisation des alliages de magnésium dans l'industrie automobile [REI.04] :
(a) Boite fixe d'embrayage en AZ91D (VW AUDI). (b) Socle pour bras de changement de vitesse.
(c) Devant de tableau de bord .



Figure (I.10) : Eléments de boîte de vitesse d'hélicoptère en alliage de magnésium

Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre que l'aluminium et le magnésium sont des métaux disponibles dans la nature et que l'élaboration de leurs alliages répond aux nécessités technologiques ce qui les a rendu largement utilisés surtout en aéronautique. N'empêche qu'ils présentent des défauts comme la corrosion. Ce dernier peut être résout par des méthodes que nous allons traiter dans le prochain chapitre.

Chapitre II

Corrosion et protection
par voie chimique

II-1-La corrosion

II-1-1-Définition de la corrosion

La corrosion signifie l'action de ronger ou attaquer. La corrosion est le résultat qu'exerce un réactif liquide ou gazeux sur un métal ou un alliage. Sa forme la plus connue est la rouille du fer exposé à l'air humide. Elle présente une grande importance étant donné les conséquences qu'elle a dans des domaines très variés de l'activité humaine. [8]

D'après ça la corrosion c'est tous les processus au cours desquels un métal ou un alliage utilisé comme matériau de construction subit, sous l'action de l'ambiance où il est placé, une transformation qui le fait passer de l'état métallique initial à un état de composé chimique. [9]

Techniquement, nous parlons seulement de corrosion lorsqu'il y a un changement dans les propriétés du métal ou du système qui peut conduire à un résultat indésirable. Cela peut aller tout simplement d'une déficience visuelle à la rupture complète d'un système, engendrant des pertes économiques importantes voire même un danger pour les personnes. [10]

Avec le matériau couramment utilisé dans l'ingénierie, tels que l'acier inoxydable, l'acier au carbone, le zinc, le cuivre, et l'aluminium, le processus typique de la corrosion peut être considéré comme la réaction inverse à un gain de métal favorisé par la thermodynamique. [10]

II-1-2-Impact économique de la corrosion

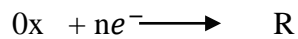
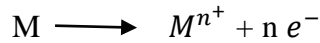
Les conséquences de la corrosion sur le plan économique et social peuvent être résumées dans les points suivants :

- Pertes directes : remplacement des matériaux corrodés et des équipements dégradés,
- Pertes indirectes : couts des réparations et pertes de production (temps),
- Mesures de protection : inspections, entretiens, etc.

La diversité des coûts rend toute estimation des charges économiques dues à la corrosion difficile et incertaine. Cependant, il s'agit sans aucun doute de montants assez élevés. [11]

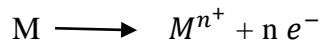
II-1-3-Processus de corrosion

Les phénomènes de corrosion sont importants lorsque le métal est placé au contact de solution aqueuse. Cette corrosion humide est dans la plupart des cas de nature électrochimique : elle se manifeste lorsque le métal et l'électrolyte sont en présence de piles locales, la réduction cathodique et l'oxydation anodique étant localisées en deux zones distinctes. [12]



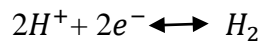
La corrosion ne peut avoir lieu que si les électrons cédés par l'oxydation du métal sont Captés par un autre couple oxydo-réducteur correspondant à la réaction de réduction du moteur de corrosion. En corrosion humide, les moteurs essentiels sont l'eau, les protons H^{+} (Milieu désaéré, la concentration en O_2 dissous étant considérée négligeable devant celle en ions H^{+}) et l'oxygène dissous (milieu aéré, le courant de réduction de O_2 dissous supérieur à Celui des ions H^{+}). Ainsi, dans ces différents milieux, les réactions ayant lieu. [12]

-Réaction d'oxydation d'un métal M en ses ions M^{n+}

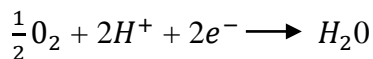


-réaction de réduction de l'agent oxydant, moteur de corrosion :

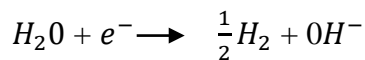
--en milieu acide-désaéré :



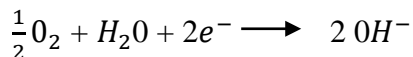
--en milieu acide-aéré :



--en milieu neutre ou basique-désaère :



--en milieu neutre ou basique-aéré :



La réaction globale de corrosion peut être schématisée comme suit :

Métal + Ox (agent oxydant) métal oxydé + Red (agent réducteur). [13]

II-1-4-Classification de la corrosion

Selon la nature du milieu environnant avec lequel le matériau rentre en interaction, la corrosion peut être classée en trois grandes classes : chimique, bactérienne et électrochimique.

[11]

II-1-4-1-La corrosion chimique

La réaction entre le métal et une phase gazeuse ou liquide .si cette corrosion se produit à haute température elle est alors appelée << corrosion sèche >> ou corrosion à haute température. [11]

Au cours de la corrosion chimique, l'oxydation du métal et la réduction de l'oxydant se fait en une seule action, c'est-à-dire les atomes du métal forment directement des liaisons chimiques avec l'oxydant qui arrache les électrons de valence des atomes métalliques. [11]

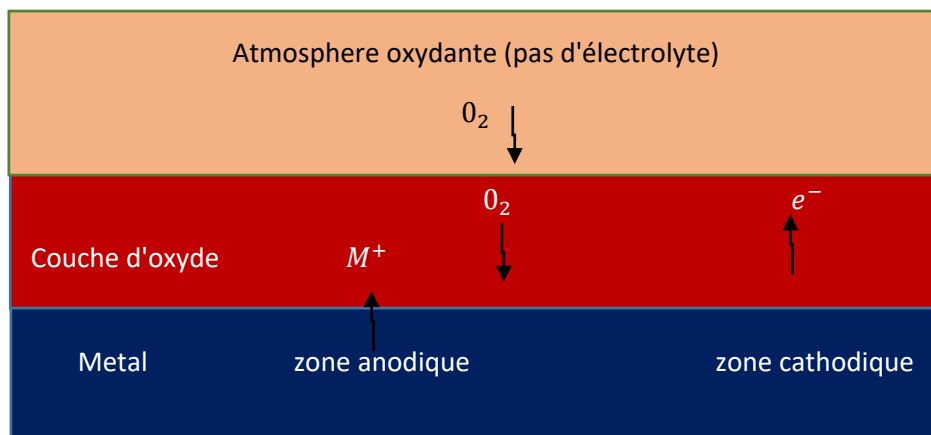


Figure (II.1) : Corrosion chimique

II-1-4-2-La corrosion bactérienne

Ce type de corrosion, appelé aussi bio-corrosion, rassemble tous les phénomènes de corrosion dans lesquels les bactéries agissent directement ou par l'intermédiaire de leur métabolisme en jouant un rôle primordial, soit en accélérant un processus déjà établi, soit en créant les conditions favorables à son établissement (ex : production de H_2SO_4 par certains types de bactéries). [11]

II-1-4-3-La corrosion électrochimique

La corrosion électrochimique, appelée encore corrosion humide, est le mode de corrosion le plus important et le plus fréquent. Elle réside essentiellement dans l'oxydation du métal sous forme d'ions ou d'oxydes. [11].

La corrosion électrochimiques fait appelle à la fois à une réaction chimique et un transfert de charges électriques (circulation d'un courant). Cette corrosion nécessite la présence d'un agent

réducteur (H_2O , O_2 , H_2 , etc.), sans celui-ci la corrosion du métal ne peut se produire. La corrosion électrochimique d'un matériau correspond à une réaction d'oxydo-réduction, dont :

-la réaction d'oxydation d'un métal est appelée réaction << anodique >>.

-la réaction de réduction d'un agent oxydant est appelée réaction << cathodique >>.

Dans la corrosion électrochimique, la réaction cathodique et la réaction anodique sont indissociable. [11]

II-1-5-Les formes de corrosion

II-1-5-1-la corrosion généralisée (uniforme)

La forme la plus classique de corrosion, mais pas toujours la plus importante en termes économiques ou sécuritaires.

Elle se caractérise par l'existence de plusieurs processus électrochimiques individuels qui se produisent uniformément sur toute la surface considérée : toute la surface est simultanément cathode et anode. Elle se traduit en diminution d'épaisseur si les produits de corrosion sont solubles, ou par un dépôt uniforme s'ils ne le sont pas. [14]

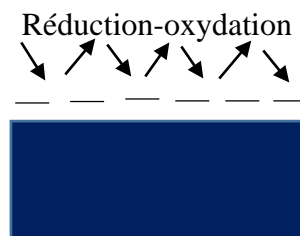


Figure (II.2) : Corrosion généralisée

II-1-5-2-la corrosion Localisée

Ce mode de corrosion est le mode le plus fréquent et le plus ennuyeux car il vise uniquement certaines zones bien distinguées de matériau, on distingue plusieurs types, à savoir [11] :

➤ La corrosion galvanique (bimétallique)

La corrosion galvanique ou bimétallique peut se définir simplement par l'effet résultant du contact de deux métaux ou alliages différents dans un environnement corrosif conducteur. Ce contact conduit à la formation d'une pile électrochimique entre les deux métaux ou alliage. Le

métal le moins résistant, moins noble, se dégrade et sa dégradation s'intensifie avec le temps. [11]



Figure (II.3) : Corrosion galvanique résultante d'un assemblage de deux métaux différents : robinet en cuivre et conduite en acier galvanisé.

➤ **La corrosion caverneuse (par crevasse)**

Cette forme d'attaque est généralement associée à la présence de petits volumes de solution électrolytique stagnante dans des interstices, sous des dépôts et des joints, ou dans des cavernes ou crevasses, par exemple sous les écrous et têtes de rivets. Le sable, la poussière, le tartre, les produits de corrosion sont autant de corps solides susceptibles de créer des zones dans lesquelles le liquide n'est que difficilement renouvelé. [11]

Ce phénomène concerne tous les matériaux. c'est le cas des joints en matériau souple, poreux ou fibreux (bois, plastique, caoutchoute, ciment, amiante, tissus, etc.). [11]

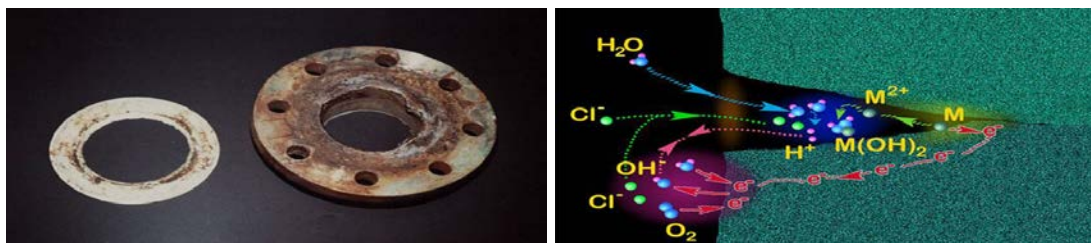


Figure (II.4) : Aspect et mécanisme d'attaque de la corrosion caverneuse

➤ **La corrosion par piqures**

C'est une forme de corrosion qui se produit par certains anions, notamment les ions chlorures, sur les métaux dit <<passivables>> (aluminium, chrome, cobalt, cuivre, acier inoxydable, acier dans le béton, etc.) qui sont protégés par un film d'oxyde passif. [11]

Cette forme de corrosion est particulièrement insidieuse, l'attaque se limite à des piqures, très localisées et pouvant progresser très rapidement en profondeur, alors que le reste de la surface reste indemne. L'installation peut être perforée en quelques jours sans qu'une perte de poids appréciable de la structure apparaisse. [11]

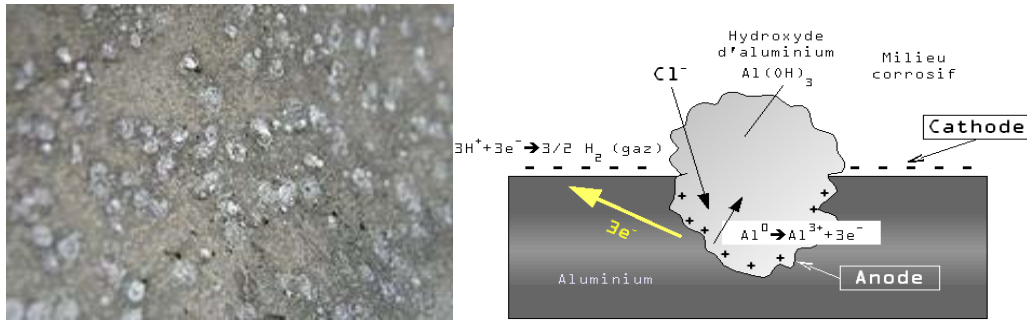


Figure (II.5) : Corrosion par piqûre de l'aluminium.

➤ **La corrosion intergranulaire**

La corrosion inter granulaire est une attaque sélective aux joints de grains ou à leur voisinage immédiat, alors que le reste du matériau n'est pas attaqué. L'alliage se désagrège et perd toutes ses propriétés mécaniques. Cette forme de corrosion est due soit à la présence d'impuretés dans le joint, soit à l'enrichissement (ou l'appauvrissement) local en l'un des constituants ou bien à la précipitation des phases et combinaisons chimiques lors d'un traitement thermique (martensite, nitrures, carbures, etc.). [11]

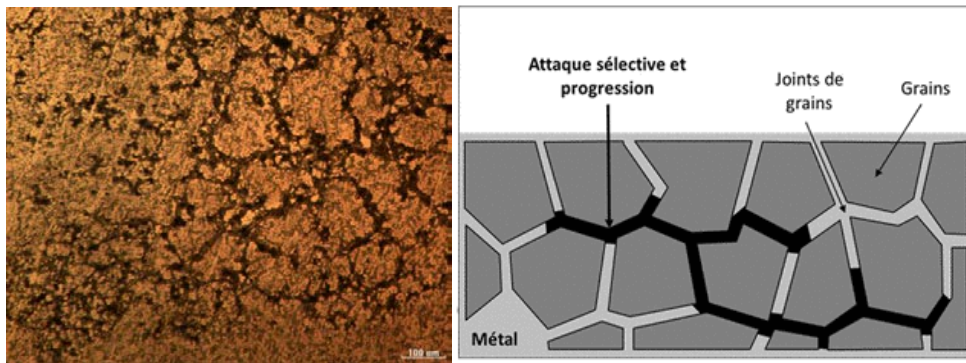


Figure (II.6) : Corrosion intergranulaire de l'aluminium.

➤ **La corrosion sélective**

Comme son nom l'indique, ce mode de corrosion se traduit par la dissolution sélective de l'un des éléments de l'alliage si celui-ci est homogène, ou de l'une des phases si l'alliage est polyphasé, conduisant ainsi à la formation d'une structure métallique poreuse. [11]

La dézincification (dissolution sélective du zinc) dans un laiton est l'exemple le plus connu.

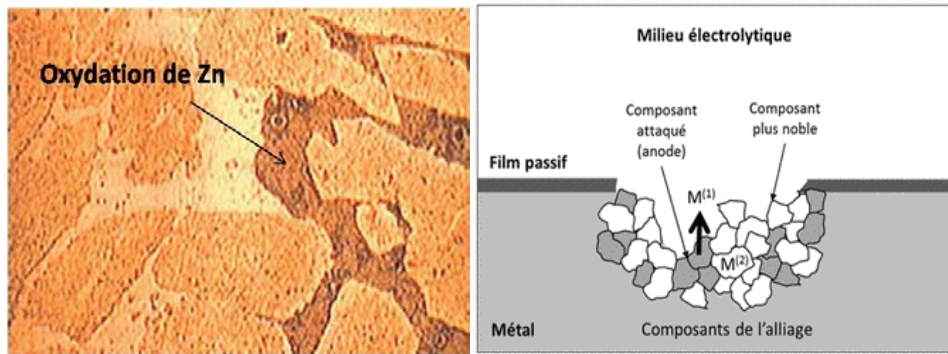


Figure (II.7) : Mécanisme de la corrosion sélective d'un laiton (alliage cuivre-zinc).

➤ **La corrosion érosion**

Elle est due à l'action conjointe d'une réaction électrochimique et d'un enlèvement mécanique de matière. Elle a lieu, souvent, sur des métaux exposés à un écoulement rapide d'un fluide (air, eau, etc.). La plupart des matériaux et alliages y sont sensibles, en particulier les métaux mous (cuivre, plomb, etc.) ou ceux dont la résistance à la corrosion dépend de l'existence d'un film superficiel (aluminium, aciers inoxydables). [11]

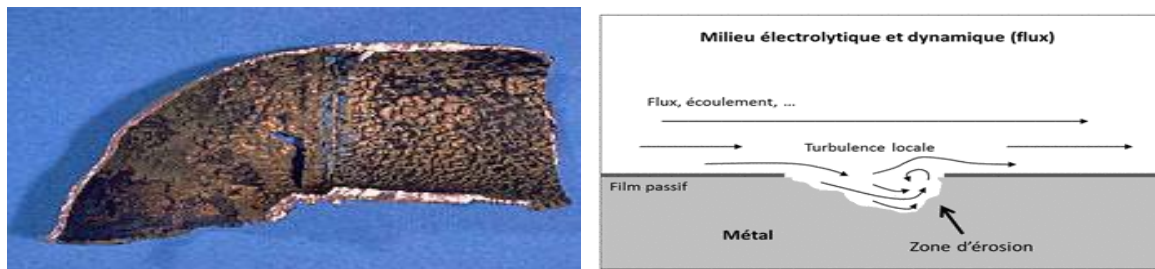


Figure (II.8) : Aspect et mécanisme de la corrosion-érosion.

➤ **Corrosion par frottement (tribocorrosion)**

La corrosion par frottement concerne les dommages provoqués par la corrosion au niveau du contact de deux surfaces métalliques en mouvement relatif l'une par rapport à l'autre elle se produit essentiellement lorsque l'interface est soumise à des vibrations (mouvement relatif répété de deux surfaces en contact) et à des charges de compression. [11]

En présence d'un mouvement de frottement continu en milieu corrosif, on utilise de préférence le vocable de tribocorrosion. [11]

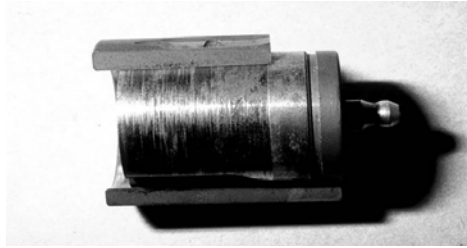


Figure (II.9) : La tribocorrosion.

➤ La corrosion sous contrainte

Ce type de corrosion correspond à une fissuration du métal qui résulte d'une action commune d'une contrainte mécanique et d'une réaction électrochimique. Elle se définit comme un processus de développement de fissures, pouvant aller jusqu'à la rupture complète de la pièce sous l'action combinée d'une tension mécanique et d'un milieu corrosif. [11]

Ce sont les contraintes de tension, d'où le nom donné parfois à ce mode de corrosion, qui sont dangereuses.

Un autre phénomène très comparable à la corrosion sous contrainte, il s'agit de la fatigue-corrosion. la différence étant que la sollicitation est alors cyclique (ex : les roues des trains en service). la rupture peut intervenir même si la contrainte appliquée est très inférieure à la résistance mécanique attendue pour l'acier. [11]

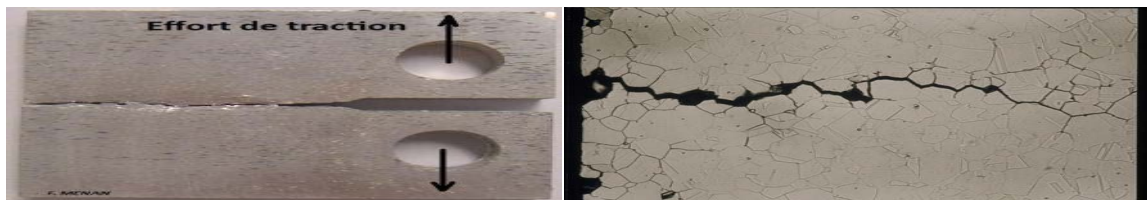


Figure (II.10) : La corrosion sous contrainte

II-1-6-Facteurs physiques et chimiques influençant la corrosion

❖ Effet de la température

Généralement, l'augmentation de la température accélère les phénomènes de corrosion, car elle diminue les domaines de stabilité des métaux et accélère les cinétiques de réactions et de transport. [15]

❖ Effet de PH

La susceptibilité à la corrosion d'un matériau est en fonction de pH de l'électrolyte. Une forte concentration en protons dans la solution augmente l'agressivité du milieu,

ce qui modifie les équilibres des réactions chimiques et électrochimiques. La corrosion augmente avec la diminution de pH du milieu. [16]

❖ Régime thermodynamique

L'électrolyte est de nature à modifier la cinétique des réactions électrochimiques en changeant la concentration des espèces et donc le potentiel d'équilibre. Les conditions hydrodynamiques fixent les vitesses de réactions en contrôlant le transport de matière par établissement d'une couche limite de diffusion des espèces, ce qui explique l'importance de l'agitation de l'électrolyte lors des essais de corrosion en laboratoire. [16]

❖ Effet de la dureté du fluide

Les chlorures sont des ions agressifs, souvent à l'origine de corrosion localisée, leur présence en solution induit une acidification du milieu et d'autre part, la salinité une influence sur la conductivité du milieu. [15]

II-1-7-Les moyenne de lutte contre la corrosion

La lutte contre la corrosion représente toutes les mesures qu'on peut prendre pour protéger les matériaux métalliques contre l'action destructive du milieu. La protection la plus immédiate est de choisir des métaux ou alliages résistant aux milieux agressifs. Et, dès la phase de conception d'une installation, la protection contre la corrosion doit être considérée pour éviter de nombreux problèmes et garantir une certaine durée de vie. La solution adoptée doit être compatible avec les prescriptions concernant la protection de l'environnement et permettre le recyclage ou l'élimination des différents composants à la fin de leur utilisation. Plusieurs techniques de protection existent que l'on peut classer comme ci-après : prévention par une forme adaptée des pièces ; [14]

Prévention par un choix judicieux des matériaux ;

- Protection par revêtements ;
- Protection électrochimique,
- Protection par inhibiteurs ;

II-2-Méthodes de protection chimique des alliages métalliques

Pour améliorer la tenue à la corrosion des alliages de magnésium et aluminium , nous pouvons agir directement au niveau de l'élaboration, en diminuant le taux d'impuretés ou bien en effectuant un traitement thermique. Une autre possibilité pour améliorer la résistance à la

corrosion est d'intervenir après l'élaboration, par application directe de traitements de surface sur ses alliages, ou bien par l'utilisation d'inhibiteurs de corrosion dans le milieu corrosif.

II-2-1-Utilisation d'inhibiteurs de corrosion

L'utilisation d'inhibiteurs de corrosion permet à la fois de limiter la corrosion du magnésium pur et de renforcer les effets bénéfiques des éléments d'addition. On distingue les inhibiteurs anodiques, cathodiques ou mixtes [17], selon qu'ils agissent sur la composante anodique et / ou cathodique de la vitesse de corrosion. Ils sont ajoutés en faible quantité dans le milieu de corrosion et peuvent être utilisés soit comme unique moyen de protection, soit couplés à un autre moyen.

II-2-2-Traitements de conversion chimique

Les traitements de conversion chimique sont produits suite à une réaction chimique entre les composants de l'alliage et ceux contenus dans l'électrolyte, dans le but de développer une couche superficielle d'oxydes métalliques, de chromates, de phosphates ou d'autres composés. [18] Sur le magnésium, ces revêtements ont pour but principal d'assurer une bonne protection contre les agressions du milieu extérieur, mais également de favoriser l'adhésion d'un système de peinture ultérieur. Le revêtement protège ainsi le substrat de la corrosion en jouant le rôle d'une barrière isolante de faible solubilité entre la surface métallique et l'environnement [19] : il doit donc recouvrir de façon uniforme tous les éléments présents dans l'alliage.

II-2-2-1-Importance du prétraitement

Les couches de conversion chimique (ou tout autre type de revêtement) nécessitent d'être appliquées sur des surfaces propres. Pour cela, il convient de procéder à plusieurs étapes de prétraitement sur les alliages.

- tout d'abord, il est nécessaire d'avoir recours à une étape de dégraissage permettant de dissoudre les huiles provenant des opérations de mise en forme des alliages. La solution de dégraissage est généralement une solution alcaline
- puis, l'étape de décapage-activation permet d'éliminer les traces dues à la manipulation des pièces, ainsi que les oxydes de surface pouvant gêner le bon déroulement de l'opération de traitement de surface à proprement parler. Cette étape, généralement assurée par une attaque acide, permet également d'obtenir une meilleure adhésion de la couche de conversion sur le substrat [20].

II-2-2-2-Chromatation ou mordantage

Le mordantage est un traitement de conversion chimique superficiel qui, au moyen de solutions de bichromates alcalins, donne naissance à un film mince d'un sel complexe insoluble. La chromatation est généralement utilisée pour la protection temporaire ou comme prétraitement avant la mise en peinture [21]. Le mécanisme de formation des revêtements obtenus à partir de chromates sur les alliages de magnésium [22] est supposé être dû à la dissolution de la surface métallique dans le même temps avec la réduction de l'eau ou de l'oxygène afin de former des ions hydroxydes.

Une étude portant sur la structure des films formés en aéronautique à partir de solutions contenant des chromates [23] montre une couche dense contenant des hydroxydes de Mg(II) et de Cr(III).

II-2-2-3-Phosphatation

Les traitements de phosphatation sont considérés comme une alternative à la chromatation sur le magnésium, étant un peu moins dangereux pour l'homme et l'environnement et ayant montré une résistance à la corrosion comparable.

La phosphatation cristalline des alliages de magnésium AM60 a été étudiée par L. Kouisni et al [24] [25]. A partir d'une solution contenant de l'acide phosphorique, des phosphates, des nitrates, des nitrites, ainsi que des ions zinc et fluorures, il est possible de former des cristaux d'hopéite [$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$] insolubles sur les alliages de magnésium.

II-2-3-Revêtements réalisés dans des solutions à base de terres rares

L'inhibition de la corrosion par les sels de terres rares, et particulièrement ceux contenant du cérium, est généralement associée à la précipitation d'oxydes ou d'hydroxydes de ces terres rares sur les sites cathodiques de la surface métallique [26]. De plus, ces traitements à base de terres rares constituent une alternative intéressante aux procédés impliquant des chromates ou phosphates.

II-2-4-Carboxylation

Le traitement étudié fait appel à l'utilisation de bains de conversion contenant des acides carboxyliques à longues chaînes carbonées et issus de la filière végétale européenne (dérivés de l'huile de colza, de lin et de tournesol). Ces bains de conversion chimique, obtenus à partir d'un acide carboxylique solubilisé, permettent le dépôt de carboxylates métalliques, en milieu acide ou basique, et conduisent à l'obtention de couches cristallisées.

Il existe deux façons différentes de déposer des carboxylates métalliques à la surface des métaux [27] (Figure II.11). Suivant les conditions de pH, les films formés sont plus ou moins épais et cristallisés :

- en milieu neutre ou légèrement basique, on obtient de fines couches d'hydroxycarboxylates métalliques
- en milieu acide, on obtient des films de carboxylates plus épais et cristallisés

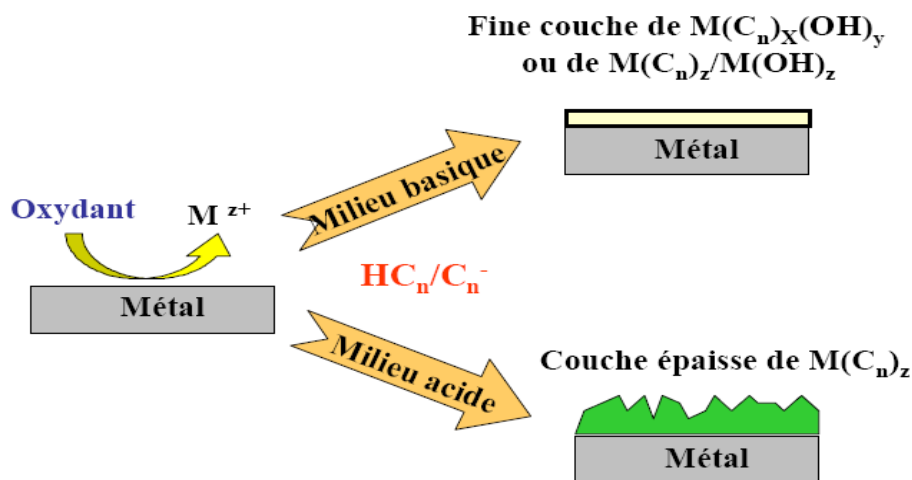


Figure (II.11) : Schémas représentatifs des deux types de traitement de carboxylation, en milieu acide ou basique.

II-2-5-Autres grandes familles de traitements de surface

Les traitements de conversion chimique réalisés par immersion dans un électrolyte ne sont pas les seuls procédés utilisés pour améliorer la tenue à la corrosion des alliages de magnésium. Il existe de nombreuses autres méthodes, décrites succinctement ci-après.

II-2-5-1-L'anodisation

Le procédé d'anodisation consiste à faire croître, par l'intermédiaire d'une source électrique, une couche d'oxydes à la surface du métal [28]. Dans ce procédé, le métal joue le rôle d'anode dans la cellule électrochimique, d'où l'appellation « anodisation ». Plusieurs variantes se rencontrent : l'anodisation peut se faire à tension ou à courant imposé, en régime alternatif ou continu.

II-2-6-L'aluminisation

L'étude de la dissolution par voie électrochimique porte principalement sur des matériaux revêtus par APVS (Aluminisation Phase Vapeur Snecma). Technique dérivée de la CVD, des

pierres de 80Cr-20Al (donneur) sont mélangées avec des poudres de $NH_4F(s)$ comme activateur dans des paniers. Les pièces à revêtir sont disposées sur une grille au-dessus des paniers, puis l'ensemble est installé dans un four. Pendant la montée en température sous vide, le $NH_4F(s)$ se sublime puis réagit avec l'Al du donneur pour former de l'AlF (g) comme précurseur, puis du $NH_3(g)$ et du $H_2(g)$ comme réducteurs. L'AlF (g) s'adsorbe sur les surfaces métalliques, puis s'hydrolyse ou est réduit par le $NH_3(g)$ ou par le $H_2(g)$. Suite au gradient de composition chimique entre la surface riche en Al et le substrat (pauvre en Al), l'Al et le Ni diffusent dans des sens opposés pour constituer le revêtement de diffusion [29].

II-2-7-Le procédé Sol-Gel

Les procédés d'élaboration d'oxydes minéraux ou métalliques par frittage ou fusion présentaient la contrainte d'être élaborés à haute température dépassant les 1000°C. Puis une nouvelle approche de synthèse en voie liquide a été découverte, appelée synthèse en chimie douce. Elle permet d'obtenir des oxydes (Gel) par polymérisation à température modérée d'espèces moléculaires en solution (Sol), d'où le nom de synthèse par voie Sol-Gel. Ainsi, cette méthode de synthèse autorise la fabrication de matériaux (poreux, colloïdes, revêtement, monolithes) dont la structure est contrôlée à l'échelle nanométrique. Ces matériaux dits multifonctionnels offrent désormais un vaste champ d'applications nouvelles dans des domaines aussi variés que la fonctionnalisation de surface, la catalyse, l'optique, la mécanique, la corrosion, la protection, les capteurs... et s'appliquent aussi bien aux secteurs de l'aéronautique, de l'automobile, de l'énergie [30].

II-2-8-L'électrodéposition

Une des principales difficultés rencontrées lors de l'électrodéposition de l'aluminium provient de l'oxydation rapide du métal -dès qu'il est en contact avec l'air. L'aluminium est également amphotère. Ces problèmes se règlent par le traitement de l'oxydation et de l'électrodéposition lors du même processus ou par un prétraitement par échange d'ions (processus zincate ou stannate).

Lorsqu'il y a élimination de la couche d'oxydation et électrodéposition lors du même traitement, nous parlons d'électrodéposition directe. Ce processus convient à l'utilisation du cuivre, de nickel, de l'argent, le prétraitement par échange d'ions étant le plus couramment employé [31].

Chapitre III

Contrôle non destructif

Introduction

Le contrôle non destructif est défini comme un ensemble de méthodes permettant d'inspecter une partie d'un matériau ou d'un système sans altérer son bon fonctionnement [32]. Cette méthode regroupe différentes techniques telles que les ultrasons, la radiographie, les rayons X, les courants de Foucault,... [33].

Il est utilisé dans divers domaines de l'industrie, pour détecter, entre autres, la présence de défauts, de mesurer l'épaisseur d'un matériau ou d'un revêtement ou encore de déterminer des paramètres caractéristiques d'un échantillon comme, par exemple, sa conductivité électrique.

Son but est de déceler dans une pièce, le plus souvent métallique et en respectant son intégrité, toute particularité de sa structure pouvant avoir une influence sur son comportement en service, et s'assurer qu'elle ne présente aucun défaut de fabrication, causant un endommagement lors du fonctionnement [32].

III-1-Principales méthodes de contrôles non destructifs

Les méthodes de contrôle non destructif les plus couramment employées peuvent être classées en deux familles principales en fonction du type d'anomalie recherchée dans la pièce.

Le choix d'une méthode dépend d'un grand nombre de facteurs tels que la nature des matériaux constituant les pièces à contrôler, la nature de l'information recherchée (détection ou mesure, position et forme du défaut...), le type du contrôle à effectuer (contrôle en ligne sur pièce mobile, possibilité de contact ou non avec la pièce, ...), les problèmes économiques (coût, ...), etc.

III-1-1-Les méthodes de surfaces

Les défauts surfaciques sont les plus problématiques sur le plan technologique. Ils incluent les criques, les fissures, les piqures, les craquelures pouvant provoquer à terme la rupture de la pièce, ou d'aspect c'est à dire la variation de paramètre géométriques et/ou physiques de la pièce tels que sa rugosité, son épaisseur, l'homogénéité de la surface, qui rendent la pièce inutilisable.

Méthodes de control des anomalies en surface extérieure sont:

- Contrôle visuel ;
- ressuage ;
- magnétoscopie ;
- courants de Foucault.

III-1-2-Les méthodes volumiques

Les défauts internes sont des hétérogénéités de nature, forme et dimensions variées, localisées dans le volume du corps à contrôler. Ils sont susceptibles d'affecter la santé de la pièce et peuvent se présenter sous la forme d'une crique interne, des porosités, des soufflures, d'inclusions diverses.

Méthodes de control des anomalies á l'intérieur de la pièce sont:

- ultrasons ;
- rayonnements ionisants radiographie

D'autres méthodes existent et ont l'avantage d'être globales et en temps réel. Il s'agit en particulier de :

- la thermographie ;
- l'émission acoustique.

Cette liste de méthodes est loin d'être exhaustive. On citerait encore, l'étanchéité et l'émission acoustique qui ne seront pas détaillées car elles concernent plus les objets fabriqués avec les métaux que les métaux eux-mêmes

III-2-Les différentes techniques de Contrôle Non Destructif

On distingue plusieurs méthodes de contrôle non destructif tel que le contrôle visuel, le ressuage, la magnétoscopie, la radiographie, le contrôle par ultrasons et le contrôle par courants de Foucault...

Les principales méthodes de contrôles non destructifs sont données avec leurs applications, avantages, et précautions d'emploi, dans le tableau (06) :

Tableau 05 : propriétés des principales méthodes de contrôles non destructifs

Types de procédés	Méthodes de contrôle	Principes physiques	Types de défauts détectés	Domaines d'application	Points forts	Points faibles
Optiques	Examen visuel directe ou assisté	Vision perturbation d'une réflexion	Défauts débouchant, fissure, criques, trous	Contrôle manuel de tous produits à surface accessible	souplesse	Productivité fiabilité
	Contrôle laser			Contrôle automatisés de bandes et tôles	Productivité	Taux de fausses alarmes
	Contrôle TV	Formation d'une image	Défauts d'aspect, taches	Contrôle automatique en fabrication des produits divers	productivité	Défauts fins
	Interférométrie holographie	Détection de microdéformation provoquée	D'élimination, décollements	Contrôle en atelier de parois non métalliques	Cartographie	Caractérisation
	Thermographie infrarouge	Cartographie de perturbations thermiques	D'élimination, hétérogénéités diverses	Idem Contrôle sur site	Contrôle des composites	Interprétation, productivité
Ressuage	Ressuage	Effet de capillarité	Défauts fins débouchant	Contrôle manuel de tous produits à surfaces accessible	Simplicité faible cout	Productivité, peu quantitatif
Flux de fuite magnétique	Magnétoscopie	Accumulation de poudre	Défauts fins débouchant et sous-cutanés	Produits ferromagnétiques (acier)	Sensibilité	Reserve aux aciers peu quantitatifs
	Détection de flux de fuite	Distorsion d'un flux magnétiques	Défauts fins débouchant		Sensibilité automatisatio n	Fragilité des sondes

Electromagnétiques	Courants de Foucault	Perturbations d'un courant	Défauts fins débouchant	Contrôle en ligne et sur chantier de tous produits métalliques	Sensibilité automatisatio n	Matériaux non conducteurs interprétation
	Potentiel électrique	Perturbations d'un courant	Mesure de profondeur de défauts	Tous produits conducteurs	Simplicité Faible cout	Contrôle manuel lent
	Hyperfréquence	Transmission ou réflexion radar	Hétérogénéités diverses	Matériau peu conducteurs	Contrôle sans contacte	Interprétation du signal
Rayonnements Ionisation	Radiographie X	Atténuation d'un flux	Défauts internes	Contrôle en atelier et sur site de tous matériaux	Cartographie Souplesse de réglage	Protection Détection des fissures
	Radiographie				Fortes épaisseurs	Profondeur des défauts
	Radioscopie en temps réel					Productivité
	Tomographie X				Imagerie en coupe	Cout Productivité
	Neutronographie					Corps hydrogénés
	Diffusion Compton	Rétrodiffusion	Délamination	Contrôle des composites		
Vibrations mécaniques	Ultrasons	Perturbation d'une onde Echographie	Défauts internes Défauts débouchant	Contrôle manuel ou automatique de la majorité des matériaux	Grande sensibilité Nombreuses méthodes d'auscultation	Conditions d'essai Interprétation des échos couplage
	Emission acoustique	Emission provoquée par sollicitation mécanique	Criques Fissures	Parois de gros récipients Structures diverses	Contrôle global avec localisation des défauts	Interprétation Bruits parasites
	Essais dynamique	Perturbations d'un amortissement	Criques Fissures		Productivité	Qualitatif

		Mesure de vitesse		Contrôle de pièces moulées		
Tests d'étanchéité	Essais hydrostatique	Détection de bulles	Défauts débouchant dans joints ou parois, zone perméable	Tubes et enceintes en tous matériaux	Grandes étendue de flux de fuite selon la méthode	Contingences diverses selon la méthode
	Tests avec gaz traceurs (halogènes, hélium)	Détection chimique				
	Détection sonore	Bruit acoustique				

III-3-Contrôle Par Courants De Foucault

Le contrôle par courants de Foucault est une méthode de contrôle non destructif qui utilise les phénomènes de propagation d'onde électromagnétiques.

Le passage d'un courant variable à travers une bobine génère un champ magnétique, la propagation de ce dernier dans une pièce conductrice électromagnétique induit des courants de Foucault, qui à leurs tour créent un champ magnétique opposé au champ d'excitation entraînant une variation d'impédance de la bobine, la mesure de celle-ci est à la base du contrôle par courant de Foucault [34].

Ils dépendent des caractéristiques électriques, magnétiques et structurales du matériau (dimension, conductivité électrique, perméabilité magnétique).

Toute variation ou modification des lignes de courants induits dans la pièce se manifeste par une variation du flux magnétique, ce qui entraîne une variation d'impédance de la sonde.

Les anomalies dans la structure conductrice sont détectées par la variation d'impédance de la sonde d'excitation. Le système de mesure par courants de Foucault se base sur la mesure de cette variation d'impédance.

Ce procédé de contrôle permet de déterminer les caractéristiques de la pièce à contrôler (conductivité électrique, perméabilité magnétique, dimension, revêtement, ...), et de déceler certaines anomalies dans la structure métallique.

III-3-1-Principes Des Courants De Foucault

Le comportement des différents paramètres influant sur la répartition des courants induits peut être analysé par la résolution des équations de Maxwell. Par application d'un champ magnétique variable situé près d'un matériau conducteur, les courants de Foucault sont créés. Ce sont des boucles fermées de courants induits circulant dans des plans

perpendiculaires au flux magnétique. Ils circulent parallèlement aux spires de la bobine et au plan de la surface. Les courants de Foucault produisent à leur tour un champ magnétique qui s'oppose au champ d'excitation. Le champ d'équilibre est affaibli (dans le cas des non ferromagnétique), ce qui provoque un changement d'impédance de la bobine d'excitation. La figure (III.2) est une illustration de cette technique de contrôle.

A Partir de l'analyse d'impédance de la bobine d'excitation, les caractéristiques électriques, magnétiques et géométriques de l'échantillon peuvent être extraites par calcul [35].

Les courants de Foucault produisent dans le matériau conducteur une induction résultante ou un champ résultant qui varie en module et en phase, en fonction de la profondeur pénétrée. Leur intensité et leur répartition dépendent de certains paramètres tels que [36] [37] :

- La conductivité électrique,
- La perméabilité magnétique,
- La fréquence de travail,
- Le couplage entre le conducteur (échantillon à contrôler) et le capteur,

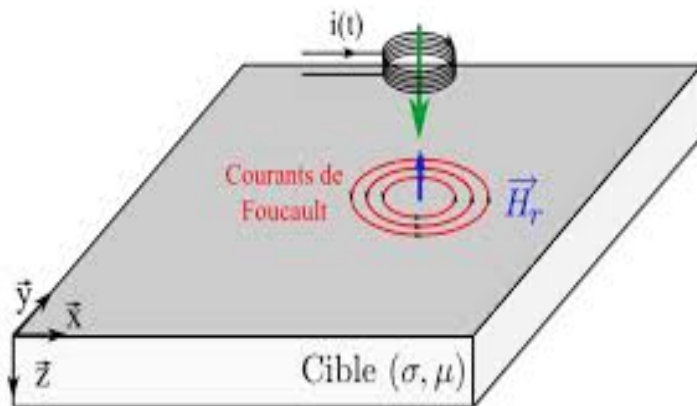


Figure (III.1) : Principe des courants de Foucault

Il est possible de négliger le temps de propagation des ondes électromagnétiques si les dimensions des cibles sont faibles devant la longueur d'onde. Les fréquences utilisées λ généralement pour le CND par courants de Foucault et plus particulièrement dans ces travaux ne dépassent pas 2 MHz, Ce qui correspond à une longueur d'onde

$$\lambda = c/f = 150\text{m}$$

- f est la fréquence du signal d'excitation
- c la vitesse de la lumière dans le vide.

La propagation des ondes électromagnétiques est régie par les équations de Maxwell qui permettent de décrire le comportement de ces ondes dans un milieu spécifique.

Le rapport existant entre les densités de courants à la surface et un point interne situé à une distance x de la surface exprimé par [38] :

$$j_x/j_0 = e^{-\beta} \sin (\omega t - \beta). \text{ (III.1)}$$

La profondeur de pénétration standard :

C'est la profondeur δ pour laquelle l'amplitude du courant diminue dans le rapport $1/e$.

$$J_\delta/j_0 = 1/e ;$$

avec j_0 = densité du courant de surface

La pénétration des courants de Foucault diminue lorsque la conductivité, la perméabilité magnétique ou la fréquence augmente [38], les courants de Foucault circulent de plus en plus en surface. Ce phénomène est appelé « l'effet de peau ». La densité de courant s'atténue exponentiellement avec la profondeur. A une profondeur δ la densité de courant atteint 37 % de la densité de surface.

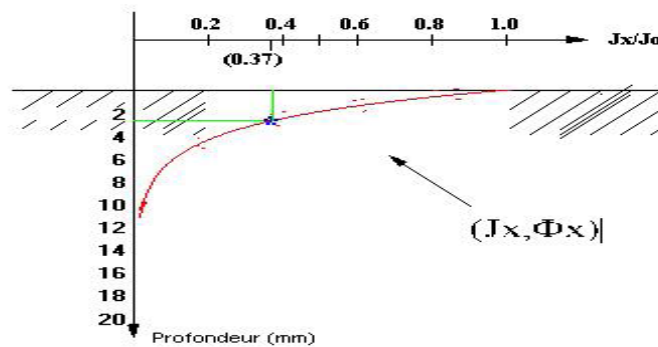


Figure (III.2) : Profondeur de pénétration des courants de Foucault.

La sensibilité de mesure ou de la détection dépend de ce paramètre. A deux fois la constante de pénétration standard (2%), la densité de courant de Foucault atteint 13.5% de celle de la surface et à (3%) la valeur de densité est inférieure à 5%.

III-3-2-Diagramme d'impédance

Dans un premier cas, on supposera que les dimensions de l'échantillon et la conductivité électrique du matériau sont constantes. La bobine encerclant le spécimen est alimentée par un générateur de fréquence variable. L'augmentation de la fréquence à partir de zéro provoque l'apparition des courants de Foucault, qui se traduit par une augmentation de la partie réelle et une décroissance de la partie imaginaire de l'impédance de la bobine. La fréquence augmente, les courants de Foucault circulent de plus en plus en surface. Les courants de Foucault génèrent un champ opposé au champ induit, ce qui atténue le flux total à l'intérieur du conducteur. Pour une fréquence très élevée, le flux total tend à s'annuler

et les courants de Foucault circulent en surface. Ce qui tend à annuler la partie active et réactive de l'impédance.

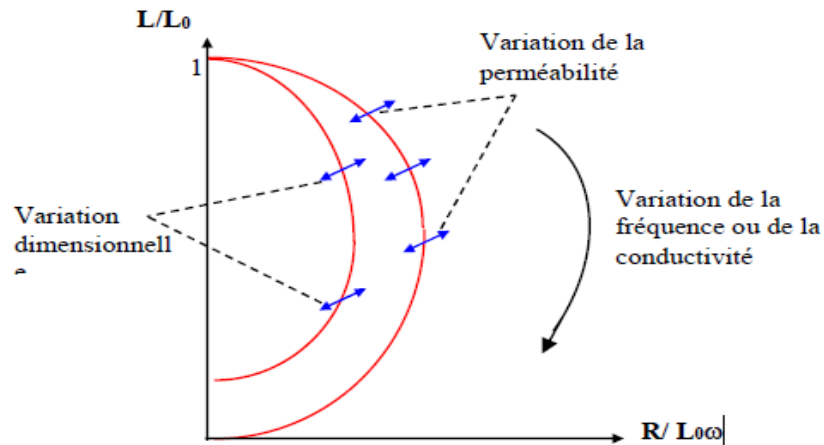


Figure (III.3) : Diagramme d'impédance normalisé

III-3-3-Mesures par courant de Foucault

Les épaisseurs suivantes peuvent être mesurées par courant de Foucault [39] :

- Section transversale d'un tube cylindrique.
- Epaisseur de fine feuille de métal, revêtement conducteur sur un substrat conducteur ou isolant.
- Epaisseur d'un revêtement isolant sur un substrat conducteur.

III-4-Mesure de revêtement conducteur sur un matériau conducteur

Il est possible de mesurer l'épaisseur de fine couche de métal sur un substrat conducteur où il y a pénétration totale des courants de Foucault ayant des conductivités assez différentes.

La méthode est utilisée pour mesurer l'épaisseur d'un revêtement conducteur protecteur très fin sur un matériau ferromagnétique. L'emploi de sonde de petit diamètre augmente la sensibilité de la mesure de faible épaisseur de revêtement [40].

Pour un revêtement plus conducteur que celui du métal de base, l'emploi de sonde de faible diamètre et une fréquence plus élevée est recommandé afin de concentrer le maximum des courants induits dans le matériau de revêtement [40].

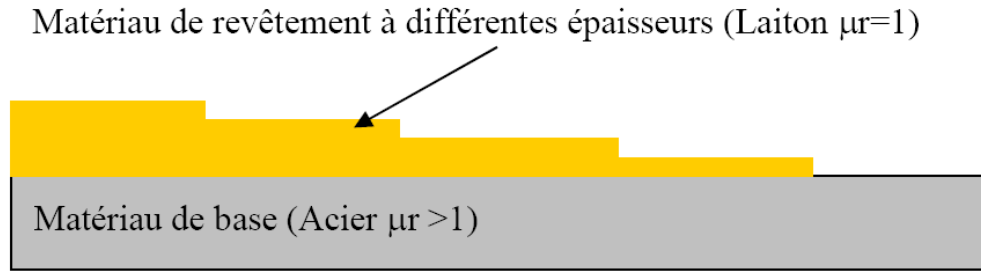


Figure (III.4) : Mesure de revêtement par courants de Foucault

III-4-1-Les capteurs à courants de Foucault

La réalisation de capteurs est très importante dans le contrôle non destructif par courants de Foucault, elle permet la mise en place d'un système d'émission et de réception d'un champ magnétique alternatif. Ces deux fonctions peuvent être réalisées par un seul élément ou par deux éléments distincts. Les capteurs magnétiques transforment les variations du champ magnétique en une variation de tension mesurable.

La sensibilité aux défauts et autres paramètres du contrôle de matériau peut être modifiée par la conception de la sonde, il suffit d'établir la direction de circulation des courants de Foucault, de régler l'intensité du champ magnétique, de choisir la bobine de taille appropriée et de la géométrie de la pièce à contrôler.

Elles effectuent des mesures ponctuelles, elles sont maintenues perpendiculairement à la surface, leurs profils doit épouser le mieux possible celui de l'échantillon.

L'utilisation de la ferrite comme noyaux des sondes permet :

- D'augmenter l'induction magnétique (perméabilité importante),
- D'augmenter le flux magnétique (réductance très faible),
- De diminuer la surface de contact (l'assimiler à un point) par la focalisation du champ magnétique.
- Différents types de Capteurs :

On distingue trois principaux types capteurs :

- **Bobines encerclantes:** elles sont utilisées pour le contrôle des produits cylindriques. elles effectuent des mesures globales
- **Sonde interne :** c'est une bobine de petite dimension, qui permet le contrôle interne des produits cylindriques creux.

- **Palpeurs** : ils sont destinés aux surfaces planes, et maintenus perpendiculairement à eux, leurs profils doit épouser le mieux possible celui de l'échantillon, pour l'obtention d'une meilleure sensibilité.

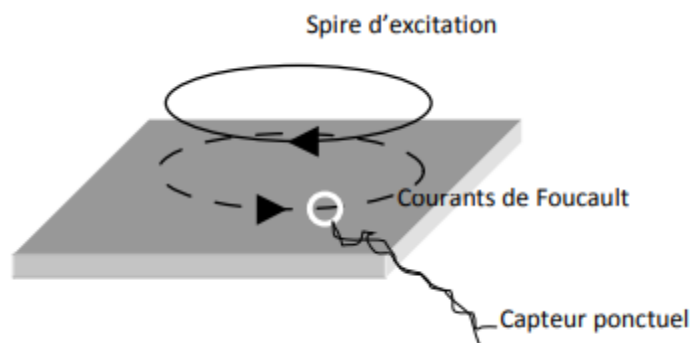
On trouve aussi des capteurs tournants destinés au contrôle d'alésage ou des profilés, pour la recherche des défauts longs et fins [41].

Il existe aussi des sondes focalisées afin de réduire la dispersion du champ magnétique qui permettent aussi [42-43] :

- Une mesure ponctuelle.
- Meilleure concentration.
- Augmentation de la densité de courant en surface.
- Diminution de la profondeur de pénétration.
- L'utilisation d'un blindage permet de diminuer les pertes du champ magnétique.

III-4-2-Distribution des courants de Foucault dans la cible

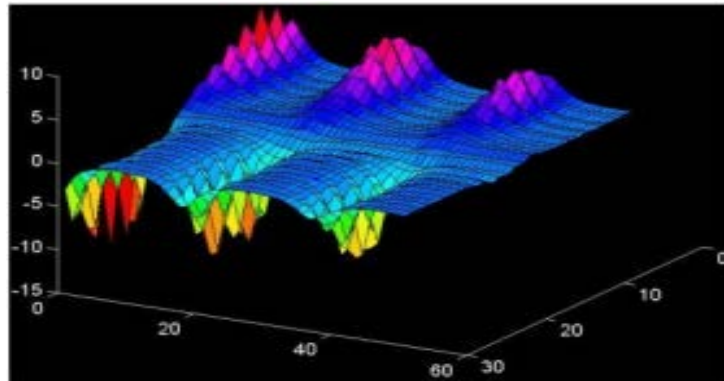
Pour une bobine d'excitation circulaire et une cible homogène, les courants de Foucault circulent parallèlement aux spires et dans le sens opposé du courant d'excitation.



Figure(III.5) : Présentation de circulation des courants

Lorsqu'il y a plusieurs spires dans la bobine d'excitation, les courants de Foucault forment une nappe d'une certaine largeur dans la cible. La présence d'un défaut ou d'une fissure à la surface de la cible perturbe cette nappe. On peut détecter ces perturbations avec un capteur de champ magnétique ponctuel. La figure ci-dessous illustre le comportement des courants induits vis-à-vis d'une fissure de surface. La nappe de courants étant « coupée » par la fissure, les courants induits contournent cette dernière par la droite et par la gauche. On observe des pics de champ magnétique près des extrémités de cette fissure, alors que la valeur du champ est quasiment nulle vers le milieu de la fissure (cartographie de droite). Par

ailleurs, les pics de champs magnétiques aux extrémités de la fissure sont de sens opposés. On le comprend aisément en appliquant la « règle du tire-bouchon » sur les boucles de courants. Il est à noter que la cartographie de droite correspond à 3 fissures transversales successives par rapport à la nappe de courants de Foucault.



Figure(III.6) : Cartographie du champ magnétique de 3 fissures successives lorsqu'elles sont balayées par une nappe de courants de Foucault orientée perpendiculairement aux fissures

Chapitre IV

Méthodes d'étude et

conditions expérimentales

IV-1-Matériaux

Les changements appliqués sur les matériaux choisis en termes de traitement de surface par conversion chimique sont évalués par les méthodes non destructives et caractérisés par les méthodes d'analyse électrochimiques et de topographie de surface. Une description des matériaux, de l'électrolyte et des montages expérimentaux réalisés permet ; de fixer une démarche expérimentale assurant une bonne reproductibilité des résultats.

Les matériaux objet de notre étude sont : l'alliage de magnésium AZ91 et l'alliage d'aluminium 2024

IV-2-Analyse chimique

Les matériaux de base ont été analysés par un spectromètre à étincelle de marque « FOUNDRY Master Pro » disponible au niveau de laboratoire de caractérisation des matériaux du CRTI Cheraga, qui permet de faire l'analyse chimique des métaux.

La figure (IV.1) présente le système d'analyse utilisé pour connaître la composition chimique d'un métal. Une étincelle se fait entre l'échantillon et l'électrode de tungstène, ce qui chauffe à une température élevée les atomes qui le composent. Les atomes excités émettent ainsi de la lumière à une longueur d'onde caractéristique. Cette lumière est ensuite analysée. Les matériaux analysés qui sont utilisés dans notre travail sont respectivement l'aluminium 2024 et le magnésium AZ91.



Figure (IV.1) : Spectromètre à étincelle

IV-3-Préparation des échantillons

La préparation des échantillons a été faite pour la révélation de la microstructure et pour les traitements de surface de conversion chimique. Les étapes nécessaires pour ces préparations sont listé ci-dessous.

IV-3-1-Découpage

Les échantillons de surface 1 Cm² ont été prisés à partir d'une tôle de magnésium AZ91 et d'aluminium 2024, coupés avec une tronçonneuse de marque Struers (figure IV.2).



Figure (IV.2) : Tronçonneuse

IV-3-2-Polissage

Les échantillons ont subi un cycle de polissage réalisé sur une polisseuse de type AYA Figure (IV.3) tournant à 150 et 600 tours/min sur lequel est collé un papier abrasif. Le polissage est réalisé sous lubrification continue (jet d'eau) pour éviter tout échauffement local suite au frottement, en utilisant des papiers abrasifs de différentes granulométries : 300, 500,800, 1000 et 1200. Les papiers ont été utilisés successivement dans l'ordre décroissant de la granulométrie en prenant soin de tourner l'échantillon de 90_ afin d'éliminer les rayures laissées par le polissage précédent.



Figure (IV.3) : Polisseuse

IV-4-Caractérisation microstructurale par microscopie optique

IV-4-1-Microscope Optique

La métallographie des échantillons sans revêtement a été révélée suite à une attaque chimique et les images ont été prise avec un microscope optique de type (ZEISS) Relié à un micro-ordinateur (figure IV.4).

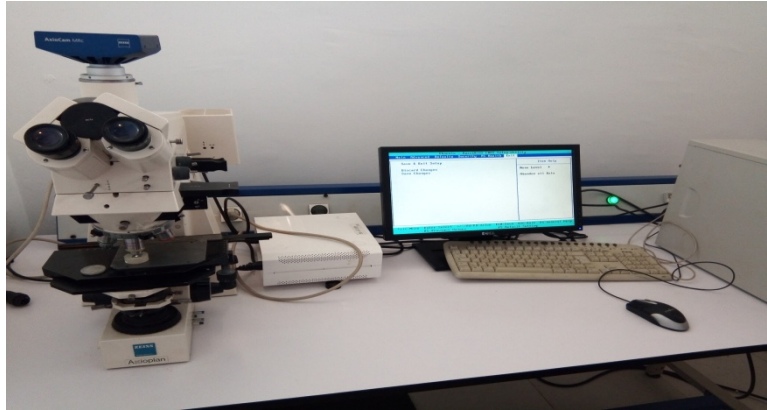


Figure (IV.4) : Microscopie optique

IV-5-traitement de conversion chimique à base de molybdène

IV-5-1 Nettoyage et décapage des échantillons :

L'élaboration du revêtement à base de molybdène nécessite des étapes nettoyage et de décapage :

Après l'étape de polissage, les échantillons sont rincés avec de l'eau distillé et séchés avec un air chaud, puis ils ont subi un nettoyage alcalin dans une solution contenant 40 g/L de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ à 60 °C, pendant 8 min figure (IV.5).



Figure (IV.5) : Nettoyage des échantillons

Puis ils ont été soumis à un décapage à l'acide dans 200 ml d'une solution de CH_3COOH et de 50 g/L NaNO_3 , à température ambiante, pendant 5 s. Les échantillons ont été rincés à l'eau distillée après chaque étape afin d'éliminer la contamination.

IV-5-2-Préparation de revêtements de conversion

Les revêtements de conversion sur lesquels nous avons travaillé sont à base de molybdène qui représente une alternative des traitements de conversion traditionnels à base du chrome hexavalent.

Dans les expériences que nous avons menées, nous avons optés pour cinq bain de conversion qui sont listé comme suit : un bain à base de molybdène seulement, et quatre bain de molybdène avec incorporation d'oxyde métallique d'oxyde de chrome, d'oxyde d'antimoine, d'oxyde de cérium et d'oxyde de silicium.

Le bain initial de molybdène contenant 25 g/L de $(\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ et 4 g/L NaF (Figure IV.6), avec un ajustement du PH à une valeur de 3,0, la température de 65 °C et le temps d'émersion a été optimisé à 10 minutes.

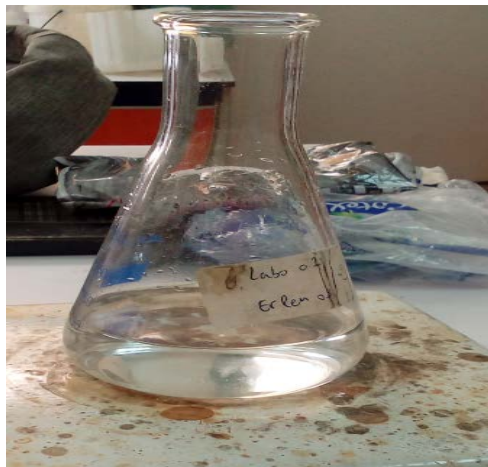


Figure (IV.6) : bain de conversion à base de molybdène.

Pour les quatre bains restant, nous ajoutons pour chaque bain 4g/l d'oxyde de Chrome, d'oxyde d'antimoine, d'oxyde de cérium et d'oxyde de silicium. Les bain sont soumis a des agitations pendant une heure.



Figure (IV.7) : Préparation de revêtements de conversion d'oxyde de Chrome, cérium silicium et l'antimoine

IV-6-Observation par microscopie électronique à balayage (MEB)

La Microscopie électronique à balayage est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière.

Un appareil de marque Gemini SEM 300 a été utilisé pour voir la morphologie ainsi que la composition chimique des revêtements élaborés.



Figure (IV.8) : Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le principe du microscope électronique à balayage est de faire correspondre le déplacement d'un faisceau d'électrons focalisé sur un échantillon de façon synchrone avec le déplacement d'un faisceau d'électrons sur un écran cathodique. Lorsque le faisceau d'électrons d'énergie E_0 pénètre dans un échantillon solide, il subit un certain nombre d'interactions, élastiques et inélastiques. Les interactions élastiques, principalement avec le noyau, induisent en outre des variations plus ou moins brutales de la direction des électrons incidents (« diffusion »). La résultante de ces interactions induit pour chaque électron une

« trajectoire électronique », de longueur finie et de forme aléatoire. Les interactions inélastiques provoquent une perte progressive de son énergie, pour une grande part par transfert aux électrons des orbitales atomiques, provoquant excitation et ionisation des atomes présents, et pour une moindre part par perte radiative lors de l'interaction avec le noyau (rayonnement de freinage appelé souvent Bremsstrahlung).

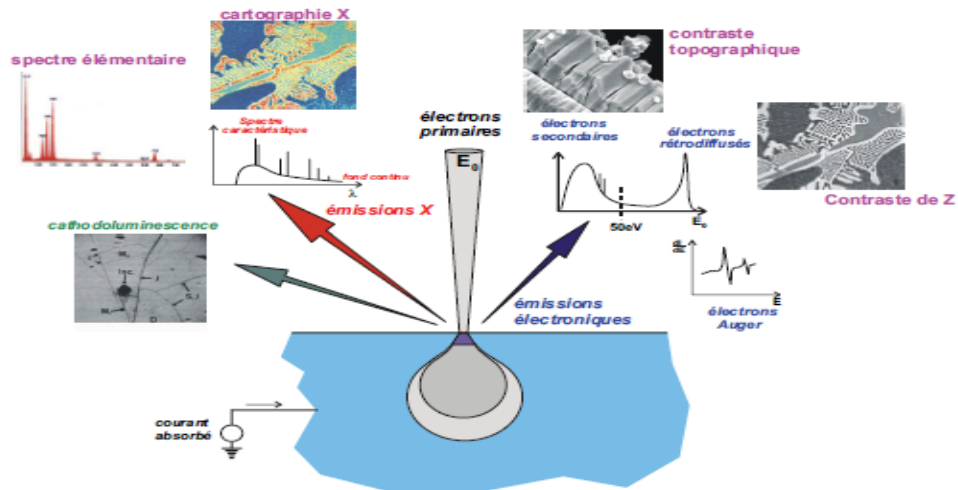


Figure (IV.9) : Principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon

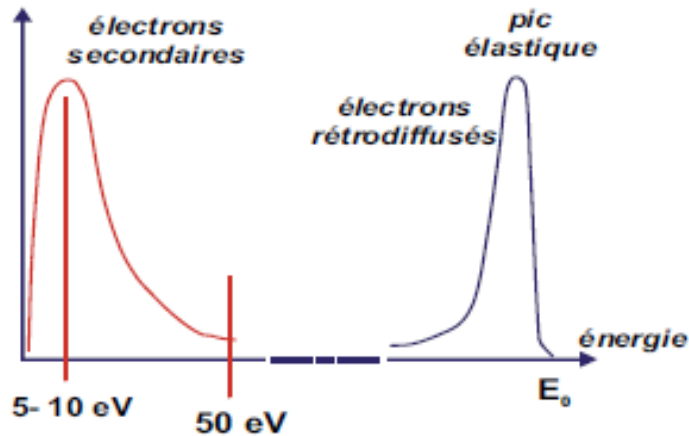


Figure (IV.10) : Spectre énergétique de l'émission électronique

Comme le montre la figure (IV.10), le grandissement obtenu dans un MEB est donné par le rapport de la longueur L de la ligne de balayage horizontale de l'écran (étant une grandeur fixe) à la longueur l de la ligne horizontale balayée par le faisceau d'électrons primaire sur l'échantillon (l étant variable).

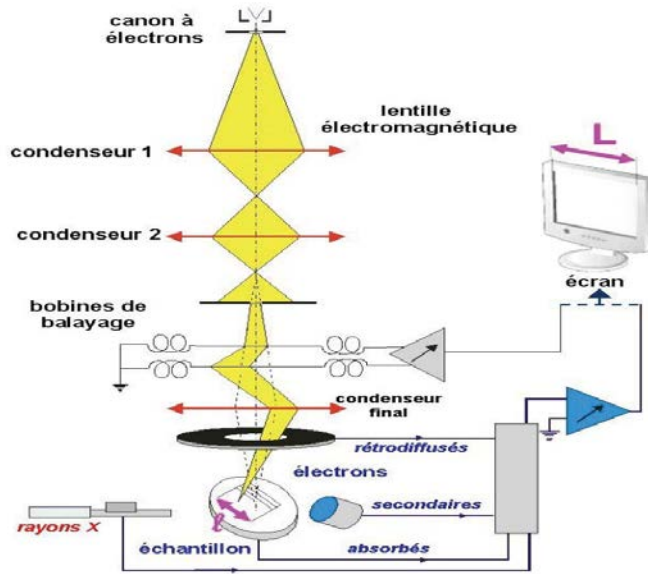


Figure (IV.11) : Schéma de principe du microscope électronique à balayage

Comme le schématise la figure (IV.11), un microscope électronique à balayage est constitué Principalement par :

- ✓ une colonne maintenue sous un vide secondaire
- ✓ une source d'électrons appelée canon et d'un dispositif de haute tension, accélérateur des électrons
- ✓ un ensemble de lentilles électromagnétiques
- ✓ pinceau fin et intense
- ✓ une lentille électromagnétique finale appelée « objectif »
- ✓ faisceau sur la surface a examiné
- ✓ un diaphragme objectif
- ✓ un dispositif de déflexion pilote par un générateur de balayage
- ✓ un platine porte-objet mobile des détecteurs
- ✓ un système de visualisation d'image couple de manière synchrone au même générateur de balayage
- ✓

IV-7-Characterisation par les courants Foucault classiques

Le principe physique de la méthode magnétique repose sur l'aimantation du matériau, qui est influencée par l'empilement de défauts microstructuraux.

Les courants de Foucault ont une répartition différente selon que l'échantillon est sain ou en présence d'un défaut. La microstructure est influencée par la présence de défauts ponctuels, tels que les lacunes atomiques, les interstices, les dislocations et leurs amas ou précipités. En

général, les propriétés ferromagnétiques du matériau étudié dépendent de la microstructure, de la micro-dureté et du traitement thermique.

Les tests électromagnétiques effectués par courants de Foucault sont obtenus avec un analyseur d'impédance de marque Agilent 4284A.

Le principe de cette méthode consiste à mesurer les variations de résistance et de réactance inductive de la bobine, qui sont liées à la modification de la dureté, de la composition de phase, de la résistance mécanique et de la composition chimique.

Par conséquent, des valeurs différentes de résistivité et de perméabilité magnétique conduisent à une impédance caractéristique de la bobine pour chaque type de matériau, qui correspond à des points particuliers sur le diagramme d'impédance.

L'utilisation des courants de Foucault est très importante dans l'évaluation des microstructures. Nous allons étudier le comportement de l'impédance et de la phase sur les différents milieux étudiés pour nos matériaux.

La mesure d'épaisseur des revêtements (coating thickness measurement) est importante pour évaluer la protection du matériau contre la corrosion.



Figure (IV.12) : Analyseur d'impédance de marque Agilent 4284A

IV-7-1-Principes Des Courants De Foucault

Le comportement des différents paramètres influant sur la répartition des courants induits peut être analysé par la résolution des équations de Maxwell.

L'énergie électromagnétique se propage dans le matériau sans qu'il y ait contact. L'évolution de cette énergie va permettre, par l'intermédiaire de mesures, d'accéder à des informations concernant la zone de propagation.

La figure (IV.13) montre la création ainsi que le mode de propagation des courants de Foucault.

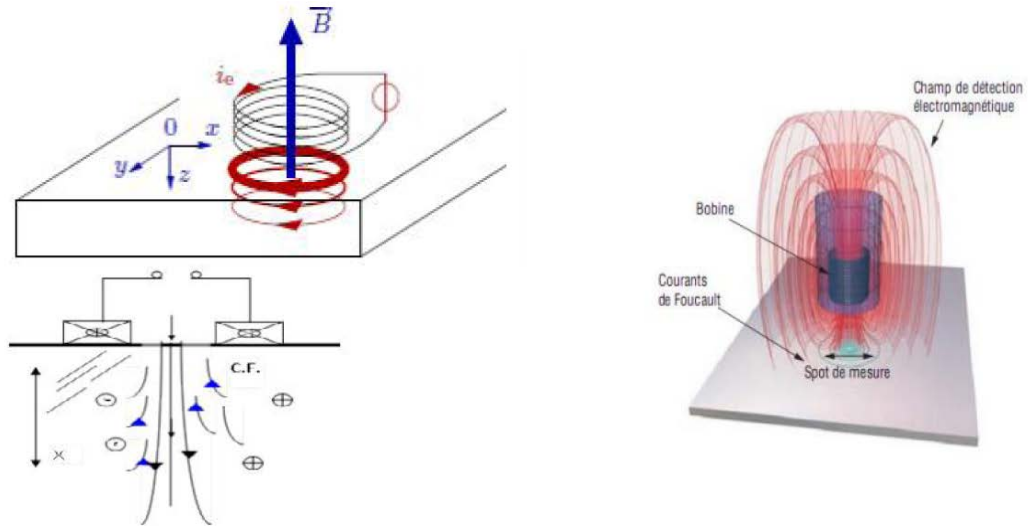


Figure (IV.13) : Distribution des courants de Foucault générés par une bobine excitatrice .

Par application d'un champ magnétique variable situé près d'un matériau conducteur, les courants de Foucault sont créés. Ce sont des boucles fermées de courants induits circulant dans des plans perpendiculaires au flux magnétique. Ils circulent parallèlement aux spires de la bobine et au plan de la surface. Les courants de Foucault produisent à leur tour un champ magnétique qui s'oppose au champ d'excitation. Le champ d'équilibre est affaibli (dans le cas des non ferromagnétique), ce qui provoque un changement d'impédance de la bobine d'excitation.

Et aussi nous avons utilisé un appareil de mesure d'épaisseur qui se base sur le principe des courants de Foucault.



Figure (IV.14) : Appareil de mesure d'épaisseur par induction magnétique.

IV-7-2-Préparation de la sonde de courant de Foucault

La réalisation de sondes de contrôle par courants de Foucault a été satisfaisante. Les sondes sont réalisées par des enroulements de centaines de spires de fils conducteur de cuivre de 1/5 mm sur des bâtonnés de ferrites de 10 mm d'épaisseur.

Le tracer du diagramme d'impédance des sondes sur des pièces de références permet de les caractériser.

Dans notre étude nous avons réalisé une sonde de 300 spires sur un bâtonnet de ferrite à tête conique.

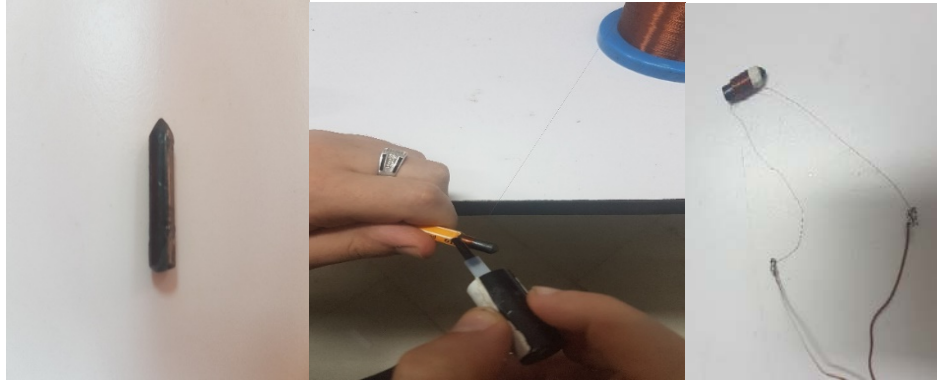


Figure (IV.15) : Les étapes de la préparation de la sonde

IV-8-La cartographie

On a travaillé avec un mesureur d'impédance de marque Agilent 4284A, relié avec un système de déplacement micrométrique interfacé par micro-ordinateur.

Le palpeur à courant de Foucault se déplace perpendiculairement sur la surface de l'échantillon à une distance fixe proche du contact avec un pas de déplacement de 0.5 mm.

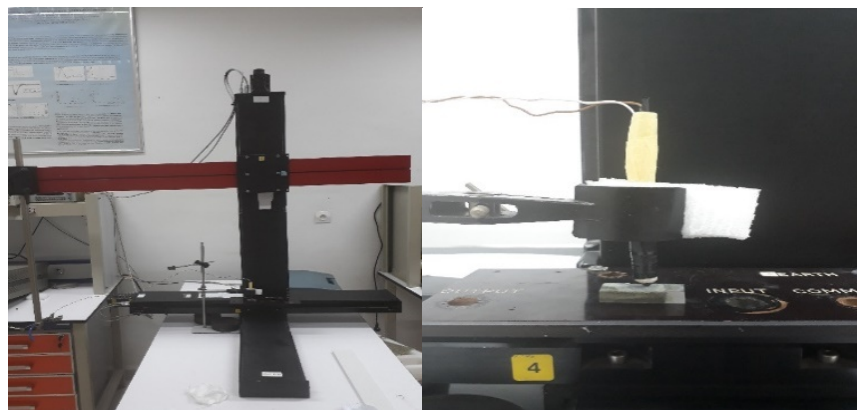


Figure (IV.16) : système d'acquisition et de balayage à Courants de Foucault

IV-9-Comportement Electrochimique des substrats

Les tests de corrosion ont été réalisés sur les échantillons en magnésium et en aluminium avec et sans revêtements.

Les tests appliqués sont la méthode du potentiel libre pour détermination du potentiel de corrosion et la méthode de la potentiodynamique pour déterminer la résistance de polarisation et la vitesse de corrosion.

IV-9-1-Dispositif expérimental

Les mesures électrochimiques potentiostatiques sont réalisées au moyen d'une chaîne qui comprend :

- **Cellule électrochimique** : Les essais électrochimiques ont été effectués dans une cellule en verre, de forme cylindrique, d'une contenance de 130 ml ; elle est surmontée d'un couvercle rodé, lui assurant une bonne étanchéité ; ce dernier est percé de cinq (05) orifices permettant le placement d'une électrode de travail, une électrode de référence au Ag/AgCl, une électrode auxiliaire en platine fig. (IV.17(a)). Une autre cellule été utilisé et qui s'appelle la cellule plate. Généralement on utilise ce type de cellule lorsqu'on ne peut pas placer notre échantillon dans la cellule normale. Ainsi, on n'a pas besoin d'enrober l'échantillon car il sera à l'extérieur avec une surface carrée de $0,75 \text{ cm}^2$ de contact avec l'électrolyte (IV.17(b)), Constitué de :
 - Les électrodes de travail sont les différents échantillons élaborés (échantillons sans dépôt, échantillons avec dépôt) qu'on veut les étudier dans notre travail. Le contact électrique entre l'interface métal/solution et le potentiostat/ Glavanostat est assuré par un câble électrique avec deux pince crocodile, à là contre surface étudiée de l'échantillon. Ce dernier est ensuite coloré par un vernis organique, de manière à ne laisser exposer au milieu corrosif de l'étude que la surface à étudier de l'échantillon.
 - Une électrode de (Ag/AgCl) comme électrode de référence (ER). C'est une électrode dont le potentiel est stable et reproductible quel que soit le milieu dans lequel elle est plongée. Elle est placée aussi près que possible de l'électrode de travail pour minimiser la chute chimique que peut provoquer la résistance de l'électrolyte (Comprise entre l'électrode de travail et l'électrode de référence. [44])
 - Contre électrode (CE) Appelée aussi électrode auxiliaire, c'est une électrode inattaquable, constituée d'une grille de platine, son rôle est d'assurer le passage de courant dans la cellule d'électrolyte. [44]

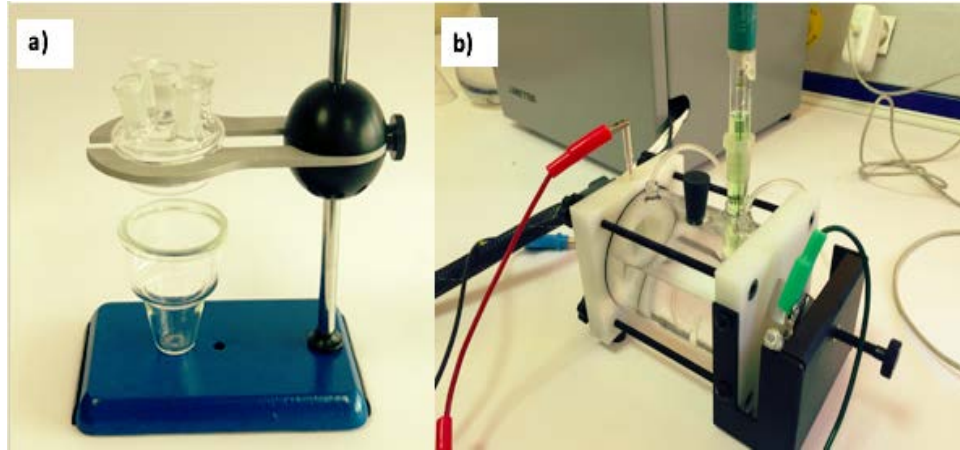


Figure (IV.17) : a) Cellule en verre pour EDT, b) Cellule plate

➤ **Potentiostat :**

Les mesures électrochimiques de corrosion sont effectuées avec un potentiostat Galvano stat (PGSTAT302N) de type autolab gouverné par un micro-ordinateur avec le logiciel NOVA 2.0 qui permet l'acquisition et le traitement des données. Le potentiostat permet d'imposer à l'électrode de travail le potentiel ou le courant selon le type de contrôle choisi (potentiostatique ou galvanostatique) et l'analyseur de fréquence permet de calculer l'impédance électrochimique. Ce dernier est composé d'un générateur et d'un analyseur. Le premier envoie le signal de perturbation au potentiostat et le deuxième calcule la fonction de transfert $\Delta E / \Delta I$ du système. L'intensité du courant est mesurée entre l'électrode de travail et la contre-électrode de platine. Dans cette étude, toutes les mesures électrochimiques ont été réalisées au moins deux fois afin de s'assurer de la reproductibilité des essais. [44]

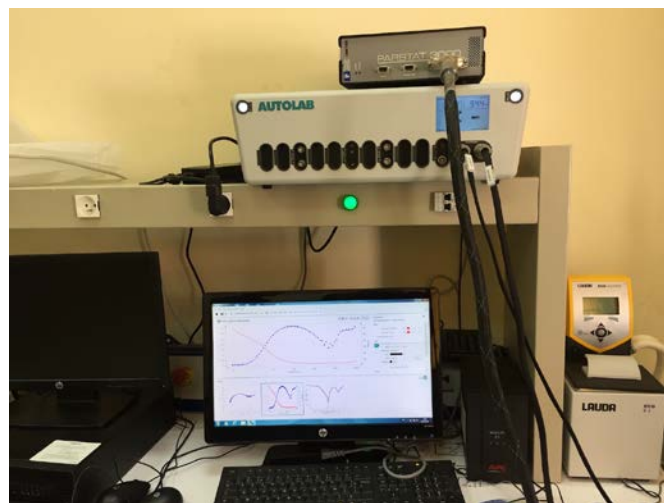


Figure (IV.18) : Montage et appareil de mesures électrochimiques.

➤ **Préparation des solutions :**

L'attaque chimique sera l'essai avec solution de 100 ml de NaCl 35g/L avec PH=6 pendant 1 heure sur un surface de 0.75 cm² de contact avec l'échantillon

IV-9-2-Techniques expérimentales

Les méthodes électrochimiques peuvent être classées selon deux groupes :

- Les méthodes stationnaires.
- Les méthodes non-stationnaires, dites transitoires.

IV-9-2-1-Méthodes stationnaires

Les techniques stationnaires permettent d'étudier un système se trouvant dans un état de pseudo-équilibre. [45]

-Choix de la vitesse de balayage

Nous avons opté à une vitesse de balayage égale à 1 mV/s, cette dernière nous permet une bonne reproductibilité des résultats sans masquer les phénomènes à étudier.

-La courbe de polarisation :

Courbes de polarisation : le tracé des courbes a été effectué dans un domaine de potentiel allant de -1 à + 1 V.

-Mesure du potentiel libre :

Les courbes de polarisation nécessitent la connaissance du potentiel libre, après différents essais, nous avons choisi pour une immersion de l'échantillon une durée de 60 minutes. Ce temps est suffisant pour obtenir une stabilisation satisfaisante du potentiel libre.

-Courbes de Tafel :

Pour le tracé ces courbes on a choisi le domaine de linéarité des branches cathodiques et anodiques de la courbe $\log I = f(E)$. La courbe de Tafel figure (IV.20) permet de déterminer plusieurs grandeurs physiques comme le potentiel de corrosion, courant de corrosion.,[45]

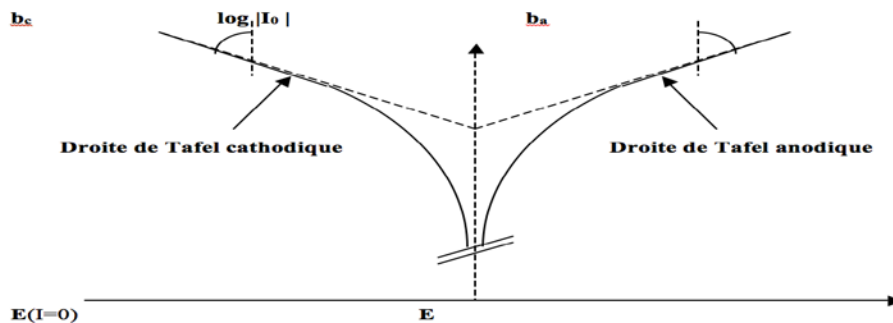


Figure (IV.19) : La méthode des droites de Tafel

Chapitre V

Résultats et

Interprétations

V-1-Analyse chimique

Pour connaître la composition chimique avec le pourcentage massique des éléments d'alliage de nos deux matériaux utilisés, nous avons eu recours à la méthode de spectrométrie à étincelle. Les tableaux 05 et 06 présentent les résultats obtenus.

Tableau 05 : composition chimique de l'alliage 2024 (Al Cu Mg)

Eléments d'alliage	Al	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Autres
Pourcentage massique	92	5.28	1.5	0.685	0.177	0.093	0.265

Les teneurs en éléments alliés de 2024 T3 sont moins faibles. Les éléments majeurs sont le Cuivre (5.28% en masse), le magnésium (1.5% en masse) et le manganèse (0.685% en masse).

Tableau 06 : composition chimique de l'alliage AZ91 (Mg Al Zn)

Eléments d'alliage	Mg	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu
Pourcentage massique	Bal	8.84	0.61	0.18	0.02	0.02	0.005

Les teneurs en éléments alliés d'AZ91 sont faibles sauf que (Al, Zn et Mn). Ces éléments métalliques sont surtout des impuretés provenant de la matière première du recyclage. Les éléments majeurs sont l'Aluminium (8.84% en masse), le Zinc (0.61% en masse) et le manganèse (0.18% en masse)

V-2- Etude microstructurale des matériaux

L'étude au microscope optique permet d'étudier la microstructure du matériau. Pour cela, un polissage jusqu'à l'aspect miroir est nécessaire. Les échantillons subissent un pré polissage mécanique sur papiers abrasifs de granulométrie décroissante (jusqu'à 2400), puis un polissage de finition sur disque rotatif d'une polisseuse automatique et d'un papier feutre en présence d'alumine de 4µm ou de pâte diamantée. Les échantillons sont ensuite rincés à

l'eau distillée puis séchés à l'air comprimé. Afin de révéler la microstructure, le polissage mécanique est suivi d'une attaque chimique.

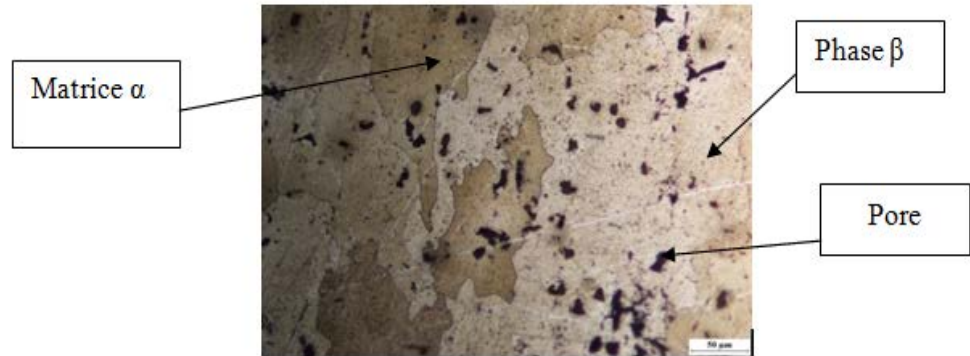


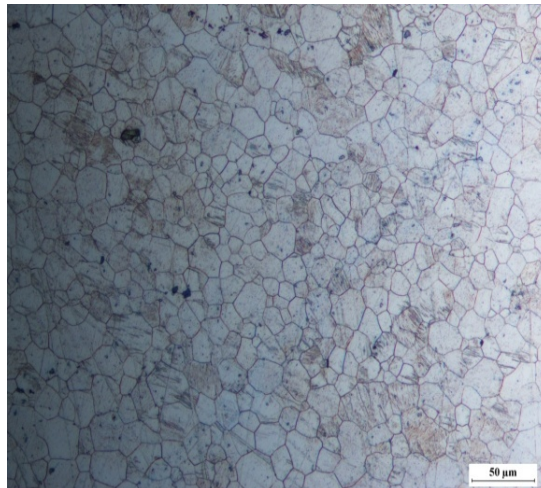
Figure (V.1) : Microstructure de l'échantillon AL(Gx 200)

La microstructure de l'échantillon en aluminium représente deux phases (claire et sombre), La phase claire représente la matrice d'aluminium (phase α) et une seconde phase plus sombre qui correspond à un composé Al + S' (Al_2CuMg) avec quelques précipités Θ' (Al_2Cu).

Calcul de rapport massique (Cu /Mg)

$$\text{Cu} / \text{Mg} = 5.28/ 1.5 = 3.52 \% \Rightarrow 1.5 \% < \text{Cu} / \text{Mg} < 4 \%$$

La phase sombre représente (la phase s) : $\text{Al}_2 \text{Cu Mg}$



Figure(V.2) : Microstructure de l'échantillon MG

La microstructure de Mg contient des grains et des points noirs qui sont des pores ou des oxydes.

V-3- Les tests appliqués sur les alliages

Le tableau suivant représente la pesé des différents revêtements en différents intervalles du temps avant et après le dépôt de revêtement pour nos deux alliages.

Tableau 07 : Les différents tests appliqués sur nos alliages

Matériau	Solution	Temps	Poids Avant (mg)	Poids Après (mg)
Al 2024	Mo	8 min	5588	5588
Al 2024	Mo	10 min	3996	4001
Al 2024	Mo	12 min	5384	5381
Al 2024	Mo +CrO ₃	10 min	4986	4989
Al 2024	Mo +SiO ₂	10 min	8740	8750
Al 2024	Mo +CeO ₂	10 min	5748	5753
Al 2024	Mo +Sb ₂ O ₃	10 min	5167	5176
AZ91	Mo	8 min	4331	4343
AZ91	Mo	10 min	4681	4697
AZ91	Mo	12 min	2892	2904
AZ91	Mo +CrO ₃	10 min	3320	3333
AZ91	Mo +SiO ₂	10 min	4981	4995
AZ91	Mo +CeO ₂	10 min	3695	3703
AZ91	Mo +Sb ₂ O ₃	10 min	3251	3255

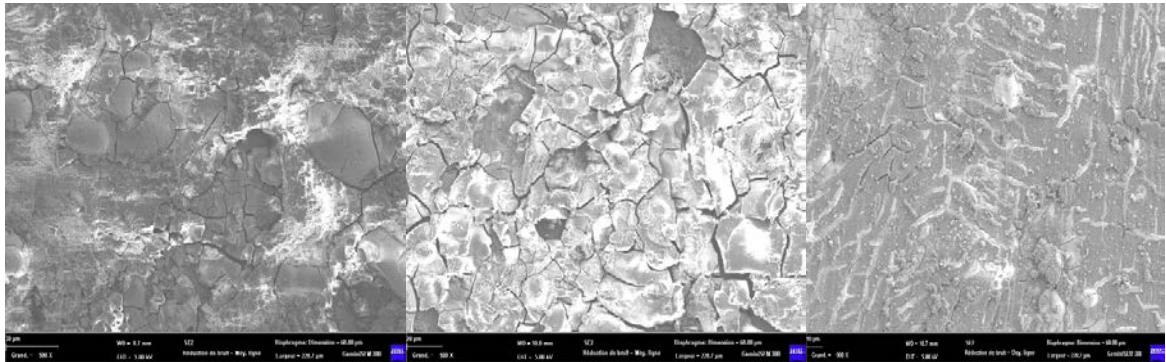
Pour l'ajout de Mo en aluminium et en magnésium, on a remarqué que le meilleur revêtement c'était pour le temps de 10min, et pour cet intervalle on a travaillé le reste des essais ou on a trouvé la plus grande valeur de pesé pour le revêtement de SiO₂ ou il y a le plus grand dépôt et sa pour nos deux alliages.

V-4- Morphologie des revêtements élaborés**V-4-1- Caractérisation de la taille et de la morphologie**

Elle a été faite par microscopie électronique à balayage qui a contribué à apparaitre la morphologie des particules, ainsi que la taille qui influe directement sur les propriétés magnétique des nanoparticules.

La Figure (V.3) présentent la morphologie des différents revêtements élaborés sur les alliages d'aluminium et magnésium.

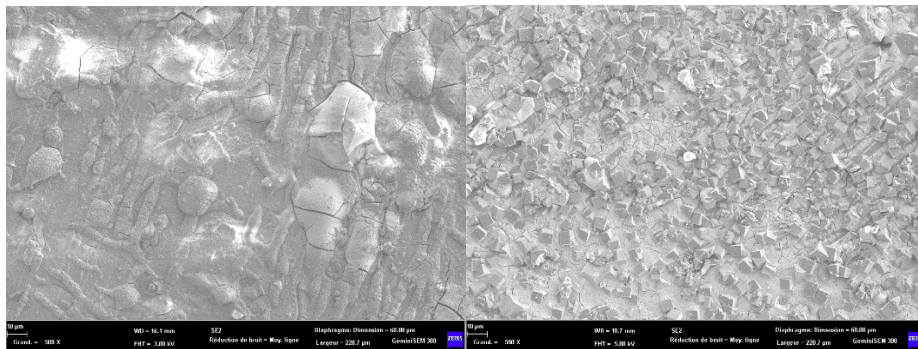
V-4-1-1- Observation par MEB



a) Mo

b) Mo +CrO₃

c) Mo +CeO₂



d) Mo +Sb₂O₃

e) Mo +SiO₂

Figure (V.3) : Morphologie des différents dépôts élaborés à 500 µm

Discussion :

- On observe que morphologie de dépôt formé par sol gel présente des pores, où leurs tailles sont de plus en plus grandes à proximité de l'interface, du plus la micrographie montre une distribution des grains dans la matrice à base de AL2024 ou AZ91, les grains sont de différentes tailles, et il y a une diffusion de grain vers le substrat comme le montre la figure(V.3) a),b) et d).
- Le dépôt de cérium est uniforme sur la surface comme elle est présentée dans la figure (V.3)c).
- Le dépôt de l'oxyde de silicium comme le montre la figure(V.3) e), est uniforme sur la surface, mais on remarque aussi la formation des petites masses cubiques avec une taille moyenne des particules de SiO₂ non uniforme sur l'ensemble des revêtements.

Les tableaux suivants montrent l'analyse par EDS d'échantillons de Mo :

Tableau 08 : Resultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo

Element	Weight %	Atomic %	Error %
C K	2.61	5.08	14.65
O K	17.17	25.04	7.65
F K	37.65	46.22	7.18
NaK	17.27	17.52	7.98
MoL	25.30	6.15	14.77

Tableau 09 : Resultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo + CrO₃

Element	Weight %	Atomic %	Error %
N K	4.54	9.79	13.13
O K	31.60	59.68	8.73
CrL	1.25	0.73	33.94
F K	6.14	9.76	10.72
CuL	5.32	2.53	14.04
NaK	1.41	1.85	22.55
MoL	49.74	15.66	12.08

Tableau 10 : Resultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo + CeO₂

Element	Weight %	Atomic %	Error %
C K	1.59	2.81	14.24
O K	19.14	25.31	6.51
F K	50.09	55.78	6.48
NaK	13.82	12.72	7.93
MoL	15.36	3.39	16.03

□

Tableau 11: Resultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo + Sb₂O₃

Element	Weight %	Atomic %	Error %
C K	1.26	2.25	16.61
SbM	3.43	0.60	16.32
O K	19.17	25.66	6.25
F K	49.81	56.12	6.44
NaK	13.40	12.48	7.90
MoL	12.93	2.88	18.15

Tableau 12 : Resultats d'Analyse par EDS d'échantillons de Mo + SiO₂

Element	Weight %	Atomic %	Error %
O K	13.39	20.55	7.49
F K	36.97	47.79	6.76
NaK	21.97	23.47	7.44
SiK	1.80	1.57	18.44
MoL	25.87	6.62	13.67

Discussion

On remarque que dans tous les échantillons, l'oxygène détecté dans les revêtements élaborés présente une grande teneur massique par rapport aux autres éléments. La présence de molybdate, de chrome, de cérium, de silicium et d'antimoine (Sb) est aussi confirmée.

D'après les résultats obtenus, l'oxyde de cérium était présent au revêtement d'AZ91 et absent au revêtement d'AL2024.

V-5-Comportement vis-à-vis la corrosion des revêtements

❖ V-5-1- Evolution de potentiel en fonction de la durée d'immersion

E(t) :

Nous avons relevé les potentiels pris par l'électrode en circuit ouvert pendant 1 heure d'immersion. Les figures (V.4) et (V.5) présentent l'évolution du potentiel en fonction du temps pour différentes revêtements :

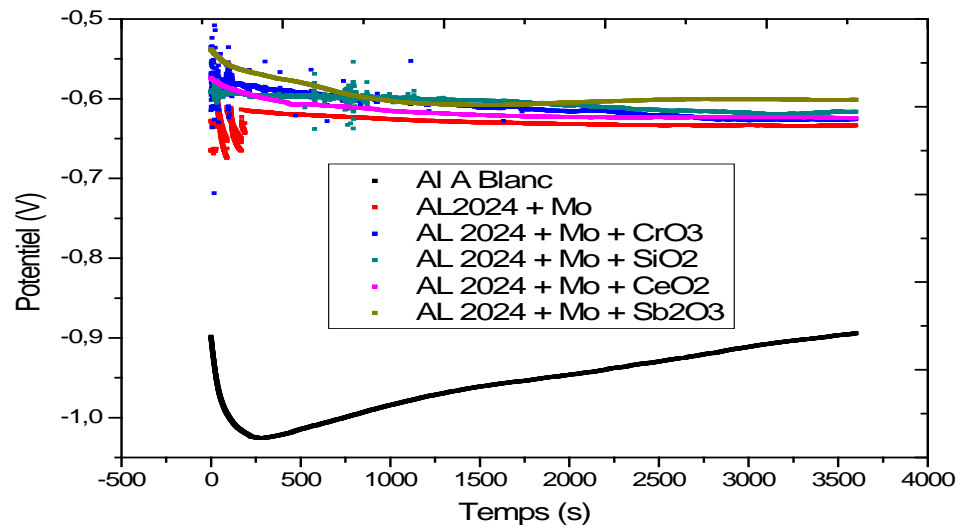


Figure (V.4) : Les courbes de potentiel par rapport de temps de Al2024

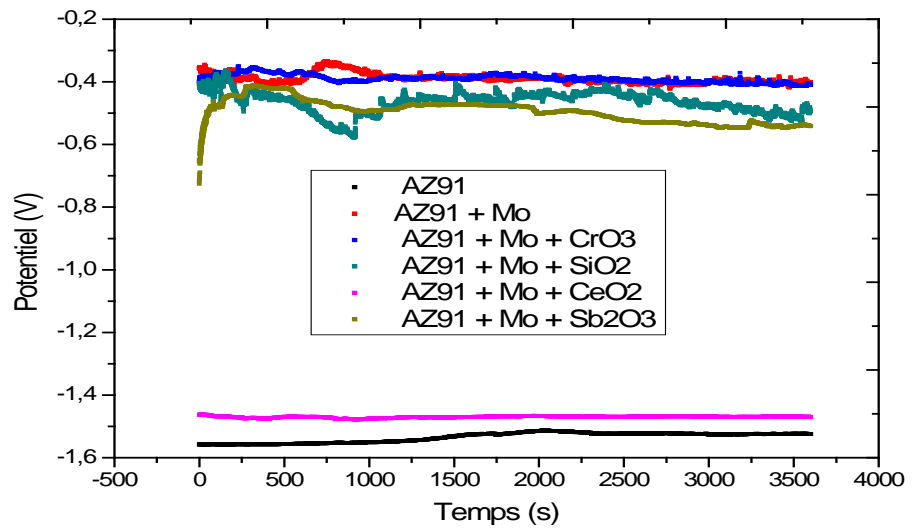


Figure (V.5) : Les courbes de potentiel par rapport de temps de AZ91

Discussion :

Selon les allures des courbes de l'évolution du potentiel pour les deux essais réalisées sans revêtement, nous notons une augmentation du potentiel avec le temps d'immersion. Au-delà de cette durée le potentiel se stabilise. Ce potentiel présente le potentiel d'abandon.

Pour l'AZ91 :

Pour les essais réalisés avec revêtement on observe une augmentation du potentiel de même allure que l'essai à blanc, le potentiel stable est obtenu après une durée d'immersion de 1h et le potentiel d'abondant est de l'ordre de (-1500mv). le potentiel avec revêtement de (AZ91+Mo+CeO₂) est de l'ordre de (-1450mv), le potentiel avec revêtement de (AZ91+Mo+Sb₂O₃) est de l'ordre de (-500mv), le potentiel avec revêtement de (AZ91+Mo+SiO₂) est de l'ordre de (-450mv), le potentiel avec revêtement de (AZ91+Mo+CrO₃) est de l'ordre (-400mv) , le potentiel avec revêtement de (AZ91+Mo) est de l'ordre (-400mv).

Pour l'AL2024 :

Pour les essais réalisés avec revêtement on observe une augmentation du potentiel de même allure que l'essai à blanc, le potentiel stable est obtenu après une durée d'immersion de 1h et le potentiel d'abondant est de l'ordre de (-900mv). le potentiel avec revêtement de (AL2024+Mo+Sb₂O₃) est de l'ordre de (-580mv), le potentiel avec revêtement de (AL2024+Mo+CeO₂) est de l'ordre de (-615mv), le potentiel avec revêtement de (AL2024+Mo+SiO₂) est de l'ordre de (-590mv), le potentiel avec revêtement de (AL2024+Mo+CrO₃) est de l'ordre de (-620mv), le potentiel avec revêtement de (AL2024+Mo) est de l'ordre de (-625mv).

V-5-2- La courbe de polarisation :

Les courbes de polarisation $\log |i| = f(E)$ ont été tracées pour le NaCl sans et avec revêtement pour déterminer le taux de protection optimal, après un temps précis de 1 heure dans un domaine de balayage compris entre (-1 et + 1 V/Ag/Agcl) avec une vitesse de balayage de 0.001 V/S. Les paramètres électrochimiques sont indiqués dans tableau 13. Il apparait clairement dans les figures (V.6) et (V.7) que les densités du courant anodique et cathodique les plus élevées ont été enregistrées pour AZ91 et AL2024 dans la solution NaCl en l'absence de revêtement .

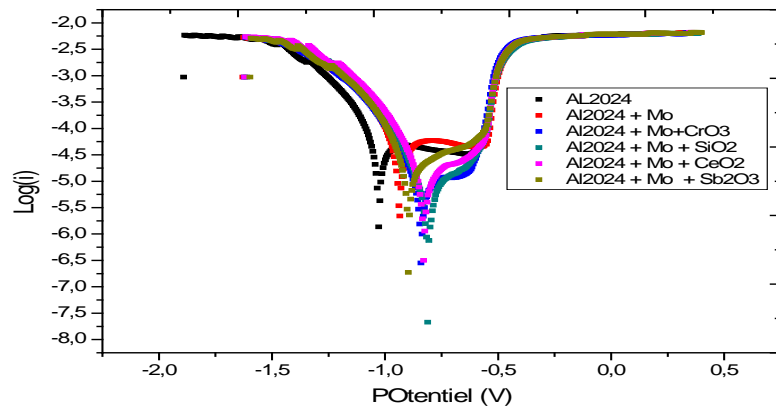


Figure (V.6) : Les courbes de Tafel de Al2024

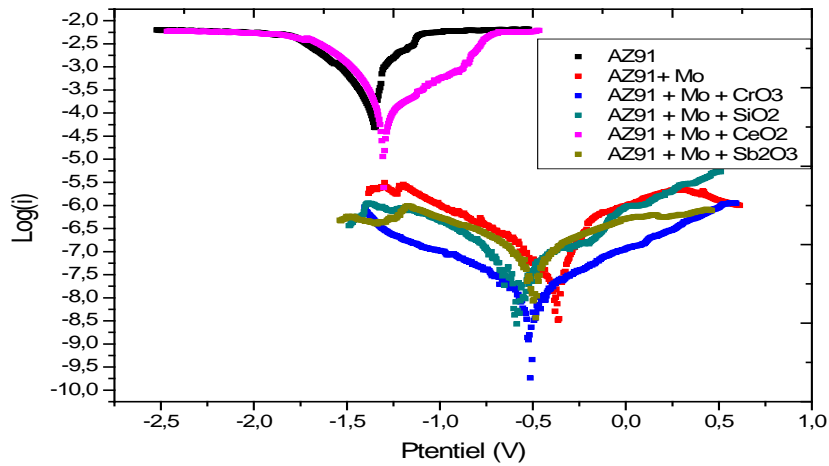


Figure (V.7) : Les courbes de Tafel d'AZ91

La forme globale des courbes de polarisation en milieu chlorure est caractéristique de notre alliages son potentiel de corrosion se situe dans son domaine passif ; des immersions dans le milieu oxydant, les alliages sont passive spontanément.

Le potentiel de stabilisation de l'aluminium est cependant très proche de son potentiel de piqûre. La corrosion par piqûres est ainsi le principal mode de corrosion dans ce milieu.

L'ajout de différent revêtement dans le milieu de NaCl conduit à une diminution des densités de courant de corrosion à partir de $(2.5025 \cdot 10^{-5} \text{ A/cm}^2)$ de molybdate à une valeur minimale de $(4.6816 \cdot 10^{-6} \text{ A/cm}^2)$ pour le $(\text{Mo} + \text{CrO}_3)$.

Le magnésium conduit à une diminution des densités de courant de corrosion à partir de (Mo+CeO₂) de valeur (0.0012498 A/cm²) à une valeur minimale de (8.6702*10⁻⁹ A/cm²) pour le (Mo+ CrO₃).

Tableau 13 : Les paramètres caractéristiques relevé de l'explication des droites de Tafel

	-E(V)	I_{corr} (A/cm²)	B_c (A/dec)	B_a (A/dec)	V (mm/an)
AL2024	1.0271	3.8745*10 ⁻⁵	0.47259	0.20404	0.4591
AL2024+Mo + SiO ₂	0.8106	7.0141*10 ⁻⁶	0.34904	0.14929	0.081084
AL2024+Mo + Sb ₂ O ₃	0.8961	1.5436*10 ⁻⁵	0.45002	0.12984	0.1796
AL2024+Mo + CeO ₂	0.8279	5.3586*10 ⁻⁶	0.13422	0.093199	0.062351
AL2024+Mo + CrO ₃	0.8393 5	4.6816*10 ⁻⁶	0.19677	0.10141	0.054629
AL2024+Mo 5	0.9356 5	2.5025*10 ⁻⁵	0.24569	0.11334	0.28934
AZ91	1.3488	0.0004901	0.30696	0.39366	5.7106
AZ91+Mo+ Sb ₂ O ₃	0.3588 7	2.929*10 ⁻⁸	0.16549	0.30096	0.0003490 2
AZ91+Mo+ SiO ₂	0.5124 7	8.6702*10 ⁻⁹	0.34041	0.38193	0.0001005 2
AZ91+Mo+ CrO ₃	0.5850 1	2.698*10 ⁻⁸	0.32331	0.28612	0.0003100 3
AZ91+Mo+ CeO ₂	1.3022	0.0012498	0.31297	0.27706	1.45052
AZ91+Mo 2	0.4965 2	4.778*10 ⁻⁸	0.3344	0.34529	0.0005326 8

À la lecture des paramètres de corrosion des substrats nus et revêtus **tableau 13** on remarque que pour le magnésium, l'échantillon revêtu par (Mo+ CeO₂) est le moins résistant à la corrosion même après avoir déposé une couche de revêtement que ce dernier a permet de résister un peut plus qu'à l'état nu et sa on a pu le conclu d'après à la diminution de la vitesse de corrosion après les revêtements , par contre l'échantillon revêtu de (Mo+ SiO₂) est le plus résistant à la corrosion

Pour l'aluminium on remarque que les échantillons revêtu on eux une diminution par rapport à l'échantillon nu.

V-6- Résultats et discussion

V-6-1- Diagrammes d'impédances avant l'attaque chimique

Les figures (V.8 et V.9) montrent les diagrammes d'impédances des échantillons de pièces revêtues en alliages d'aluminium 2024 et de AZ91

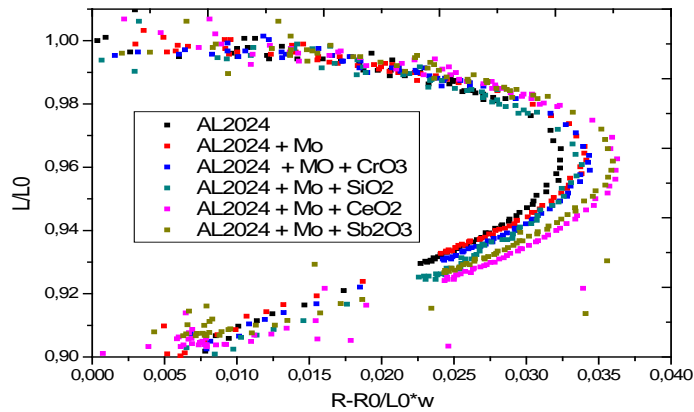


Figure (V.8) : Les courbes d'impédance par les CF pour AL2024 avant l'attaque

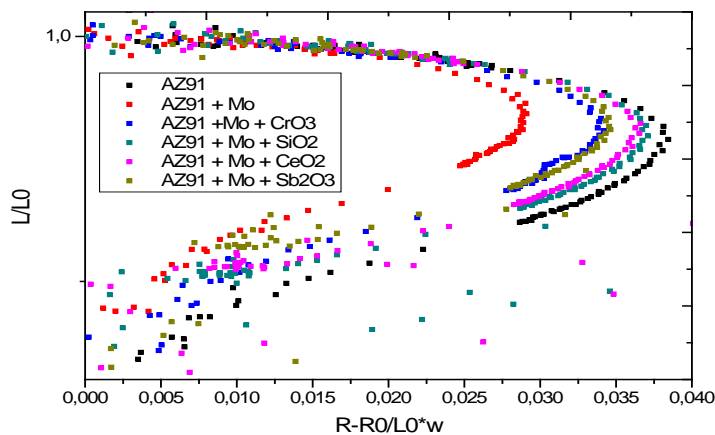


Figure (V.9) : Les courbes d'impédance avec les CF pour d'AZ91 avant l'attaque

L'analyse des résultats de contrôle par courants de Foucault de ces échantillons montre une différence nette dans l'allure des courbes, ces différences observées dans ces diagrammes d'impédances normalisés des pièces de même alliage à différents revêtements montrent la différence des structures des revêtements avec leurs différentes propriétés physiques et mécaniques et de ce fait, ces revêtements présentent des propriétés différentes de protection contre la corrosion.

Selon les diagrammes d'impédance des figures V.8 et V.9, des déplacements le long des courbes et en dehors des courbes des diagrammes sont observés ; due aux variations des conductivités électriques et aux perméabilités magnétiques des revêtements.

V-6-2- Diagrammes d'impédances après l'attaque chimique

Les figures (V.10 et V.11) montrent les diagrammes d'impédances des échantillons de pièces revêtues en alliages d'aluminium 2024 et de AZ91 ayant subi une attaque chimique au Chlorure de Sodium NaCL

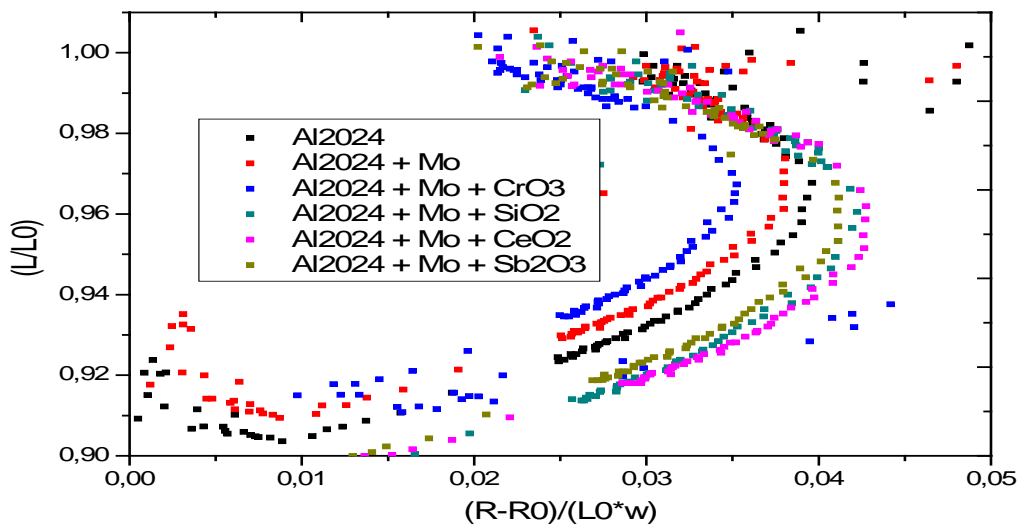


Figure (V.10) : Les courbes d'impédance par les CF pour Al2024 après l'attaque

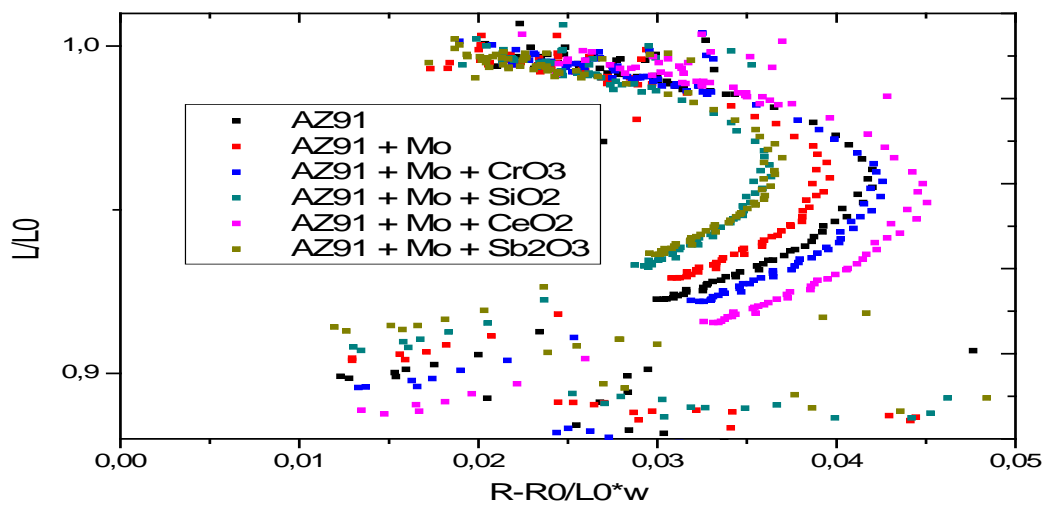


Figure (V.11) : Les courbes d'impédance par les CF pour AZ91 après l'attaque

L'analyse des résultats de contrôle par courants de Foucault des échantillons de pièces revêtues en alliages d'aluminium 2024 et d'AZ91 ayant subi une attaque chimique montrent une différence nette dans l'allure des courbes et dans les trajectoires des points d'impédances.

Ces diagrammes d'impédances normalisés des pièces de même alliage à différents revêtements montrent la différence des structures des revêtements après l'attaque chimique.

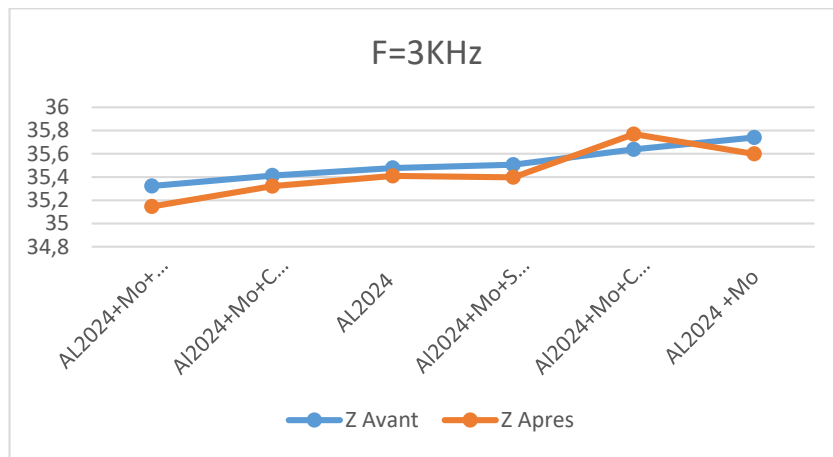


Figure (V.12) : Les impédances avant et après attaque chimique de Al 2024

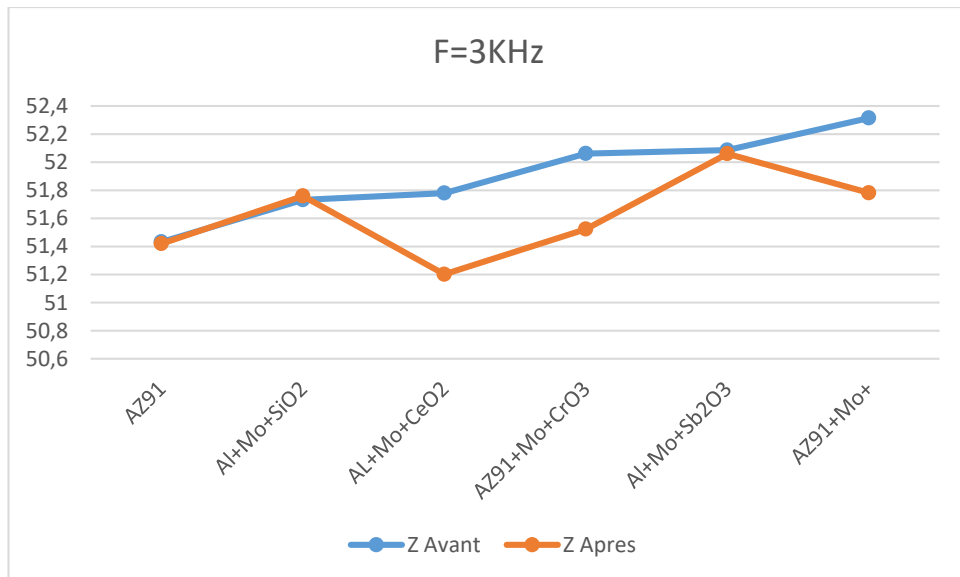


Figure (V.13) : Les impédances avant et après attaque chimique sur AZ91

Les figures (V.12 et V.13) présentent les impédances de la sonde à courants de Foucault relevé sur les matériaux aluminium 2024 et AZ91 avant et après l’attaque chimique pour des fréquences de contrôle de 3kHz.

On constate des variations des points d’impédances sur les deux courbes indiquant une variation des propriétés structurales et physique des revêtements causés par l’attaque chimique.

V-6-3- Analyse des épaisseurs des revêtements des différents échantillons

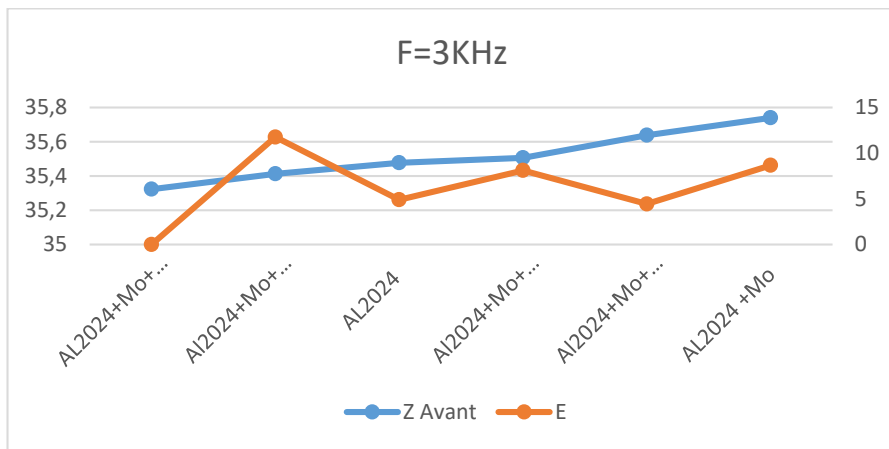


Figure (V.14) : Les impédances et les épaisseurs avant l’attaque chimique de Al 2024

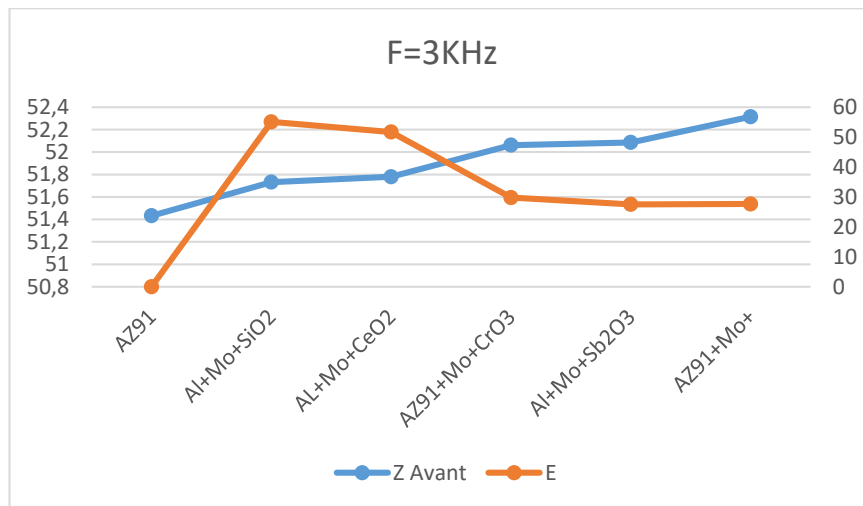


Figure (V.15) : Les impédances et les épaisseurs avant l’attaque chimique de AZ91

Les figures (V.14 et V.15) présentent les impédances de la sonde à courants de Foucault relevé sur les matériaux Aluminium 2024 et AZ91 avant l'attaque chimique et leurs épaisseurs de revêtements correspondantes pour des fréquences de contrôle de 3kHz.

On constate des variations des points d'impédances et des épaisseurs des revêtements sur les deux courbes indiquant une variation des propriétés structurales et physique et l'inhomogénéités des épaisseurs des revêtements.

V-6-4- Analyse par cartographie à courants de Foucault

Deux images cartographiques par Courants de Foucault ont été réalisées sur l'alliage d'Aluminium 2024 sans revêtement ayant subi une attaque chimique et sur AZ91 revêtu après avant et après une attaque chimique au Chlorure de Sodium.

Les impédances normalisées de la sonde à courants de Foucault ont été relevés en différentes position sur une surface de 1cm² de l'échantillon.

Les variations d'impédance de la sonde sont causées par des variations des épaisseurs de revêtement et les différences de propriétés structurales et physiques de la zone scannée.

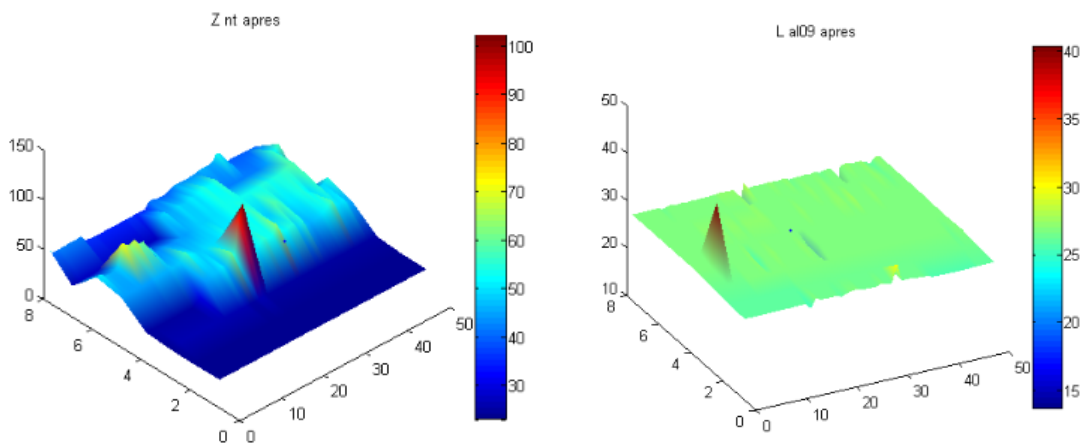


Figure (V.16) : Cartographie par courants de Foucault de l'alliage d'Aluminium 2024

L'image cartographique en relief de la zone scannée par courants de Foucault représenté par les courbes de la figure (V.16) de l'impédance de la sonde à courants de Foucault sur l'alliage d'Aluminium revêtu et ayant subi une attaque chimique montre une variation de structure et de dimension. Une inhomogénéité de l'épaisseur des revêtements est alors constatée avec des différence de structure.

Conclusion

CONCLUSION GENERALE

Les caractéristiques mécaniques des métaux purs et leurs résistances à la corrosion sont la plupart du temps faibles. L'ajout d'autres éléments en surface permet d'améliorer ses caractéristiques.

L'alliage d'aluminium 2024 et les alliages de magnésium AZ91 ont de bonnes propriétés mécaniques ce qui les sollicite beaucoup en aéronautique, mais ils restent sensibles à la corrosion et nécessitent une protection par des revêtements.

Dans notre travail, nous avons étudié le comportement de différents alliages d'Al2024 et AZ91 dans un milieu corrosif. Ces matériaux, après attaque chimique ont été caractérisés par différentes techniques, telle que l'analyse électrochimique, et le contrôle par Courant de Foucault pour évaluer la corrosion.

Les résultats d'analyse obtenus par des méthodes et techniques de caractérisation ont permis de voir le comportement de différents revêtements d'alliages Al2024 et AZ91 vis-à-vis de la corrosion et la protection des matériaux.

La composition chimique avec le pourcentage massique des éléments d'alliage de nos deux matériaux utilisés ont été obtenus par spectrométrie à étincelle.

Les teneurs en éléments alliés de 2024 T3 sont moins faibles. Les éléments majeurs sont le Cuivre (5.28% en masse), le magnésium (1.5% en masse) et le manganèse (0.685% en masse).

Les teneurs en éléments alliés d'AZ91 sont faibles sauf que (Al, Zn et Mn).

Les microstructures des matériaux ont été observées sous microscope optique et ont révélé leurs différentes phases.

Différents revêtements à base de molybdène avec incorporation d'oxydes métalliques ont été élaborés sur les alliages Al2024 et AZ91. L'optimisation des dépôts de revêtements ont été obtenus pour un temps de dépôt de 10min.

L'étude morphologique effectuée par microscope à balayage MEB a montré la présence de pores de tailles de plus en plus grandes à proximité de l'interface pour les dépôts formés par Conversion chimique avec une distribution des grains dans la matrice à base de AL2024 ou AZ91, de différentes tailles des grains qui diffuse vers le substrat. Les dépôts d'oxyde de cérium

et de l'oxyde de silicium sont uniformes sur la surface par rapport aux autres dépôts. L'oxyde de cérium a été confirmé que sur les revêtements d'AZ91 et non confirmé sur les revêtements d'AL2024.

L'étude électrochimique du comportement des revêtements ont montré un décalage des potentiels de corrosion vers des valeurs nobles pendant une heure d'immersion pour Al2024 et le AZ91 par rapport aux échantillons sans revêtement.

La vitesse de corrosion présente une nette diminution en présence des revêtements par rapport aux échantillons sans revêtement ce qui confirme l'amélioration des propriétés anticorrosion des matériaux.

L'analyse des résultats de contrôle par courants de Foucault de Al2024 et de AZ91 ont montré une différence nette dans les structures des revêtements à travers les diagrammes d'impédances normalisés des revêtements, en effet, des déplacements des points d'impédance le long des courbes et en dehors des courbes ont été observés due aux variations des conductivités électriques et aux perméabilités magnétiques des revêtements.

L'analyse des images cartographiques par Courants de Foucault de la surface scannée de l'alliage d'Aluminium 2024 sans revêtement ayant subi une attaque chimique et de AZ91 revêtu avant et après une attaque chimique au Chlorure de Sodium ont montré le caractère inhomogène des revêtements ainsi que les différences structurales.

En perspectives, on prévoit de l'utilisation d'autres éléments métalliques comme le tungstène et le titane dans l'élaboration des revêtements par voie conversion chimique.

REFERENCES

- [1].Thème : élaboration et analyses des contraintes dans l'aluminium 2024 et le titane par courant de Foucault 2007/2008
- [2]. K.Guler.L'aluminium et ses alliages .Fabrication-Emploi
- [3].Thèse doctorat Corrosion et traitements de surface d'alliages de magnésium utilisés pour des applications aéronautiques Soutenu le 13/06/08
- [4].Thème : Etude et caractérisation de certains alliages de magnésium Soutenu le 16/12/2015
- [5].Mémoire de master à USTHB : élaboration et caractérisation des revêtements anticorrosion par voie chimie douce soutenu
- [6].Siobhan Fleming, An Overview of Magnesium based Alloys for Aerospace and Automotive Applications (2012)
- [7].<http://french.magnesiumalloyplate.com/sale-10085866-magnesium-alloy-plate-az31-az91-mainly-for-thin-plates-extrusion-and-forgings.html>
- [8]. https://www.universalis.fr/encyclopedie/corrosion/#i_0
- [9].Baus, R. /Brenneisen, K. Définitions et classification des processus de corrosion. Article, 1970.
- [10]. Hilti.performance.Manuel –corrosion octobre 2015.
- [11].H.BENSABRA .cours de corrosion et protection des matériaux.Université de Jijel.2016 [12]. H. H. Ulich, R. W. Revie «Corrosion and Corrosion Control» 3ed, New York: John Wiley & Sons Ltd. (1985).
- [13]. A.ZAABAR., mémoire de magister .Utilisation de l'extrait de la plante d'Ortie (*Urtica dioica* L) comme inhibiteur de corrosion de l'acier dans les milieux HCl 0,5M et NaCl 3% Université Abderrahmane MIRA-Béjaïa, 2010.
- [14].K.EL GUERMAI. La corrosion. Université HASSANI II-Ain chok
- [15].S. Payan, Comportement à la corrosion galvanique des matériaux composites à matrice D'alliage d'aluminium renforcée par des fibres de carbone haut module, Université de Bordeaux, 2011.

- [16].A. Popova, E. Sokolova, S. Raicheva, M. Christov, AC and DC study of the temperature effect on mild steel corrosion in acid media in the presence of benzimidazole derivatives, *Corrosion Science* vol 45, 2003, 33.
- [17].H. Ardelean, C.-M. Pradier, P. Marcus. *Rapport d'étude bibliographique sur la corrosion et la protection anticorrosion du magnésium et de ses alliages*. Rapport. 1998. Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris.
- [18] .J.E. Gray, B. Luan. Protective coatings on magnesium and its alloys – a critical review. *Journal of Alloys and Compounds*. 2002, vol. 336, n°1-2, pages 88-113.
- [19]. C.K. Mittal. Chemical conversion and anodized coatings. *Transactions of the Metal Finishers' Association of India*. 1995, vol. 4, n°4, pages 227-237.
- [20]. J.I. Skar, M. Walter, D. Albright. Non-chromate conversion coatings for magnesium die-castings. *Society of Automotive engineers. Special publication: characteristics and applications of magnesium in automotive design*. 1997, vol. SP-1250, pages 7-11.
- [21].S. Jacques. *Nouveau traitement de surface du zinc par des acides organiques d'origine végétale : la carboxylation*. Thèse. Sciences. 2005. Université Henri Poincaré, NancyI.
- [22].F.W. Eppensteiner, M.R. Jenkins. Chromate conversion coatings. *Metal finishing*. 1975, vol. 73, n°9, pages 29-34.
- [23]. A.Y. Simaranov, A.L. Marshakov, Y.N. Mikhailovskii. Correlation between the composition and protection ability of chromate coating on magnesium. *Zashchita Metallov*. 1992, vol. 28, n°5, pages 744-749.
- [24]. L. Kouisni, M. Azzi, M. Zertoubi, F. Dalard, S. Maximovitch. Phosphate coatings on magnesium alloy AM60 part 1: study of the formation and the growth of zinc phosphate films. *Surface and Coatings Technology*. 2004, vol. 185, n°1, pages 58-67.
- [25]. L. Kouisni, M. Azzi, F. Dalard, S. Maximovitch. Phosphate coatings on magnesium alloy AM60 part 2: electrochemical behaviour in borate buffer solution. *Surface and Coatings Technology*. 2005, vol. 192, n°2-3, pages 239-246.
- [26].A.L. Rudd, C.B. Breslin, F. Mansfeld. The corrosion protection afforded by rare earth conversion coatings applied to magnesium. *Corrosion Science*. 2000, vol. 42, n°2, pages 275-288.
- [27]. J. Steinmetz, P. Steinmetz, M. François, E. Rocca. Protection anticorrosion des métaux par des savons métalliques. Dans : *Proceedings Matériaux 2006*, Dijon, France. 2006, CD-Rom.

- [28].M. Boinet. *Anodisation plasma de métaux (AM60, Al1050) : suivi par émission acoustique. Structure, composition et propriétés électrochimiques des revêtements obtenus*. Thèse. Sciences. 2004. Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [29]. Sarah Hamadi. Etude de comportement en oxydation de nouveaux revêtements en aluminure de nickel dopé au zirconium. Application aux barrières thermiques. Université pierre et marie curie-paris VI, 2009.
- [30]. <https://exed.polytechnique.edu/fr/formations/32545/le-procede-sol-gel-et-ses-applications-industrielles-aux-materiaux-multifonctionnels>
- [31]. Traitement -aluminium electroposition.pdf
- [32]. Paul McIntire, Non destructive testing handbook, American society for non-destructive testing, Second edition, Volume 4, electromagnetic Testing, editor 1986.
- [33]. Deeds W.E., Lord C.V., " Determination of multiple properties with multiple eddy current measurements", International advances in NDT, 1981, vol. 8, pp 317-333
- [34]. Fisher J.L., Beissner R.E., Doherty J.E., " Effect of crack depth on pulsed eddy currents.", 15th symposium on nondestructive evaluation, San-Antonio, apr 85, pp 21-26.
- [35]. Gary L. Burkhardt and Jeffrey S. Stolte, Magnetic sensor for measurement of stainless steel cladding thickness. Southwest Research Institute NDE Science and Technology Division, P. O. Drawer 28510 San Antonio, Texas 78228-0510, 2000.
- [36]. Zur Theorie des Ferromagnetismus." *ZP* 49, 619--636. Recd. 20 May. Heisenberg. *Z.Für Phys.* N°49, 1228. Pp 619.
- [37]. Edward M. Purcell, Electricité et magnétisme, BERKELY cours de physique, volume 2, library Armand colin, paris, 1973.
- [38]. Advanced manual for eddy current test method. Canadian general standards Board, CAN/CGSB-48. 14-M86.
- [39]. Paul McIntire, Non destructive testing handbook, American society for non destructive testing, Second edition, Volume 4, electromagnetic Testing, editor 1986.
- [40]. R. Levy, M. Saurat, Contrôle des revêtements en production industrie, technique de L'ingénieur 4-1989, pp M 1680
- [41]. P. Hammond, The calculation of the magnetic field of rotating machines, Proc. Ins. elctr Pt3 (514s), pp508-515 1962.
- [42]. G. Wache, J. Jardin, R. Link., Caractérisation des capteurs utilisés en contrôle non destructif par courants de Foucault., 6ème Conférence Européenne sur les Contrôles Non Destructifs 1999.

[43].William F. Avrin, Eddy current measurements with magneto-resistive sensors, Nondestructive Evaluation of Aging Aircraft, San Diego, CA 92126, Airports and Aerospace Hardware IV A.K Mal, editor, Proceeding of SPIE, vol. 3994 U.S.A (2000).

toulouse.2011.

[44].S.Bey,S.Bouraoui.Extraction d'un inhibiteur vert de corrosion et étude de son efficacité.Mémoire de fin d'étude.Ecole nationale polytechnique de constantine.2018.

[45]. H.gonzalez. Etude d'un traitement multifonctionnel vert pour la protection contre la corrosion de l'acier au carbone api 5l-x65 en milieu co2.these de doctorat. Université de toulouz.