

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI MOUKHTAR- ANNABA UNIVERSITY
UNIVERSITE BADJI MOKHTAR- ANNABA



جامعة باجيمختار- عنابة

Faculté des Sciences de l'Ingénierat

Année : 2020

Département de Métallurgie et Génie des Matériaux

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat LMD

CONTRIBUTION À L'ÉTUDE DE LA GALVANISATION À CHAUD EN CONTINU DE L'ACIER A9

Option

Métallurgie et Génie des Matériaux

Par

AhlemTALEB

DIRECTEUR DE THÈSE : M. LABAIZ	Professeur	Université d'Annaba
CO-DIRECTEUR DE THESE:A. KHETTACHE	Professeur	Université d'Annaba

DEVANT LE JURY

PRESIDENT :

O.ASSALA	Professeur	Université d'Annaba
----------	------------	---------------------

EXAMINATEURS :

N.E. BELIARDOUH	Professeur	Université d'Annaba
M.Z. TOUHAMI	Professeur	Université d'Annaba
M.C. BENOUDIA	MCA	ENSMM- Annaba

I. Résumé

Les revêtements de zinc allié et non allié peuvent être déposés par plusieurs procédés, à savoir la galvanisation à chaud, en continu ou au trempé, l'électrozingage, les dépôts en phase vapeur (PVD).

Le traitement de galvanisation consiste à immerger l'acier ou le fer dans un bain de zinc. Il se produit une réaction qui entraîne la formation de plusieurs composés intermétalliques (gamma, delta, dzeta) et d'une phase de zinc (eta) à la surface. La bonne tenue mécanique de ces couches est indispensable pour que l'acier soit protégé de la corrosion. L'objectif de cette étude est de préciser la relation entre les propriétés mécaniques et les paramètres et structuraux des couches galvanisées afin d'améliorer la tenue mécanique du revêtement.

Dans le cadre de ce travail, des tôles destinées à la fabrication mécanique ayant été étudiées, c'est le procédé de galvanisation à chaud en continu qui a été choisi. Ces tôles doivent ensuite subir une mise en forme par déformation à froid (emboutissage, roulage, pliage, poinçonnage..) qui génère des déformations plastiques importantes, des contraintes résiduelles et de l'endommagement pouvant altérer les propriétés protectrices du revêtement. L'objectif principal de ce travail est de développer une analyse comparative entre les aciers galvanisés dans le but d'étudier l'effet de l'épaisseur de substrat avec une focalisation sur les propriétés métallurgiques (état de surface et interface), mécaniques (scratch test, traction et nanoindentation) et tribologique (coefficient de frottement ; morphologie des pistes d'usure et taux d'usure).

Les résultats de notre travail et les techniques utilisées permettent d'apprécier la qualité de la galvanisation du point de vue comportement métallurgique, mécanique (adhérence des couches), au niveau de l'usine métallurgique Annaba.

Mots clés :

Galvanisation en continu, Composés intermétalliques Fe-Zn, Tribologie, Nanoindentation, Rugosité 3D.

II. Abstract

Alloyed and unalloyed zinc coatings can be deposited by several processes, including hot, continuous or dip galvanizing, electrogalvanizing, vapor deposition (PVD).

The galvanizing treatment consists of immersing the steel or iron in a zinc bath. A reaction takes place which leads to the formation of several intermetallic compounds (γ , δ , ζ) and a zinc phase (η) on the surface. The good mechanical strength of these layers is essential for the steel to be protected from corrosion. The objective of this study is to specify the relationship between the mechanical properties and the parameters and structural of the galvanized layers in order to improve the mechanical resistance of the coating.

As part of this work, sheets intended for mechanical manufacture having been studied, it is the continuous hot-dip galvanizing process that was chosen. These sheets must then undergo shaping by cold deformation (stamping, rolling, bending, punching, etc.) which generates significant plastic deformation, residual stresses and damage which can alter the protective properties of the coating. the main objective of this work is developed a comparative analysis between galvanized steels in order to study the effect of substrate thickness with a focus on metallurgical properties (surface condition and interface), mechanical (scratch test, traction and nanoindentation) and tribological (coefficient of friction, morphology of wear tracks and wear rate).

The results of our work and the techniques used allow us to assess the quality of the galvanization from the point of view métallurgical and the mechanical properties (adhesion of coating), at the Annaba metallurgical factory.

Keywords :

Continuous Galvanizing, Fe-Zn intermetallic compounds, Tribology, Nanoindentation 3D Profilometry.

III. ملخص

يمكن ترسيب الطلاء الزنك المخلوط وغير المخلوط من خلال العديد من العمليات ، بما في ذلك الجلفنة الساخنة أو المستمرة أو تراجع ، الجلفنة الكهربية ، ترسيب الفيزيائي للبخر. (PVD) يتكون علاج الجلفنة من غمر الفولاذ أو الحديد في حمام الزنك. يحدث التفاعل الذي يؤدي إلى تكوين العديد من المركبات المعدنية (جاما ، دلتا ، دزيتا) ومرحلة من الزنك (إيتا) على السطح. القوة الميكانيكية الجيدة لهذه الطبقات ضرورية لحماية الصلب من التآكل. الهدف من هذه الدراسة هو تحديد العلاقة بين الخواص الميكانيكية والمعايير والهيكلية للطبقات المجلفنة من أجل تحسين المقاومة الميكانيكية للطلاء. كجزء من هذا العمل ، بعد أن تم دراسة الأوراق المخصصة للتصنيع الميكانيكي ، فقد تم اختيار عملية الغلفنة بالغمس الساخن المستمرة. يجب أن تخضع هذه الألواح بعد ذلك لتشكيل بواسطة تشوه بارد (الختم ، الدرفلة ، الانحناء ، التنقيب ، إلخ.) مما يولد تشوهاً كبيراً بالبلاستيك وإجهادات متبقية وتلفاً يمكن أن يغير خصائص الحماية للطلاء. تم تطوير الهدف الرئيسي لهذا العمل في تحليل مقارنة بين الفولاذ المجلفن من أجل دراسة تأثير سمك الركيزة مع التركيز على الخواص المعدن (حالة السطح والتداخل) ، والميكانيكية (اختبار الخدش ، الجر والإفصاح النانوي) والصدام (معامل الاحتكاك مورفولوجيا مسارات التآكل ومعدل البلى).

تتيح لنا نتائج عملنا والتقنيات المستخدمة تقييم جودة الجلفنة من وجهة نظر الخواص الميكانيكية والميكانيكية (التصاق الطلاء) ، في مصنع عنابة المعدني .

كلمات البحث :

الجلفنة في المحتوى ، الجلفنة المستمرة ، التسبيط ، التتميط النانوي ثلاثي الأبعاد Fe-Zn، المركبات المعدنية.

III. Remerciements

*Je remercie tout d'abord Allah
Qui m'a donné la volonté pour avoir réalisé ce
travail.*

Cette thèse est le fruit de travail réalisé au laboratoire de Métallurgie et Génie des Matériaux (LMGM, Université BADJI Mokhtar - Annaba), laboratoire MSMP (Mécanique, Surface, Matériaux et Procédés)-Université Arts et Métiers- ParisTech de Lille, et laboratoire LMM (ENSMM-Annaba, sous la direction de Monsieur le professeur LABAIZ Mohamed pour l'obtention de diplôme de Doctorat au niveau du département de Métallurgie et Génie des Matériaux à l'Université Badji Mokhtar Annaba Algérie.

Je voudrais tout d'abord exprimer ma profonde gratitude à mon Directeur de thèse, Pr LABAIZ Mohamed, Professeur au département de Métallurgie et Génie des Matériaux qui m'a fait confiance sur ce travail et cela s'est clairement manifesté par l'autonomie qui m'a été accordée, pour sa promptitude qu'il a eue lorsque je sollicitais son conseil et aide. Il a contribué de manière conséquente à mon évolution professionnelle pendant ces années de thèse. Ce cadre de travail a nourri ma productivité ainsi que ma créativité. Je tenais vivement à reconnaître vos précieux conseils et recommandations qui ont conduit à ce succès dont je vous suis largement redevable.

Je veux adresser également mes remerciements les plus respectueux à mon co-Directeur A. KHETTACHE, Professeur au département de Métallurgie et Génie des Matériaux de l'université d'Annaba, pour les précieux conseils. L'ensemble de ses qualités ont été prépondérants pour la bonne réussite de ce travail de thèse.

Je voudrais remercier tout particulièrement le Pr ASSALA de l'Université UBMA à qui j'adresse ma profonde reconnaissance, de m'avoir fait l'honneur d'examiner et présider le jury de cette thèse.

Mes remerciements vont également aux membres du jury qui m'ont fait l'honneur d'avoir accepté de juger ce travail : Monsieur Pr N.E BELIARDOUH et Pr M.Z Touhami Professeurs au département de Métallurgie et Génie des Matériaux de

Remerciements

l'université d'Annaba, qui ont bien voulu accepter d'être membre du jury ; l'intérêt qu'ils ont suscité pour le présent travail, leurs conseils avisés et leur écoute constante.

Je remercie aussi Monsieur BENOUDIA Mohamed-El Cherif MCA-ENSMM d'Annaba qui a bien voulu accepté d'être membre du jury.

Je tiens à remercier plus particulièrement Monsieur IOST Alain Professeur à l'école supérieure des Arts et Métiers ParisTech –Lille (laboratoire MSMP) de m'avoir accueilli au sein de son groupe de recherche, l'aide précieuse et pour la contribution qui a abouti pour la réalisation des essais mécaniques et tribologiques. J'adresse aussi mes remerciements à Monsieur MONTAGNE Alex, Maitre de conférences à l'école supérieure des Arts et Métiers ParisTech –Lille (laboratoire MSMP) pour l'aide qu'il m'a apportée lors de la réalisation de la nanoindentation et la contribution aux autres essais.

Je tiens à remercier plus particulièrement Monsieur IOST Alain Professeur à l'école supérieure des Arts et Métiers ParisTech –Lille (laboratoire MSMP) de m'avoir accueilli au sein de son groupe de recherche, l'aide précieuse et pour la contribution qui a abouti pour la réalisation des essais mécaniques et tribologiques. J'adresse aussi mes remerciements à Monsieur MONTAGNE Alex, Maitre de conférences à l'école supérieure des Arts et Métiers ParisTech –Lille (laboratoire MSMP) pour l'aide qu'il m'a apportée lors de la réalisation de la nanoindentation et la contribution aux autres essais.

Mes remerciements les plus sincères vont à tous les professeurs, instituteurs et chercheurs, qui d'une certaine façon ont contribué à cette réussite.

Il m'est très agréable de remercier tous ceux, qui d'une manière ou d'une autre, ont apporté leur contribution, en particulier , M. Soumaya, D. Kamiliya, A.Grairia, M. Bourbia, A. Oulabbas, S. Achouri, S.Tlili au niveau de l'Unité de Recherche Appliquée en Sidérurgie et Métallurgie URASM-CRTI Annaba. J'adresse mes remerciement aussi à : mes collègues de travail, particulièrement ; Sihem, Afef, Amina, Tarek, Amin.

Enfin, une grande part de mes remerciements va tout particulièrement à mes parents, ma frère Abdelatif ; Mes sœurs Wahiba, Hassiba, Samouna, Hayette, mes amies Asma,

Remerciements

Djihed, Anfel, Sana et Nada qui m'ont supportée lors de mon parcours en me donnant un environnement idéal qui m'a permis d'aborder mon travail scientifique avec plus de sérénité. Leurs soutien moral et matériel m'ont été indispensables tout au long de mes années de recherche. J'espère que ce travail est un témoignage, une reconnaissance et une estime à leurs égards.

IV. Dédicaces

Je vais maintenant basculer vers la sphère privée et remercier mes proches :

Parce que la famille compte plus que tout, je les remercie tous du fond du cœur pour leur soutien. Je tiens à dédier ce travail à mes chers parents Hadi et Tourkia REDJIL qui ont été toujours motivés à suivre ma carrière pendant toutes ces années d'études.

A mon mari « IBADIOUNE Soufiane » Les mots ne sauraient exprimer le respect, la reconnaissance et l'amour que je vous porterai à jamais. A mon fils « Mouslem » ;il me donner le courage et la volonté de mener à bien mes travaux.

Je remercie chaleureusement, ma frère Abdelatif . Mes sœurs Wahiba, Hassiba,Samouna et Hayette, pour leurs intarissables patience et qui m'ont toujours soutenu dans les moments difficiles et ont su me redonner l'espoir et le courage nécessaire pour poursuivre et finir mon travail. À ma grande famille, ainsi que tous mes amis, pour leur soutien permanent, pour leurs encouragements, et leur soutien moral tout au long de ma scolarité.

Je remercie enfin toutes les personnes qui ont interagi avec moi de près ou de loin par un sourire ou une parole bienveillante, m'ont permis de garder le moral tout au long de ces années de formation.

V. Table des matières

I.	Résumé.....	i
II.	Abstract	ii
ملخص.III	iii
III.	Remerciements.....	iv
IV.	Dédicaces	vii
V.	Table des matières.....	viii
VI.	Liste des figures	xii
VII.	Liste des tableaux.....	xvii
VIII.	Glossaire	xviii
IX.	Introduction générale	1
Chapitre 1.	Étude bibliographique sur les biomatériaux, le titane et ses alliages.....	3
Parti I :	Dépôts et propriétés de galvanisation	4
I.1.	Introduction.....	4
I.2.	Les techniques de revêtements et traitements de surface.....	4
I.3.	Revêtement métallique en phase liquide	5
I.3.1.	Voie électrolytique.....	5
I.3.2.	Réduction chimique	6
I.4.	Protection anticorrosion des aciers par le zinc.....	6
I.4.1.	Propriétés physiques	7
I.4.2.	Réactivité chimique	7
I.4.3.	Protection électrochimique	8
I.5.	Procèdes divers de galvanisation	10
I.5.1.	Procédé au plomb	10
I.5.2.	Procédé de galvanisation en continu (procédé sendzimir)	10
I.5.3.	Procédé Cook Nortman.....	11
I.6.	Les différentes phases d'une couche de galvanisation	11
I.7.	Diagrammes d'équilibre	14
I.7.1.	Diagramme Fe-Zn.....	14
I.7.2.	Diagramme Fe-Zn-Al	15
I.8.	Propriétés mécaniques	16
Parti II :	Galvanisation en continu	16

II .I Introduction	16
II.2. Préparation de surface	17
II.2.1. Accrochage	18
II.2.2. Dégraissage	18
II.2.3. Décapage	19
II.2.4. Fluxage	20
II.3. Galvanisation	23
II.4. Les facteurs influençant la galvanisation	23
II.4.1. Action de l'aciers.....	23
II.4.2. Action de fluxage	24
II.4.3. Influence de la température	24
II.4.4. Chauffage des cuves à zinc	25
II.4.5. Influence de la durée d'immersion	25
II.4.6. Influence de la vitesse d'immersion des pièces.....	26
II.4.7. Action du refroidissement	27
II.4.8. Influence la composition du bain	28
Parti III : État de l'art	29
III.1. Caractérisation métallurgique	29
III.2. Caractérisation mécanique	36
III.3. Caractérisation tribologique	41
V . CONCLUSION.....	43
VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	44
Chapitre 2. Matériaux et techniques expérimentales.....	51
I. TECHNIQUE DE CARACTERISATION.....	52
I.1. Caractérisation métallurgique	52
I.1.1. Analyse chimique des matériaux étudiés.....	52
I.1.2. Préparation des échantillons	54
I.1.3. Mesure de l'épaisseur de la couche galvanisée	54
I.1.4. Observation microscopique	55
I.1.5. Microscopie électronique à balayage (MEB)	56
I.1.6. Analyse par diffraction des rayons X	57
I.1.7. Microscopie à Force Atomique (AFM)	57
I.1.8. État de surface.....	59
II .1. Caractérisations tribologiques	63
II .1.1. Dispositif expérimental	63
II .1.2. Mode opératoire des essais.....	64

II .1.3. Paramètres des essais.....	64
III.1. Caractérisations mécaniques	65
III.1.1. Traction	65
III.1.2. Scratch test	66
III.1.3. Nanoindentation	69
V. Conclusion	77
VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	78
Chapitre 3	80
Résultats et interprétations.....	80
I. Caractérisation métallurgique.....	81
I.1. Appellation des échantillons	81
I.2. Morphologie de revêtement formé	81
I.2.1. Macrographique	81
I.2.1. Microscopique	82
I.3. Cartographie de revêtement formé	84
I.3.1. Echantillon A	84
I.3.2. Echantillon B	85
I.3.3. Echantillon C	86
I.3.4. Echantillon D	87
I.4. Morphologie interface formé	88
I.5. Analyse aux rayons X :	90
I.5. État de surface.....	91
I.6. Epaisseur du revêtement	94
I.7. Nature de substrat	95
II. Caractérisation mécanique	96
II. 1. Effet de la déformation sur le revêtement de zinc	96
II. 1.1. Déformation 5%	96
II. 1.2. Déformation 15% (Fissuration intergranulaire)	97
II. 1.3. Déformation 25% (intragranulaire)	98
II. 1.4. Rugosité de surface	99
II. 2. Nanoindentation	101
II. 2.1. Courbe de chargement/déchargement	102
II. 2.2. Courbes de dureté.....	105
II. 2.3. Courbes de module de Young	108
II. 2.4. Caractérisation par AFM des empreintes de nanoindentation.....	110
II. 3. Le rayage (scratch test).....	110

II. 3.1. Essai de rayage	111
II. 4. Comportement tribologique.....	113
II. 4.1. Coefficient de frottement.....	113
II. 4.2. Taux d'usure	116
II. 4.3. Morphologie des pistes d'usure	117
X. Conclusion générale.....	119
XI. Bibliographie.....	121
XII. Productions scientifiques	i
1. Communications internationales.....	i
2. Communications Nationales :	i
3. Publications Internationales :	ii

VI. Liste des figures

Figure I.1: propriété physique de zinc.[24].....	7
Figure I.2:échelle galvanique.....	9
Figure I.3 :Comparaison entre la protection active (Zn) et passive (Cu, Sn) [33].....	10
Figure I.4: Représentation les différentes couches obtenues après la galvanisation [36].....	12
Figure I.5: Diagramme d'équilibre Fe-Zn caractéristique de phases. [38].....	15
Figure I.6: Diagramme d'équilibre Fe-Zn-Al caractéristique de phases. [39].....	15
Figure I.7: Les principales étapes de galvanisation à chaud. [48]	17
Figure I.8: Attaque de l'acier pour le flux. [52].....	21
Figure I.9 : Représentation schématique d'un procédé de galvanisation à la trempe [53].	21
Figure I.10: Représentation schématique d'un procédé de galvanisation à la trempe [53].	22
Figure I.11 : Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc [62].	25
Figure I.12 : Influence de vitesse d'immersion sur la masse de revêtement déposée [73].	27
Figure I.13 : La microstructure des revêtements et de la couche alliée formée par trempage d'acier dans une masse fondue Al – Zn contenant 10–90 wt.% Al	30
Figure I.14 : Vues en coupe de l'acier galvanisée après le test du cordon de traction.....	37
Figure I. 15 : Vues des surfaces supérieures des échantillons d'acier galvanisé.	37
Figure I.16 : Micrographie (a) et diagramme de diffraction des rayons X.....	31
Figure I.17 : Microstructure de l'acier C – Mn.	39
Figure I.18 : Section transversale du revêtement / substrat.	39
Figure I.19 : Coupe transversale du revêtement / substrat C – Mn (MEB).	39
Figure I.20 : Revêtement de Zn à l'état de livraison : (a) MEB et (b) topographie de la surface, (c) analyse EDX chimique en coupe transversale.....	41
Figure I.21: Analyse MEB ; EDX de la surface à (a) 600° C, (b) à 700° C, (c) à 800° C.....	43
Figure I.22 : Micrographies optiques de défauts de revêtement de Zn tels que le manque de Zn (a), la surépaisseur du revêtement de Zn (b) ; Micrographie MEB d'un revêtement de Zn présentant des fissures internes. [82]	Erreur ! Signet non défini.
Figure I. 23 : Microstructure typique de la surface supérieure du revêtement et microanalyses EDS à l'aide de SEM pour le revêtement (a) A, (b) B et (c) C. [83]	32

Figure I.24 : (a) et (b) Des cristaux de zinc non corrodés (plans basaux) sont restés à la surface de l'échantillon B après une exposition de 72 h au brouillard salin. [54] **Erreur ! Signet non défini.**

Figure I.25 : (a) et (b) Morphologie de surface du spécimen C..... **Erreur ! Signet non défini.**

Figure I.26 : (a) et (b) Morphologie de surface du spécimen D [84]. **Erreur ! Signet non défini.**

Figure I. 27 : Image SEM de l'intersection de trois types de paillettes.....33

Figure I.28 : Images MEB de (a) brillantes (b) de plumes (c) de surface de paillage terne et (d) d'image grossissante de particules lamellaires Sb_3Zn_4 et de ségrégation dentaire de l'antimoine sur la surface de paillette terne. [85]34

Figure I.29 : Micrographies MEB en acier galvanisé obtenu avec un bain de zinc contenant: 0,05% en poids Ag à $T = 450^\circ C$, $t = 3$ min et $v = 3,5$ m / min [86].....48

Figure I.30 : Aspect visuel des surfaces galvanisées par immersion à chaud et refroidies par air: a) Pb 1,2, b) Pb 0,8 et c) Pb 0,4. [87].....49

Figure I.31 : Acier galvanisé avant (a) et 24 h après le traitement au cérium (b).....50

Figure I.32 : Micrographie optique d'acier galvanisé avec revêtement de conversion au cérium: (1) phase gamma (C), (2) phase delta (d), (3) phase zêta (f),.....50

Figure II.1 : Spectromètre SPECTROLAB utilisé pour l'analyse chimique.....53

Figure II.2 : Microstructure du substrat en acier.....53

Figure II.3 : polisseuse mécanique de type metkon forcipol 1V.54

Figure II.4 : elcometer 345 utilisé pour le contrôle de l'épaisseur55

Figure II.5 : Microscope optique de type de Nikon LV100.....56

Figure II.6 : microscope électronique à balayage MEB de marque HITACHI S-520.....57

Figure II.7 : a) Microscope à Force Atomique, (b) Principe de fonctionnement.....59

Figure II.8 : Profilomètre Veeco Wyko NT9300 et le principe d'interféromètre.....60

Figure II.9 : Schéma des composants du Profilomètre optique VEECOeeco-Wyko q0061

Figure II.10 : Rugosimètre surfstest SJ-301 assisté par une imprimante type Mitutoyo [7].....62

Figure II.11 : Définition schématique de quelques paramètres de rugosité [7].....63

Figure II.12 : (a) Tribomètre Bille/plan, (b) Principe de fonctionnement63

Figure II.13 : Une machine de traction de type Zwick	66
Figure II.14 : Schéma de l'essai de glissement-rayure	66
Figure II.15: (a) Scratch tester Millenium 200 Tribotechnic.....	75
Figure II-16 : Présentation de la pointe Berkovich, où α est l'angle entre arêtes, d la longueur des arêtes et h la hauteur de l'arrête.....	78
Figure II-17 : Courbe de charge-décharge en régime élasto-plastique.....	79
Figure II-18 : Courbe de charge-décharge en régimeélasto-plastique.....	80
Figure II-19 : Nano-indenteur MTS XP : (1) microscope, (2) indenteur Berkovich, (3) porte échantillon (Arts et Métiers ParisTech Lille).....	7380
Figure II.20 : Schéma de principe du Nanoindenteur XP [21]	7381
Figure II.21 : Courbe représentative d'un essai réalisé par la méthode dynamique [22].	7582
Figure III.1 : L'aspect de la surface d'un revêtement de zinc :brillant, plume et terne	88
Figure III.2: Microstructure de revêtement de zinc obtenue par observation en microscopie optique en lumière polarisée: mise en évidence de maclages.....	89
Figure III.3 : Image MEB de la surface du revêtement de zinc : fissuration de la couche d'oxydes.....	90
Figure III.4 : analyse de ces zones par spectroscopie d'électrons Auger (EDS).....	90
Figure III.5 : La morphologie du revêtement de zinc de surface obtenu par galvanisation à chaud en continu industriel	91
Figure III.6 : Cartographie d'orientations IPFZ de échantillon A , taille de grain et figure de pole $\{0001\}$, $\{101^{-1}\}$ et $\{112^{-1}\}$	92
Figure III.7 : Cartographie d'orientations IPFZ de échantillon B , taille de grain et figure de pole $\{0001\}$, $\{101^{-1}\}$ et $\{112^{-1}\}$	93
FigureIII.8 : Cartographie d'orientations IPFZ échantillon C, taille de grain et figure de pole $\{0001\}$, $\{101^{-1}\}$ et $\{112^{-1}\}$	94
Figure III.9 : Cartographie d'orientations IPFZ échantillon D, taille de grain et de pole $\{0001\}$, $\{101^{-1}\}$ et $\{112^{-1}\}$	95
FigureIII.10: Coupe micrographique d'un revêtement galvanisé.....	96
FigureIII.11: Coupe micrographique des échantillons A; B; C et D.	97
Figure III. 12 : le spectre de diffraction X rasante.....	98

Liste des figures

Figure III. 13 : La topographie des surfaces étudiées après la galvanisation des échantillons A; B; C et D	100
Figure III. 14 :Acier avec couche de zinc visible de couches intermétalliques mesurées.	101
Figure III. 15 : nature de substrat.....	95102
Figure III.16 : de taille de grain de chaque substrat de échantillon A, B, C et D	95102
FigureIII.17 : Images MEB montrant l'évolution d'ouverture des joints de grains à 5% de déformation plastique imposée sur différent épaisseur (A ;B ;C et D).....	974
FigureIII.18 : Images MEB montrant l'évolution d'ouverture des joints de grains à 15% de déformation plastique imposée sur différent épaisseur.....	985
FigureIII.19 : Images MEB montrant l'évolution d'ouverture des joints de grains à 25% de déformation plastique imposée sur différent épaisseur.....	996
Figure III.20 : Mise en évidence de l'ouverture des joints de macles et des joints de grains pour un échantillon C déformé à 25% pour le revêtement Zn.....	996
Figure III.21 : Évolution de l'écart moyen arithmétique (Ra) en fonction de la déformation plastique pour des échantillons avec le revêtement Zn.....	1007
Figure III.22 : Evolution de la rugosité de surface en fonction de la déformation sur le revêtement Zn (échantillon A).....	1007
Figure III.23 : Images montrant les neuf empreintes indentations	1018
FigureIII.24 : Exemple d'une courbe de chargement-déchargement.....	1018
Figure III.25 :Image AFM de l'empreinte.....	1029
Figure III.26 : Les courbes typiques de chargement/déchargement du diffirenent épaisseurs A ,B, C et D respectivement.	10310
Figure III.27 : Chargement /déchargement de échantillon C presente du phénomène de «pile-up».....	111
Figure III.28: Effet de pile-up et du sink-in sur l'aire de contacte pour une hauteur de pénétration h_{max}	111
Figure III.29 :.Description du mouvement de dislocations au cours d'indentation sur un matériau ductile [19-20].....	112
FigureIII.30 :Illustration d'une zone déformée sous empreinte [22]......	10613
Figure III.31 :Courbes de dureté en fonction de profondeur d'indentation :A ;B ;C et D...	1074

Figure III.32 : Courbes de module de Young fonction de profondeur d'indentation : A ;B ;C et D.....1096

Figures III.33 : Profils 3D des indentations obtenues à partir de mesures AFM en mode tapping: A ;B ;C et D.....117

Figure III.34 : Evolution du coefficient de frottement :A ;B ;C et D.....118

Figure III.35 : Trace de rayure des échantillonsA ;B ;C et D.....1129

Figure III.36 : Micrographie MEB d'un faciès de rayure.....120

Figure III.37 : Evolution du coefficient de frottement sous la charge 3N en fonction de la **distance de glissement des aciers galvanisée et non galvanisé.....121**

Figure III.38: Evolution de coefficient de frottement moyenne en fonction de charge et épaisseur de substart123

Figure III.39: Photos en 2D et 3D du sillon d'usure sous une charge de 2N d' échantillon A..123

Figure III.40: Photos en 2D et 3D du sillon d'usure sous une charge de 3N d' échantillon A..124

Figure III.41: Evolution du taux d'usure en faonction de charge et épaisseur de substart.....124

Figure III.42: Micrographies MEB montrant les morphologies d'usure sous la charge 3N des échantillonsA ;B ;C et D.....125

VII. Liste des tableaux

Tableau I.1: Représente les caractéristiques de Fe-Zn [35]	14
Tableau II.1 : Caractéristiques du spectromètre.	52
Tableau II.2 : Composition chimique du substrat en poids%	53
Tableau II.3 : Composition chimique du bain de zinc.....	54
Tableau II.4 :Paramètres des essais tribologiques	65
Tableau II.5 : Paramètre des essais de traction	69
Tableau II.6 : Paramètre des essais de rayage.....	65
Tableau III.1: L'aspect ;épaisseur et la rugosité de chaque échantillon A ;B ;C et D.	94
Tableau III.2 :Taille de grain de ferrite et perlite de chaque échantillon.....	95
Tableau III.3 : Les valeurs de dureté des différentes couches pour les quatres échantillons A ;B ;Cet D.....	105
Tableau III.4: Valeurs de module d'élasticité des différentes couches pour les quatres échantillons A ;B ;Cet D.....	108
Tableau III.5 :Les valeurs de charges critiques L pour notre échantillon A ;B ;C et D... ..	112
Tableau III.6 : Valeurs moyennes de COF des echantillon A ;B ;C et D.....	115
Tableau III.7 : Taux d'usure des différents alliages pour la charge 1N, 2N et 3N.	117

VIII. Glossaire

Nomenclature

Symbole	Désignation
Zn	Zinc
Fe	Fer
ZnCO₃	Carbonate de Zinc
Zn₅ (CO₃)₂(OH)₆	hydroxy carbonate
Zn (OH) 2	L'hydroxyde de zinc
γ	gamma
δ	delta
ζ	dzêta
η	Êta
Fe₅ Zn₂₁	gamma
Fe Zn₇	delta
Fe Zn₁₃	dzêta
Zn	Eta
P	coefficient de diffusion et des gradients de concentration ;
Q	énergies d'activation ;
T	temps d'immersion ;
E	l'épaisseur de la couche
MEB	Microscopie électronique à balayage
EDS	Analyse par spectroscopie des rayons X dispersive en énergie
AFM	Microscopie à Force Atomique
Ra	la moyenne arithmétique de rugosité
Rt	Rugosité totale
Rz	hauteur des irrégularités
P_m	valeur parfaitement plastique
HS_P	dureté de rayure
Kg	24,98, constante géométrique
P	charge appliquée (N),
W	distance de rayure (μm).

β	l'angle d'attaque de l'indenteur
R_c	le rayon de contact
R_{cp}	le rayon de courbure de la pointe
P_{max}	charge maximale appliquée
$A(h_c)$	l'aire de contact de l'empreinte projetée
H	La dureté
N	le coefficient de Poisson du matériau indenté
E_r	le module d'élasticité réduit
ν_i	le coefficient de Poisson de l'indenteur - $\nu_i = 0,07$
E_i	le module d'élasticité de l'indenteur – $E_i = 1017 \text{ GPa}$
B	$\beta_i = 1,0226$ dans le cas d'un indenteur Berkovich
A	Echantillon d'épaisseur 0.4mm
B	Echantillon d'épaisseur 0.75mm
C	Echantillon d'épaisseur 1mm
D	Echantillon d'épaisseur 1.5mm

IX. Introduction générale

Les structures métalliques à base de fer exposées à un environnement naturel sont généralement protégées avec des revêtements à base de zinc. Ces derniers offrent une double protection anticorrosive. Tout d'abord, le zinc joue un rôle de barrière en formant une couche de corrosion qui isole le revêtement du milieu agressif. En outre, le zinc a un effet sacrificiel grâce à son électronégativité plus élevée que celle de l'acier. En ce qui concerne la tenue à la corrosion, les oxydes et hydroxydes de zinc pur sont réputés moins protecteurs du fait de leur plus grande conductivité électronique que les oxydes d'aluminium, de magnésium et de chrome. Les industries qui utilisent le procédé de galvanisation s'adaptent sans cesse à l'évolution des nuances afin d'obtenir des revêtements de qualité, en se basant sur des études concernant l'influence d'éléments d'alliages comme l'aluminium et le magnésium. Ces revêtements à base de zinc peuvent être déposés par plusieurs procédés. En raison de son coût compétitif et de sa facilité d'application, la plus utilisée est la galvanisation à chaud en continu. Dans le cadre de ce travail, des tôles galvanisées destinées à la fabrication mécanique ont été étudiées. Le procédé de galvanisation à chaud en continu a été choisi. Ces tôles doivent subir une mise en forme par déformation à froid (emboutissage, roulage, pliage, poinçonnage..) qui génèrera des déformations plastiques importantes, des contraintes résiduelles et de l'endommagement pouvant aux propriétés protectrices du revêtement. L'objectif principal de ce travail est de se focaliser sur l'impact d'une déformation plastique initiale sur la durabilité en environnement agressif de ces matériaux.

Ce travail est présenté en trois chapitres, en plus d'une introduction situant le sujet et justifiant son choix, et une conclusion générale, résumant les principaux résultats obtenus.

- Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur les procédés de galvanisation à chaud et sur les revêtements galvanisés Zn-Fe. Ce chapitre est constitué de deux parties : La première est consacrée aux dépôts et aux propriétés de galvanisation. Dans la seconde partie, nous étudions la galvanisation en continu.
- Dans le deuxième chapitre, nous décrivons les techniques expérimentales utilisées. L'acier galvanisé avec différentes épaisseurs ainsi que les techniques de caractérisation

métallurgique: microstructurale telles que la microscopie électronique à balayage, l'EBSD, la diffraction d'électrons rétrodiffusés. Nous présentons ensuite les essais mécaniques réalisés en utilisant la technique de nanoindentation ; scratch test ; déformation par traction et les essais tribologiques.

- Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux avec leurs interprétations sur l'étude structurale du revêtement de zinc dans le but d'étudier l'effet d'épaisseur de substrat. Ce chapitre aborde aussi aux propriétés métallurgiques, mécaniques et le comportement tribologique.

Une conclusion générale synthétisera l'essentiel de notre travail avec des perspectives pour des travaux futurs.

Chapitre 1

Éléments Bibliographiques

Partie I : Dépôts et propriétés de la galvanisation

I.1. Introduction

Pour la galvanisation au trempé, la préparation de la surface de l'acier est une étape essentielle. Les durées d'immersion (4 à 12min) et les vitesses d'émersion définissent respectivement l'épaisseur de revêtement formé et la quantité de zinc emportée [1, 3]. Les bains de zinc sont en général alliés et contiennent de faibles quantités de plomb, d'aluminium, d'étain, de nickel ... Ces éléments sont destinés d'une part à maîtriser la croissance des intermétallique Fe-Zn qui se développent pendant l'immersion et d'autre part à contrôler la taille des grains après solidification [3, 4]. A la température de galvanisation et pour un pourcentage de zinc supérieur à 70%, le diagramme de phase binaire Fe-Zn présente cinq composés intermétalliques (FeZn_3 , $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$ et $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$, FeZn_7 et FeZn_{13}) qui se forment lors de la double diffusion du zinc et du fer [2-6]. La couche externe, riche en zinc, est solidifiée après l'entraînement de l'alliage de zinc liquide par capillarité à la sortie du bain de galvanisation [2]. Cette succession de couches de duretés hétérogènes est typiquement liée à ce procédé [1]. De manière générale, les épaisseurs des couches obtenues par ce procédé sont supérieures à une dixième de microns.

I.2. Les techniques de revêtements et traitements de surface

Les critères de choix, de mise en œuvre, et de fiabilité d'un traitement de surface ou d'un revêtement sont nombreux. Toute sélection devient délicate, dans la mesure où ces critères vont dépendre, non seulement des conditions de réalisation, mais aussi des conditions d'utilisation en service. On réalise généralement un compromis entre quelques unes des propriétés suivantes : [7] [10]

- Aspect (mat, brillant, satiné...);
- Propriétés optiques (réflexion, absorption), électriques (conductibilité, résistance de contact) ou thermique (conductibilité, barrière thermique...);
- Propriétés mécaniques (dureté, ductilité, adhérence, résistance à l'abrasion, au frottement, à l'usure, aux déformations, à la fatigue);
- Propriétés chimiques (résistance à la corrosion, à l'oxydation à hautetempérature);
- Tenue au vide;
- Toxicité;

- Réactivité et compatibilité avec le substrat (en particulier lors de traitements mécaniques) ;
- Possibilité de déposition (couche uniforme et homogène, d'épaisseur, de composition et de structures contrôlées) .

I.3. Les Revêtements métalliques en phase liquide

I.3.1. Voie électrolytique

Réalisée généralement en solution aqueuse et plus rarement en solution organique ou bain de sels fondus, ces dépôts s'effectuent en plaçant la pièce à recouvrir en situation de cathode dans un électrolyte contenant, sous forme de sels simples ou complexes, les ions du métal à déposer. La réaction de réduction : $M_{n++} ne \rightarrow M_0$ est assurée grâce à la présence d'un générateur de courant continu. Elle s'effectue plus ou moins facilement selon la stabilité de l'ion et sa mobilité [11 ,15]. De très nombreuses solutions sont utilisées, et mises au point plus ou moins empiriquement pour chaque type de métal ou d'alliage à déposer[16].Chacune a pour objet d'obtenir des caractéristiques particulières du dépôt : pureté, brillance, adhérence, action nivelant, contraintes déterminées, dureté, finesse de grain, porosité, rendement, présence contrôlée d'inclusion (oxydes, carbures) etc. Ces particularités et le fait que, sous l'impulsion des pouvoirs publics, un certain nombre d'électrolytes, souples d'emploi mais toxiques, (par exemple bains cyanurés) soient peu à peu remplacés par des bains plus fragiles qui rendent délicates la mise au point et la maintenance de certains procédés de revêtement électrolytiques[17].

De nombreux métaux (Cu, Ni, Cr, Zn, Cd, Sr métaux nobles...) ou alliages (à baseCu, Ni, Sn...) peuvent être déposés, avec des épaisseurs comprises entre 1µm et quelques millimètres (mm). L'utilisation de bains d'acide entraîne, dans certains cas la fragilisation du substrat par l'hydrogène (chromage ou cadmiage des aciers à haute résistance) et la nécessité d'un dégazage thermique sous vide après dépôt électrolytique. L'adhérence du dépôt est souvent bonne, mais dépend beaucoup de la qualité de la préparation préalable de la surface. L'utilisation récente permet d'améliorer considérablement la qualité du dépôt et la vitesse d'électro-cristallisation, qui généralement est voisine de 1 µm/mm (chrome sur acier, avec diminution de porosité) [18].

I.3.2. Réduction chimique

Grâce à l'ionisation du métal-substrat (dépôt par déplacement) ou à l'oxydation d'une espèce en solution (dépôt chimique auto-catalytique), on peut réaliser des revêtements métalliques homogènes en épaisseur, sans source de courant extérieure, quel que soit la forme des pièces. Dans le dépôt par déplacement, seuls les revêtements sur des substrats moins nobles sont possibles, et les épaisseurs déposées sont faibles ($<0,2\mu\text{m}$). Cette technique est utilisée dans certaines gammes opératoires de traitements de surface (par exemple nickelage avant émaillage de l'acier, zincage ou étamage de l'aluminium avant dépôt électrolytique).

Dans le dépôt chimique auto catalytique, très utilisé pour les couches de nickel, l'agent réducteur est, soit de l'hypophosphite, soit un dérivé du bore (borohydrure ou amineborane).

Le dépôt est en fait un alliage Ni-P (7- 12% de P) ou Ni-B (1 –6% de B). Un traitement thermique permet alors de faire apparaître dans la structure pseudo-amorphe du dépôt brut une fine précipitation de composés définis (Ni_3P , Ni_3B) qui augmente la dureté du revêtement, améliorant ainsi la résistance à l'usure et au frottement.

La vitesse de dépôt dépasse rarement $25\mu\text{m/h}$. Après activation de la surface par un catalyseur puissant (palladium), on peut réaliser des dépôts chimiques sur supports isolants (cuvrage des matières plastiques). Dorure et palladiage sont souvent utilisés. Les dépôts d'alliages sont encore au stade du laboratoire [19,22].

I.4. Protection anticorrosion des aciers par le zinc

La corrosion est la destruction des métaux sous l'effet d'un environnement agressif, ce qui correspond en fait au retour spontané d'un métal comme le fer, par exemple, à un état naturel de plus grande stabilité physico-chimique, c'est-à-dire l'état combiné (oxyde, hydroxyde...).

Le zinc est l'un des métaux les plus utilisés comme protection anticorrosion pour la galvanisation par l'électro zingage, la métallisation, les peintures riches en zinc, les dépôts en phase vapeur [23].

Cela s'explique par deux phénomènes :

- 1. Les caractéristiques des produits de corrosion du zinc ;*
- 2. La protection sacrificielle apportée par le zinc aux substrats ferreux.*

I.4.1. Propriétés physiques

Lorsque on plonge un élément en acier dans un bain de zinc en fusion, différents phénomènes se produisent plus ou moins conjointement :

1. Le mouillage de l'acier par le zinc lié à la composition superficielle de l'acier, sa propreté, sa rugosité d'une part et aux caractéristiques du bain (composition et température) d'autre part ;
2. Des réactions de diffusion conduisant à la formation d'alliages intermétalliques, dépendant du bain et des conditions opératoires (temps – température), de type Fe-Zn.

Les règles de formation de ces couches sont liées à l'aspect thermodynamique qui donne la possibilité de combinaison des deux éléments ou trois (Fe-Zn et Fe-Zn-Al), et l'aspect cinétique qui détermine les réactions chimiques aux interfaces (solide liquide, solide solide), et la diffusion dans le liquide et dans le solide [24].

* **Symbole** : Zn ;

* **Masse atomique** : 65,39 ;

* **Masse volumique** : 7,14 g/cm³ ;

* **Température de fusion** : 419 C° ;

* **Température d'ébullition** : 907 C°.

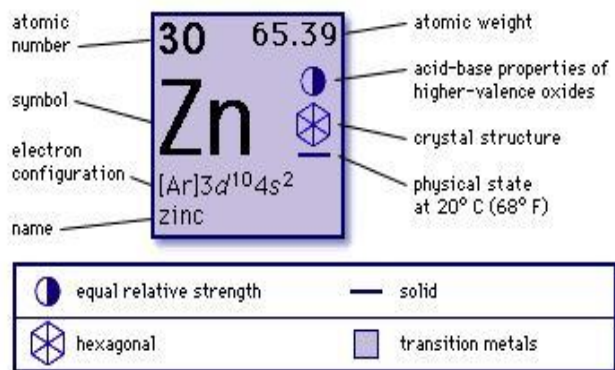
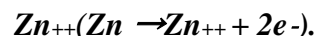


Figure I.1: propriété physique de zinc [24].

I.4.2. Réactivité chimique

Le zinc est un métal qui ne présente pas une grande stabilité thermodynamique. En présence d'agents oxydants, même peu violents, il s'oxyde très rapidement, libérant des ions :



Cependant, les ions Zn^{++} ainsi émis peuvent en général précipiter pour donner avec d'autres espèces chimiques présentes des produits de corrosion peu solubles et ayant donc un rôle protecteur, comme :

- *le carbonate de zinc, le plus compact, $ZnCO_3$;*
- *un hydroxy carbonate, $Zn_5(CO_3)_2(OH)_6$;*
- *l'hydroxyde de zinc, $Zn(OH)_2$.*

On peut aussi avoir des oxy- ou hydro chlorures dont l'effet protecteur est plus faible. La vitesse de corrosion, une fois cette couche de produits formée, sera fonction de la vitesse de diffusion des espèces réactives telles que l'oxygène au travers de la couche et de leur solubilisation éventuelle [25]. Les conditions atmosphériques, avec alternance de phases sèches et humides, permettent la formation des sels précédemment cités. C'est en fait la compacité de ces couches liée au pH, à la présence de carbonate, etc., qui fera la protection du zinc, et donc la durabilité (si ces produits ne sont pas éliminés par raclage mécanique, lessivage, etc.) car elles créent un milieu confiné entre zinc et milieu extérieur favorable à la formation de sels de plus en plus protecteurs. Par contre, la présence de SO_2 dans l'atmosphère conduit à des transformations des produits protecteurs en sulfite de zinc puis en sulfate soluble avec ensuite destruction du revêtement (suppression de la barrière passivant) [26].

I.4.3. Protection électrochimique

La corrosion est la résultante de réactions électrochimiques dues à la formation de piles locales.

Il faut trois éléments pour les former :

- *Un électrolyte (eau, sol, ...)* ;
- *Deux électrodes à des potentiels différents* ;
- *Une connexion électrique* [27].

L'électrode ayant le potentiel le plus électronégatif est appelée anode. On y trouve les phénomènes d'oxydation (perte d'électrons) donc de corrosion. L'électrode ayant le potentiel le moins électronégatif est la cathode. On y observe les phénomènes de réduction (gain d'électrons) donc de protection. Chaque métal possède un potentiel électrique propre. Dans un milieu conducteur de courant (eau douce, eau de mer, atmosphère humide), deux métaux de nature différente vont former une pile avec un pouvoir sacrificiel de l'un envers l'autre. Le métal anodique se sacrifie au bénéfice du métal cathodique. La classification ci-dessous, des différents métaux par rapport au fer explique le choix du zinc [28].

Si le revêtement de zinc se dégrade et le matériau de base (l'acier) on aura toujours une protection jusqu'à dissolution complète du zinc, l'acier est protégé cathodiquement. Dans le cas par contre un revêtement de cuivre, étain et peinture si le revêtement est abîmé l'acier ne sera plus protégé,(fig I.2).

En conclusion un revêtement par galvanisation assure, grâce au recouvrement de l'acier par le zinc, une double protection :

- a) **Physico-chimique** : effet barrière isolant l'acier de l'atmosphère, cette barrière perdue à cause de la formation de sels de zinc protecteurs.
- b) **Electrochimique** : due à l'effet de protection cathodique apporté par le zinc vis-à-vis du fer [29].

Tel que mentionné, le zinc est un métal hautement réactif, étant une forte anode dans la série galvanique. Il est donc important de maintenir la séparation galvanique entre le zinc et tous les autres métaux dans un système, surtout ceux étant plus cathodiques, notamment les alliages de cuivre et de laiton[30].

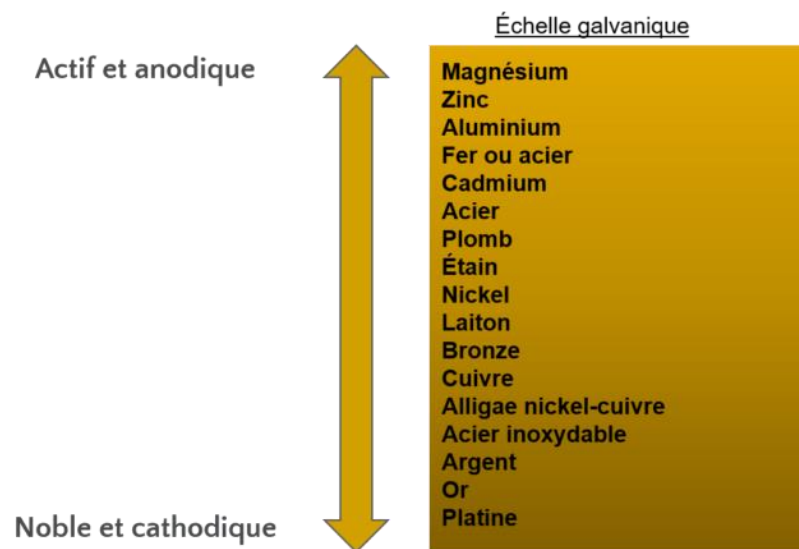


Figure I.2: Echelle galvanique pour différents métaux et alliages.

Si le zinc est connecté directement aux autres métaux, une cellule galvanique se formera et aura comme conséquence une corrosion rapide. Le zinc, agissant comme anode, se dégradera rapidement.

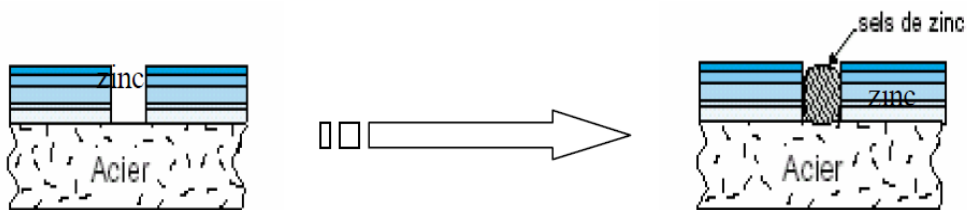
Des précautions doivent être prises pour minimiser ou éliminer les alliages de cuivre et de laiton. Sinon, il faut s'assurer que ces métaux soient séparés galvaniquement du zinc [31].

I.5. Procédés divers de galvanisation

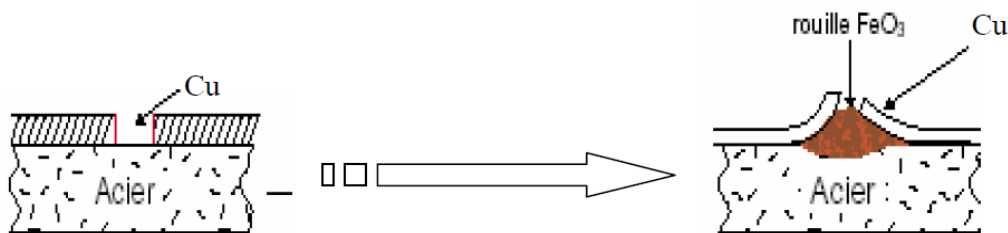
Les procédés utilisés sont, le procédé de galvanisation humide qui s'applique en général à différents matériaux (articles ménagers, corps creux, tubes, fils, etc. ...) et le procédé à sec, qui est un perfectionnement du procédé humide, et peut être utilisable aux mêmes applications ; cependant il est rarement utilisé à cause de l'appareillage plus complexe qu'il nécessite[32].

I.5.1. Procédé au plomb

Ce procédé est anciennement utilisé, son principe est une cuve de galvanisation remplie de plomb, le zinc ne constitue qu'une faible partie du volume du métal liquide. Dans ce procédé humide, les pièces traversent le flux puis le zinc fondu et se galvanisent après échange thermique en retraversant le zinc fondu pendant l'extraction.



L'acier de base demeure protégé même si le revêtement est endommagé ;



L'acier de base commence à se corroder une fois le revêtement endommagé

Figure I.3 : Comparaison entre la protection active (Zn) et passive (Cu, Sn) [33].

I.5.2. Procédé de galvanisation en continu (procédé sendzimir)

Le procédé *sendzimir* applicable à la tôle jusqu'à 4 mm d'épaisseur, et d'une largeur allant jusqu'à 1,50 m, utilisé également dans la galvanisation des fils, est le procédé de galvanisation en continu le plus connu en monde où plusieurs installations fonctionnent. Il est caractérisé par un mode particulier de dégraissage, qui se fait par oxydation, par une réduction des oxydes de

fer en atmosphère réductrice, et en outre, par le système de chauffe où l'apport de calories qui est fait par des bandes d'acier à galvaniser, celui-ci ayant d'autre part sa couche de zinc régularisée par des rouleaux à l'extraction[34].

I.5.3. Procédé Cook Nortman

Le rendement ici est supérieur au procédé *sendzimir*; il n'y a pas de recuit de l'acier, et celui-ci n'est pas à de la base de l'apport de calories qui sont apportées par induction

I.6. Les différentes phases d'une couche de galvanisation

A l'immersion du fer dans le zinc fondu, il se produit une réaction entre ces deux métaux, réaction amenant la diffusion du fer dans le zinc ; Il y a formation de couches avoisinant le zinc.

Les différentes phases se succédant du fer à la couche superficielle de zinc sont les suivantes(figI.2)[35] :

a) La phase γ (gamma), ou couche d'adhérence,

En formant un composé de **Fe₅Zn₂₁** de structure cubique a face centrée , son épaisseur est de l'ordre de 1 à 2 μ m.

b) La phase δ (delta), ou couche en palissade,

Présentant un alliage de formule **Fe Zn₇**, il se cristallise dans le système hexagonal, son épaisseur est d'environ 30 à 40 μ m – elle est particulièrement fragile.

c) La phase ζ (dzêta),

Elle présente d'un composé **Fe Zn₁₃**,sa cristallisation structurale est rhombique, Son épaisseur varie de 7 à 20 μ m, elle est également cassante.

d) La phase η (êta), ou zinc pur

Contenant la teneur en fer du bain de galvanisation, c'est-à-dire 0,020%, elle cristallise dans le système hexagonal, son épaisseur est 8 à 12 μ m [36].

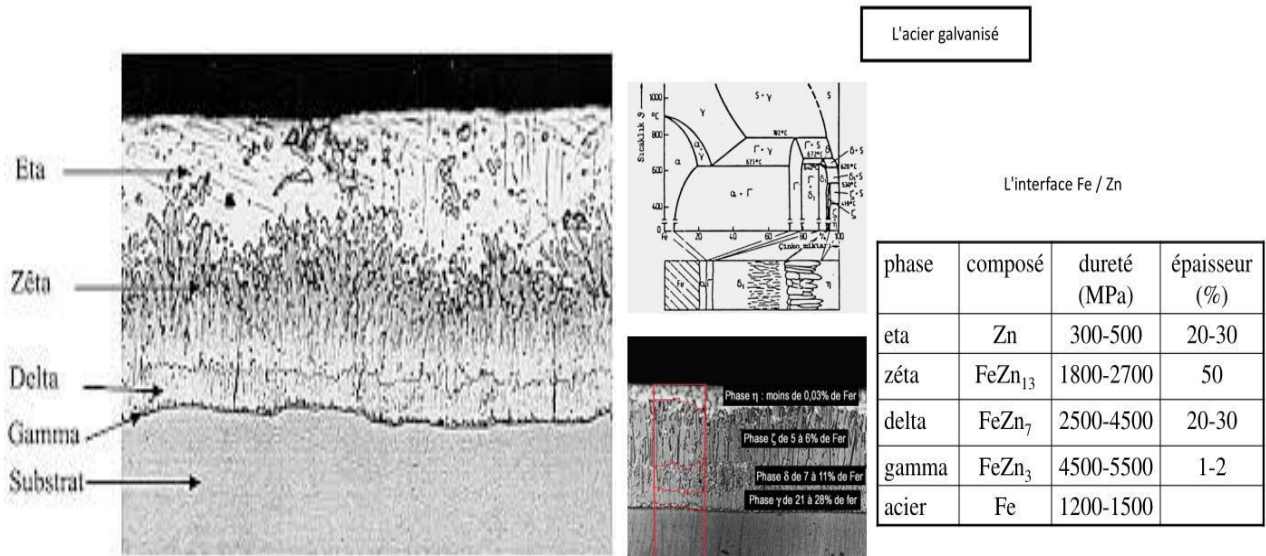


Figure I.4: Représentation les différentes couches obtenues après la galvanisation [36].

La phase γ , comme nous l'avons vu, est de très faible épaisseur (1 à 2 microns). Elle est difficilement visible et sa diffusion parfois très rapide fait qu'elle soit transformée en phase δ . [35]. La phase ζ serait la plus épaisse mais ses cristaux se détachent et se mêlant à la phase η , cette phase paraît plus mince que la phase δ . Ce sont les cristaux de la phase ζ qui se déposent dans le fond de la cuve pour constituer les mattes. Un certain nombre de facteurs, que nous étudierons plus loin influent sur l'épaisseur du revêtement. D'après K.LEWUS[31], l'épaisseur de la couche d'alliage est déterminée par la durée et l'intensité de la réaction entre l'acier et le zinc. On peut, par la durée et intensité, déterminer l'épaisseur obtenue.

L'épaisseur moyenne totale des couches d'alliages dans la galvanisation courante se situe entre 10 et 60 microns [31].

La durée de la réaction, d'après K.LEWUS, sur la formation de la couche d'alliage a beaucoup moins d'influence que l'intensité ; l'épaisseur de la couche formée serait proportionnelle à la

$$e = P\sqrt{t}$$

$$e(mm) = 24.6 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)\sqrt{t}$$

racine carrée du temps de réaction :

Où P : dépend de coefficient de diffusion et des gradients de concentration ;

- Q : énergies d'activation ;
- t : temps d'immersion ;
- e : l'épaisseur de la couche.

C'est-à-dire qu'une immersion de durée quadruple, la couche sera double. Cette règle serait valable pour les températures de galvanisation allant de 430 à 470 C° avec des aciers normaux.

De plus, s'il faut un certain temps d'immersion avant que la réaction zinc-fer s'amorce, celle-ci continue après retrait, et dans les pièces de fortes épaisseurs à coefficient thermique élevé la diffusion peut continuer jusqu'à l'apparition de la phase ζ , ce qui se traduit par un ternissement (*dégradation*) du dépôt pouvant aller jusqu'au gris mat. Cette diffusion continue jusqu'à ce que la température des pièces galvanisées descende aux environs de 300C°. La nécessité d'arrêter la formation de la couche d'alliage peut amener à refroidir les pièces dès leur sortie de la galvanisation par l'immersion dans l'eau froide additionnée d'huile soluble. Ce traitement n'est pas toujours possible car il peut amener à la déformation de l'ensemble, surtout lorsqu'il y a un raccordement d'épaisseurs différentes[37].

Cette déformation, possible dans ce dernier cas même par l'action du bain de galvanisation du fait de l'inégalité de la répartition thermique dans l'ensemble, peut être combattue par la mise en place sur la pièce galvanisée, dès la sortie du bain, de contrepoids neutralisant les tensions créées par les épaisseurs différentes des éléments constitutifs de l'ouvrage[38]. Le tableau I.1 représente les caractéristiques de composé Fe-Zn :

Phase	Composé	Fer (% en masse)	Système cristallin	densité
Eta	Zn	≤0.03	Hexagonal a = 0.266nm c= 0.495nm	7.14
Dzêta	FeZn ₁₃	5 à 6	Monoclinique a= 1.365nm b= 0.761nm c= 0.510nm	7.18
Delta	FeZn ₇	7 à 12	Hexagonal a=1.28nm c=5.76nm	7.25
Gamma	FeZn ₃ FeZn ₁₀ FeZn ₂₁	21 à 28	Cubique a=0.9nm	7.36
substrat	Acier	100	Cubique face centrée	7.85

Tableau I.1:Caractéristiques des composés Fe-Zn [35].

I.7. Diagrammes d'équilibre

I.7.1. Diagramme Fe-Zn

Plusieurs auteurs (Schramm, Gellings, Ghoniem...) ont proposé différentes variantes de ce diagramme avec une ou deux phases Γ toujours très fine et difficile à visualiser, ζ sous forme de bâtonnets perpendiculaires au métal support (fig I.4), et la phases $\delta 1$ composée de deux couches de mêmes caractéristiques physiques mais se différenciant par leurs structures métallographiques, $\delta 1K$ compacte (bande continue fine côté Γ), et $\delta 1p$ palissade (bande plus épaisse à l'aspect microfissure au total 15 à 20 % de l'épaisseur du revêtement coté ζ) [38].

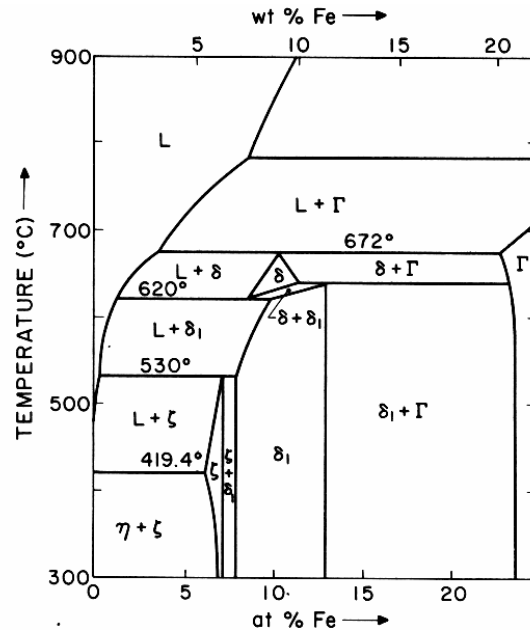


Figure I.3: Diagramme d'équilibre Fe-Zn caractéristique de phases [38].

I.7.2. Diagramme Fe-Zn-Al

Il existe une grande affinité entre **Fe** et **Al** conduisant à la formation d'un grand nombre de composés intermétalliques, **Fe₂Al₅** et **FeAl₂** peuvent contenir du zinc en solution solide en quantité notable (10 à 15 %). La solubilité de l'aluminium dans les phases Γ et ζ est faible, contrairement à la solubilité dans δ_1 , la phase δ (Fe-Zn), n'existant qu'au-dessus de 600 C°, aurait sa température d'apparition abaissée vers 500 C° en présence d'aluminium [39].

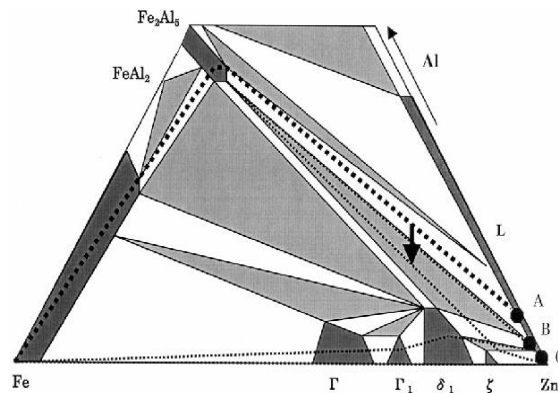


Figure I.4: Diagramme d'équilibre Fe-Zn-Al caractéristique de phases [39].

I.8. Propriétés mécaniques

A la température de galvanisation, il y a diffusion du zinc dans l'acier et formation de composés intermétalliques fer-zinc qui confèrent au revêtement une bonne adhérence et bonne résistance à l'abrasion, ces derniers ayant une dureté supérieure à celle du zinc et de l'acier. La plupart des revêtements sont effectués dans un but précis, (décoration contre la corrosion), résistance à l'usure. Il est évident que ce but n'est atteint que si le revêtement est bien adhérent au substrat, l'adhérence sanctionne donc la qualité de la préparation des surfaces à revêtir et la qualité de l'opération de traitement de surface pour notre cas (galvanisation), l'adhérence est très élevée par ce qu'il y a le phénomène de diffusion entre les atomes du métal déposé et du métal de base (substrat) [40].

Parti II : Galvanisation en continu

II .I Introduction

La galvanisation à chaud en continu se fait à partir de bobines d'acier laminées à froid (épaisseurs inférieures à 3 mm) ou laminées à chaud (épaisseurs supérieures à 3mm). Avant toute opération, une préparation de la surface de l'acier est réalisée dans le but de la mettre à nu et de la protéger jusqu'à son contact avec le bain de zinc. Par la suite, les tôles vont subir un traitement thermique de recuit entre 750°C et 850°C sous une atmosphère protectrice. Elles sont ensuite refroidies pour atteindre la température du bain de zinc (460 °C), puis immergées dans celui-ci pendant une durée maximale de 10 secondes. Ce bain contient de faibles quantités d'aluminium (de 0,16% à 0,20% en masse) [3], ce qui permet de réduire l'oxydation du bain en formant une couche d'alumine Al_2O_3 à la surface. Elle favorise également la formation d'une couche d'inhibition à l'interface tôle / revêtement et de formule $Fe_2Al_{5-x}Zn_x$. Cette couche dont l'épaisseur ne dépasse pas quelques microns, va empêcher la formation des composés intermétalliques Fe-Zn [3, 4]. De ce fait, comme le montre la figure I.4, le revêtement de galvanisation est formé d'une fine couche d'interface identifiée souvent comme étant du $Fe_2Al_{5-x}Zn_x$ recouverte d'une couche de zinc [41 ; 45].

Lors de l'émersion, une opération dite d'essorage consiste à refroidir le film de zinc liquide présent sur la tôle par capillarité, par un jet d'eau ou d'azote [1]. La maîtrise du mode et de la

vitesse de refroidissement permet de fixer l'épaisseur du revêtement. On peut par la suite, pratiquer des opérations de recuit, ce qui est le principe des revêtements dits "galvannealing" [46].

Après un refroidissement final de la tôle, une opération de Skin-Pass peut être réalisée. Cette opération de laminage donne à la bande sa planéité et son degré de rugosité selon le type d'emploi de la tôle [47]. Enfin, d'autres traitements complémentaires qui sont la chromatation et l'huilage peuvent être pratiqués suivant la destination du produit. Ces traitements ont pour but la protection de la tôle galvanisée contre la rouille blanche [46].

II.2. Préparation de surface

Elle consiste en une série d'opérations adaptées. Tous les bacs dans lesquels vont s'effectuer les différents traitements ont les mêmes dimensions, calquées sur celles du bain de zinc.

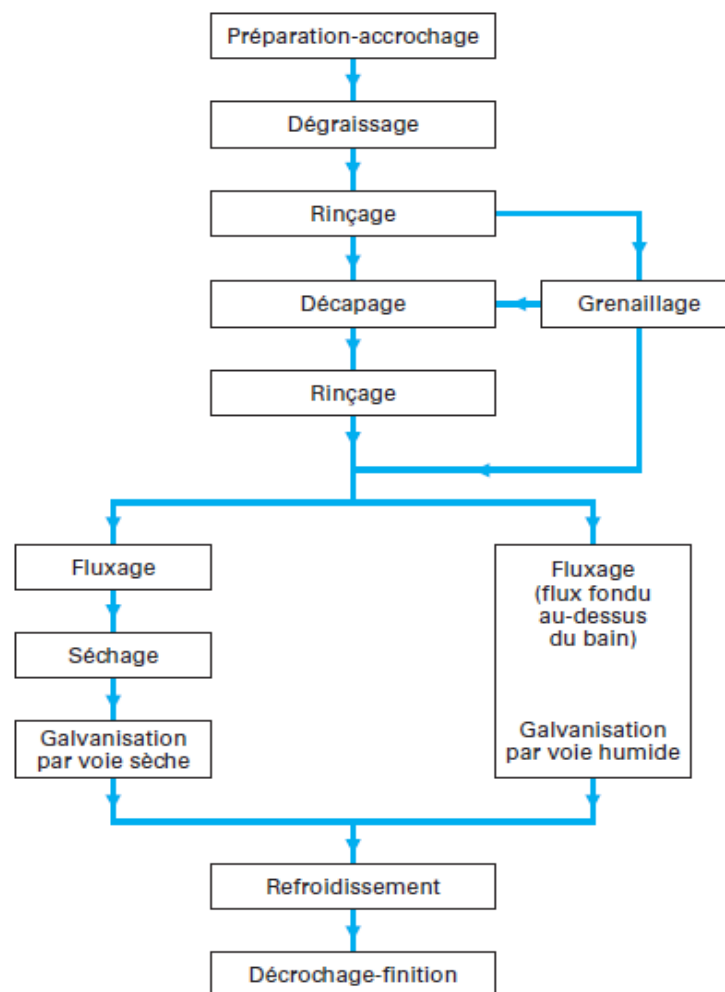


Figure I.7: Les principales étapes de galvanisation à chaud [48].

II.2.1. Accrochage

Les pièces sont accrochées à des portiques ou balancelles et vont y rester durant toutes les opérations conduisant à l'obtention de pièces galvanisées. Leur positionnement sur les portiques est primordial et doit assurer la libre circulation des liquides comme prévu à la conception des pièces. L'accrochage est également l'occasion d'examiner les pièces et de déceler la présence de pollutions telles que des traces de peintures, de vernis, de sable sur les pièces de fonderie, etc., qui empêcheront les traitements et, par conséquent, les réactions fer-zinc.

Elles devront donc être éliminées avant de commencer les étapes de galvanisation [48].

II.2.2 .Dégraissage

Cette étape est capitale pour la suite. En effet, les traitements se faisant dans des milieux aqueux, il convient d'éliminer toute trace de corps gras susceptible d'empêcher l'amoüillabilité des pièces par les liquides de traitement et de polluer les bains suivants (décapage, fluxage). Plusieurs moyens existent pour dégraisser les pièces [49].

a) Le dégraissage alcalin

C'est la méthode la plus utilisée. elle se fait dans des bains contenant du carbonate de sodium ou de la soude caustique additionnée de détergents (poly-phosphates ou silicates de sodium) et de tensioactifs à une température comprise entre 60 et 80 C°. Il doit être suivi d'un rinçage en eau de ville pour éliminer toute trace de produit ainsi que les corps gras surnageant qui auraient pu être entraînés lors de la sortie des pièces du bain de dégraissage [49].

b) Dégraissage acide

Dans ce cas, on utilise des savons agissant en milieu acide. Ils ont l'avantage de ne pas perturber le décapage en cas de mauvais rinçage et, de plus, d'initier le décapage. Sans être impératif, il est conseillé, après le dégraissage acide, d'opérer un rinçage efficace afin d'éliminer les traces de corps gras [49].

c) Dégraissage à la vapeur de solvant

Ce procédé, bien qu'ayant une action sur les peintures, n'est plus utilisé de nos jours pour des raisons de pollution de l'environnement et de sécurité [49].

II.2.3. Décapage

Ces oxydes peuvent provenir des traitements métallurgiques à chaud (calamine), des conditions de stockage de l'acier ou des pièces (rouille) ou de la mise en forme à chaud ainsi que des assemblages par soudure. Il est réalisé soit par voie sèche, par sablage ou grenailage, soit par voie humide en milieu acide chlorhydrique ou acide sulfurique en présence d'inhibiteurs de corrosion [49].

a) Décapage par voie sèche

Il est réalisé généralement par grenailage. Il consiste à projeter de la grenaille métallique sur les pièces en acier ou en fonte. L'action est purement mécanique et permet d'éliminer toutes traces de peinture, de sable de coulée sur les pièces de fonderie ou les restants de laitier sur les cordons de soudure. Il est utilisé pour éliminer les pollutions de surface qui ne peuvent être éliminées par voie chimique [50]. Il crée une certaine rugosité qui conduit à une prise de zinc plus élevée. Il est conseillé de le faire suivre d'un décapage acide qui pourra parfaire la préparation de surface.

b) Décapage par voie humide

Il se fait par immersion des pièces dans un bain d'acide (HCl : 120 à 210). A température ambiante ou légèrement tiédi. L'avantage est de donner des chlorures de fer très solubles, un bon aspect de surface satiné et de ne provoquer qu'un faible risque de fragilisation du métal. Lorsqu'il arrive en fin d'activité, il peut être utilisé pour dézinguer les pièces sortant du bain de zinc avec des défauts, et qu'il faut retraiter. Les chlorures sont facilement récupérables et recyclables [50].

Le décapage en bain d'acide chlorhydrique se fait par la technique d'utilisation dite du « bain mort », c'est-à-dire que le bain est utilisé jusqu'à épuisement avant d'être remplacé.

Aujourd'hui, la technique dite du « décapage activé » tend à se généraliser. Il s'agit d'un bain régénéré en continu par ajustement de la concentration en acide chlorhydrique et de celle en fer ou chlorure ferreux. Un tel bain permet d'avoir une vitesse de décapage optimale et pratiquement constante. On peut utiliser l'acide sulfurique, mais celui-ci nécessite une température d'environ 70 C° et une extraction rigoureuse des fumées. Le décapage sulfurique n'est pratiquement plus utilisé. Le décapage doit être suivi d'un rinçage à l'eau de ville soigné pour éliminer les sels entraînés en sortie de bain et éviter la pollution du bain de fluxage qui

lesuit. Le contrôle des bains acides est très facile et permet donc une gestion aisée des bains de décapage et leur neutralisation avant élimination.

II.2.4. Fluxage

L'opération de fluxage a trois objectifs :

1. Parfaire la préparation de surface (dissolution des oxydes de fer reformés à la surface au cours de l'opération de rinçage) ;
2. Protéger la surface de toute oxydation avant immersion dans le bain de zinc ;
3. Assurer une bonne mouillabilité de la surface des pièces par le zinc fondu.

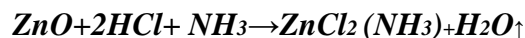
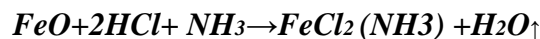
Le bain est préparé à partir de sel double $ZnCl_2, 2(NH_4Cl)$ ou de sel triple $ZnCl_2, 3(NH_4Cl)$. Le flux agit en fournissant une atmosphère décapante de gaz chlorhydrique par décomposition du chlorure d'ammonium lors de l'immersion dans le bain de zinc à une température de l'ordre de 450 C° [49].

Le chlorure de zinc peut avoir un rôle décapant, mais il agit essentiellement en tant qu'agent fondant. Il peut fixer une partie du NH_3 dégagé lors de la décomposition de NH_4Cl , il piège les résidus d'oxydes métalliques ainsi que certaines molécules organiques. Les réactions chimiques globales mises en jeu sont les suivantes :

➤ *Décomposition du flux :*



➤ *Attaques des oxydes :*



- Attaque des oxydes :

- Une faible température de fusion : elle est très variable et dépend de la composition en $ZnCl_2$ et en NH_4Cl (de 180 à 230 C°) auxquels on ajoute industriellement des chlorures alcalins (KCl , HCl , etc.) qui peuvent diminuer notablement cette température en jouant le rôle de fondants [51]. Le flux a une action décapante et nettoyante sur la surface de l'acier et peut provoquer une érosion superficielle de celui-ci (fig I.8). Cette attaque peut être très supérieure à celle de l'acier par le zinc liquide, conduisant à des modifications de réactivité.

Le flux est susceptible d'avoir une action sur la composition du bain de zinc si celui-ci contient des éléments d'addition (diminution des teneurs en Al , Mg consommés par le flux).

Le chlorure de fer, qui provient de l'attaque du fer par le flux, réagit avec le zinc pour produire du chlorure de zinc et du fer. Ce fer naissant, au contact du zinc liquide, réagit immédiatement pour former le composé $FeZn_{13}$ (7% Fe - 93 % Zn) et, donc, augmente la formation de mattes.[52]

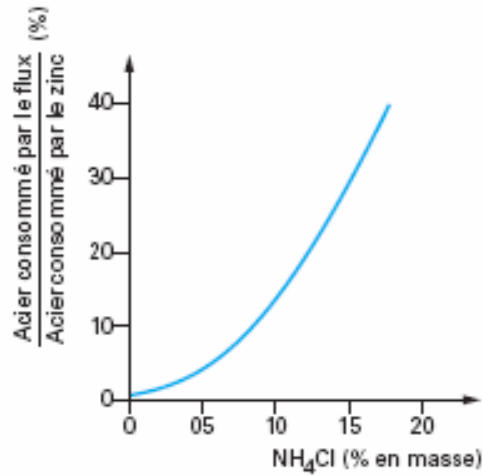


Figure I.8: Attaque de l'acier flux [52].

a) Fluxage pour galvanisation par voie sèche

Les pièces sont plongées dans une solution concentrée de flux dans de l'eau (400 à 600 g/L) puis étuvées dans une zone chauffée par la proximité du bain de zinc pour former une couche de flux à la surface du métal (cet étuvage contribue à élever légèrement la température des pièces avant galvanisation) [18]. (Fig I.9).

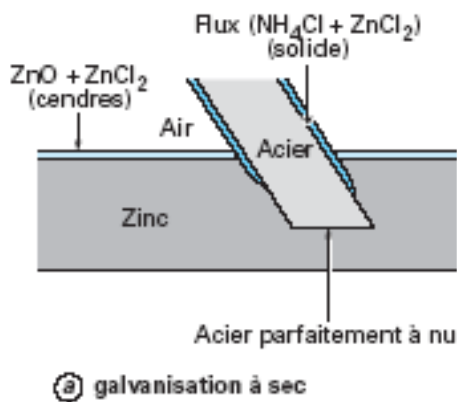


Figure I.9: Représentation schématique d'un procédé de galvanisation à sec trempé [53].

La solution fluxante à une température d'environ 60 C° afin de limiter le temps de séchage des pièces pour éliminer l'eau de constitution des sels. Le séchage doit être complet pour éviter les projections de zinc liquide lors de l'introduction des pièces dans le bain de zinc (L'eau, au contact du bain à 450 C°, se vaporise immédiatement sous la surface du bain et provoque des projections de zinc liquide). Le bain de fluxage doit être contrôlé périodiquement (densité, pH et teneur en fer). La purification s'effectue par addition d'eau oxygénée qui précipite les sels de fer ferrique au fond d'une cuve qu'il suffit de siphonner.

Ces opérations sont réalisées dans des stations de traitement situées à proximité des halles de galvanisation[54].

b) Fluxage pour galvanisation par voie humide

Par voie humide, le flux fondu constitue une couche liquide d'une épaisseur d'environ 30 cm à la surface du bain de zinc. Les pièces entrent dans le bain après avoir traversé cette couche et en ressortent dans une zone dépourvue de flux [55].

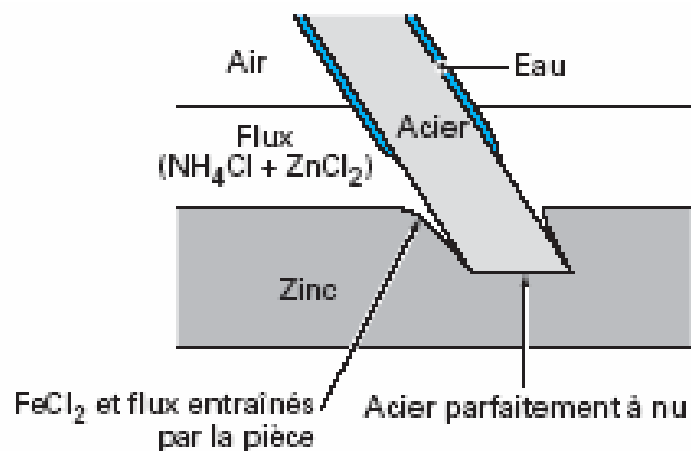


Figure I.10: Représentation schématique d'un procédé de galvanisation humide au trempé[53].

Cette technique n'est utilisable que pour des bains pauvres en Al (Al < 0,01 %), sinon des réactions préférentielles se produisent (consommation de l'aluminium du bain par le flux), diminuant l'efficacité du flux. La couche de flux s'appauvrit en NH₄Cl du fait des réactions flux métal à traiter. Son entretien se fait par ajouts réguliers de ce sel. La majorité des usines de galvanisation effectue le traitement à sec, la galvanisation humide est réservée pour de petites pièces ou pour la galvanisation de feuillards ou de fils [56].

II.3. Galvanisation

Après toutes les opérations précédemment décrites, on peut considérer que le contact entre acier et zinc liquide sera assuré de la meilleure façon possible. La galvanisation par elle-même, c'est-à-dire l'immersion dans le zinc liquide, peut être réalisée.

Les principaux paramètres d'une opération réussie sont [57] :

1. *La vitesse d'immersion et de retrait.*
2. *La qualité de l'acier.*
3. *Le refroidissement.*
4. *La durée d'immersion.*
5. *La qualité du zinc.*
6. *La température du bain de zinc.*
7. *Le vibrage et la centrifugation.*

II.4. Les facteurs influençant la galvanisation

II.4.1. Action de l'acier

Tous les aciers réagissent avec le zinc pour former un revêtement composé d'alliages fer-zinc. La qualité du revêtement obtenue dépend de la composition de l'acier. Les aciers dont la composition correspond au domaine de Sandelin sont rejetés car les revêtements sont épais, fragiles et peu adhérents [58].

a) Aciers courants de construction

La norme NF A 35-503 définit trois classes d'aciers préconisés pour la galvanisation en fonction de la composition des aciers en silicium et en phosphore [59] :

La classe I : Si + 2,5 0,090 % et Si 0,030 % ;

La classe II : Si + 2,5 P 0,110 % et Si 0,040%

La classe III : Si + 2,5 P 0,325 % et 0,150 % Si 0,250 % et P 0,040 %.

b) Aciers à haute résistance

Grâce à l'utilisation d'inhibiteurs de décapage appropriés évitant l'absorption d'hydrogène, donc la fragilisation de l'acier, des aciers à très haute limite d'élasticité (1600 MPa) peuvent être protégés par galvanisation. C'est le cas plus spécialement des fils formant les câbles des ponts suspendus par exemple. Des précautions lors du refroidissement peuvent aussi être nécessaires[60].

II.4.2. Action de fluxage

Dans le procédé à sec l'action de flux peut amener des variations sur les résultats obtenus. Prenons par exemple, un flux constitué uniquement par du chlorure de zinc à 100 g/l ; si nous essayons de galvaniser de la tôle de 1 mm d'épaisseur, on constatera, pour des immersions de 10 à 20 secondes des traces de flux non éliminé subsistants sur les plaques. Pour des immersions de 30 à 50 secondes le flux est éliminé, mais des manques de prise subsistent sur la tôle. Si nous effectuons les mêmes essais en substituant à la composition précédente un flux constitué par une solution d'un mélange de 87 g de chlorure de zinc, additionné de 13 g de Chlorure d'ammonium, on s'aperçoit que, pour 10s d'immersion on a ces légers manques, mais que la galvanisation est sans défaut pour des immersions de 30 et 20 s. Dans ces essais nous avons considéré le cas de zinc sans addition d'aluminium, dans le cas d'addition de 0.1% de ce métal, nous avons avec les mêmes essais les résultats suivants [61]:

Fluxage au chlorure de zinc :

1. Immersion de 10 et 20 s : traces de flux sur les plaques;
2. Immersion de 50 s : pas de manques ;
3. Immersion de 30 et 40 s : quelques manques.

Fluxage avec 87% de chlorure de zinc et 13% de chlorure d'ammonium [52] :

Immersion de 10 s : galvanisation sans manque. Si nous considérons le cas des flux à 40 % de chlorure de zinc et 60% de chlorure d'ammonium, on constate qu'en bain aluminé ou non, une immersion de 10s permet d'obtenir une galvanisation sans manque. Si l'on considère que dans la galvanisation humide où le couvert est nettement plus riche en chlorure d'ammonium que les flux appliqués en galvanisation à sec et en bains aluminés, on voit la raison pour laquelle la teneur en aluminium dans de tels bains se trouve limitée à 0.03% alors qu'en galvanisation à sec elle atteint 0.1% et même légèrement plus si nécessaire[61].

II.4.3. Influence de la température

La température du bain de zinc sera définie en tenant en compte les différents paramètres de la galvanisation. Le zinc fondu doit avoir une fluidité suffisante pour mouiller correctement les pièces immergées et s'écouler facilement lors de leur sortie du bain pour éviter des épaisseurs de revêtement trop importantes. La fluidité dépend des éléments ajoutés au zinc. Les réactions mises en jeu au cours de la galvanisation sont thermiquement activées (réactions Fe-Zn, décomposition du flux, formation de cendres, etc.). Dans le domaine compris entre 490 et 530

C°, les réactions Fe-Zn sont très intenses avec formation de mattes importante et donnent un revêtement épais et fragile. Si on augmente encore la température, on diminue la durée de vie des creusets en fer. Le meilleur compromis actuel se situe entre 445 et 460 C° pour un bain de zinc classique [62].

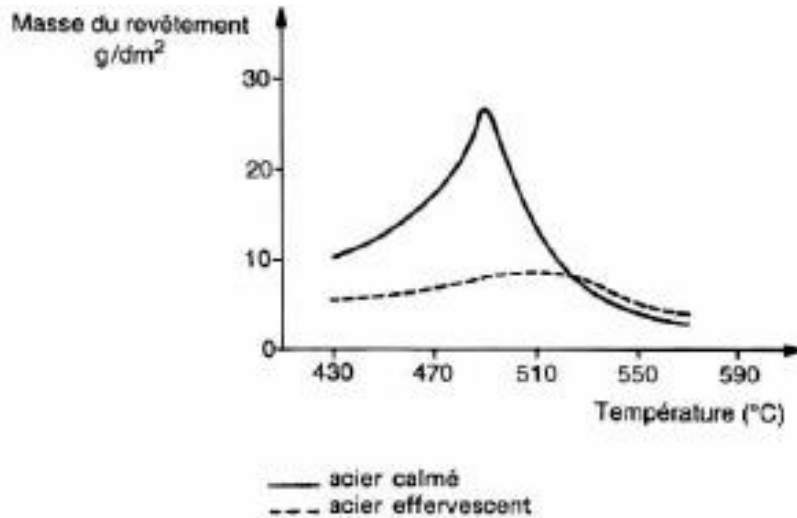


Figure I.11 : Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc [62].

II.4.4. Chauffage des cuves à zinc

Les cuves à zinc fondu sont réalisées soit en fer doux, soit en céramique. La céramique autorise des températures de fonctionnement plus élevées et ne contribue pas à la formation de mattes. La température du bain de zinc doit être la plus homogène possible ; et il est donc nécessaire de bien répartir la chauffe pour éviter les points chauds, les déformations localisées et les percements de cuve. Parmi les procédés de chauffe les plus utilisés on peut citer [63-70] :

- *les panneaux de résistances radiants (chauffage électrique) .*
- *les brûleurs radiants (fioul, gaz naturel) .*
- *les voûtes radiantes.*
- *la convection forcée (air chauffé par des brûleurs) .*
- *l'induction.*

II.4.5. Influence de la durée d'immersion

Avant d'immerger les pièces, la surface du bain de zinc doit être nettoyée des oxydes et des cendres surnageant pour éviter leur entraînement sur les pièces à galvaniser.

L'immersion des pièces dans le bain de zinc déclenche les réactions de galvanisation. La vitesse, avec laquelle celle-ci a lieu, a donc une influence sur la qualité du revêtement final. Au

cours de l'immersion, les pièces commencent à monter en température, le flux fond et commence à se décomposer et les réactions Fe-Zn s'initient. [71] Si la vitesse est trop lente, le flux fondu va s'écouler à la surface du bain de zinc, laissant les pièces à nu. Celles-ci, non protégées, vont se réoxyder avec risque de défaut de mouillage. Si la vitesse est trop rapide, du flux non fondu risque d'être entraîné. Les cendres résultant de la décomposition du flux vont rester collées aux pièces et générer des défauts dans le revêtement. En pratique, une vitesse de l'ordre de 2 à 3 m/min est un bon compromis pour éviter les défauts décrits ci-dessus et assurer un bon remplissage des corps creux, cela dépendant de la taille des pièces.

Lors de l'immersion, les pièces seront agitées pour permettre au bain de zinc de bien entrer en contact avec toutes les parties à galvaniser et favoriser le décrochage des cendres éventuellement entraînées lors de l'immersion. La durée d'immersion varie, en général, entre 4 et 15 min. Elle va dépendre de trois points principaux [72] :

- ❖ La masse et l'épaisseur des pièces : Leur mise en température se fait par transfert d'énergie à partir du bain de zinc liquide ;
- ❖ La position des pièces sur les balancelles : Les systèmes de manutention font que les dernières pièces entrées dans le bain sont les premières sorties. Les pièces situées en haut resteront moins longtemps dans le bain de zinc que celles situées dans le bas ;
- ❖ La taille des pièces : Celle-ci a une grande importance, surtout dans le cas de la galvanisation de pièces de charpentes. La grande taille des pièces combinée à une faible vitesse de sortie pour assurer l'écoulement du zinc peut conduire à des écarts de durée d'immersion de l'ordre d'une dizaine de minutes entre les extrémités.

II.4.6. Influence de la vitesse d'immersion des pièces

La vitesse d'émersion a une influence sur l'épaisseur finale du revêtement obtenu. Elle conditionne essentiellement l'épaisseur de la couche de zinc pur (η) liée à l'écoulement du zinc et à la vitesse de solidification (fig I.12) [73].

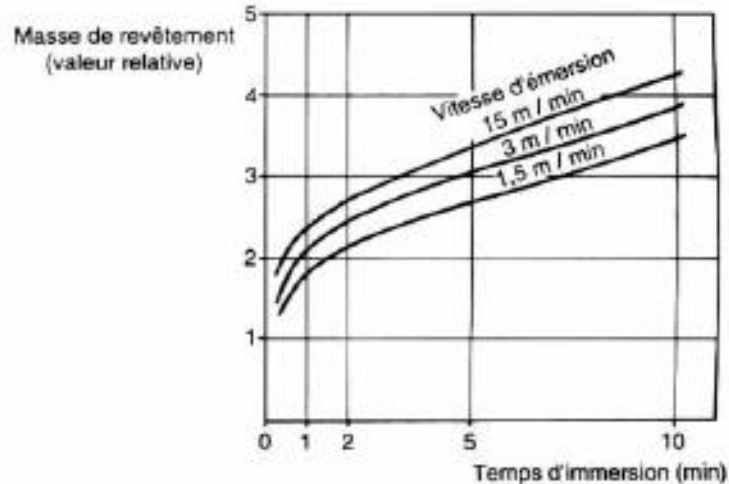


Figure I.12 : Influence de vitesse d'immersion sur la masse de revêtement déposée [73].

En pratique, les vitesses sont de l'ordre de 0,5 à 2 m/min, compromis entre productivité, durée d'immersion et qualité de surface (coulures, gouttes) en ajustant l'inclinaison des pièces sur le montage en fonction de leur géométrie. Pour de petites pièces comme la boulonnerie, on pratique l'opération de centrifugation qui permet d'éliminer le zinc en excès des parties filetées. Pour cela, le zinc ne doit pas être solidifié et donc le temps entre émergence et centrifugation doit être le plus court possible : la vitesse de rotation des paniers perforés où sont les pièces peut atteindre 700 tr/min. L'émergence peut être assortie d'un vibrage qui contribue [74] :

- A un détachement des sels brûlés ou des oxydes qui retombent dans le bain de zinc ;
- A un meilleur égouttage à l'émergence, régularisant le dépôt ;
- A éviter des collages de pièces entre elles. Ce vibrage peut être réalisé par un moyen mécanique, électrique ou pneumatique.

II.4.7. Action du refroidissement

Le refroidissement en galvanisation à chaud a des effets visibles sur l'aspect de la galvanisation, et invisibles sur la teneur en fer du zinc déposé.

a) Effet de la teneur en fer

Lorsqu'une pièce sort du bain de galvanisation, et jusqu'à son refroidissement aux environs de 300°C, le fer continue à diffuser pour former les alliages δ et ζ . Lorsqu'une pièce a un volant thermique élevé, et donc un refroidissement lent, la couche d'alliage, si la température de galvanisation a été assez élevée et la durée d'immersion suffisante, peut arriver à la surface du

revêtement et constitue ce qu'on appelle des taches de chaleur ; ce sont des taches grises apparaissant souvent d'une façon irrégulière sur la surface du zinc. Ici, l'effet d'un refroidissement lent est visible, Dans cet effet nous rejoignons, en ce qui concerne l'aspect, l'effet d'une température élevée (470 C° environ) pendant la galvanisation. Cette diffusion doit, dans plusieurs cas, être arrêtée, ce qui est possible par immersion dans l'eau froide, ou mieux, dans l'eau froide additionnée d'un peu d'huile soluble. Les couches d'alliages trop épaisses ayant pour conséquences la fragilité du revêtement au choc (dans le cas de structures comme la pylônerie) et l'inaptitude à l'emboutissage (dans le cas de la totale). On voit l'intérêt d'un refroidissement rapide empêchant la diffusion du fer [66].

b) Effet de l'aspect

Lorsqu'une surface galvanisée refroidit lentement, son aspect varie, outre les grisés, conséquence de la diffusion du fer avec la teneur en impuretés du zinc de galvanisation. Les fleurs de grandes dimensions sont des cristaux d'eutectique ; ces fleurs sont dues à la présence d'étain dans le zinc. A la solidification les cristaux de zinc se séparent, le liquide restant s'enrichit en étain, et lorsque la température est tombée suffisamment, le zinc restant se sépare avec l'étain sous forme d'eutectique étain-zinc. La dimension de ces fleurs dépend du temps de cristallisation, plus le refroidissement est lent, plus les fleurs seront grandes, la vitesse de cristallisation de zinc étant de 100 mm/min. La présence de plomb favorise la croissance des fleurs, il y a aussi les fleurs de cadmium, de petite dimension [64].

II.4.8. Influence la composition du bain

Les éléments présents dans le bain de zinc ont une grande influence sur l'aspect de surface des produits galvanisés obtenus. Parmi ces éléments [66] :

a) Le plomb

Le plomb est une addition qui modifie l'aspect extérieur du revêtement. Il est ajouté intentionnellement au bain de zinc. Il permet à la couche de se solidifier sous forme de grands cristaux à fleurs. Ces dernières sont des cristaux d'eutectiques se formant lors du refroidissement à 318 C°. L'étain favorise également le fleurage, augmente la fluidité du bain et améliore le brillant du revêtement. Si sa teneur dépasse 1%, il neutralise l'effet de l'aluminium. Il influe sur la cristallisation de la phase externe. Il forme un eutectique avec le zinc qui provoque durant la solidification [67].

b) L'aluminium :

Le rôle de l'aluminium est multiple, entre autres on cite [73] :

- au niveau du creuset : les mattes Fe-Zn qui s'accumulent au fond se transforment en mattes flottantes avec incorporation d'aluminium.
- sur la structure du revêtement : la formation des alliages inter-faciaux Fe-Zn est inhibée, on a seulement une très fine couche d'alliage Fe-Al ; les alliages Fe-Zn étant très fragiles, on améliore ainsi la ductilité et l'adhérence du revêtement sur l'acier ; si la réactivité est forte, des alliages Fe-Zn peuvent se former localement.
- il agit aussi comme un désoxydant énergique en réduisant, lors de la pénétration de la bande dans le bain, les oxydes superficiels formés lors du recuit [74]. De façon générale, l'aluminium a une action très significative sur la ductilité du revêtement, l'adhérence, le fleurage, la brillance, la rugosité, la susceptibilité à la rouille blanche.

c) Le fer

Il est apporté par la bande. Sa quantité dépend de la réaction fer-zinc, donc de l'état de la bande lors de son entrée dans le bain.

Parti III : État de l'art

Dans cette partie de ce chapitre, on propose un bref exposé des principaux travaux qui ont retenu notre attention.

III.1. Caractérisation métallurgique

Saher Shawki et al (2003) ont étudié l'effet de la teneur en aluminium sur la structure du revêtement et formation de scories dans le procédé de galvanisation à chaud. Un trempage à chaud de l'acier dans des bains d'aluminium-zinc de composition variable (5–90% Al) a été entrepris dans le but d'élucider le mécanisme de formation de revêtement. Sur la base de ces expériences, il a été possible de définir une plage de teneur en aluminium sur laquelle il existe un changement par rapport à une valeur normale. Alternativement, la structure et les propriétés du revêtement ont été nettement affectées par la teneur en aluminium du bain de trempage. La cinétique de tels revêtements acquiert le caractère de l'énergie d'activation. L'effet de divers niveaux de silicium en tant qu'inhibiteur du fer la dissolution lors du trempage à chaud à

différents pourcentages d'aluminium a été étudiée. Une formation de 55% en poids d'Al – Zn a été identifiée. On a également montré le trempage du pot sur la structure de revêtement [75].

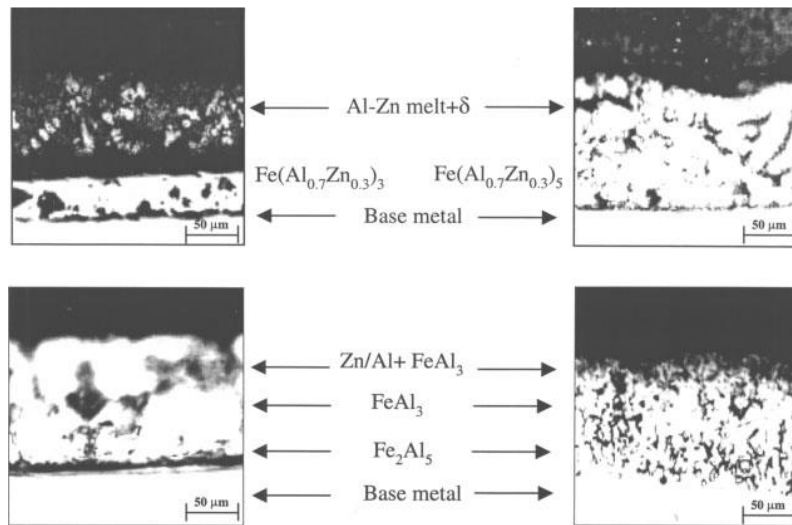


Figure I.13 : La microstructure des revêtements et de la couche alliée formée par trempage d'acier dans une masse fondue Al – Zn contenant 10–90 wt.% Al [75].

La microstructure des couches alliées formées en le trempage de l'acier avec de l'aluminium - Zn fond à 90% en poids d'Al (Fig I.13) montre deux couches alliées: une couche épaisse de Fe_2Al_5 adjacente à la surface du fer, suivie par une mince couche sombre de $FeAl_3$. La phase est apparue sous la forme de griffes dirigées à la base en acier. La microstructure des couches alliées fabriquées à partir d'acier trempé avec des masses fondues de 55% en poids d'Al semblable à celui de 90% en poids d'Al sauf que l'épaisseur de la couche est considérablement réduite 4 μm et apparaît comme grains allongés horizontalement parallèles à la surface de l'acier (Fig I.13). Les deux couches alliées sont bien connues pour le revêtement d'aluminium pur sur acier (aluminisation) [76].

LU Jin-tang et al (2007) ont étudié les paillettes sur une tôle d'acier galvanisée à chaud sur un compteur à rayons X (XRD) par la méthode de cristal. Les corrélations entre les orientations cristallographiques des paillettes et leurs morphologies ont été analysées. Les résultats montrent que la corrélation peut être classée en trois types:

$$\beta = 0^\circ ; 0^\circ < \beta < 90^\circ \text{ et } \beta = 90^\circ .$$

β : Modèle cristallographique d'une paillette unique dans la condition idéale a été établie sur la base des résultats expérimentaux [77].

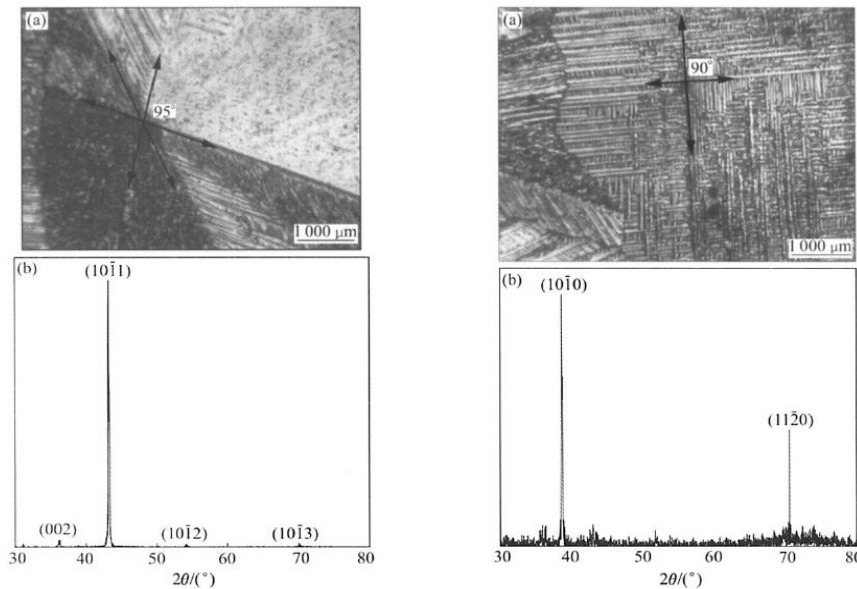


Figure I.14: Micrographie (a) et diagramme de diffraction des rayons X [77].

La Figure 14 (a) montre la micrographie d'un film incliné dendrite spangle, étiqueté avec 11. La spangle II affiche une surface terne et rugueuse sans remarquable structure dendrite sur la moitié gauche, tandis qu'un brillant et structure claire de la dendrite, même de la dendrite secondaires bras apparaissent clairement sur la moitié droite. Comparativement à la spangle I, la structure de dendrite de symétrie de 60 ° disparaît et les deux plus grands angles sont égaux à 95 °.

Le résultat XRD révèle que le pic de diffraction de (101̄) est beaucoup plus intense que les autres, comme le montre Figure I.14 (b) [76].

Monojit Dutta et al (2010) ont étudié la morphologie et propriétés des revêtements en alliage à chaud Zn – Mg et Zn – Mg – Al sur des tôles d'acier. Le Revêtement par immersion à chaud sur des échantillons de tôle d'acier à faible teneur en carbone par un alliage binaire de Zn – Mg à faible et forte teneur en magnésium et un ternaire L'alliage Zn – Mg – Al, ainsi que leur caractérisation et leur évaluation de propriétés ont été décrits dans cet article. Un bien un revêtement de qualité en ce qui concerne la qualité de surface, la structure du revêtement et les propriétés anti-corrosion a été obtenu à une température de bain inférieure à celle de la galvanisation conventionnelle. La microscopie électronique à balayage avec analyse EDS (énergie spectroscopie dispersive) et la de diffraction des rayons X ont révélé la présence de

mélanges de phases eutectiques dans ces revêtements. La formation de $MgZn_2$ a été observée à la surface supérieure et à travers la section transversale de revêtement fabriqué à partir de bain à haute teneur en magnésium. La dureté de la surface supérieure des couches de revêtement Zn – Mg et Zn – Mg – Al s'est avéré supérieur à la couche de revêtement de Zn en raison de la présence de $MgZn_2$ et d'autres intermétalliques.

Les échantillons enrobés dans un bain de Zn – Mg – Al montrent de meilleures propriétés de résistance à la corrosion que ceux enrobés de bains binaires de zinc et de Zn – Mg. La corrélation de ces propriétés améliorées avec la morphologie du revêtement a été discutée[77].

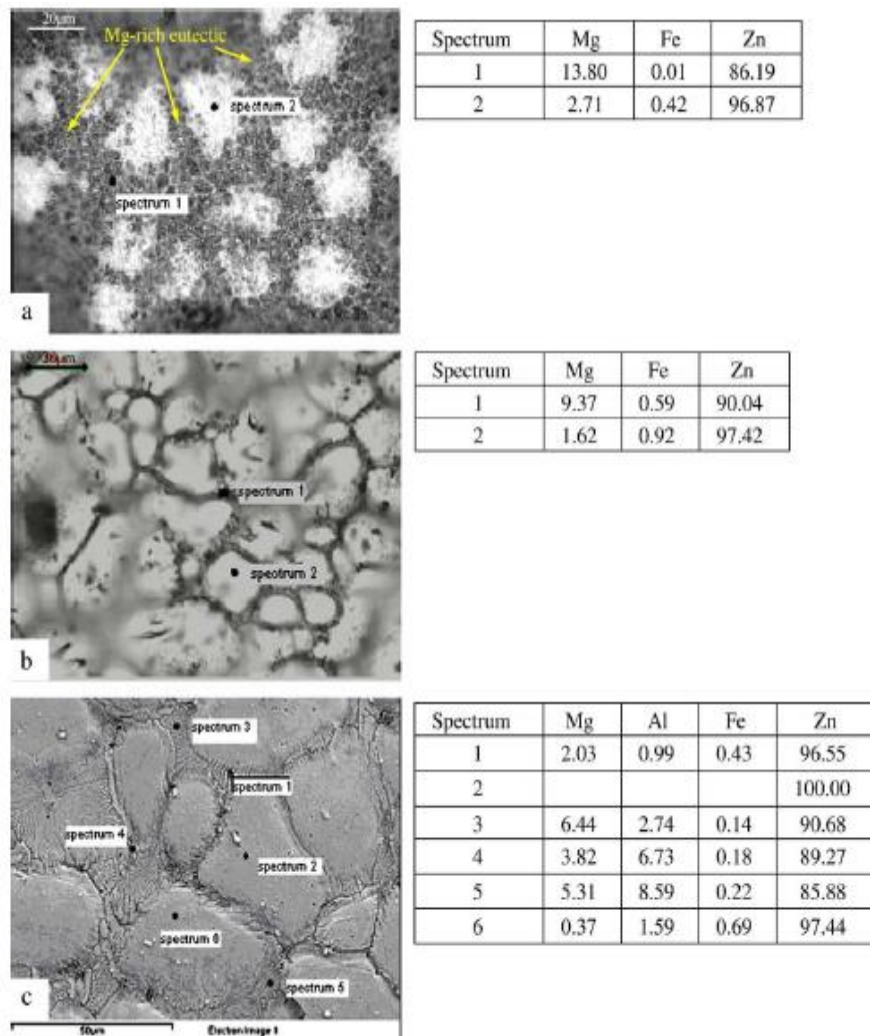


Figure I. 15 : Microstructure typique de la surface supérieure du revêtement et microanalyses EDS (composition en% en poids) à l'aide de SEM pour le revêtement (a) A, (b) B et (c) C[77].

La morphologie et la ségrégation des paillettes à l'antimoine, sur des revêtements en série galvanisés au trempé à chaud a été étudié par Shu Peng et al (2010). Les paillettes produites par le procédé de galvanisation par immersion à chaud ont une surface plus rugueuse et une plus grande ségrégation de surface élément d'alliage par rapport à ceux de la ligne de galvanisation à chaud en continu (CGL), en raison du taux de refroidissement du premier est beaucoup plus petit que celui du dernier. Par conséquent, les paillettes typiques sur un lot l'alliages Zn-0.05 Al-0.2Sb trempés à chaud ont été étudiés. La caractérisation chimique, morphologique et l'identification des phases sur les paillettes ont été examinées par microscopie électronique à balayage (SEM), imagerie en électronique rétrodiffusée (BSE), microscopie à force atomique (AFM), spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) et analyse par diffraction des rayons X (XRD). Les résultats ont montré que la surface de revêtement habituellement présentée trois types de paillettes : brillante, plumeuse et terne, dont la surface antimoine largement la ségrégation a été détectée. La nature du précipité sur la surface du revêtement a été identifiée comme étant $\text{-Sb}_3\text{Zn}_4$. Les particules précipitées de Sb_3Zn_4 sont réparties de façon aléatoire sur la surface brillante de la paillette, la ségrégation dendritique de l'antimoine est dispersés dans les espacements dendritiques des bras secondaires de la paillette plumeuse et sur toute la surface mate. La séparation dendritique de l'antimoine et de la précipitation du composé Sb_3Zn_4 est discutée par un modèle proposé [78].

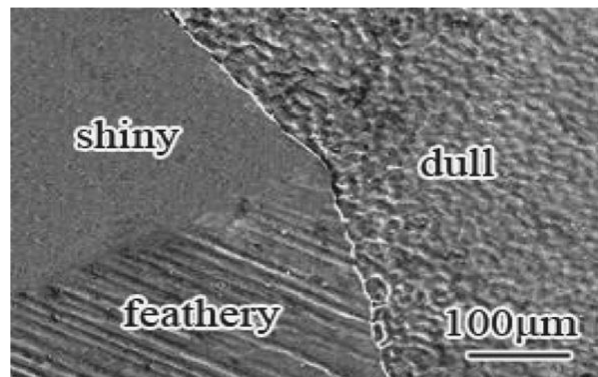


Figure I. 16 : Image MEB de l'intersection de trois types de paillettes [78].

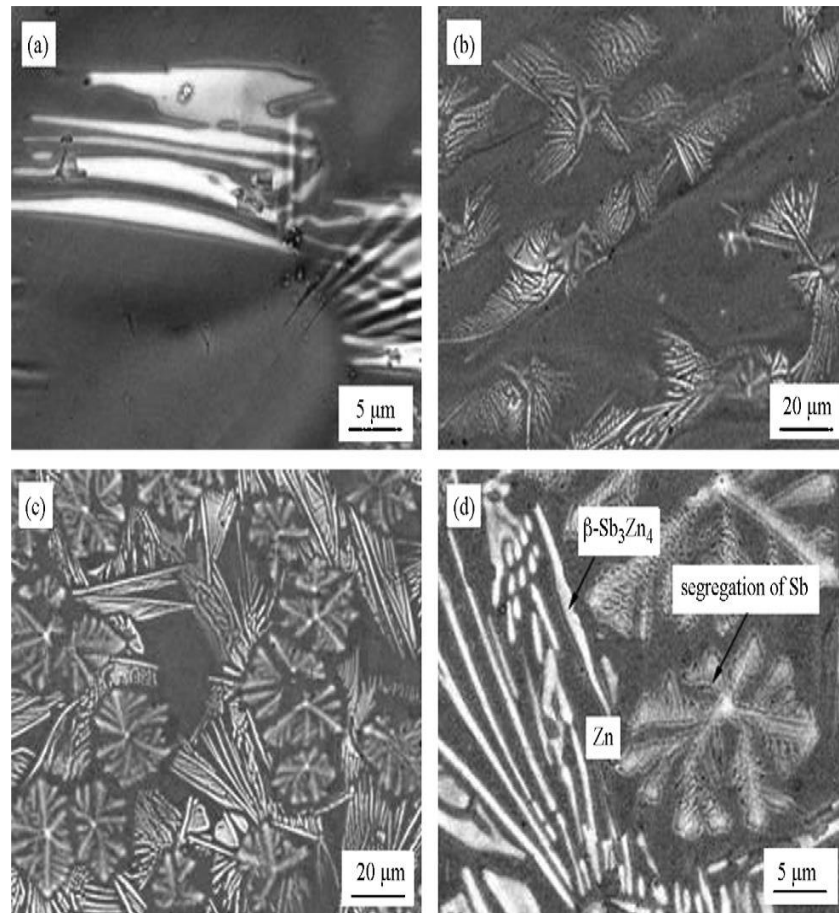


Figure I.17 : Images MEB de (a) brillantes (b) de plumes (c) de surface de paillage terne et (d) d'image grossissante de particules lamellaires β -Sb₃Zn₄ et de ségrégation dendritique de l'antimoine sur la surface de paillette terne [78].

Jalel Ben Nasr et al (2012) ont développé un nouveau procédé de galvanisation à chaud, qui a pour but de minimiser la consommation de zinc avec des ajouts d'argent. L'addition d'argent dans le bain de zinc en fusion dans l'immersion à chaud lors du procédé de galvanisation, affecte la morphologie et la microstructure des revêtements résultants sur la surface de l'acier donné. L'efficacité du revêtement obtenu était contrôlée par des paramètres physiques et chimiques :

- 1- température du bain
- 2- temps d'immersion
- 3 -vitesses de retrait
- 4 -ajouts d'argent.

Leur résultats ont montré qu'il existe une opportunité sérieuse d'optimisation le procédé de galvanisation à une épaisseur minimale en jouant sur les paramètres physiques et l'addition d'argent. Il a été constaté que la galvanisation de l'acier réactif avec de la fonte zinc et l'argent produisent des revêtements à quatre phases (γ , δ , ζ et η) est caractérisé par : une surface brillante et lisse avec de nombreuses surfaces visibles et paillettes de petite taille [79].

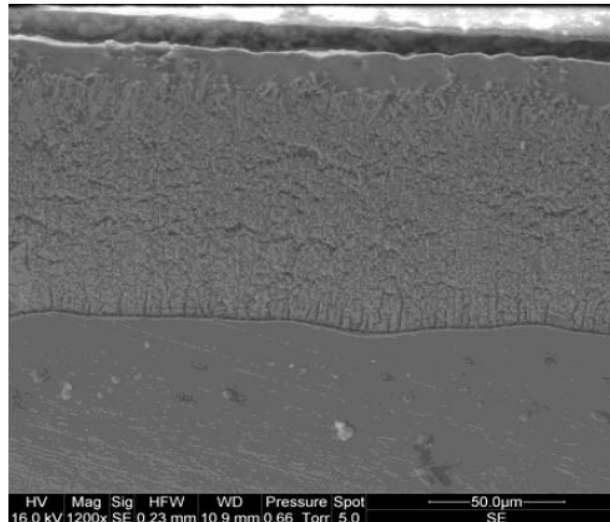


Figure I.18 : Micrographies MEB en acier galvanisé obtenu avec un bain de zinc contenant: 0,05% en poids Ag à $T = 450^{\circ} C$, $t = 3$ min et $v = 3,5$ m / min [79].

Marzena Nowicka-Nowak et al (2018) ont étudié l'influence de la morphologie des revêtements galvanisés à chaud sur l'adhérence des revêtements organiques en fonction de la teneur en Pb du bain de zinc et de la méthode de refroidissement post-galvanisation. Les revêtements galvanisés à chaud utilisés seuls ou avec un revêtement organique (système duplex) constituent une protection anticorrosion efficace. L'adhérence entre le revêtement et le substrat de zinc joue un rôle essentiel dans la durabilité du système duplex. Conditions du procédé de galvanisation et des additifs d'alliage incorporés dans le bain de zinc influencent les propriétés mécaniques et de protection ainsi que l'épaisseur, la structure et la morphologie de surface des revêtements de zinc. L'influence de la morphologie de surface des revêtements de zinc sur l'adhérence des revêtements organiques a été étudiée. Les essais ont été réalisés sur des revêtements de zinc produits dans des bains à Pb variable et en utilisant divers procédés de refroidissement après le processus de galvanisation. Il a été noté qu'un refroidissement rapide dans l'eau produit les

revêtements de zinc avec une structure à grain fin, plus appropriés pour l'application de peinture que ceux refroidis à l'air [80].

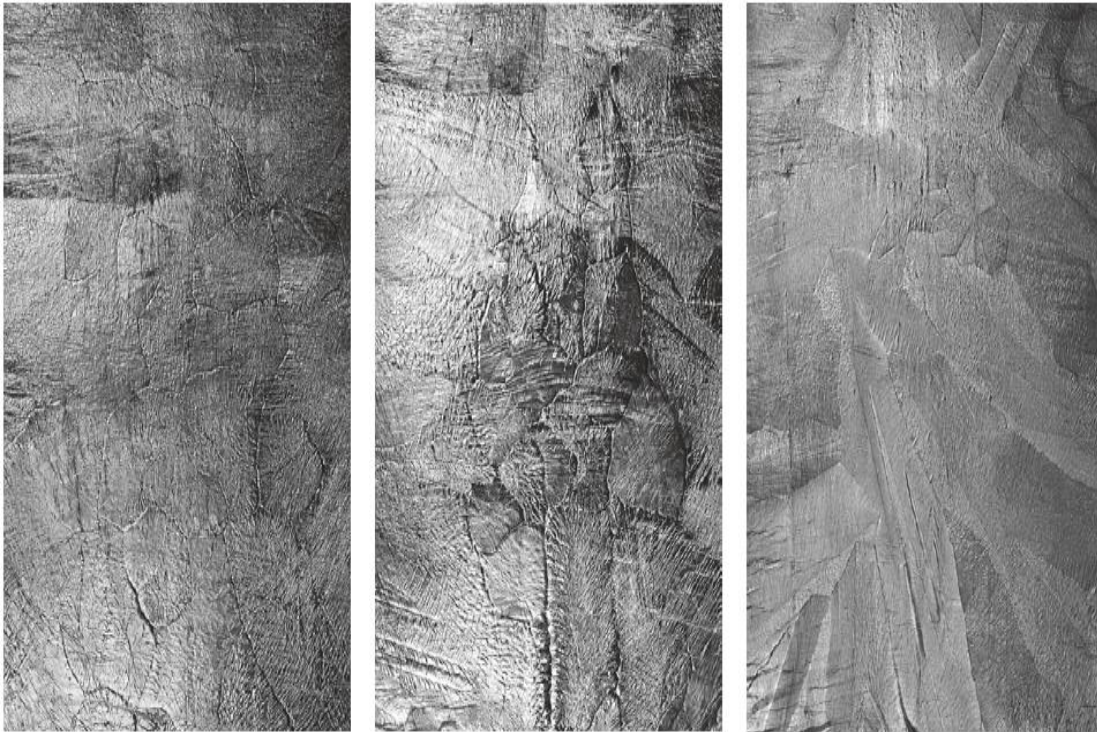


Figure I.19 : Aspect visuel des surfaces galvanisées par immersion à chaud et refroidies par air: a) Pb 1,2, b) Pb 0,8 et c) Pb 0,4 [80].

III.2. Caractérisation mécanique

T. ALPAS et al (2000) ont étudié l'effet de la microstructure sur les mécanismes de fracture dans les revêtements recollés par galvanisation en effectuant des tests de traction sur des billes tueuses d'acier à faible teneur en carbone, stabilisées par Ti, sans interstitiel ni aluminium. Des microstructures de revêtement par microscopie électronique à balayage. Des échantillons galvanisés utilisant un procédé industriel chaud, ont été effectués à 450, 500 et 550 C ° pendant plusieurs périodes entre 1 et 360 s dans un four à induction de laboratoire. Dans les revêtements à faible teneur en Fe (jusqu'à 5 g / m²). La croissance des fissures nucléées au cours de la phase a été arrêtée aux interfaces acier-revêtement où seulement une quantité limitée de décohésion a eu lieu. Une forte augmentation de la quantité de poudre a été observée dans les revêtements avec des teneurs en Fe comprises entre 6 et 9 g / m² [81].

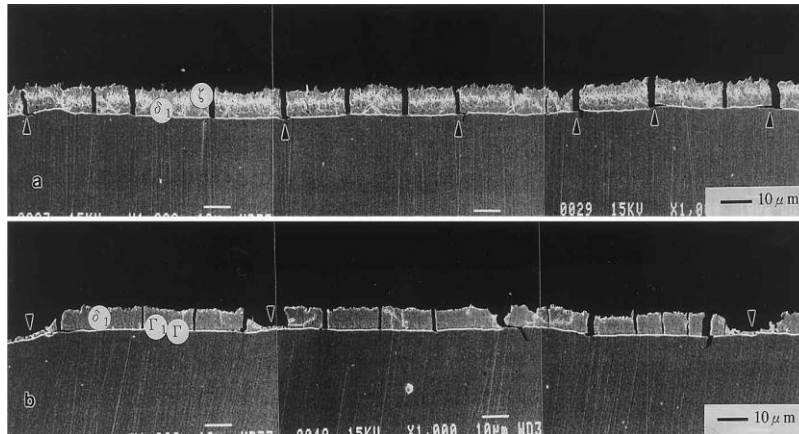


Figure I.20 : Vues en coupe de l'acier galvanisée après le test du cordon de traction [81].

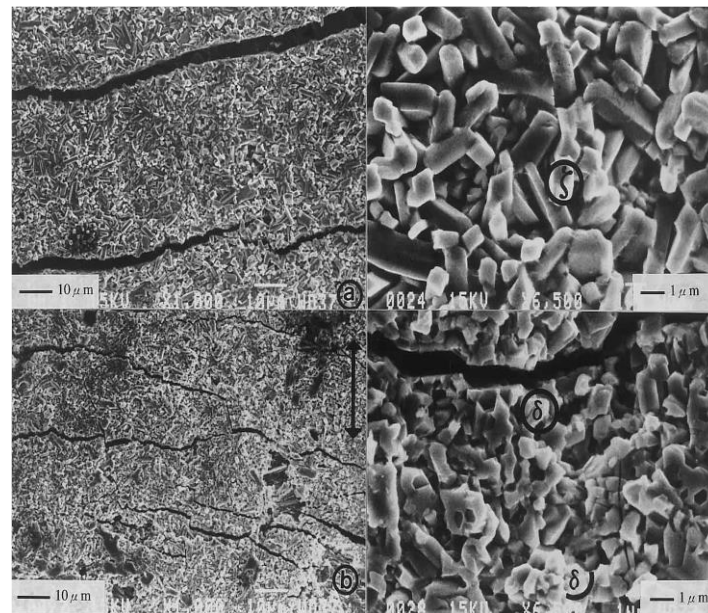


Figure I. 21 : Vues des surfaces supérieures des échantillons d'acier galvanisé [81].

a) la galvanisation pendant 12 s ; Teneur en Fe du revêtement : 3,5 g / m².

b) recuit au four pendant 20 s ; Teneur en Fe du revêtement : 6,5 g / m².

Cette étude montre les surfaces supérieures des revêtements. Dans les revêtements à faible teneur en Fe, les fissures présentent de grands déplacements d'ouverture et sont largement espacés (Fig I.21a). Ces fissures sont perpendiculaires à la direction du dessin et sont parallèles les uns aux autres.

La longueur moyenne des fissures varie entre 40 et 50 μm. Ça peut être vu que l'augmentation de la teneur en Fe du revêtement influence la morphologie de la fissure de deux manières (Fig

I.21b) parprovoquant une diminution de la distance moyenne entre les fissures et ii) en formant un réseau de fissures secondaires, consistant en des fissures plus fines qui s'étendent sur le premier ensemble de fissures [81].

N. Coni et al (2018) ont examiné les propriétés mécaniques de l'acier galvanisé à chaud. La tôle d'acier revêtue de zinc ou à 55% d'Al-Zn est largement utilisée dans la construction civile, principalement pour les applications de toiture et de revêtement. L'acier revêtu à 55% d'Al-Zn présente des propriétés mécaniques légèrement différentes de l'acier revêtu de zinc, même sous le même cycle thermique de traitement, en raison de la température plus élevée du métal en fusion et de la résistance accrue du revêtement à 55% d'Al-Zn. Les utilisateurs finaux peuvent utiliser la connaissance de ces différences pour évaluer si certains de ces produits ne conviennent à aucune application spécifique. Bien que ces deux produits revêtus soient largement utilisés dans la construction civile au Brésil, seule la littérature est disponible sur la différence entre les propriétés mécaniques de ces deux produits. Par des essais de traction sur des échantillons de qualité commerciale - tels qu'enduits et après enlèvement du revêtement - le but de ce papier est d'évaluer les propriétés mécaniques (résistance à la traction, limite d'élasticité, allongement total et coefficient de durcissement) et comment le revêtement influence les propriétés mécaniques du zinc et 55% Al-Zn revêtu acier. L'acier revêtu à 55% d'Al-Zn présentait un rendement et une résistance à la traction plus élevés et un coefficient d'allongement et de durcissement par rapport à l'acier revêtu de zinc et au revêtement ont montré une influence significative sur les propriétés mécaniques des deux produits [82].

K. Berchem et al (2007) ont évalué le comportement en fatigue aux cycles élevés d'un acier ferritique-perlitique. Le mode de test était un déplacement constant, une flexion plane entièrement inversée. Deux tests des matériaux ont été testés sans contrainte et prétendus de manière uniaxiale à 10%. La pré-tension améliore le comportement en fatigue de cycles élevés des deux aciers, probablement en raison de la trempe de la matrice. Certaines relations qui ont été mises en avant dans les tentatives de mathématiquement décrire la plage de fatigue en cycle élevé de la courbe S - N ont été comparées à des données expérimentales. La relation de Basquin s'est avérée être le meilleur accord [83].

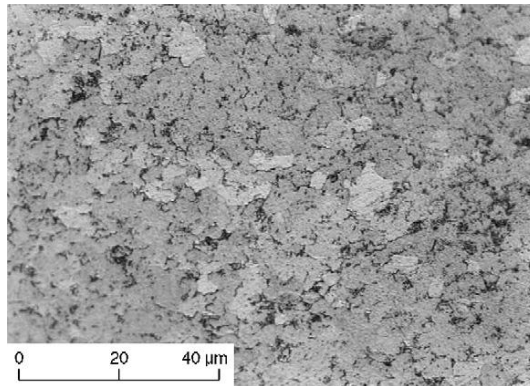


Figure I.22 : Microstructure de l'acier C – Mn [83].

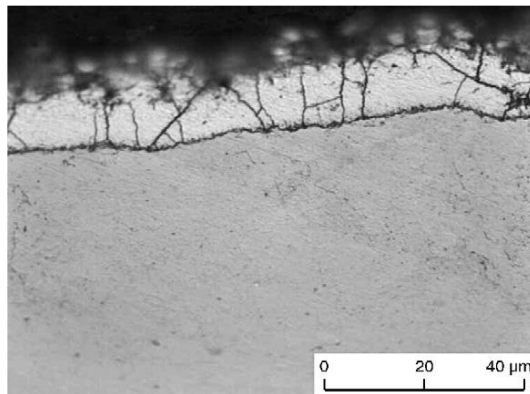


Figure I.23 : Section transversale du revêtement / substrat [83].

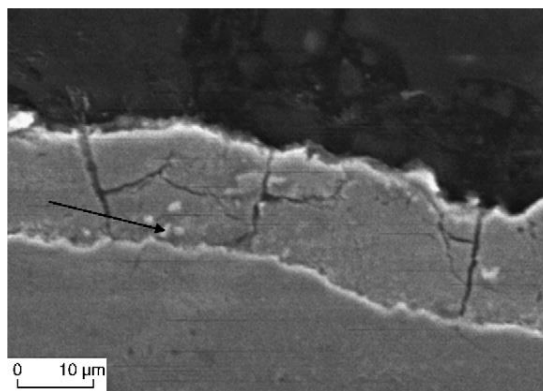


Figure I.24 : Coupe transversale du revêtement / substrat C – Mn (MEB) [83].

L'acier a une microstructure ferritique-perlitique, comme le montre la figure I. 25. Les deux aciers sont à grains très fins, dont la grosseur est comprise entre 3 et 6 μm et entre 2 et 4 μm , respectivement, ce qui est typique pour les laminées à froid microstructures. Dans les deux cas, il n'y avait pas de discernable différence entre les microstructures des aciers reçus et après 10% de pré-filtrage.

Les coupes transversales des revêtements de zinc sont illustrées aux figure I.23-I.24. Les photos au MEB ont été prises sur un Jeol JSM-T200. Les revêtements de zinc consistent d'une seule phase, identifiée par EDX en tant que η -Zn (zinc métallique). La résolution de l'analyseur EDX n'était pas suffisamment élevé pour identifier la petite quantité de phase secondaire visible sur la figure 6 (flèche) avec certitude, mais il s'agit probablement de la phase ζ (FeZn_{13}). Les revêtements de zinc sont traversés par de nombreuses fissures, dont le nombre est augmenté de 10% de pré-filtrage [83].

Te-Hua Fang al (2007) ont évalué Effets de la charge d'indentation, du temps de chargement par indentation et du comportement au fluage de films de ZnO de 2 à 3 μm d'épaisseur déposés sur un substrat en Si (1 0 0) ont été étudiés par nanoindentation. Les couches minces de ZnO ont été déposées sous différents pouvoirs de pulvérisation par un magnétron radiofréquence système de pulvérisation. Les propriétés cristallographiques et de surface des films ont été caractérisées par la diffraction des rayons X (XRD) et la force atomique microscopie (AFM). Les résultats ont montré que le module d'Young et la dureté des films augmentaient à mesure que le pouvoir de pulvérisation augmentait. Le dureté et le module d'Young ont légèrement diminué à mesure que le taux d'indentation et le temps de fluage augmentaient. Les meilleures propriétés mécaniques du film ZnO ont été trouvés à une puissance de pulvérisation de 225W[84].

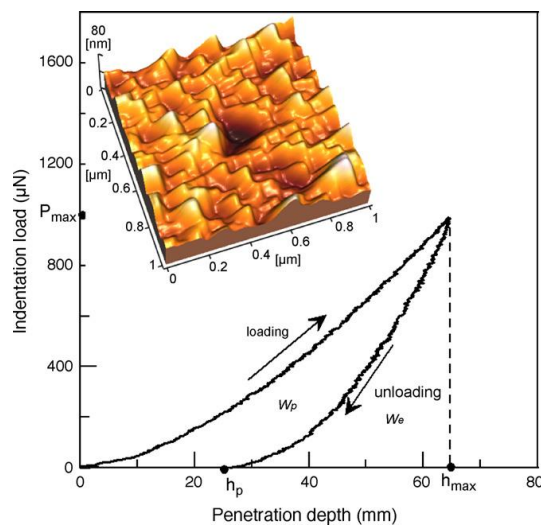


Figure I.25 : Courbe de chargement-déchargement par indentation et mince ZnO associé [84].

III.3. Caractérisation tribologique

L'objectif d'une étude réalisée par A.Ghiotti et al (2014) était d'étudier le comportement tribologique d'un revêtement à base de Zn en marquage à chaud direct, Dans l'estampage à chaud d'aciers à haute résistance, les conditions tribologiques sévères rendent la tôle enduire l'un des choix les plus critiques pour la réussite technique et économique du processus. Cet article présente la démarche et les résultats obtenus dans l'évaluation d'un revêtement à base de zinc appliqué au bore. Tôles d'acier dans les opérations d'estampage à chaud. Des expériences de simulation thermique et physique ont été réalisées pour évaluer les interactions chimiques entre le revêtement et la tôle et la performance tribologiques au cours du processus. Le revêtement s'est avéré surmonter la plupart des inconvénients du revêtement Al-Si actuellement utilisé[85].

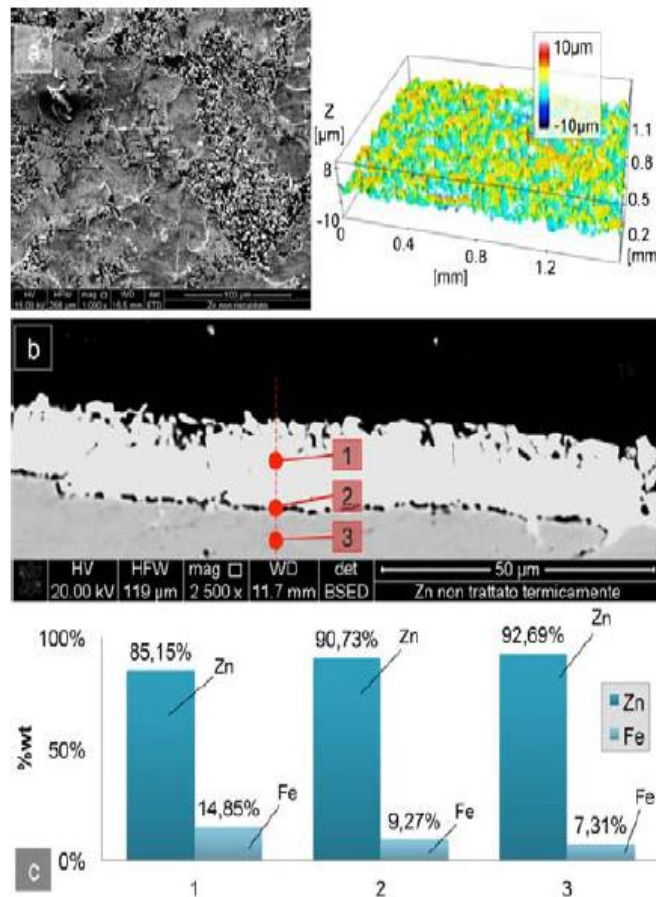


Figure I.26 : Revêtement de Zn à l'état de livraison : (a) MEB et (b) topographie de la surface, (c) analyse EDX chimique en coupe transversale.

Les feuilles étaient pourvues d'un revêtement de Zn déposé par un procédé de galvanisation à chaud afin d'empêcher l'oxydation pendant le chauffage au-dessus de la température d'austénitisation et la formation à température élevée. L'épaisseur du revêtement de Zn dans les conditions telles que livrées était de $11,84 (\pm 1,54) \mu\text{m}$.

L'image au microscope électronique à balayage (MEB) de la surface et de la section transversale du revêtement, composition chimique obtenue par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) et la topographie de surface mesurée à l'aide d'un profilomètre de surface 3D est présentée à la figure I.26. La topographie de la surface de revêtement est caractérisée par un grand plateau plat et des zones avec des petites aspérités plates qui déterminent une rugosité de surface moyenne R_a égale à $1,71 (\pm 0,09) \mu\text{m}$, le revêtement a une épaisseur assez uniforme, soit en moyenne $11,84 (\pm 1,54) \mu\text{m}$, comme on peut le voir dans Figure I.26(b): la photo montre la coupe transversale des feuilles telles que livrées, la zone 1 étant celle qui a été déposée, le revêtement de zinc, zone 2 l'interface entre l'acier massif et la couche de Zn, et la zone 3 l'acier substrat. Les teneurs moyennes en Fe et Zn en poids dans le revêtement sont respectivement de 10% et 90%, selon l'analyse MEB – EDX[85].

A. Ghiotti et al (2016) ont évalué les performances des nouveaux procédés de l'industrie automobile, ainsi que remédier à leurs nombreux inconvénients, tels que l'oxydation, l'usure des matrices, les fortes contraintes thermiques et mécaniques. Cycles nouveaux matériaux de matrices sont en cours de développement pour obtenir des cycles de chauffage et de refroidissement plus courts ainsi que amélioration de la résistance et de la durée de vie.

Cette partie étudie le comportement tribologique de deux nuances d'acier à conductivité thermique, en appliquant des charges cycliques thermomécaniques dans la plage de température de 600 à 800 ° C. Les résultats montrent que une microstructure matérielle caractérisée par des agglomérés de Mo permet de meilleures performances que le cas d'éléments plus fins en Mo répartis de manière homogène dans la matrice métallique, avec un frottement réduit et l'usure par abrasion est plus pertinente aux températures d'essai les plus basses[86].

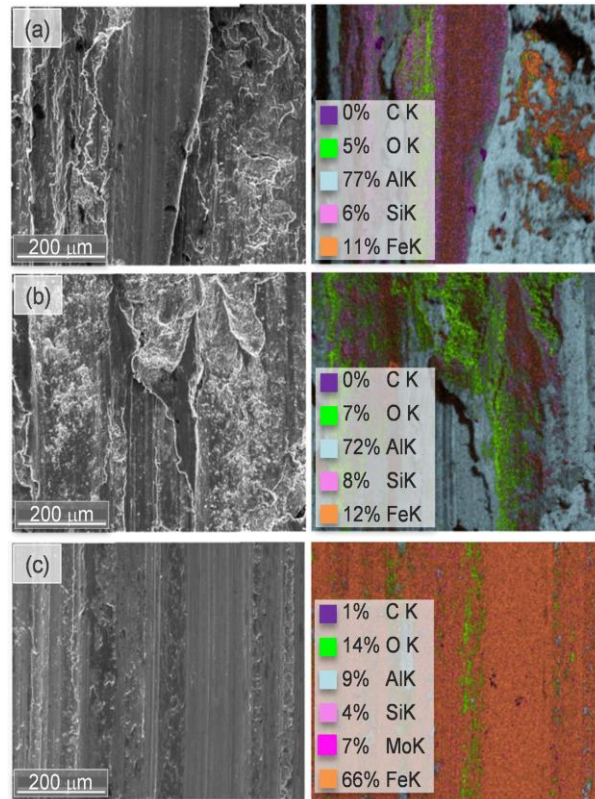


Figure I.27: Analyse MEB ; EDX de la surface à (a) 600° C, (b) à 700° C, (c) à 800° C.

V. Conclusion

Ce chapitre nous a donné un aperçu sur les procédés de galvanisation à chaud et sur les revêtements galvanisés Zn-Fe. Il est constitué de deux parties : La première est consacrée aux dépôts et les propriétés de galvanisation; Dans la seconde partie, nous étudions la galvanisation en continu. Une vue générale sur les propriétés métallurgiques, les différentes couches de l'interface revêtement-substrat. Nous avons ensuite évoqué une brève synthèse bibliographique. La plupart d'entre eux portent sur la caractérisation métallurgique des aciers galvanisés, dans différentes conditions appliquées.

Compte tenu de cette synthèse bibliographique, notre étude est basée sur l'étude structurale, la caractérisation métallurgique, mécanique et tribologique, des aciers galvanisés dans le but d'étudier l'effet d'épaisseur de substrat .

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] L.Néel, «*Aciers galvanisés un traitement de surface pour l'anticorrosion,*»Techniques de l'Ingénieur, vol. COR380 V1, 2012.
- [2]V. Di Cocco, F. Lacoviello, S. Natali, «*Damaging micromechanisms in hot-dip galvanizing Zn based coatings,*» Theoretical and Applied Fracture Mechanics,vol. 70, pp 91-98, 2014.
- [3]A. Alvarez-Pampliega, T. Hauffman, M. Petrova, «*Corrosion study on Al-rich metal-coated steel by odd random phase multisine electrochemical impedance spectroscopy,*» Electrochimica Acta, vol. 124, pp 165–175, 2014.
- [4]A. C. Lacerda de Oliveira, P. R. Rios, «*A novel iron enrichment isothermal kinetic model proposal for galvanized coatings,*» Journal of Materials Research and Technology,vol. 2, pp 117–124, 2013.
- [5]Y.Berthier, C. Columbié, «*Corrosion et corrosion de contact,*»7 th Congrès Européen de Corrosion. Fédération Européenne de la Corrosion19-24 Nov., Nice, France 1985.
- [6]K. Holmberg,«*Tribological properties of metallic and ceramic coatings,*»,Handbook on Modern Tribology, Boca Raton, CRC Press, pp 827-870. 2000.
- [7]S.Nourouzi, «*Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants a l'usure abrasive,*» université de Limoges, thèse N 49 . Thèse de doctorat, Ecole doctorale sciences technologie-Santé, 2004.
- [8]A.Alpas, J. ,«*Effect of microstructure on fracture mechanisms in galvanized coatings,*» ISIJ International, Vol. 40, No. 2, pp172–181, 2000.
- [9]G. P .Lewis, J.Pedersen« *Optimizing the Nickel-Zinc process for hot dip galvanizing,*»Cominico Ltd,pp 51, 2001.
- [10]N. Le bozec« *réaction de réduction de l'oxygène sur les aciers inoxydables en eau de mer naturelle,*»thèse de doctorat, université de Bretagne occidentale 2000.
- [11]E. Bardal« *corrosion and protection,*» springer 2004.
- [12]B. Normad, b. Balland « *prévention et lutte contre la corrosion une approche scientifique et technique,*» presses polytechniques, 2004.
- [13]Norme Française NF « *A 35-503: Acier pour galvanisation par immersion à chaud,*» Juin 1984.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [14]M. Puech « *Galvanisations par immersion à chaud Traitement de surface par immersion en bain métallique fondu,*» Technique de la Métallurgie, Fiche M 1534, pp 1-12, 1985.
- [15]S. Schürz, G.H. Luckeneder, M. Fleischanderl, P. Mack«*Chemistry of corrosion products on Zn–Al–Mg alloy coated steel,*»*Corrosion Science*, vol. 52, pp 3271-3279, 2010.
- [16]A.Komatsu, H. Izutan, T.Tsujimura «*Corrosion resistance and protection mechanism of Hot-dip Zn-Al-Mg-alloy coated steel sheet under accelerated corrosion environment,*» *Tetsu-to-Hagane*,vol. 86, pp 534-541, 2000.
- [17]D. Persson , D.Thierry, N. LeBozec, T.Prosek, «*In situ infrared reflection spectroscopy studies of the initial atmospheric corrosion of Zn–Al–Mg coated steel,*» *Corrosion Science*,vol. 72, pp 54–63, 2013.
- [18]N. LeBozec, D. Thierry, M. Rohwerder «*Effect of carbon dioxide on the atmospheric corrosion of Zn–Mg–Al coated steel,*» *Corrosion Science*,vol. 74 , pp 379–386, 2013.
- [19]B.Li,A. Dong,G. Zhu,S. Chu,H. Qian,C. Hu,B.Sun,J.Wang«*Investigation of the corrosion behaviors of continuously hot-dip galvanizing Zn-Mg coating,*» *Surface & Coatings Technology*,vol. 206, pp 3989-3999, 2012.
- [20]T. Prosek, N. Larche, M. Vlot, F. Goodwin, D. Thierry , «*Corrosion performance of Zn–Al–Mg coatings in open and confined zones in conditions simulating automotive applications,*» *Materials and Corrosion*,vol. 61, pp 412-420, 2010.
- [21]P.J Gellings « *Mechanisms of the reaction between iron and liquid zinc,*»*Proceedings Seminar on Galvanizing Silicon containing Steels*, Liège, Belgium, pp 69- 85,1995.
- [22]D .Landolt «*corrosion et chimie de surface des métaux,*»*presses polytechniques et universitaires romandes*, 1995.
- [23]H. Guttman, P. Niessen «*Galvanizing of Silicon steels in aluminium containing,*» bath-proceedings CRM-ILZRO Symposium-Liege 1995.
- [24]O. Kubaschewski « *Iron Based Binary Diagrams,*» Springer Verlag, Ed, Berlin,1992.
- [25]G.J. Harvey «*Sorne Kinetic features of Galvanizing,*» *Journal Australia Inst Metals*, No 7, pp 17-26, 1992.
- [26]J. Mackowiak and N.R. Short « *Metallurgy of galvanized coatings,*» *International Metals Reviews*, No 1, pp 1-19, 1999,.
- [27]M. Rebouln « *Corrosion des alliages d'aluminium,*» *Rapport technique, techniques de l'ingénieur*, cor 325, 2005.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [28] E.A. Sacco, N.B. Alvarez, J.D. Culcasi, C.I. Elsner, A.R. Di Sarli, «*Effect of the plastic deformation on the electrochemical behavior of metal coated steel sheets,*» *Surface and Coatings Technology*, vol. 168, pp 115–122, 2003.
- [29] S.T. Vagge, V.S. Raja, «*Effect of deformation on the electrochemical behavior of hot-dip galvanized steel sheets,*» *Applied Surface Science*, vol. 253, pp 8415–8421, 2007.
- [30] G. Reumont «*Etude Thermodynamique et structurale du système Fe-Ni-Zn. Application à la formation des mattes en galvanisation,*» Thèse, USTL-1, 1990.
- [31] D. Landolt «*traité des matériaux corrosion et chimie de surfaces des métaux,*» presses polytechniques et universitaires romandes, vol.12, 1997.
- [32] S. Iardjani «*courtement à la corrosion des revêtements de nickel déposés par voie électrochimique,*» mémoire de magister, université de biskra.2013.
- [33] X. Zhang, T. N. Vu, P. Volovitch, C. Leygraf, K. Ogle «*The initial release of zinc and aluminum from non-treated Galvalume and the formation of corrosion products in chloride containing media,*» *Applied Surface Science*, vol. 258, pp 4351–4359, 2012.
- [34] C. Leygraf, I. O. Wallinder, J. Tidblad, T. Graedel «*Atmospheric Corrosion*, » New York John Wiley & Sons, pp 211-212, 2016.
- [35] X. Zhang, C. Leygraf, I. O. Wallinder, «*Atmospheric corrosion of Galfan coatings on steel in chloride-rich environments,*» *Corrosion Science*, vol. 73, pp 62-71, 2013.
- [36] Z. Panossian, L. Mariaca, M. Morcillo, S. Flores, F. Corvoh, «*Steel cathodic protection afforded by zinc, aluminium and zinc/aluminium alloy coatings in the atmosphere,*» *Surface and Coatings Technology*, vol. 190, pp 244-248, 2005.
- [37] J. Pelerin «*Contribution à l'étude de la réaction Fe-Zn dans le cas de la galvanisation d'acier effervescents, semi calmés et calmés au Silicium dans des bains de Zinc avec et sans ajout d'Aluminium*, » Thèse, USTL 1 de Lille, 1993.
- [38] R. Shah, J.A. Dilewijns, R.D. Jones, «*The structure and deformation behavior of zinc rich coatings on steel sheet,*» *JMEPEG*, vol. 5, pp 601-608, 1996.
- [39] J. Cai, J. Li, Q. Chao, E. Pavlina, P. Hodgson, «*Grain size and texture study of controlled skin passed hot dip galvanized coating,*» *Advanced High Strength Steel and Press Hardening*, pp 256-260, 2015.
- [40] R. Parisot «*Microstructure, déformation et endommagement d'un revêtement de zinc sur tôle d'acier*, » l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Thèse 2001.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [41]R. Parisot, S. Forest, A. Pineau, F. Nguyen, X. Demonet, J.M.Mataigne, «*Deformation and damage mechanisms of zinc coatings on Hot-Dip Galvanized steel sheets: Part I. Deformation modes,*» Metallurgical And Materials Transactions A, vol. 35, pp 797-811, 2004.
- [42] H. Brahim ladouani «*inhibition de la corrosion du cuivre en milieu acide par les dérivés de dithioacétal de cétène,* »mémoire de magister, l'université mentouri de constantine, 2011.
- [43]J.l.crolet «*interface et surface en métallurgie,* »Tech. Publications, aedermansdorf- suisse, pp 455-466 ,1975.
- [44]T. Prosek, N. LeBozec, D. Thierry, «*Application of automated corrosion sensors for monitoring the rate of corrosion during accelerated corrosion test,*» Materials and Corrosion, vol. 65, pp 448-456, 2014.
- [45]T. Prosek, D.Thierry, C. Taxen, J. Maixner, «*Effect of cations on corrosion of zinc and carbon steel covered with chloride deposits under atmospheric conditions,*» Corrosion Science, vol. 48, pp 2676-2693, 2007.
- [46]J. Duchoslav, R. Steinberger, M. Arndt, T. Keppert «*Evolution of the surface chemistry of hot dip galvanized Zn–Mg– Al and Zn coatings on steel during short term exposure to sodium chloride containing environments,*» Corrosion Science , vol. 91, pp 311-320, 2015.
- [47]M. S. Azevedo, C. Allély, K. Oglea «*Corrosion mechanisms of Zn(Mg, Al) coated steel in accelerated tests and natural exposure: 1. The role of electrolyte composition in the nature of corrosion products and relative corrosion rate,*» Corrosion Science, vol. 90, pp 472-481, 2015.
- [48]P. Volovitch, T.N. Vu, C. Allély, A. Abdel Aal, K. Ogle«*Understanding corrosion via corrosion products characterization: II. Role of alloying elements in improving the corrosion resistance of Zn–Al–Mg coatings on steel,*» Corrosion Science,vol. 53, pp 2437-2445, 2011.
- [49]T. Prosek, J. Hagström, D. Persson, N. Fuertes «*Effect of the microstructure of Zn-Al and Zn-Al-Mg model alloys on corrosion stability,*» Corrosion Science,vol. 110, pp 71-81, 2016.
- [50] S. Jiang, C. Yue, Q. Zhang«*Coating structure and corrosion resistance behavior of Hot Dip Zn-Al-Mg-Si alloy coating steel sheet,*» Advanced Materials Research, , pp 601-608, 2013.
- [51]GalvInfo «*55 % Aluminum-zinc alloy-coated steel sheet,*»Materials and Corrosion, vol. 65, pp 254-256, 2011.
- [52]M. Bretez «*Rôle du Silicium et de l'Aluminium dans la réaction Fe-Zn application à la galvanisation des aciers ,*»Thèse, USTL 1 de Lille, 1986.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [53]D. Horstmann« *The effect of the Silicon content of iron and steel on the Hot-Dip Galvanizing Process*, » Intergalva, Madrid 4, pp 19-26,1996.
- [54]M. Dutta, A. K. Halder«*Morphology and properties of hot dip Zn-Mg and Zn-Mg-Al alloy coatings on steel sheet*,» Surface and Coatings Technology, vol. 205, pp 2578-2584, 2010.
- [55]M. S. Azevedo, «*Mécanismes de corrosion de l'acier revêtu d'alliage à base de ZnMgAl en tests accélérés et en environnement naturel*,»Chimie Physique de Paris,Thèse 2014.
- [56]S. Schuerz, M. Fleischanderl, G.H. Luckeneder, K. Preis, T. Haunschmied, G. Mori, A.C. Kneissl, «*Corrosion protection of Zn-Al-Mg coated steel with and without plastic deformation in chloride containing environment*,» Journal of the institute of corrosion, vol. 99, pp 9, 2011.
- [57]d. Landolt« *Corrosion et chimie de surfaces des métaux* ,presses polytechniques et universitaires romandes, »Surface and Coatings Technology, pp165-205, 1993.
- [58]M. Fontana and n. Green « *corrosion engineering*, » mc.graw-hill 1978.
- [59] H. Guttman et P. Niessen « *Reactivity of Silicon steels in hot-dip galvanizing* » Metallurgical And Materials Transactions A, vol.16, pp 253-256, 2000
- [60]Canadian Metallurgical Quartely, Vol11, No 4, pp 609- 615, 1992.
- [61]J. Pelerin, D. Coutsouradis, J. Foct« *Etude par Microscope électronique de la galvanisation des aciers au Silicium* ,» Etudes ScientifiquesRevue de Métallurgie, Avril, 1985, pp 191-198.
- [62]C. Fiaud, c.lemaitre, n.pebere, h. Mazille « *corrosion et anticorrosion (pratique industrielle), mécanique et ingénierie des matériaux*, »pp 245-266, 2002.
- [63] Ing. Florina « *étude de l'efficacité d'inhibiteurs de corrosion utilisés dans les liquides de refroidissement*, »thèse de doctorat en cotutelle franco-roumaine, 2011.
- [64]D. Dalmas, S.Benmedakhene « *Caractérisation par émission acoustique de l'adhérence et de l'endommagement d'un revêtement*,» Chemistry 4, pp 345–350, 2001.
- [65]A. Magalha, I. Margarit « *Molybdate conversion coatings on zinc surfaces*, »Journal of Electroanalytical Chemistry, 2004.
- [66] A .Sylvain, G .Marcel G. Alain « *Revêtement et traitement de surface* ,» CNRS et L'INSA de Lyon 1998.
- [67] J .Naylor« *Club de traitement de surface*, » Manuel des traitements de surface 1987.
- [68]J.P. Crolet « *Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages*,»Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, vol pp 150, juin 1998.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [69] C.Cabrillac « *Approche économique de la corrosion,* » Actes du Colloque CEFRACOR le zinc et l'anticorrosion , publ. SIRPE, nov. 1990.
- [70] S. Sebakhy , D.J. Malik « *Effect of post hot dip galvanizing on automotive body structure,* »le livre de l'acier, chapitres 26, 49, 61.Liège (B) CRM, édition Lavoisier 1994.
- [71] P.Parniere « *Métallographie par les méthodes de diffraction,* »Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, vol 3 pp 100, 1993.
- [72] N. Dreullen « *Influence de l'aluminium dans la protection par le zinc de l'acier contre la corrosion atmosphérique,* » Matériaux et techniques, 1985.
- [73] G. Jackel ,E. Buhler etL. Meyer « *la formation et les propriétés des phases dans le système ternaire fer-zinc-carbone, dans l'intervalle de température 500-100 °C,* »Materials and Corrosion, vol. 65, pp. 54-56, 2001.
- [74] J. Gellings « *Synthesis and characterization of homogeneous intermetallic Fe-Zn compound. Atlas Métallographique du zinc et des alliages de zinc,* » Centre de Recherches Métallurgiques de Liège (B) CRM,1980.
- [75] S. Shawki , Z. Abdel Hamid «*Effect of aluminium content on the coating structure and dross formation in the hot-dip galvanizing process,*»Journal of surface and interface Vol35, pp 943-947, 2003.
- [76] LU Jin-tang C «*Crystallographic research of spangle on hot dip galvanized steel sheets,*»Transactions of Nonferrous Metals Society of China Vol 17, pp 351-356, 2007.
- [77] Monojit Dutta «*Morphology and properties of hot dip Zn-Mg and Zn-Mg-Al alloy coatings on steel sheet,* » Surface & Coatings Technology vol 205 pp 2578–2584,2010.
- [78] Shu Peng«*Morphology and antimony segregation of spangles on batch hot-dip galvanized coatings,*» Applied Surface Science vol 256 pp 5015–5020, 2010.
- [79] J Ben Nasr,«*Optimisation of a hot-dip galvanising process: minimising zinc consumption with silver additions,*»Int. J. Surface Science and Engineering, Vol 6,pp 3, 2012.
- [80] M.Nowicka-Nowak«*Influence of Hot-Dip Galvanised Coating Morphology on the Adhesion of Organic Coatings Depending on the Zinc Bath Pb Content and the Postgalvanising Cooling Method,*» International Journal of Corrosion, Article ID 2102086, 8 pages,2018.
- [81] T. ALPAS and J. INAGAKI«*Effect of Microstructure on Fracture Mechanisms in Galvannealed Coatings,*»Journal of the institute of corrosion, vol. 105, pp 85-96, 2000.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[82]N. Coni«*Study of the Mechanical Properties of the Hot Dip Galvanized Steel and Galvalume,*»Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering vol 4 pp31-38, 2018.

[83]K. Berchem« *The influence of pre-straining on the high-cycle fatigue performance of two hot-dip galvanised car body steels ,*»2007 Materials Characterization vol .58 pp593–602, 2007.

[84]Te-Hua Fang « *Nanoindentation characterization of ZnO thin films,*»Materials Science and Engineering vol 452–453 (2007) pp 715–720, 2007.

[85]A.Ghiotti «*Tribological performances of a Zn-based coating in direct hot stamping,*»Tribology International vol 14 pp 00185-196,2014.

[86] A.Ghiotti«*Tribological behavior of high thermal conductivity steels for hot stamping tools,*»TribologyInternational vol 97 pp 412–422,2016.

Chapitre 2

Matériaux et techniques expérimentales

I. TECHNIQUE DE CARACTERISATION

Le contexte de l'étude a été présenté dans la première partie. Ce chapitre présente les méthodes expérimentales utilisées pour la caractérisation des matériaux étudiés. Plusieurs techniques ont été mises en œuvre pour la caractérisation métallurgique, tribologique et mécanique, telles que : microscope optique, microscope électronique à balayage, diffraction des rayons X, microscope à force atomique, traction, nanoindentation, scratch test, rugosimètre à deux et trois dimensions, et enfin tribomètre pour essais d'usure.

I. TECHNIQUE DE CARACTERISATION

I.1. Caractérisation métallurgique

I.1.1. Analyse chimique des matériaux étudiés

L'analyse spectrale a été effectuée à l'aide d'un spectromètre : Spectrolab (Fig II.1). L'appareil d'essai permet l'évaporation du matériau de l'échantillon via une décharge destructive, les atomes et les ions libérés sont excités et émettent de la lumière, celle-ci est dirigée dans le système optique et mesurée à l'aide de la technique PMT (Photomultiplicateur : modules des tubes électroniques photosensible), il convertit la lumière en charge électrique.

Connexion électrique	23V, 50/60 Hz
Plage de température	+ 10 à 30°C
Plage de l'humidité de l'aire	20 à 80 %
Pression d'alimentation de l'argon	20 bars
Pression d'entrée de l'argon	7,0 bars
Qualité de l'argon	99.998 % Argon

Tableau II.1 : Caractéristiques du spectromètre.



Figure II.1 : Spectromètre Spectrolab utilisé pour l'analyse chimique.

Nous avons utilisé l'acier A9, dont la teneur en silicium est de 0,03%, c'est un acier dit «hypo-Sandelin». La composition chimique a été obtenue au moyen de la méthode d'analyse spectrale. Le substrat destiné à la galvanisation a une structure à grain ferritique (Fig II.2).

éléments	C	Si	Mn	Al	P	S	Cu	Ni	Cr	Ti	Mo	Sn
%	0,07	0,03	0,35	0,082	0,006	0,0012	0,033	0,009	0,016	0,002	0,005	0,001

Tableau II.2 : Composition chimique du substrat en poids%

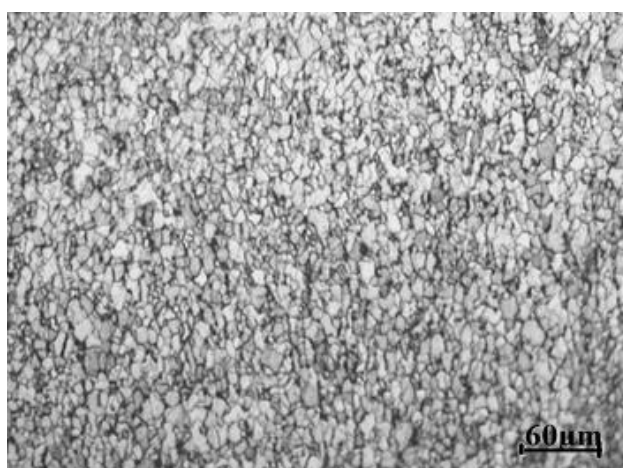


Figure II.2 : Microstructure du substrat en acier.

Après les opérations de préparation de la surface, la feuille d'acier est immergée dans un bain de zinc, à une température de 450°C. La composition chimique donnée par le tableau II.3.

I. TECHNIQUE DE CARACTERISATION

Element	Cu	Al	Pd	Cd	Fe	Sn	Cr	Zn
%	0.002	0.0565	0.19	0.03	0.062	0.05	0.57	98.75

Tableau II.3 : Composition chimique du substrat en poids%

L'immersion dans le bain est très courte, 10 secondes environ. Le passage rapide dans un four de recuit permet la distribution du fer dans le zinc et la formation de couches d'alliage fer-zinc en surface [1]. Une fois refroidi à la température ambiante, la feuille d'acier galvanisé subit un faible taux de réduction de laminage (skin-pass), ce qui améliore les propriétés mécaniques et l'aspect de surface [2].

I.1.2. Préparation des échantillons

La métallographie nécessite un polissage mécanique (Fig II.3) et une attaque chimique. Le polissage mécanique par abrasion s'effectue en deux étapes principales, dans des conditions métallographiques standard. La première étape consiste à polir grossièrement la surface sur des papiers (SiC) en rotation, à pouvoirs abrasifs décroissants et en présence d'eau. La seconde étape consiste à finir le polissage en appliquant la pièce sur des tapis de feutre en rotation, sur lesquels des pâtes diamantées de granulométrie décroissante (jusqu'à 0,1 μ m) ont été déposées. Après le polissage, les échantillons sont tous nettoyés par immersion dans un bain ultrasonique (eau distillée) afin d'éliminer les oxydes. Après, les échantillons sont attaqués chimiquement pour révéler la structure, notamment les joints de grains[3].



Figure II.3 : Polisseuse mécanique de type metkon forcipol 1V.

I.1.3. Mesure de l'épaisseur de la couche galvanisée

Le mesureur d'épaisseur de revêtement Elcometer 345 (Fig II.4) est une jauge polyvalente utilisée pour mesurer l'épaisseur de film sec. C'est un paramètre primordial dans l'industrie des revêtements. Une jauge de mesure d'épaisseur de revêtement fournit des informations essentielles et permet de prévoir la durée de vie d'un substrat, d'évaluer l'aptitude d'un produit à l'emploi ,

I. TECHNIQUE DE CARACTERISATION

d'améliorer son apparence et d'être en conformité avec une multitude de normes internationales[4].

Le principe du mesureur d'épaisseur est celui de l'induction magnétique et du courant parasite. Il peut être utilisé sur une surface de tous types de matériaux (métal, fer, alliages de métaux non ferreux, polymères).



Figure II.4 : Elcometer 345 utilisé pour le contrôle de l'épaisseur

I.1.4. Observation microscopique

Le microscope optique polarisant Nikon LV100(Fig II.5) est associé avec la caméra ccd Nikon DS-2Mv et le logiciel NIS Élément BS. Le microscope est équipé de 5 optiques 2,5x, 5x, 10x, 20x, 50x, 100x et de deux sources de lumière, à savoir une lumière blanche ou une lumière ultraviolette (associée à l'utilisation d'un pigment fluorescent).

Dans le cadre de nos activités, la microscopie optique est principalement utilisée pour deux objectifs:

- Visualiser la forme et la couleur de particules millimétriques à centimétriques
- Analyser la structure d'un acier pour obtenir notamment la porosité par des observations de surfaces (par analyse d'image) [5].

Le LV100 permet d'analyser des surfaces de quelques μm^2 sur une unique image, jusqu'à plusieurs cm^2 .



Figure II.5 : Microscope optique de type de Nikon LV100 (URASM Annaba)

I.1.5. Microscopie électronique à balayage (MEB)

a. Principe

La microscopie électronique à balayage (Fig II.6) permet de réaliser des observations morphologiques, de distinguer des détails de l'ordre du centième à nanomètre, grâce à la profondeur de champ. Les images qui résultent ont une qualité de définition tridimensionnelle. Sous l'impact du faisceau d'électrons, il y a rétrodiffusion d'électrons du faisceau incident, émission d'électrons secondaires de faible énergie, provenant de l'ionisation des atomes de l'échantillon, et émission d'électrons Auger et de rayons X caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon. Le détecteur du MEB récupère un mélange en proportion variable d'électrons secondaires et d'électrons rétrodiffusés, proportion dépendant de l'énergie primaire, de la distance échantillon-objectif, de l'angle d'incidence du faisceau primaire et du matériau observé. Les électrons secondaires permettent de distinguer les détails de la topographie de surface de l'échantillon. Les électrons rétrodiffusés permettent d'en observer le contraste chimique [6].

b. Appareillage

A la fin de chaque test, les échantillons sont enlevés avec précautions et les traces d'usure examinés avec un microscope électronique à balayage. L'analyse microscopique sert à examiner toute modification structurale en surface et la morphologie des débris d'usure générés par le frottement.

On a utilisé un microscope électronique *Hitachi S-520* (Fig II.6).



Figure II.6 : Microscope électronique à balayage MEB de marque HITACHI S-520 (CRAPC).

c. Analyse par spectroscopie des rayons X dispersive en énergie (EDS)

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

I.1.6. Analyse par diffraction des rayons X

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

La présence d'une phase nécessite l'identification d'au moins trois de ces pics caractéristiques, alors que sa prédominance est indiquée par ceux les plus intenses [7]. Les spectres de diffraction ont été réalisés au service d'analyse physico-chimique SAPC-UTC (université technologique de Compiègne) par un diffractomètre goniomètre Bruker AXS ayant les caractéristiques suivantes :

- Détecteur INTEL CPS 120 4096 canaux ;
- Une anticathode en Fe.

Les conditions habituelles sont :

- Générateur INTEL et Rigaku 2,5 Kw, un voltage de 40 KV et un courant $I = 20 \text{ mA}$.

I.1.7. Microscopie à Force Atomique (AFM)

La microscopie à force atomique sert à cartographier la surface d'une pièce à l'échelle nanométrique. Elle s'appuie sur les forces interatomiques pour caractériser une surface et même un nombre de propriétés physico-chimiques (électriques, magnétiques, mécaniques, ..etc) (Fig II.7). Son champ d'application est donc extrêmement vaste. La méthode est employée dans les

I. TECHNIQUE DE CARACTERISATION

laboratoires de recherche ou en milieu industriel pour visualiser des structures à l'échelle nanométrique, réaliser des cartographies tridimensionnelles, détecter les défauts de surface de tous types de matériaux (notamment dans les industries du semi-conducteur ou de l'optique), visualiser des domaines magnétiques, mesurer la dureté des matériaux par nanoindentation, et même déterminer les propriétés d'échantillons biologiques (mesure des constantes de force des molécules, observations de l'ADN, etc.). Son principe de fonctionnement est régi par l'interaction d'une sonde à l'extrémité du levier (raideur en flexion comprise entre 10^{-2} et 10^2 N/m,) avec l'échantillon étudié. Il en résulte une déflexion verticale et latérale du levier, laquelle est mesurée par le déplacement de la réflexion d'un faisceau laser sur une photodiode à quadrants. Une calibration préalable de l'ensemble permet de convertir ce signal différentiel en une information de force et de déviation du levier (Fig II.7) [8].

DIMENSION ICON

Vitesse de balayage : 1Hz

Résolution : X-Y : 0.2nm / Z : 0.02nm-2pN

Balayage X-Y : 90 μ m x 90 μ m

Amplitude en Z : 10 μ m

Modes AFM : mode tapping (intermittent), mode contact, Spectroscopie de Force, Force volume

Environnement : Air, Fluide

DIMENSION FASTSCAN

Vitesse de balayage : ≤ 100 Hz

Résolution : X-Y : 0.2nm / Z : 0.02nm-2pN

Balayage X-Y : 35 μ m x 35 μ m

Amplitude en Z : 3 μ m

Modes AFM : mode tapping (intermittent), mode contact, Spectroscopie de Force, Force volume

Environnement : Air, Fluide



(a)

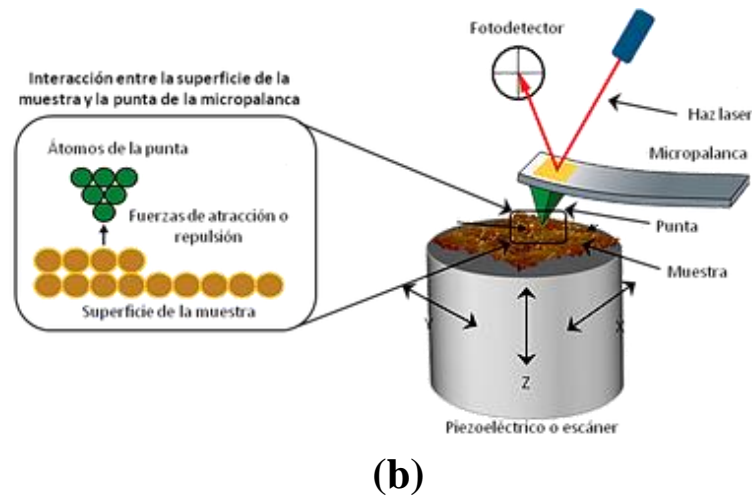


Figure II.7 : a) Microscope à Force Atomique, (b) Principe de fonctionnement (LOP, IOMP, Université 2 Sétif)

La microscopie à force atomique se décline sous trois modes principaux qui sont :

- le mode contact ;
- le mode contact intermittent ou mode Tapping ;
- le mode non contact.

Ces modes d'observation permettent de réaliser la cartographie locale des grandeurs physiques caractéristiques de l'objet étudié (force, capacité, intensité de rayonnement, courant...), mais également de travailler dans des environnements particuliers tels que les milieux sous vide, liquides ou ambiants.

En plus d'être un outil d'observation à de très faibles échelles, l'AFM répond actuellement à des problématiques de recherche couvrant plusieurs disciplines, permettant ainsi d'étudier des matériaux d'origines diverses (organiques, inorganiques, biologique). Grâce à la spectroscopie de force, on peut accéder simultanément aux propriétés nanomécaniques et physicochimiques de la surface telles que l'élasticité, l'adhésion et l'hydrophobicité, ainsi que les propriétés morphologiques et topologiques. On peut ainsi obtenir des images en 3D de structures biologiques, notamment les biomolécules, les films lipidiques, les protéines, les acides nucléiques, les cellules entières, les minéraux, etc... [8].

I.1.8. État de surface

La rugosité de surface est une caractéristique importante à étudier. En plus de son influence sur l'aspect visuel et brillant et sur la sensation au toucher de la surface, il existe une relation directe entre la rugosité. Les propriétés mécaniques et le comportement tribologique du matériau. En général, un profil d'état de surface peut être décomposé en écarts géométriques de 3 ordres : écart de forme, d'ondulation et de rugosité. L'état de surface est décrit suivant des paramètres attribués à chaque écart géométrique. Les paramètres P sont calculés sur le profil primaire, les paramètres R

I. TECHNIQUE DE CARACTERISATION

sont calculés sur le profil de rugosité et les paramètres W sont calculés sur le profil d'ondulation. Pour exprimer la rugosité, il est important d'étudier un profil *ISO3274* (FigII-8) prélevé au niveau de la surface à caractériser. Il existe une cinquantaine de paramètres de rugosité différents permettant de caractériser les états de surface, tous ne sont pas normalisés, d'autres comme R_z , R_y ou R_m ont disparu et d'autres sont normalisés (*ISO 4287, 12085, 13565*).

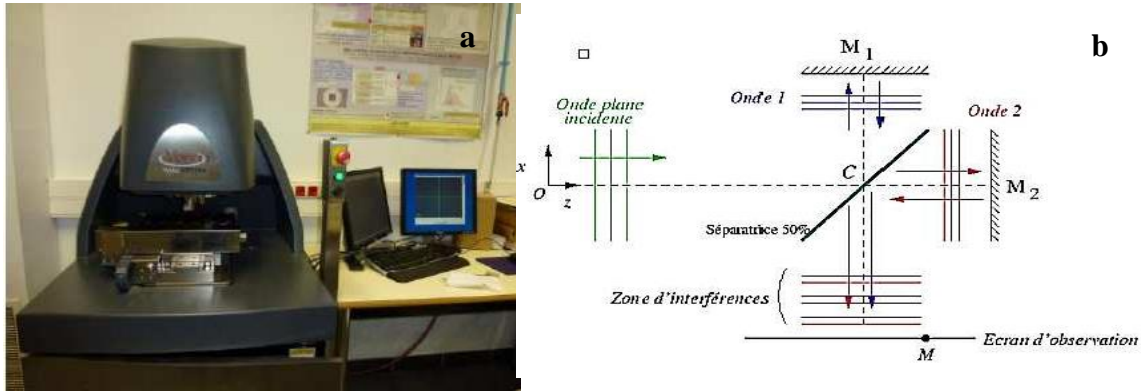


Figure II.8 : Profilomètre VeecoWyko NT9300 et le principe d'interféromètre

Les paramètres d'état de surface des pièces étudiées avant et après usure sont obtenus au moyen d'un profilomètre optique qui est un appareil permettant généralement de déterminer les paramètres de rugosité d'une surface donnée et d'établir sa cartographie en 2D et 3D. Il utilise l'interférométrie en lumière blanche comme principe de base pour réaliser des mesures à haute résolution de surfaces étudiées en 3D. L'objectif est composé d'un interféromètre de Michelson dont l'un des miroirs est la surface de l'échantillon. Le miroir représente le voisinage d'un point à la surface de l'échantillon réfléchissant la lumière. L'interféromètre est utilisé en coin d'air, c'est-à-dire que les miroirs ne sont pas parfaitement orthogonaux. Le caractère ondulatoire de la lumière est à l'origine d'interférences lumineuses, là où les ondes se superposent mais uniquement pour une distance très précise entre les deux miroirs. Les franges d'interférence sont observées sur la surface à analyser et correspondent alors à des points de même altitude. Lors de l'acquisition, l'objectif muni de l'interféromètre balaye une hauteur correspondant au relief de l'échantillon ; le système muni d'un détecteur de franges identifie les points situés à la même altitude.

Le profilomètre fournit alors une carte de profilométrie de la surface analysée où chaque point (x, y) est associé à une hauteur (z) . La figure II-9 représente un schéma des composants du Profilomètre optique *VEECOeco-Wyko q300 (MSMP, ENSAM- LILLE)*. L'analyse de rugosité, allant du nanomètre jusqu'au millimètre, se fait en utilisant deux modes de fonctionnement disponibles : le mode VSI (*Vertical Shift Interférences*) et le mode PSI (*Interférences Phase Shift*).

Le mode VSI, basé sur l'interférométrie à balayage de la lumière blanche en incidence verticale, est dédié à la mesure des topographies qui n'excèdent pas une hauteur d'1 mm Le mode PSI, basé sur le

I. TECHNIQUE DE CARACTERISATION

déphasage optique, est dédié à des mesures de rugosité qui ne dépassent pas 150 nm de hauteur. L'option « *Stitching* » permet, grâce à une platine motorisée et des logiciels de numérisation, de balayer rapidement de grandes surfaces.

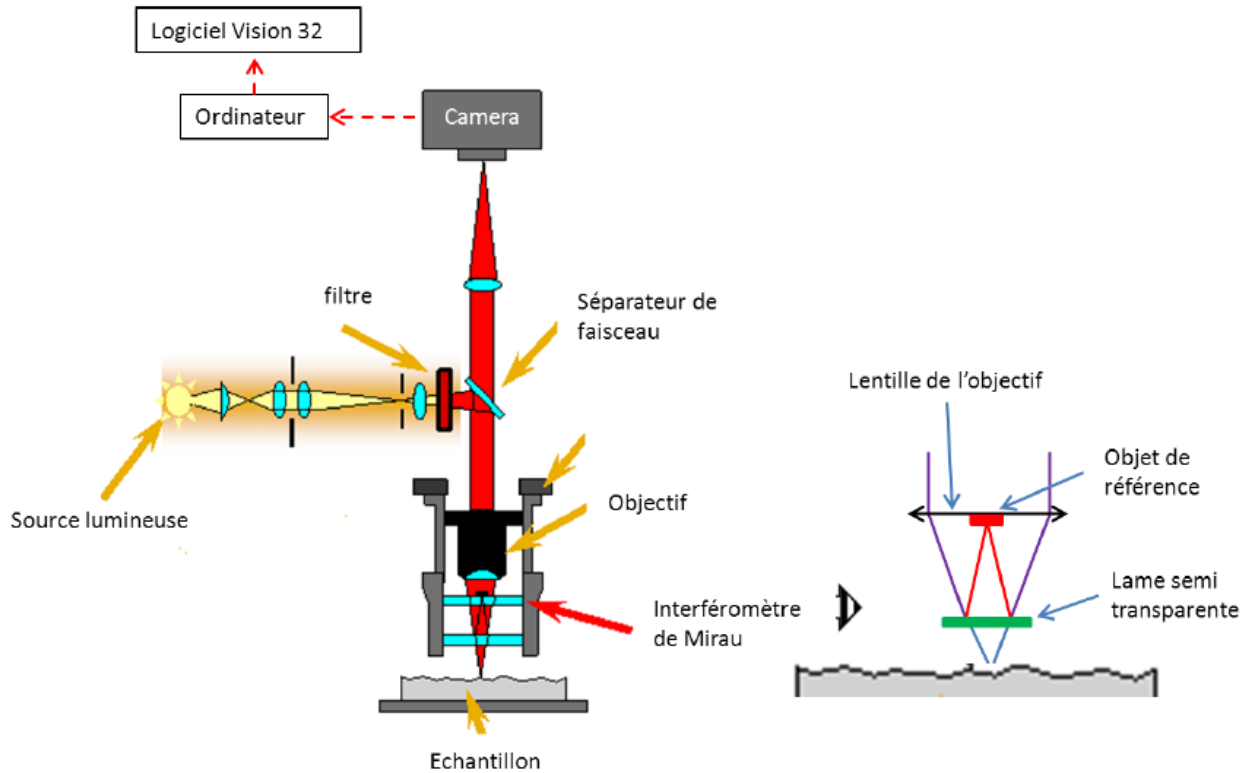


Figure II.9 : Schéma des composants du Profilomètre optique VEECOeco-Wyko q00 (Arts et Métiers ParisTech Lille).

Un autre appareil pratique utilisé est le rugosimètre à palpeur (deux dimensions) de type *Surftest SJ-301* assistés avec une imprimante type *Mitutoyo*(FigII.10).

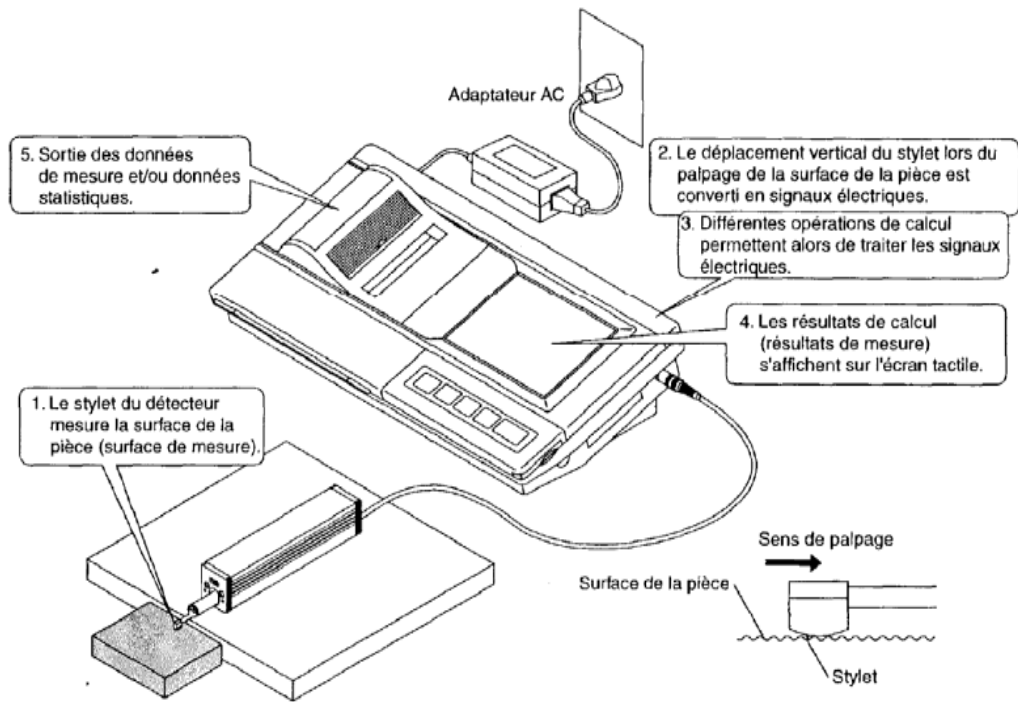


Figure II.10 : Rugosimètre surfptest SJ-301 assisté par une imprimante type Mitutoyo [7].

Ce profilomètre donne les paramètres suivants (FigII.11) :

a- un enregistrement de profil ;

b- une évolution des écarts géométriques correspond Ra et Rz. et Ry.

Ra : représente la moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts (Y_i) par rapport à la ligne moyenne.

$$Ra = \sum_{i=1}^n | Y_i |$$

Ry : représente la somme de la hauteur Y_p de la saillie la plus haute par rapport à la ligne moyenne et de la profondeur Y_v du creux le plus bas par rapport à la ligne moyenne.

$$Ry = Y_p + Y_v$$

Rz : hauteur des irrégularités.

La distance parcourue est de l'ordre de 1 cm et la valeur moyenne représente la valeur de (08) parcours effectués sur différents endroits de l'échantillon.

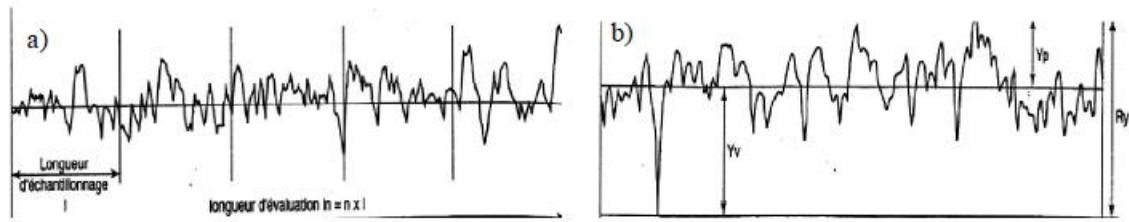


Figure II.11 : Définition schématique de quelques paramètres de rugosité [7].

II.1.Caractérisations tribologiques

II.1.1.Dispositif expérimental

Les essais de frottement ont été effectués sur des aciers galvanisés en utilisant un tribomètre bille/ plan (OscillatingTribotester de marque Tribotechnic) Standard ISO 7148, ASTM G99-95a, ASTM G 133-95)(FigII.12a). Ces essais tribologiques permettent d'étudier le frottement et l'usure des matériaux [9]. Son principe consiste à appliquer une charge sur une bille immobile dans le plan horizontal, en contact avec la face plane d'un plan en mouvement de translation alternatif (Fig II.12b). La force tangentielle induite par le frottement est déterminée à l'aide d'un capteur de déplacement dont l'acquisition se fait au moyen d'un logiciel « tribotester » installé sur un PC fourni avec le dispositif. Les données brutes sont traitées parExcel[9].

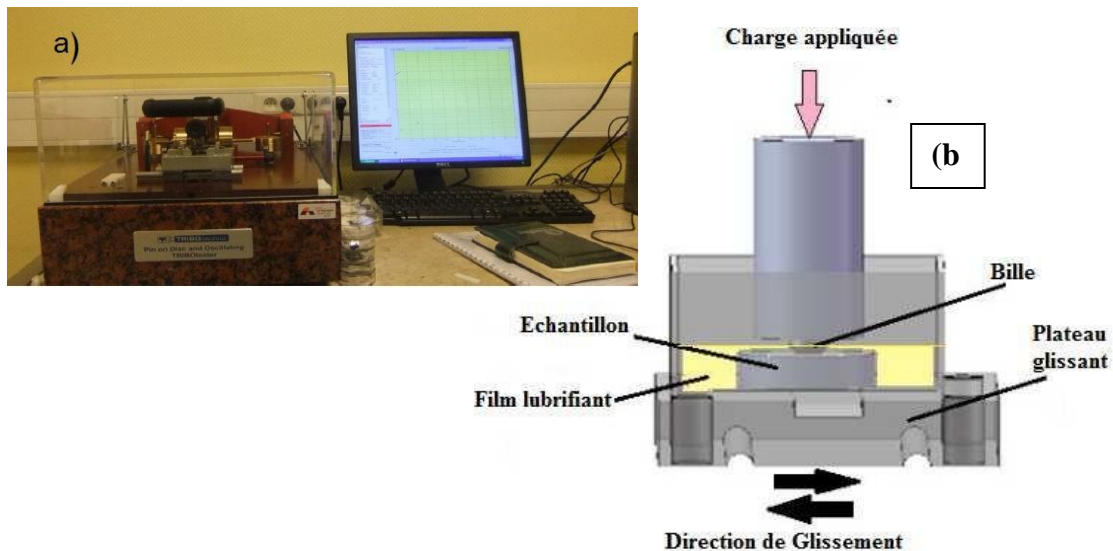


Figure II.12 : (a) Tribomètre Bille/plan, (b) Principe de fonctionnement

II.1.2.Mode opératoire desessais

En toute rigueur, chaque expérience requiert l'utilisation de nouveaux échantillons et il est préférable de répéter l'opération au moins trois fois pour s'assurer de l'exactitude des résultats. La courte durée des stages et le nombre limité de spécimens disponibles n'ont pas permis l'étude de la reproductibilité, cependant quelques vérifications ponctuelles n'ont pas révélé de différences notables.

Quelques précautions doivent être prises pour la conduite des tests. Il est primordial de veiller à la coplanéité entre la bille et l'échantillon lors de leur installation sur le dispositif. De surcroît, un rodage est effectué préalablement aux essais, pour la mise en conformité des surfaces. Les conditions expérimentales (charge appliquée, vitesse de glissement du disque, nature de la bille, des échantillons et du film lubrifiant ainsi que son épaisseur) sont imposées puis stabilisées avant de commencer ; durant cette phase de préparation, la bille n'est pas en contact avec la surface de l'échantillon, mais maintenu à très courte distance de celui-ci. L'acquisition de la force de frottement est réalisée en continu grâce à un data Tribotester V41.124. Il échantillonne les informations des capteurs tous les centièmes de seconde puis calcule les moyennes sur une seconde. Les données brutes sont recalées en tenant compte des écarts relevés puis traitées sous Excel.

II.1.3.Paramètres desessais

Tous les essais sont réalisés sans lubrification et dans des conditions de température ambiante et de pression. L'enceinte hermétique contenant le tribomètre permet de garder l'humidité atmosphérique relative ambiante à une valeur d'environ 25 %. Avant et après chaque essai de frottement effectué sur le tribomètre, l'échantillon et la bille sont nettoyés et dégraissés à l'éthanol dans un bain à ultrasons durant 2 minutes. Les paramètres d'essais sont résumés sur le tableau II.4.

	Acier galvanisé	Substrat
Pion	Bille en acier 100C6	
Charges appliqués (N)	1 ; 2; 3	3
Vitesses de glissement (mm/s)	10	
Distance de glissement (m)	50	
Rayon de la trace (mm)	7	
Température d'essais (C ⁰)	25	
Atmosphère	Air atmosphérique	

Tableau II. 4 :Paramètres des essais tribologiques.

III.1. Caractérisations mécaniques

III.1.1. Traction

L'essai le plus fréquemment utilisé afin de déterminer le comportement mécanique d'un matériau est l'essai de traction. Cet essai est caractérisé par sa facilité de mise en œuvre et par la richesse des informations fournies. On exerce une force de traction sur un acier galvanisé de dimension standardisée, jusqu'à sa rupture, en suivant un processus de mise en charge à une vitesse de déformation constante.

Les essais de traction uniaxiale ont été effectués sur une machine Zwick (Fig II.13) avec une vitesse de déplacement de traverse de 1 mm.s^{-1} . Ces essais ont été réalisés sur des bandes dont les dimensions dans le cas du revêtement de zinc sont $80 \times 30 \times 1,5 \text{ mm}^3$.

Dimension d'éprouvette	$80 \times 30 \times 1,5 \text{ mm}^3$.
Vitesse de déplacement	1 mm.s^{-1}
Position de coupe	Perpendiculaire à la direction de galvanisation
Le pourcentage de déformation	5% ;15% ;25%

Tableau II. 5 :Paramètres des essais tractions.



Figure II.13 : La machine de traction de type Zwick.

III.1.2. Scratch test

L'essai de scratch test (Fig II.14) qui est aussi appelé «glissement-rayure», consiste à déplacer une pointe (une sphère, un cône une pyramide etc.) sur la surface d'un échantillon. Le test de rayage est généralement utilisé afin d'évaluer la résistance à l'abrasion et mettre en évidence les modes de déformation et d'enlèvement de matière. A cet effet, il existe deux types de machines, les machines souples et les machines rigides. Les machines souples imposent une force mais ne permettent pas de mesurer des déplacements et les machines rigides imposent une profondeur et permettent de mesurer des déplacements pour le moins pas triviale [10-11].

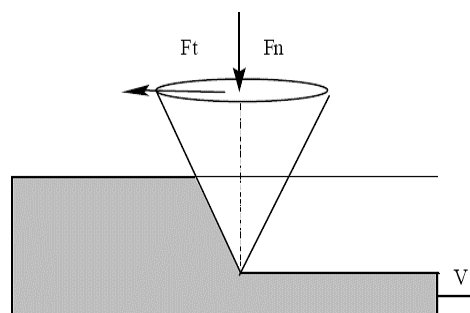


Figure II.14 : Schéma de l'essai de glissement-rayure.

Lors d'un essai de glissement-rayure, on parlera de rayure plastique si le rapport pressionmoyenne sur seuil d'écoulement plastique est supérieur à une valeur parfaitement plastique soit atteint ($Pm/\sigma_Y=3$ pour les métaux et $Pm/\sigma_Y=1.8$ pour les polymères). On parlera

III.1. Caractérisations mécaniques

de rayure élastoplastique dans le cas où le rapport pression moyenne sur seuil d'écoulement plastique est inférieur à 3 pour les métaux et à 1.8 pour les polymères [11-12]. En clair, lorsqu'il y a arrachage de matière on ne parle plus de rayure mais de coupe, la rayure ne fait que déplacer la matière de façon permanente et irréversible. La matière est repoussée sur les bords du sillon de la rayure. Un relevé topographique d'une rayure, présente des bourrelets de part et d'autre du sillon. En fait, l'essai de glissement- rayure impose un niveau de déformation au matériau, par l'intermédiaire de la pointe. Plus précisément, c'est la géométrie de la pointe qui va déterminer le niveau de déformation[13].

a) La dureté de rayure

La dureté est la contrainte qui exprime la résistance d'un matériau à la pénétration. On applique pour cela une charge avec une pointe sur un matériau, et selon la géométrie de la pointe on aura une surface de contact pointe matériau différente. On définit la dureté comme le rapport de la charge normale sur la surface de contact [14]:

$$HS_p = \frac{k_g P}{W^2}$$

Avec HS_p = dureté de rayure (gpa);

K_g = 24,98, constante géométrique;

P = charge appliquée (N);

W = distance de rayure (μm).

a) Niveau de déformation

L'évaluation des niveaux de déformation lors de l'essai de glissement-rayure n'a pas été réalisée dans ce travail vu la délicatesse de la mesure et l'inexistence de relations fiables et universelles. Il existe cependant des relations empiriques permettant d'évaluer les niveaux de déformation pour des essais d'indentation en élasticité, qui correspondent à des essais de rayure à vitesse nulle. Ces relations sont utilisées en essai de glissement-rayure, mais il faut garder à l'esprit qu'elles ne donneront qu'une estimation d'un niveau de déformation. Tabor

$$\bar{\epsilon} = 0,2 \tan \beta$$

$$\beta = \frac{\pi}{2 - \theta}$$

estime que le niveau de déformation pour un indenteur conique est de la forme[15]:

III.1. Caractérisations mécaniques

β : représente l'angle d'attaque de l'indenteur conique soit:

Pour un indenteur de type Berkovitch qui correspond à une pointe tétraédrique le rapport enfoncement sur la section normale de contact est similaire à un cône d'angle $70,3^\circ$. Ainsi

$$\bar{\epsilon} = 0,2 \cot 70,3^\circ = 7\%$$

le niveau de déformation est constant et de l'ordre de:

Pour un indenteur sphérique Tabor estime le niveau de déformation $\bar{\epsilon}$ pour les métaux en assimilant $\tan \beta$ à R_c / R_p dans le cas où le rayon de contact (R_c) est faible devant le rayon de

$$\bar{\epsilon} = 0,2 \frac{R_c}{R_{cp}}$$

courbure de la pointe (R_{cp}) par la relation [16]:

Tabor a suggéré que pour un contact parfaitement plastique $R_c / R_{cp} = 0,2$. Lorsque le rayon de

$$\bar{\epsilon} = 0,2 \frac{R_c}{\sqrt{R_{cp}^2 - R_c^2}}$$

contact n'est plus faible devant le rayon de la pointe on a $\tan \beta \neq \sin \beta = R_c / R_{cp}$, ainsi la relation (II.12) ne s'applique plus. On propose alors d'exprimer $\tan \beta$ en fonction de R_c et R_{cp} , la relation (II.12) devient:

a) Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental (Fig II.15) est composé d'une table de déplacement sur laquelle est posé l'échantillon. On applique alors une charge normale sur l'échantillon à l'aide d'une pointe qui reste immobile, seule la table et l'échantillon se déplacent. La mesure des forces tangentielles et normales lors du déplacement de la pointe est réalisée grâce à des capteurs de force. Une caméra CCD permet de suivre l'évolution de l'essai de rayure et d'obtenir des images in-situ de l'aire de contact entre la pointe rigide et l'échantillon. Le dispositif génère des rayures à vitesse variable (0-500 mm/min), la charge appliquée sur la surface peut être choisie entre 5N et 500 N avec une précision meilleure que le % sous deux modes de chargement : progressif et /ou constant. L'analyse de la géométrie de contact est une source d'information très riche, elle permet entre autre d'obtenir la forme et la dimension du contact [17].

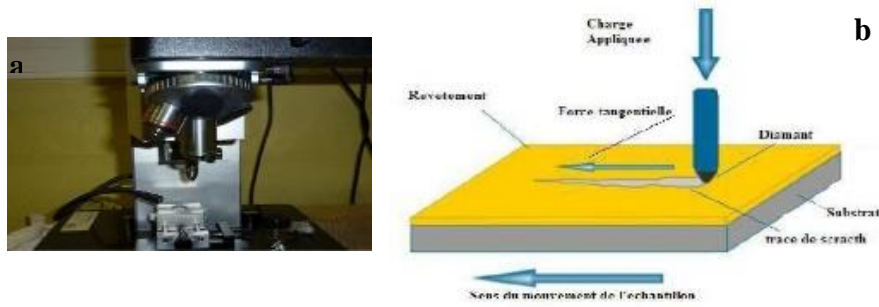


Figure II.15: (a) Scratch tester Millenium 200 Tribotechnic(Arts et Métiers ParisTech Lille)

b) Paramètres d'essais

La procédure de rayage sur la surface des matériaux étudiés a été réalisée avec un pénétrateur Vickers sur lequel est appliquée une charge constante et /ou progressive. La gravure terminée, l'échantillon se déplace sous un système vidéo qui permet d'analyser les différents types de dommages causés par la pointe rigide et de les corréler avec la charge appliquée. Le bruit généré par la propagation des fissures est détecté par une sonde à ultrasons dont l'incidence coïncide souvent avec le début de l'endommagement [18]. Ces essais permettent d'évaluer l'influence des charges et vitesses de rayage sur les matériaux testés ainsi que de prospecter les modes de déformations générées par le phénomène d'abrasion. Les paramètres des essais sont reportés sur le tableau II.5.

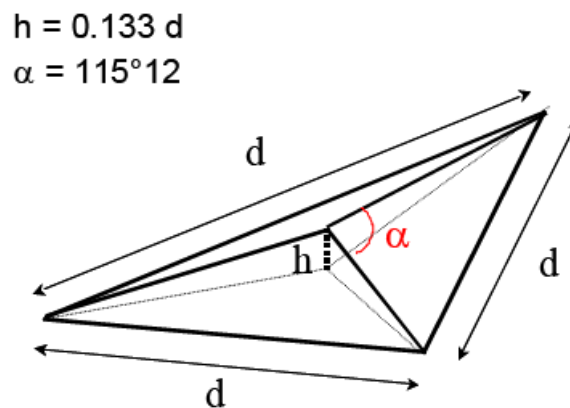
	Chargement progressive
Pénétrateur	Diamant Rockwell $\phi 200\mu\text{m}$
Charge de rayage(N)	10
Vitesse de rayage(mm/min)	10
Distance de rayage(mm)	10
Vitesses de pénétration(mm/min)	10

Tableau II.6: Paramètre des essais de rayage.

III.1.3. Nanoindentation

III.1. Caractérisations mécaniques

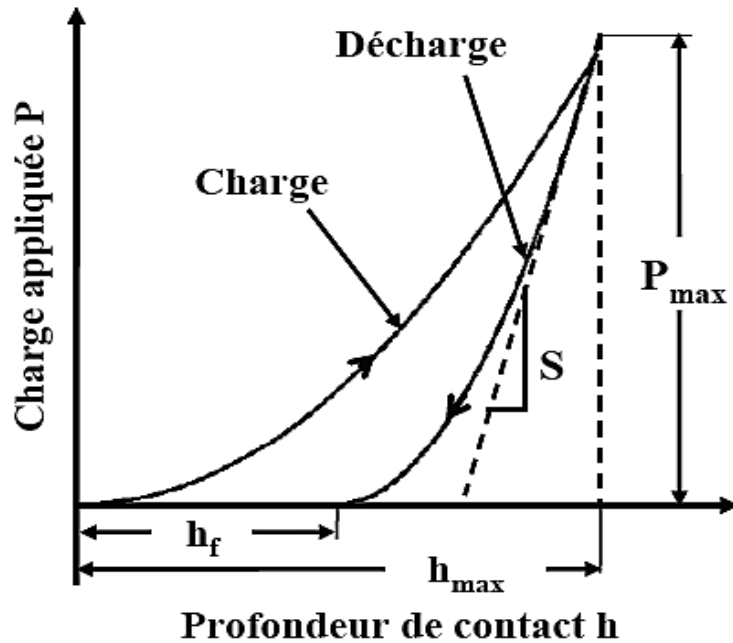
La nanoindentation est une technique destructive qui permet de déterminer la dureté (résistance à la pénétration) et les propriétés élastiques d'un matériau. Cette technique consiste à faire pénétrer une pointe de géométrie connue au sein d'un matériau à étudier sur une faible épaisseur et à suivre l'évolution de sa pénétration en fonction de la charge appliquée [19]. Le choix de l'indenteur s'est porté sur une pointe en diamant de type Berkovich, de géométrie tétraédrique avec un angle entre arêtes de $115,12^\circ$, comme présenté sur la figure II.15, créant ainsi un contact tétraèdre-plan avec la surface de l'échantillon. Cet indenteur est couramment employé en nanoindentation de par ses propriétés mécaniques exceptionnelles et sa géométrie bien définie afin que l'empreinte soit à son tour bien définie. De plus, par rapport à un indenteur Vickers (à quatre faces), il présente un rayon de courbure



plus faible, inférieur à 50nm.

Figure II.16 : Présentation de la pointe Berkovich, où α est l'angle entre arêtes, d la longueur des arêtes et h la hauteur de l'arrête.

L'analyse de la courbe expérimentale de déplacement de l'indenteur en fonction de la charge (courbe charge-déplacement, figure II.17) permet de déduire les propriétés mécaniques de la surface du matériau. La charge appliquée (en μN) lors de l'indentation et la profondeur de pénétration de l'indenteur sont mesurées tout au long du cycle de charge-décharge. A partir de la courbe de charge, la dureté (nommée H) du matériau (en GPa), qui est définie par le rapport entre la charge maximale appliquée (P_{max}) et l'aire de contact de l'empreinte projetée ($A(h_c)$), peut être déterminée. La dureté s'écrit par définition:



$$H = \frac{P_{max}}{A. (h_c)}$$

Figure II.17 : Courbe de charge-décharge en régime élasto-plastique.

La courbe de décharge dépend du caractère élastique du matériau. Le module d'Young peut être calculé en mesurant la rigidité du matériau (S) qui correspond à la tangente prise au sommet de la courbe de décharge (Fig II.17). Selon le modèle de W.C. Oliver et G.M. Pharr [20] qui relie la rigidité (S) à l'aire de l'empreinte (A) schématisée dans la figure 49 et au module d'Young réduit (E_r) du matériau, le module élastique (E) est déduit des deux relations suivantes:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2\beta}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A}$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i}$$

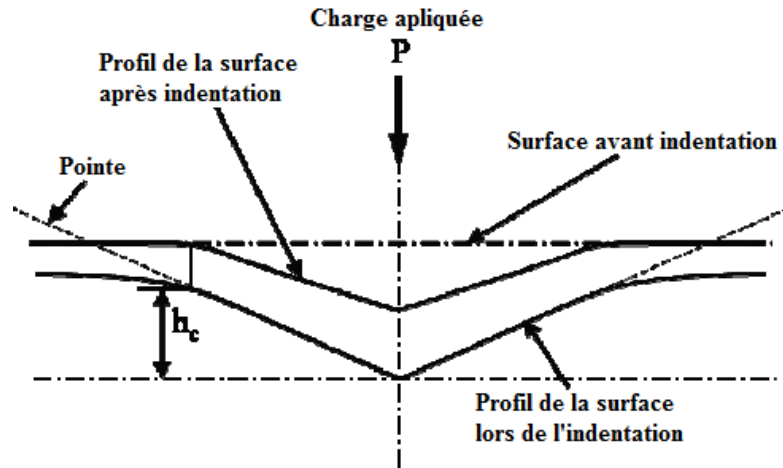
Avec ν : le coefficient de Poisson du matériau indenté;

E_r : le module d'élasticité réduit (en GPa);

III.1. Caractérisations mécaniques

ν_i : le coefficient de Poisson de l'indenteur - $\nu_i = 0,07$;

E_i : le module d'élasticité de l'indenteur - $E_i = 1017$ GPa;



B: $\beta_i = 1,0226$ dans le cas d'un indenteur Berkovich.

Figure II.18 : Indenteur en régime élasto-plastique.

a) Dispositif expérimental

Les essais de nanodureté ont été réalisés sur le nano indenteur MTS XP (Arts et Métiers ParisTech Lille) (Fig II.19). Il s'agit de l'appareillage le plus répandu pour les mesures de nanoindentation

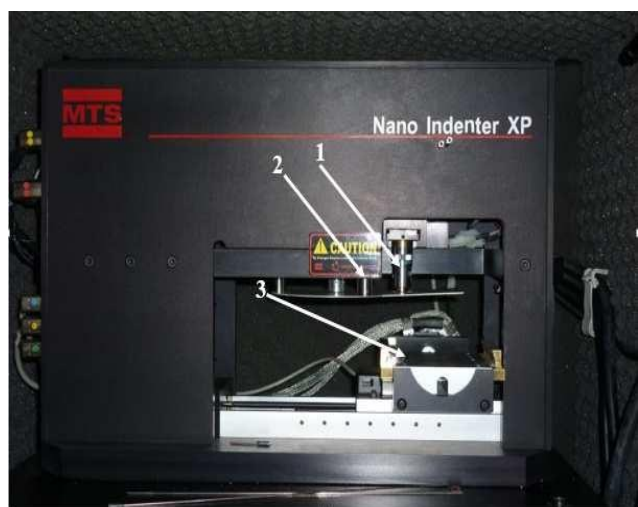


Figure II.19 : Nano-indenteur MTS XP : (1) microscope, (2) indenteur Berkovich, (3) porte échantillon (Arts et Métiers ParisTech Lille).

b) Principe de fonctionnement

La figure II.20 présente un schéma de principe du dispositif de nanoindentation. La pointe d'indentation est maintenue sur une colonne supportée par des ressorts de maintien d'un capteur de force piézo-électrique.

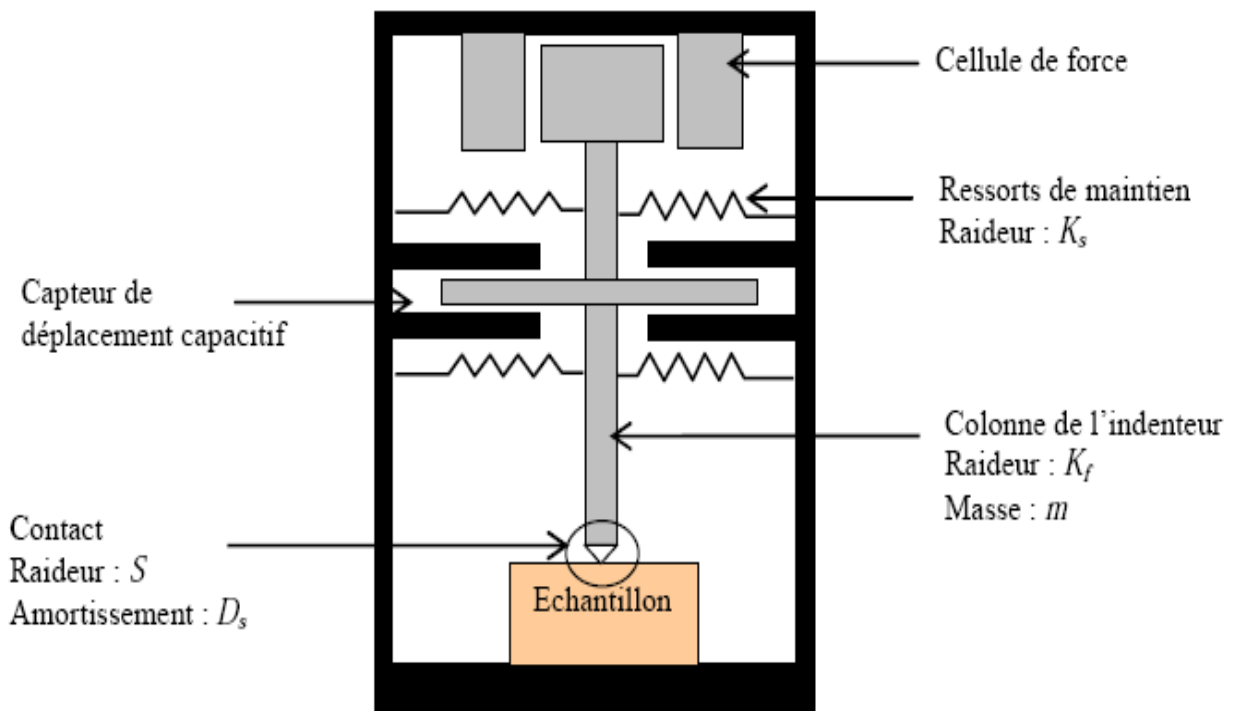


Figure II.20 : Schéma de principe du Nanoindenteur XP [21]

La résolution que l'on peut attendre d'un tel dispositif est théoriquement de quelques nano Newtons, mais en pratique la précision est de l'ordre du micro Newton. Le déplacement vertical est mesuré par un capteur de déplacement capacitif composé de trois plaques parallèles soumises à un champ électrique. La résolution théorique de quelques Micromètres se traduit en pratique par une précision de 0,1 nanomètres environ, en conditions optimales d'essai[21].

Le porte échantillon permet de disposer cinq échantillons dans le dispositif (Fig II.20). Chaque échantillon est collé sur un plot cylindrique. Pour repérer l'endroit où l'essai doit être fait, un microscope de grossissement 1000 est utilisé. Ce microscope permet aussi de visualiser les indentations et les rayures justes après la fin de l'expérience. Une table à

III.1. Caractérisations mécaniques

mouvements croisés permet le positionnement des échantillons avec une précision meilleure que le micromètre sous la tête de mesure. Cette dernière est désignée par la tête standard sur le nanoindenteur XP[®]. Elle permet d'appliquer une force jusqu'à 700 mN avec une résolution de 10 nN. L'amplitude de déplacement est de 100 μm pour une résolution de 0.5 nm.

La machine est accouplée au logiciel TestWorks4 qui intègre de nombreuses fonctionnalités (Nanoindentation, nano-rayure, Profilomètre). La méthode dédiée à la Nanoindentation est basée sur l'analyse Oliver et Pharr pour le calcul du module et de la dureté. Cependant, toutes les données brutes sont accessibles, ce qui permet d'intégrer ses propres équations et de tracer les courbes correspondantes. Les données brutes sont obtenues : soit sous forme de charge, en fonction du déplacement (profondeur de l'indentation) pendant un cycle de charge (chargement et déchargement) comme on peut avoir le module de Young et la dureté en fonction du déplacement.

c) Mode d'essai

Le dispositif permet de réaliser des essais en deux différents modes : statique et dynamique. C'est avec ce dernier qu'on a opéré. Le principe de la méthode d'indentation en mode dynamique, ou mode "Continuous Stiffness Measurement" (CSM), repose sur la superposition d'un mouvement continu et d'un mouvement oscillant à fréquence fixe et de faible amplitude (au maximum quelques nanomètres) (Fig II.21). Ainsi, au cours de la charge, il y a une succession de petites charges et de petites décharges. Le matériau est alors déformé élastiquement, puis plastiquement, puis de nouveau élastiquement [22].

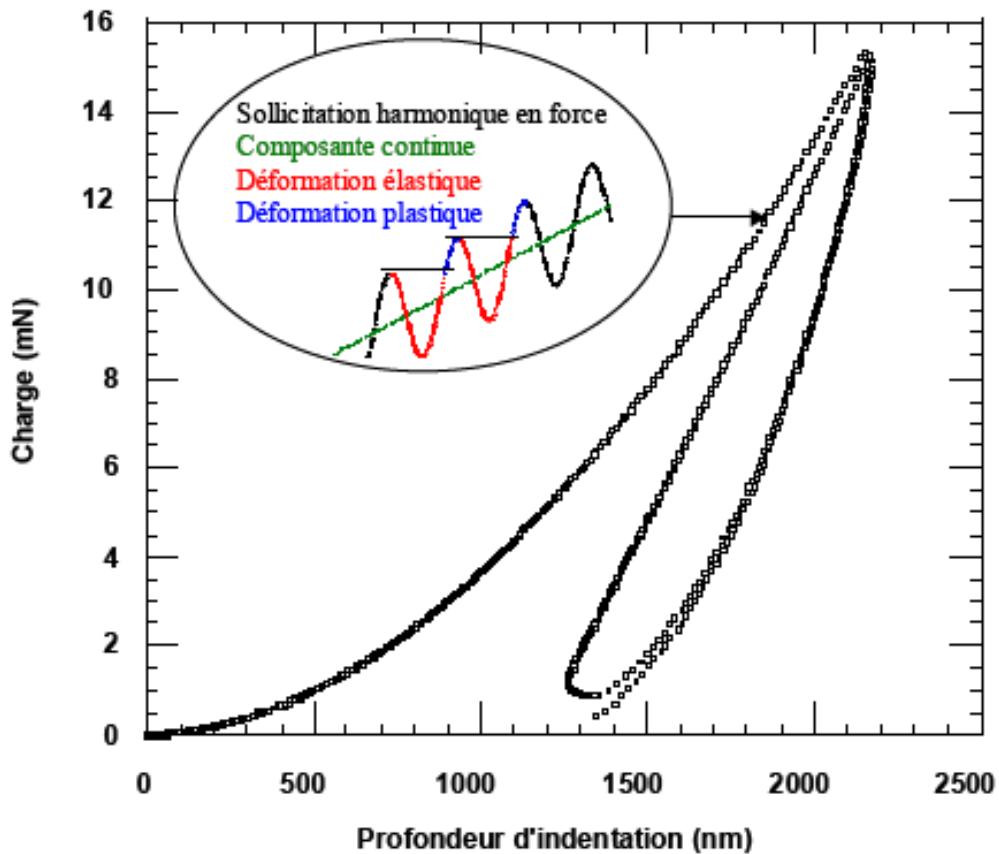


Figure II.21 : Courbe représentative d'un essai réalisé par la méthode dynamique [22].

La fréquence utilisée dans les essais est de 32 Hz avec le Nanoindenter XP® et de 75 Hz. Les avantages de ce type d'essai sont :

L'accès en tous points aux grandeurs mécaniques, puisqu'il y a une multitude de charge et de décharge au cours de l'essai. Ainsi on peut obtenir la variation de module et de dureté en fonction de l'enfoncement avec un seul essai (ce qui n'est pas le cas dans la méthode statique).

La mesure du comportement viscoélastique du matériau. En effet, l'application d'une sollicitation sinusoïdale en force au cours de l'enfoncement en enregistrant la réponse en amplitude en phase et en quadrature de phase, permet d'accéder aux propriétés viscoélastiques au fur et à mesure de l'enfoncement dans le matériau. Pour un échantillon homogène en volume, les mesures issues de l'essai CSM donnent donc accès au module de conservation E' et module de perte E'' . Ces propriétés viscoélastiques ne seront pas étudiées dans ce travail. Enfin, cette méthode peut être utilisée pour tous les matériaux.

d) Mode opératoire

Le porte échantillon permet de disposer cinq échantillons dans le dispositif (Fig II.22). Chaque échantillon est collé sur un plot cylindrique. Pour repérer l'endroit où l'essai doit être fait, un microscope de grossissement 1000 est utilisé. Ce microscope permet aussi de

III.1. Caractérisations mécaniques

visualiser les indentations et les rayures justes après la fin de l'expérience. Une table à mouvements croisés permet le positionnement des échantillons avec une précision meilleure que le micromètre sous la tête de mesure.

e) Paramètres d'essai

Les essais de nanoindentation ont été réalisés avec les paramètres suivants :

Pointe Berkovich / pointe sphérique en diamant	10 μm
Vitesse d'approche	2000 nm/min
Temps de charge et de décharge	30s
Incrément de charge linéaire	10nN
Pente au contact	80%.

Tableau II.7 : Paramètre des essais de nanoindentation.

Le MTS est dotée d'un microscope optique permettant de sélectionner la zone à indenter. Une table motorisée X-Y avec une précision de repositionnement de 1 μm permet de programmer des réseaux complexes d'indentation.



Figure II.22 : Porte échantillon du Nanoindenter XP® [21].

v. Conclusion

Nous avons passé en revue toutes les techniques utilisées dans notre travail, aussi bien d'analyse métallurgique, qui sont très variées et parfois sophistiquées pour certaines (AFM, Rugosimétrie 3D, nanoindentation). Cela n'a été possible que grâce à la collaboration avec divers laboratoires en France (MSMP, Arts et Métiers ParisTech Lille), et en Algérie (Ecole nationale supérieure des mines et de la métallurgie Annaba, Institut d'optique et de mécanique de précision Sétif, CRAPC Bou Ismail, Tipaza, unité de recherche CRTI URASM Annaba). La corrélation entre ces différentes techniques a permis l'obtention de résultats intéressants d'analyse et de comportement mécanique des couches galvanisées.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] H.J. Breme, V. Biehlet J.A. Hielsen, «*Effect of Mg content on microstructure and corrosion behavior of hot dipped Zn–Al–Mg coatings*», éd. Wiley and Sons, pp 36-71,1998
- [2] R. Shah, J.A. Dilewijns, R.D.Jones, «*The structure and deformation behavior of zinc rich coatings on steel sheet*», *JMEPEG*, vol. 5, pp. 601-608, 1996..
- [3] J.Cai, J.Li, Q. Chao, E.Pavlina,P.Hodgson, «*Grain size and texture study of controlled skin passed hot dip galvanized coating*», *Advanced High Strength Steel and Press Hardening*,pp. 256-260, 2015.
- [4] M. Semlitsch, T. Staub et H. Weber, «*The structure and deformation behavior of hot-dip galvanized coatings*», *Biomedical technology*. 30 pp 334-339, 1985.
- [5] Norme internationale, «*Effect of deformation on the electrochemical behavior of hot-dip galvanized steel sheets*», ISO 7206-2 : (F) 1996.
- [6] A.M. El-Rahman, «*An investigation on the microstructure, tribological and corrosion performance of AISI 321 stainless steel carbonitrided by RF plasma process*»,*Surface and Coatings Technology*. 205 (2) ,pp 674-681, 2010,.
- [7] Norme française AFNOR NF S 94-072, «*Détermination de l'adhérence en traction des revêtements* », *Matériaux*. ISSN 0335-3931, 1998.
- [8] E. Meyer. «*Atomic force microscopy*», *Progress In Surface Science*, 41, 1, pp 3-49, 1992.
- [9] Technical Reference Manual, «*TRIBO testerbille-disque& Oscillating ISO 7148, ASTM G99-95a et ASTM G 133 - 95*»,Tribotechnic Group, France ,1999.
- [10] S. J. Bull, E. G. Berasetegui, «*An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing*»,*Tribology International*, 39, pp 99–114, 2006.
- [11] M. Ö. Bora, O. Coban, T. Sinmazcelik, V. Günay, M. Zeren, «*Instrumented indentation and scratch testing evaluation of tribological properties of tin-based bearing materials*», *Materials & Design*, 31,pp 2707–2715 , 2010.
- [12] A. O. Sergici N. X. Randall, «*Scratch Testing of Coatings*», *Advanced Materials & Processes*, 2006.
- [13] S. K. Sinha, S. U. Reddy, M. Gupta, «*Scratch hardness and mechanical property correlation for Mg/SiC and Mg/SiC/Ti metal–matrix composites*», *Tribology International*, 39 pp 184–189, 2006.
- [14] International designation, «*Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus*»,*ASTMG 40 G 117*, 2009.
- [15] K. Johnson, «*The correlation of indentation experiments*»,*Journal of The Mechanics and Physics Solids*, 18, pp 115-126 , 1970.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [16] D. Tabor, «*The hardness of Metals*,» Clarendon Press Oxford, 1951.
- [17] Tribotechnic Standard ISO/EN 1071-3, user's guide: «*Scratch-Tester Millennium*,» ASTM C1624, ASTM G171, 2009.
- [18] P. A. Steinmann, Y. Tardy, H. E. Hintermann, «*Adhesion testing by the scratch test method: The influence of intrinsic and extrinsic parameters on the critical load*,» Thin Solid Films, pp 154-333,1987.
- [19] M. Nassirou, J. Thurn, «*Comparison of depth-sensing indentation at ultramicroscopic contacts by single- and multiple-partial-unload cycles*,» International Journal of Materials Research, 100, pp 703-707 , 2009.
- [20] W.C Oliver, G.M. Pharr, «*An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*,» Journal of Materials Research 7, 6, pp 1564-1583 , 1992.
- [21] S. Olesiak, «*MTS Nano-indenter XP: reference guide and operating procedures*,»MTS System corporation, 2005.
- [22] L.Odoni, «*Propriétés mécaniques et effets d'échelle*,» Thèse de Doctorat, Ecole Centrale De Lyon,1999.

Chapitre 3

Résultats et interprétations

Dans cette partie, nous présentons les différents résultats et leurs interprétations (l'analyse de la microstructure, le comportement mécanique et tribologique) du revêtement galvanisé (Zn) à différentes épaisseur de substrat.

I. Caractérisation métallurgique

I.1. Appellation des échantillons

Épaisseur d'échantillon (mm)	Appellation
0.4	A
0.75	B
1	C
1.5	D

I.2. Morphologie de revêtement formé

I.2.1. Macrographie

L'observation de la surface à l'oeil nu présente un aspect fleuré typique du revêtement à base de Zinc (fig.III.1). Des spangles représentatives (lumineux, plumeux et ternes) ont été sélectionnés. L'apparence de surface du revêtement galvanisé obtenu par bain de Zinc est représentée sur la figure III.1.

Les spangles avec différentes morphologies couvrent toute la surface du revêtement : les spangles brillants sont très réfléchissants ayant des structures dendritiques hexagonales proéminentes; Les spangles à plumes ayant également une haute réflectivité de régions dendritiques primaires riches en aluminium; et les spangles ternes, dont l'apparence est peu réfléchissante.

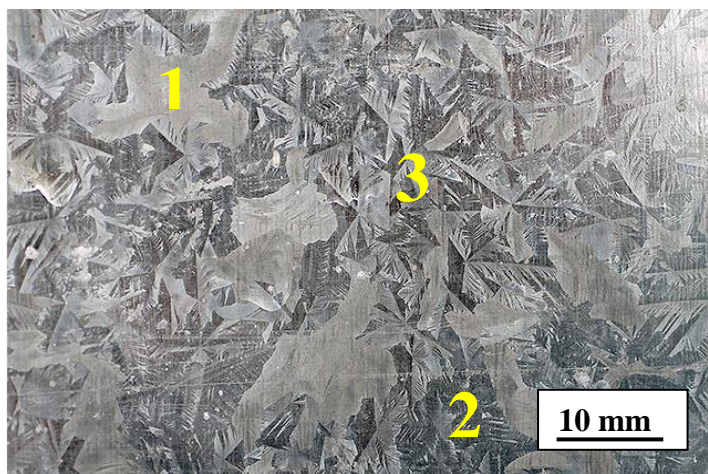


Figure III.1 : L'aspect de la surface d'un revêtement à base de zinc : (1)spangle brillant, (2) à plume et (3) terne.

I.2.2. Microscopie

La microstructure en surface du revêtement de zinc a été observée après une attaque chimique par l'acide chlorhydrique destinée à éliminer la couche d'oxyde (fig III.2).

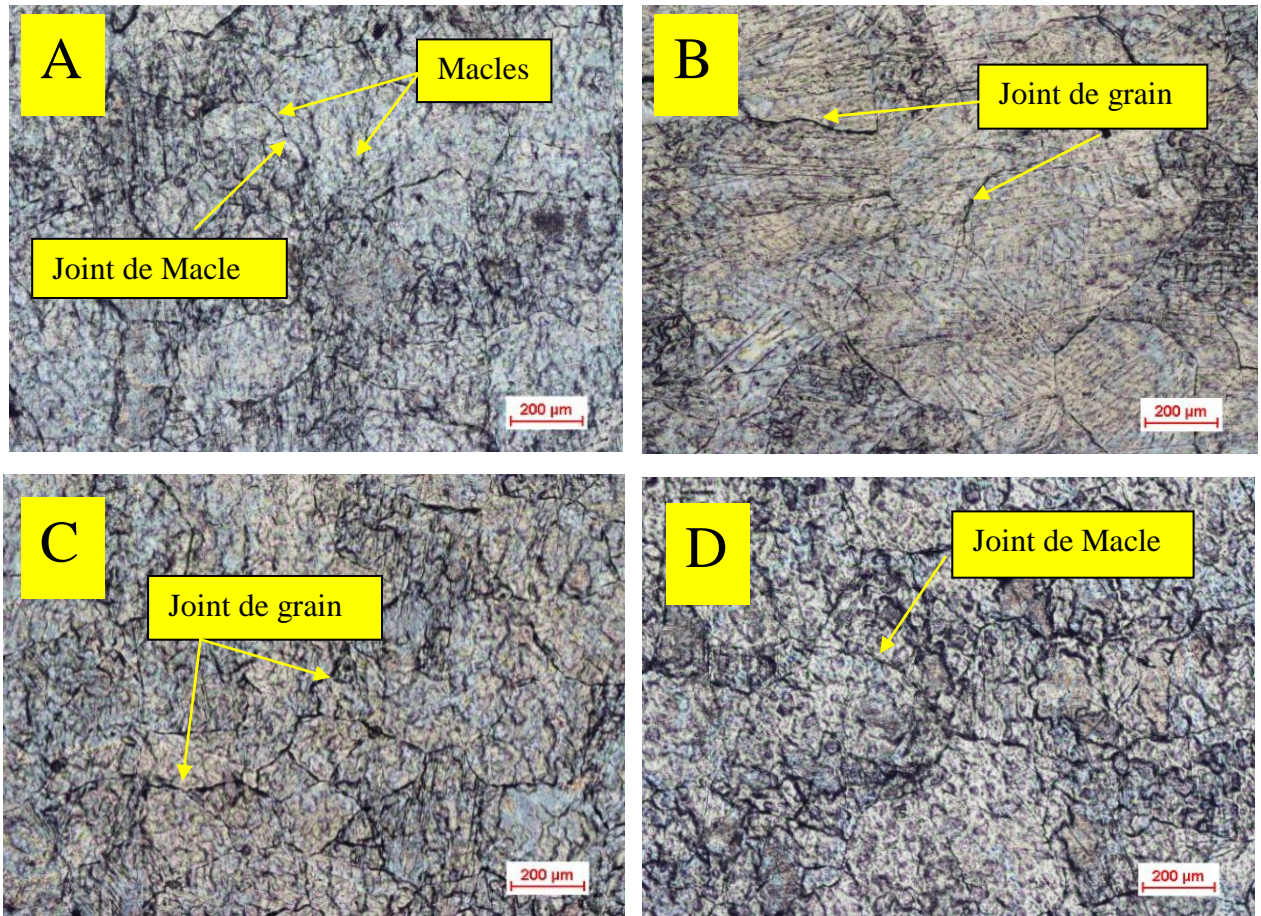


Figure III.2: Microstructure durevêtement de zinc: mise en évidence de maclages pour les quatre échantillons A; B; C et D.

D'après cette micrographie, on observe des grains qui ont des tailles de plusieurs centaines de micromètres, de faibles ouvertures de joints de grains et la présence de maclages liés à l'opération de Skin-Pass réalisée en sortie du bain de galvanisation générant de faibles déformations [3, 4]. La figure III.2 présente l'état de surface brut du revêtement de Zn pour les quatre échantillon A; B; C et D.

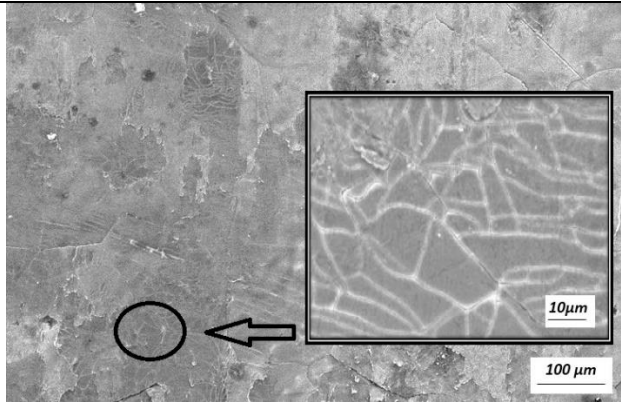


Figure III.3 : Image MEB de la surface du revêtement de zinc

D'après la figure III.3 (micrographie MEB du revêtement de Zn), on observe la présence de zones fissurées en surface des grains qui semblent être liées à la présence d'une couche d'oxyde. Cette couche fissurée ne représente que 1.5% de l'épaisseur totale du revêtement. Le phénomène de fissuration des couches de conversion au chromate ou au molybdate est très connu. Elles présentent l'aspect d'un gel lorsqu'elles sont formées et se fissurent lors du séchage.

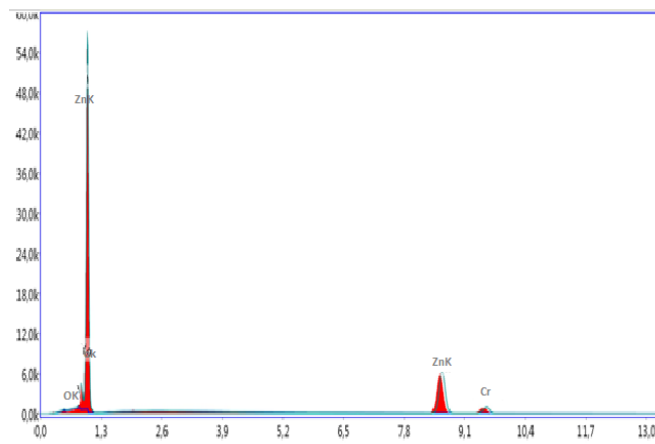


Figure III.4 : Spectre d'analyse chimique du revêtement de Zn .

La figure III.4 présente le spectre d'analyse chimique des différents éléments constituant le revêtement lors de l'analyse de ces zones par la spectrométrie dispersive des rayons X en énergie EDS. Sur le spectre, on trouve les pics caractéristiques des éléments O, Zn et Cr. La détection de Cr en faible quantité en extrême surface est cohérente avec le traitement de passivation chromique.

I. Caractérisation métallurgique

La Figure III.5 montre une micrographie MEB de la surface du revêtement de zinc sur l'échantillon d'acier galvanisés A, B, C et D. Le revêtement présente une morphologie de plaquette hexagonale mince et qui sont inclinées par rapport à la surface du substrat.

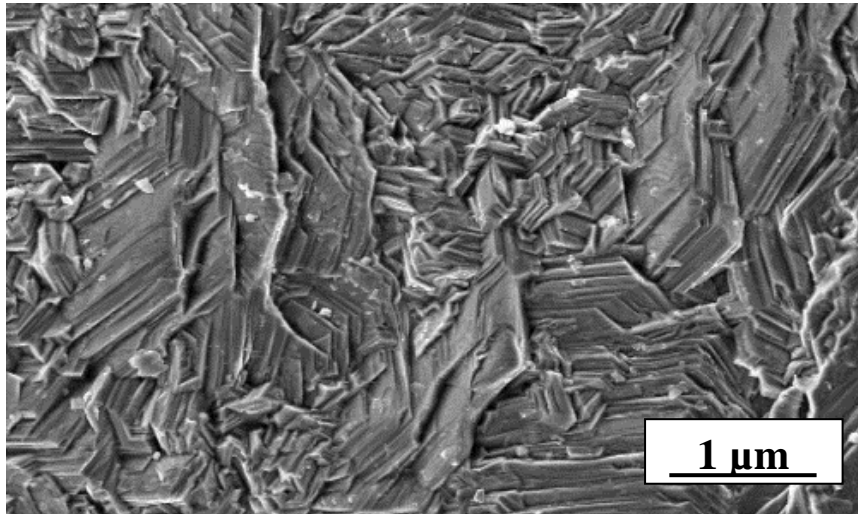


Figure III.5 : La morphologie du revêtement de zinc obtenu par galvanisation à chaud en continu .

I.3. Cartographie de revêtement formé

I.3.1. Echantillon A

A partir de la cartographie d'orientations cristallographiques (Inverse Pole Figure IPFZ) et la projection stéréographique en équidensité de ces orientations (fig III.6), on constate que la majorité des grains sont vert. Ils ont un axe proche de la texture basale avec une majorité des plans $(10\bar{1}1)$ parallèles à la normale de la surface de l'échantillon. Elle met en évidence une structure préférentiellement basale dans le revêtement de Zn. Ce résultat est confirmé sur toute la surface.

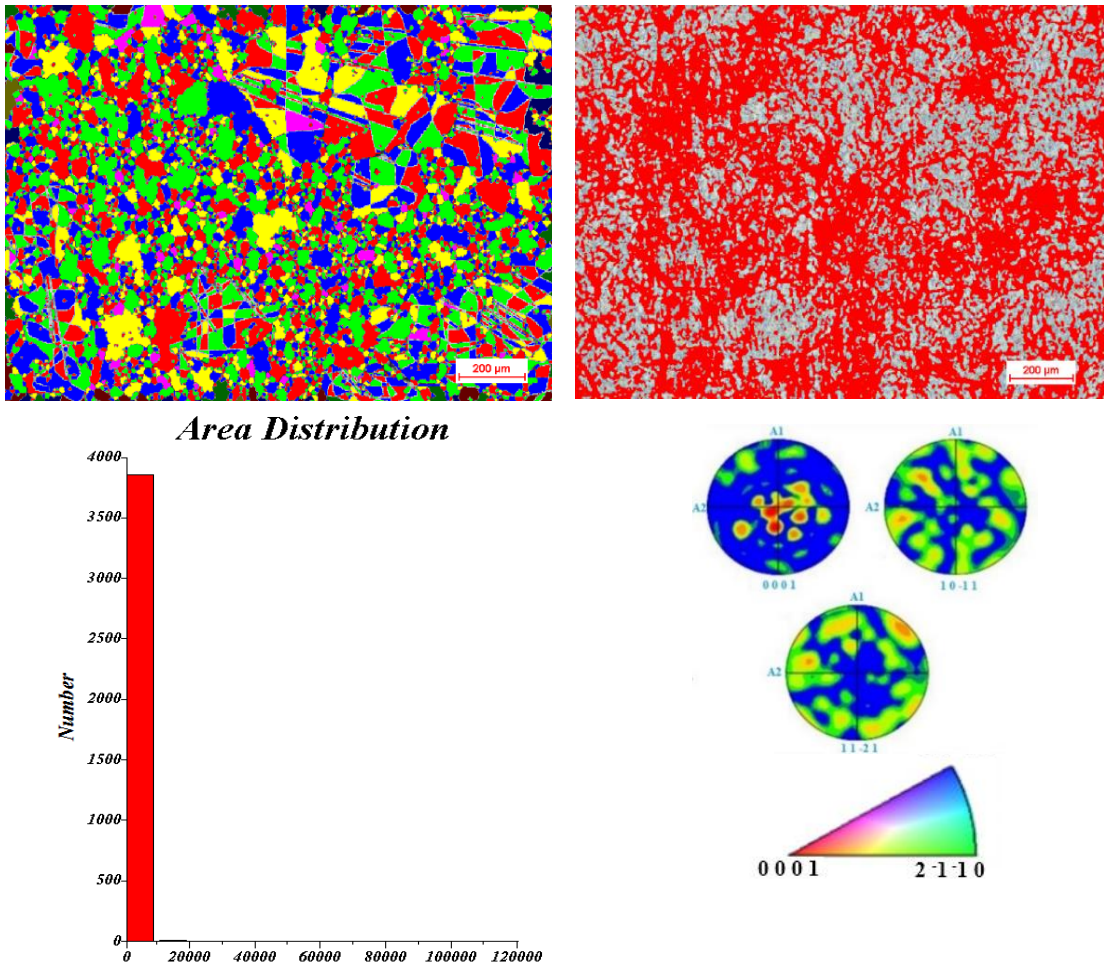


Figure III. 6 : Cartographie d'orientations IPFZ échantillon A , taille de grain et de pole $\{0001\}$, $\{10\bar{1}1\}$ et $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$.

I.3.2. Echantillon B

A partir de la cartographie d'orientations cristallographiques (Inverse Pole Figure IPFZ) et la projection stéréographique en équidensité de ces orientations (fig III.7), on constate que la majorité des grains sont rouges. Ils ont donc un axe proche de la texture basale avec une majorité des plans (0001) parallèles à la normale de la surface de l'échantillon. Ce résultat est confirmé sur toute la surface.

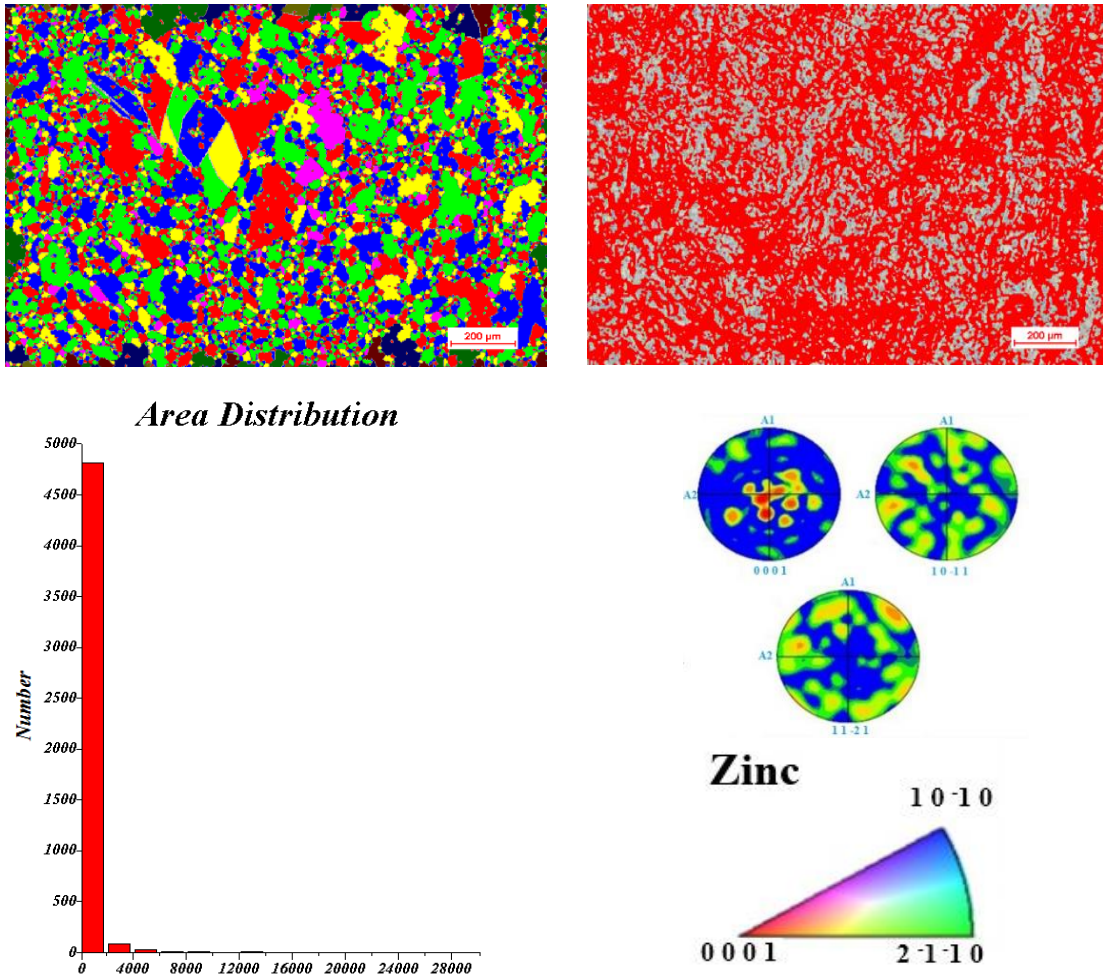


Figure III.7 : Cartographie d'orientations IPFZ de échantillon B , taille de grain et de pole $\{0001\}$, $\{10\bar{1}1\}$ et $\{2\bar{1}10\}$.

I.3.3. Echantillon C

A partir de la cartographie d'orientations cristallographiques (Inverse Pole Figure IPFZ) et la projection stéréographique en équidensité de ces orientations (fig III.8), on constate que la majorité des grains sont en rouges. Ils ont donc un axe proche de la texture basale avec une majorité des plans (0001) parallèles à la normale de la surface de l'échantillon. Ce résultat est confirmé sur toute la surface.

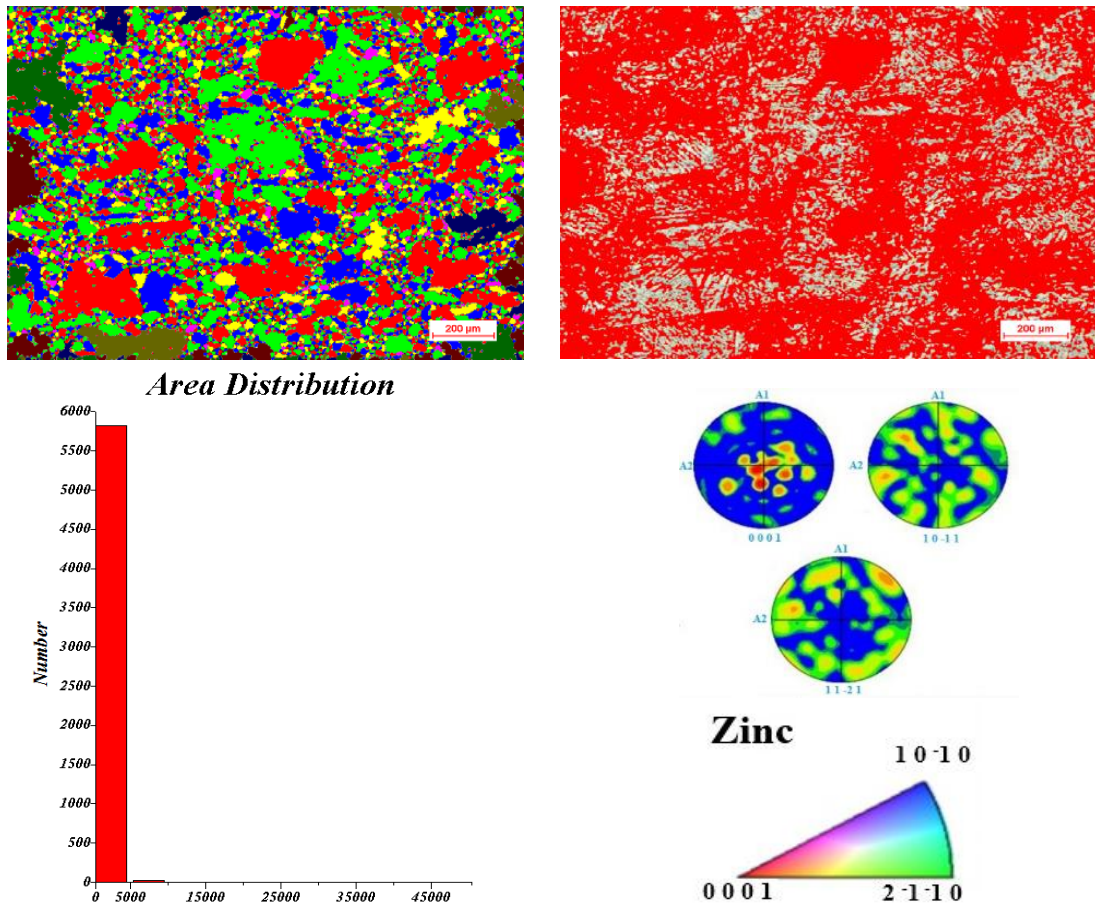


Figure III. 8 : Cartographie d'orientations IPFZ échantillon C, taille de grain et figure de pole $\{0001\}$, $\{10\bar{1}1\}$ et $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$.

I.3.4. Echantillon D

A partir de la cartographie d'orientations cristallographiques (Inverse Pole Figure IPFZ) et la projection stéréographique en équidensité de ces orientations (fig III.9), on constate que la majorité des grains sont vert et bleu . Ils ont donc un axe proche de la texture basale avec une majorité des plans $(10\bar{1}1)$ et $(2\bar{1}\bar{1}0)$ parallèles à la normale de la surface de l'échantillon. Ce résultat est confirmé sur toute la surface.

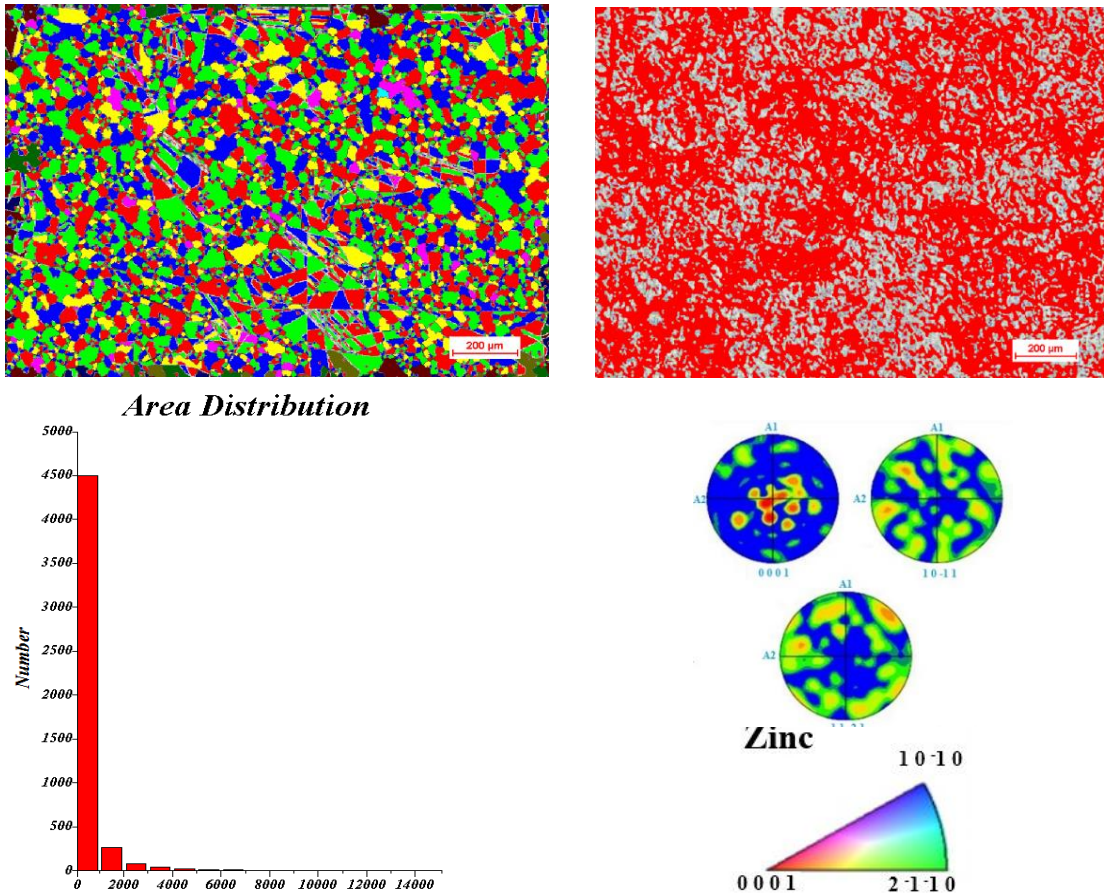


Figure III. 9 : Cartographie d'orientations IPFZ échantillon D, taille de grain et de pole $\{0001\}$, $\{10\bar{1}1\}$ et $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$.

I.4.Morphologie des interfaces formées

Le revêtement de zinc est généralement constitué des trois couches Γ , δ et ξ placées entre la solution α (alpha) saturée en zinc et la solution η saturée en fer. L'existence de ces différentes phases assure une bonne adhérence de l'ensemble du revêtement tant que les composés intermétalliques n'occupent pas une partie trop importante de l'épaisseur de la couche de galvanisation. Les risques de décollement ou d'écaillage apparaissent lorsque les composés intermétalliques le revêtement. Ceci est rapport direct avec les propriétés mécaniques des composés Fe-Zn.

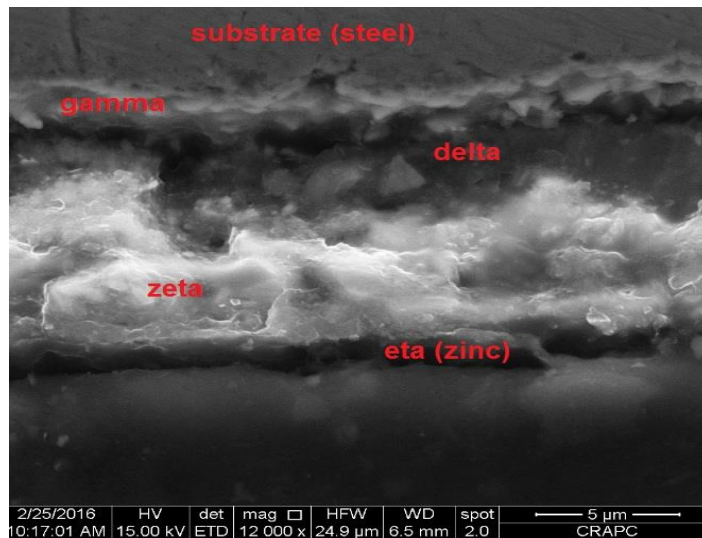


Figure III.10: Coupe micrographique d'un revêtement galvanisé.

1. La Phase « Γ » (gamma), ou couche d'adhérence :

En formant un composé de $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$ de structure cubique, d'épaisseur d'ordre 1 à $2\mu\text{m}$, elle est difficilement visible ; aux alentours de 80 % en masse de zinc. Sa diffusion parfois très rapide, fait qu'elle est transformée en phase delta.

2. La Phase « δ » (delta), ou couche en palissade :

- δ a environ 90 % en masse de zinc, présentant un alliage de formule FeZn_7 , se cristallise dans le système hexagonal, et d'épaisseur d'environ 6 à $8\mu\text{m}$ qui est particulièrement fragile. La structure d'une couche de galvanisation a longtemps fait croire à l'existence de deux phases distinctes dans cette région, à savoir δ_c et δ_p respectivement du côté fer et du côté zinc, car les morphologies apparentes sont très différentes, compacte d'une part et en palissade de l'autre, ce qui entraîne notamment des microduretes assez différentes ;

3. La Phase « ζ » (dzêta) :

- ζ vers 93 % en masse de zinc ; composée de $\text{Fe}_3\text{Zn}_{13}$, sa cristallisation structurale est monoclinique, d'épaisseur variant entre 5 et $8\mu\text{m}$, elle est également cassante.

4. La Phase « η » (êta), ou zinc pur :

Contenant la teneur en fer du bain de galvanisation, c'est-à-dire 0,020%, elle se cristallise dans le système hexagonal, son épaisseur est 2 à $4\mu\text{m}$.

Les phases intermétalliques sont plus dures que le fer et le zinc, il s'ensuit que la couche formée par ces phases est plus rigide. Au cours de la déformation d'une tôle de galvanisation, la couche ne peut suivre les déformations du fer et du zinc que dans la mesure où son épaisseur est faible.

I. Caractérisation métallurgique

Au-delà d'une certaine épaisseur critique les déformations ne pourront se faire sans écaillage de la couche de galvanisation.

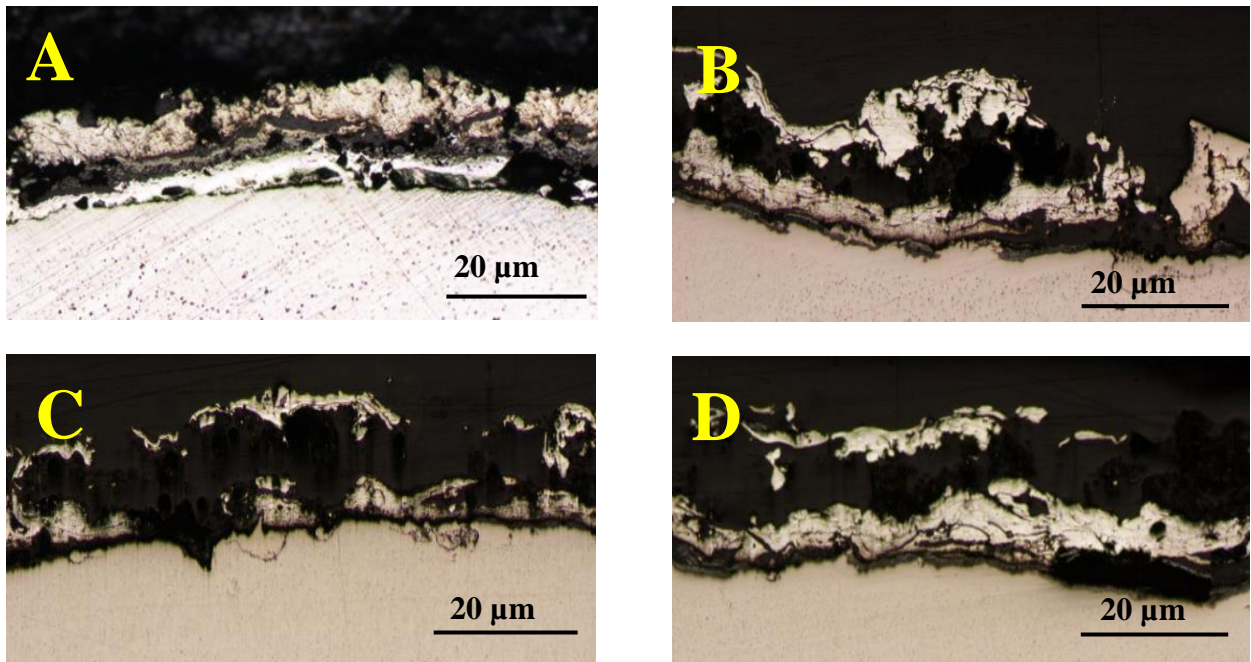


Figure III.11: Coupe transversale des échantillons A; B; C et D.

Les micrographies présentées dans les (Figure III.11) correspondent aux échantillons A, B, C et D révèlent l'évolution du revêtement en fonction de l'épaisseur de substrat. Les figures montrent que la constitution du revêtement n'est pas homogène car il est formé de couches différentes de l'interface vers l'extérieur. On remarque que la morphologie des couches est liée à la teneur en carbone de l'acier.

La première couche (« Γ » : *gamma*) est relativement fine et uniforme, elle apparaît en sombre et possède la plus faible épaisseur. La deuxième couche (« δ » : *delta*) présente un aspect beaucoup plus fissuré ; elle est formée de nombreux cristaux en aiguille accolés et dirigés perpendiculairement à la surface. La troisième couche (« ζ » : *dzêta*) présente une cristallisation plus fine que la deuxième couche, la structure n'est pas vraiment orientée, elle est aciculaire. On constate que la limite entre la deuxième couche et la troisième couche est bien définie. La quatrième couche (« η » : *êta, ou zinc pur*) est relativement fine et uniforme.

I.5. Analyse aux rayons X :

La figure III.12 représente le spectre de diffraction des différents échantillons galvanisés. L'analyse des spectres de diffraction des RX a permis l'identification de l'ensemble des phases

I. Caractérisation métallurgique

qui compose les échantillons. Ce résultat est confirmé le même sur tous les échantillons A , B, C et D.

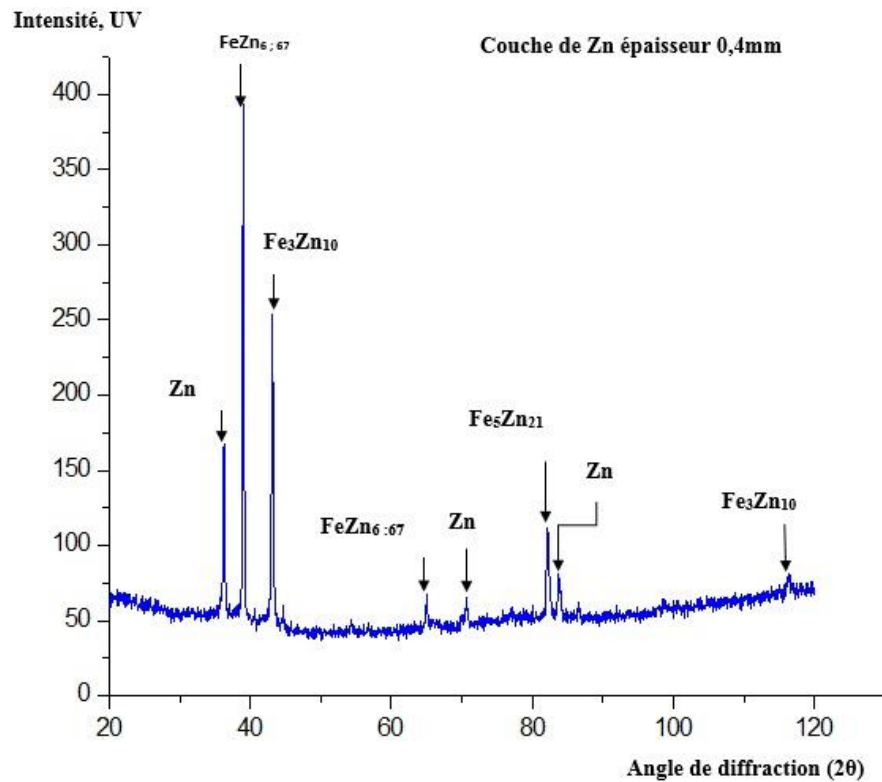


Figure III. 12 : Spectre de diffraction DRX dans les conditions de diffraction rasante.

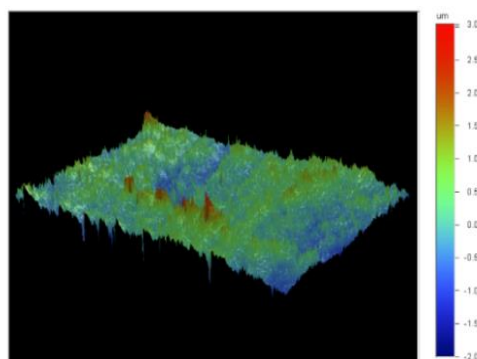
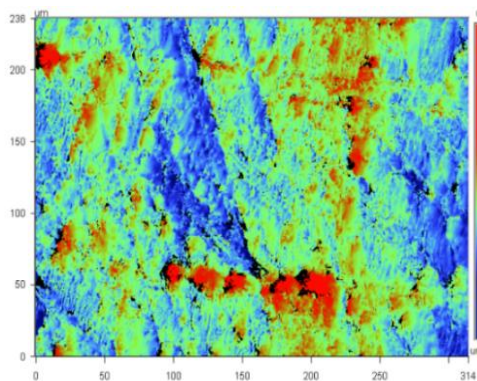
La figure III. 12 montre le spectre de diffraction DRX obtenu dans les conditions de diffraction rasante à très faible angle dont le but d'identifier toutes les phases formées en extrême surface et les couches sous-jacentes. On observe des pics très intenses qui correspondent parfaitement aux plans de diffraction des phases η - Zn, ζ -FeZn₁₃, Γ - Fe₅ Zn₂₁. Ces phases forment la couche de combinaison, on note aussi la présence du SiO₂ et du composé Fe₁₁Zn₄₀.

I.5. État de surface

L'état de surface joue un rôle primordiale dans la caractérisation des aciers galvanisés, il régit l'adhérence des revêtements de Zn. La topographie des surfaces étudiées après la galvanisation, a été observée par un profilomètre en trois dimension type veeco-wykoNT1100.

L'état de surface des aciers galvanisés est illustré par les micrographies et les profils de rugosité, reportés dans la figure III.13.

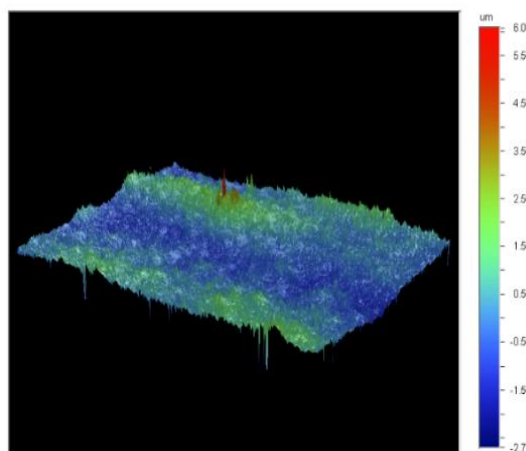
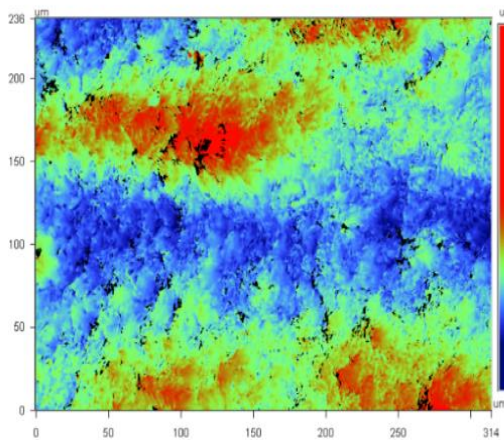
➤ *Echantillon A*



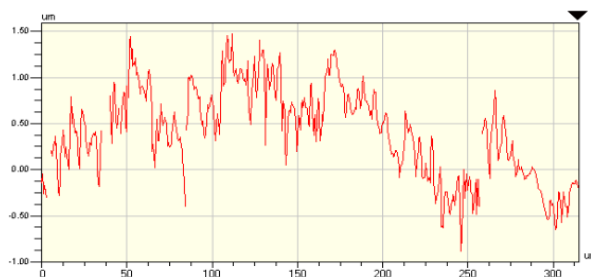
<i>Parametre</i>	<i>Valeur (μm)</i>
<i>Ra</i>	<i>0.32</i>
<i>Rq</i>	<i>0.42</i>
<i>Rz</i>	<i>4.18</i>
<i>Rt</i>	<i>5.04</i>



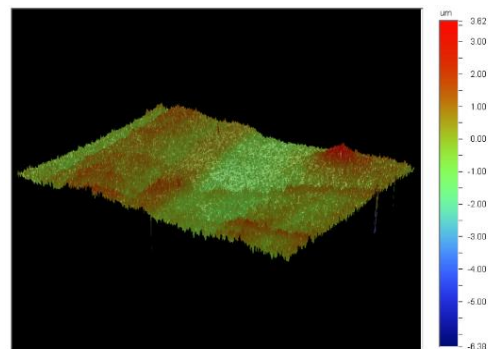
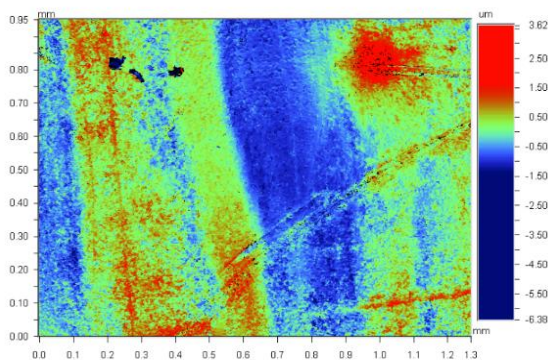
➤ *Echantillon B*



<i>Parametre</i>	<i>Valeur (μm)</i>
<i>Ra</i>	<i>0.57</i>
<i>Rq</i>	<i>0.71</i>
<i>Rz</i>	<i>6.38</i>
<i>Rt</i>	<i>8.79</i>



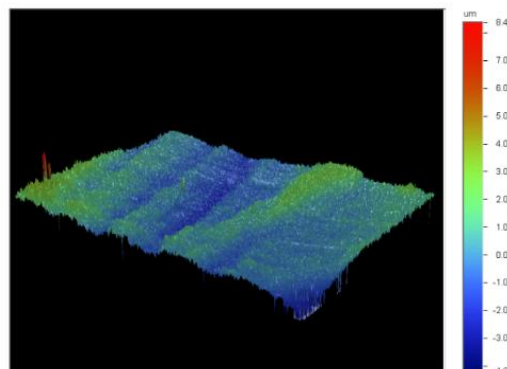
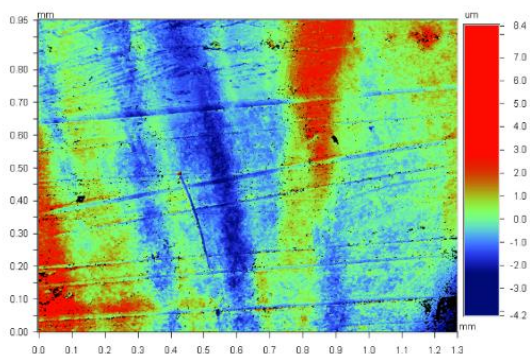
➤ *Echantillon C*



<i>Parametre</i>	<i>Valeur (μm)</i>
<i>Ra</i>	<i>0.52</i>
<i>Rq</i>	<i>0.65</i>
<i>Rz</i>	<i>7.8</i>
<i>Rt</i>	<i>10.01</i>



➤ *Echantillon D*



<i>Parametre</i>	<i>Valeur (μm)</i>
<i>Ra</i>	<i>0.76</i>
<i>Rq</i>	<i>0.99</i>
<i>Rz</i>	<i>8.33</i>
<i>Rt</i>	<i>12.55</i>

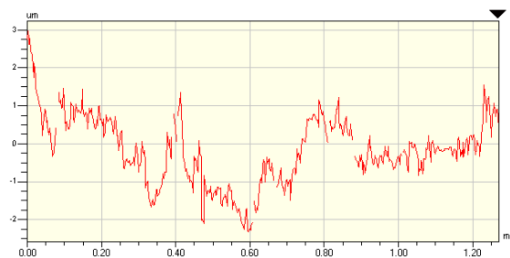
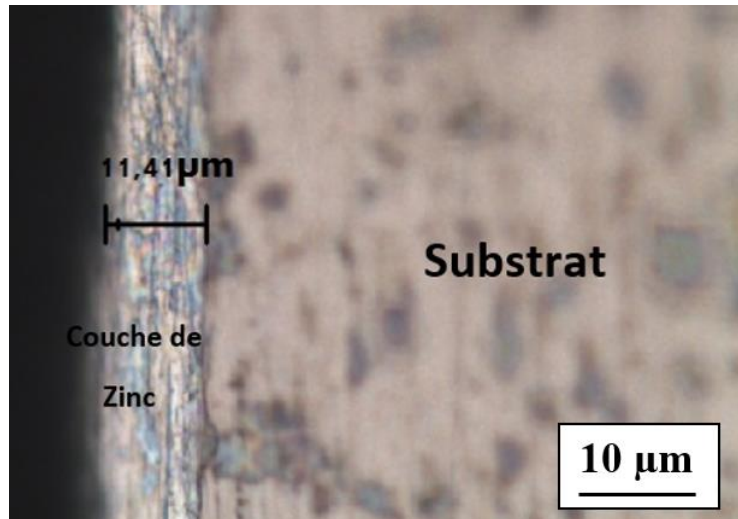


Figure III. 13 : Topographie des surfaces étudiées après la galvanisation des échantillons A; B; C et D.

I.6. Epaisseur du revêtement

Nous avons mesuré la couche de revêtement avec deux méthodes. Premièrement à l'aide d'elcometer 345 qui est utilisé pour le contrôle de l'épaisseur. Elle donne directement la valeur. Nous avons fait 81 essais par surface pour les quatre échantillons . Deuxième méthode, à l'aide de microscope optique. Les deux méthodes ont donnés presque les mêmes résultats.L'épaisseur de la tôle était de A ; B ; C etD et l'épaisseur moyenne de la couche de zinc était en moyenne de 16 μm (fig III. 14).



FigureIII. 14 :Coupe transversalle d'acier galvanisé .

Echantillon	Aspect	Epaisseur de revêtement (μm)	La rugosité Ra (μm)
A	Gris terne +fleurage minimisé	15	0.32
B	Gris terne +fleurage	16	0.52
C	Brillant +fleurage	18	0.57
D	Brillant + fleurage accentué	22	0.67

Tableau III.1 : Tableau montrant l'aspect ;l'épaisseur et la rugosité de chaque échantillon A ;B ;C et D.

Le tableau au-dessus regroupe l'aspect, l'épaisseur ainsi que la rugosité de la couche galvanisée pour tous les échantillons. D'après ce tableau, on remarque que l'épaisseur des couches revêtus et la rugosité de surface augmente avec l'augmentation de l'épaisseur du substrat. L'augmentation

I. Caractérisation métallurgique

de la rugosité est due au changement de la morphologie de la couche galvanisé superficielle (eta, augmentation de l'aspect de fleurage) .

I.7. Nature de substrat

Le substrat est une tôle d'acier hypoeutectoïde ($C \leq 0.8\%$) de structure ferrito-perlitique (fig III.15) avec des grains ferritique de taille moyenne de $12\mu\text{m}$ et les grains perlitique possèdent une taille moyenne de $21\mu\text{m}$ (tableau III.2). La ferrite qui est le constituant majeur. c'est une solution solide de carbone dans le $\text{Fe}\alpha$, cristallisant dans le système cubique centré.

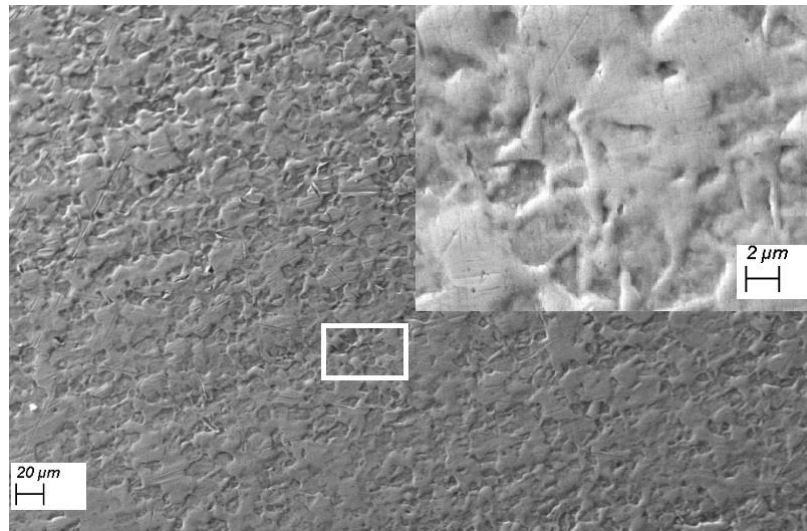


Figure III. 15 : La structure ferrito-perlitique du substrat.

La figure III.16 montre la taille des grains de ferrite et de perlite déterminée par analyse d'image à l'aide d'un logiciel suivant la norme standard ASTM E1382-97.

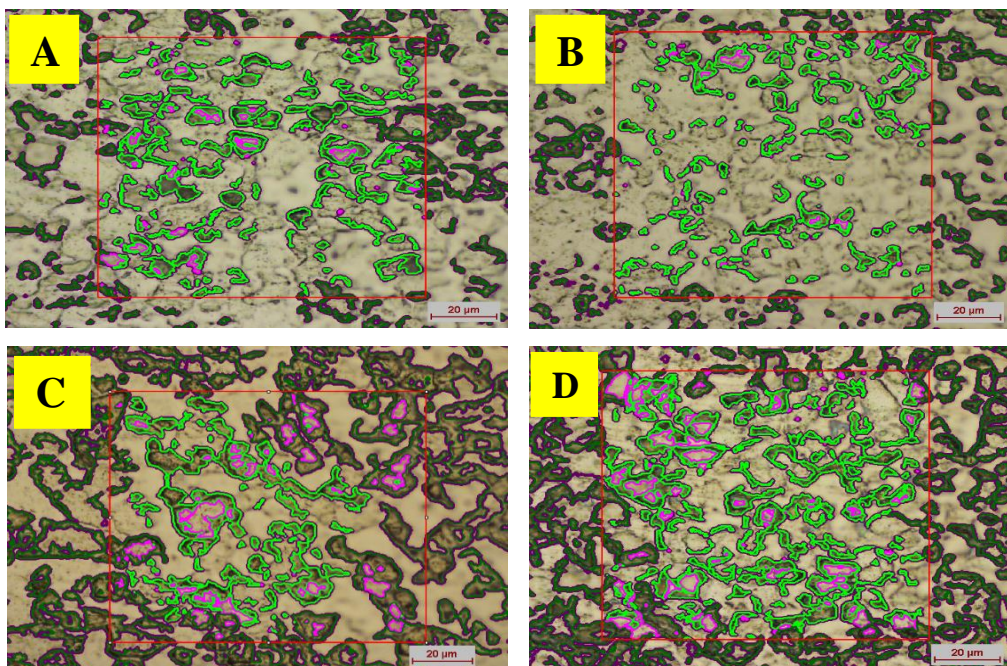


Figure III. 16 : Taille de grain de substrat de échantillon A, B, C et D.

II. Caractérisation mécanique

Les observations microstructural au microscope optique, après polissage et attaque chimique (FigIII. 16) pour les quatres échantillons, permettent de mettreen évidence.

La présence de la ferrite (phase claire tracé par le vers) et de la perlite (phase sombre tracé par le rose).

Échantillons	Ferrite		Perlite	
	Pourcentage (%)	Taille de grain (μm)	Pourcentage (%)	Taille de grain (μm)
A	89	12	11	22
B	86	11	14	21
C	79	13	21	19
D	75	12	25	21

Tableau III.2 :Taille de grain moyenne avec le pourcentage de ferrite et perlite de chaque échantillon .

Le tableau au-dessus regroupe le pourcentage de ferrite et perlite dans le substrat avec la taille de grain pour tous les échantillons. D'après ce tableau, on remarque que la structure de substrat est formée principalement de ferrite qui apparait en phase claire, elle est décroissant avec l'augmantation de épaisseur de substrat et d'une quantité relativement faible de perlite, qui apparait en phase sombre ; en remarque que le pourcentage de perlite augmente avec l'augmentation de épaisseur de substrat .

II. Caractérisation mécanique

II. 1. Effet de la déformation sur le revêtement de zinc

L'effet de la déformation surle revêtement de zinc après des essais de traction uniaxiale a été étudié en réalisant des observations en surface appliquée sur différentes épaisseur de substrat (A ; B ; C et D). Des modes de fissuration (inter et intra granulaire), l'évolution de l'épaisseur et de la rugosité du revêtement pour différents niveaux de déformation ont été quantifiés.

II. 1.1.Déformation 5%

Après la déformation, un écaillage important en surface est observé pour tous les niveaux d'épaisseur imposés sur la surfaceet on observe aussi l'évolution d'ouverture des joints de grains. La figure III.17 montre des exemples de cet écaillage pour A; B; C et D.

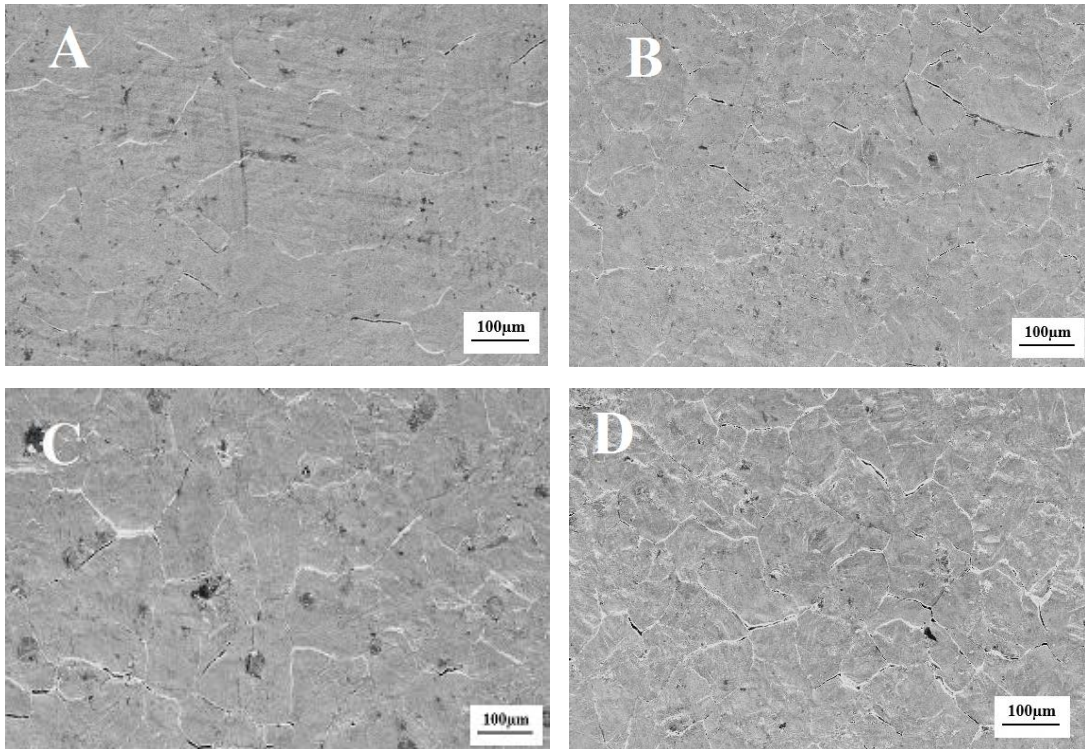


Figure III.17 : Images MEB montrant l'évolution d'ouverture des joints de grains à 5% de déformation plastique imposée sur différentes épaisseurs (A ;B ;C et D).

II. 1.2. Déformation 15% (Fissuration intergranulaire)

Après la déformation, la couche d'oxyde déjà fissurée, craque et s'écaille. Afin de mieux visualiser l'endommagement de la surface du revêtement sous la couche de chromatisation, la figure III.18 présente l'évolution de l'ouverture des joints de grains en fonction du niveau de déformation plastique imposé sur des échantillons A ; B ;C et D. Sur la surface de l'échantillon sans déformation, de faibles ouvertures aux joints de grains sont visibles. On rappelle que ce phénomène est lié au Skin-Pass préalablement appliqué. Nous constatons une augmentation de la densité des joints de grains ouverts avec la déformation plastique jusqu'à 15 %. On constate également une forte augmentation du maclage avec la déformation [9]. Des observations à un grossissement plus important (fig III.18) montrent l'apparition de fissures espacées de 50µm à quelques 10 µm, laissant présager leur apparition non seulement aux joints de grains mais aussi aux joints de macle.

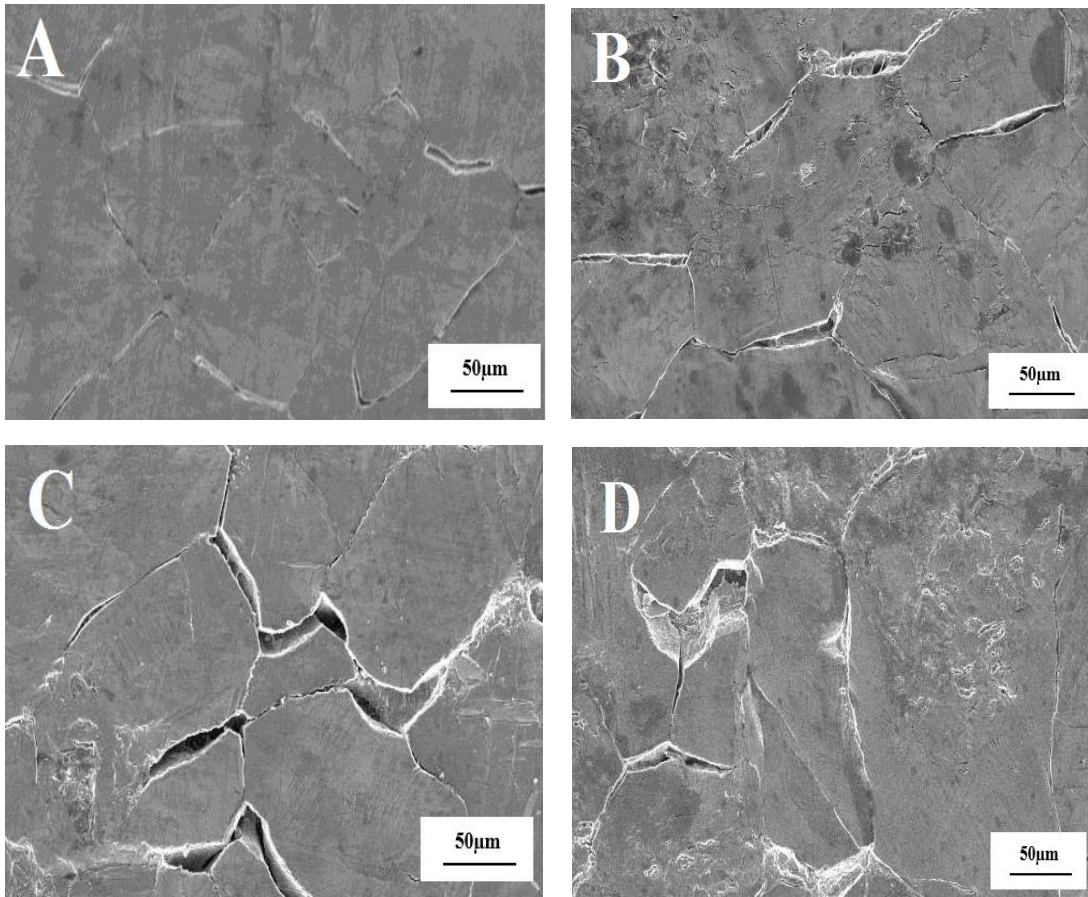


Figure III.18 : Images MEB montrant l'évolution d'ouverture des joints de grains à 15% de déformation plastique imposée sur différentes épaisseurs(A ;B ;C et D).

II. 1.3. Déformation 25% (intragranulaire)

Des observations à un grossissement plus important (fig III.19) montrent l'apparition de fissures espacées de 50µm à quelques 100µm, laissant présager leur apparition non seulement aux joints de grains mais aussi aux joints de macles [10].

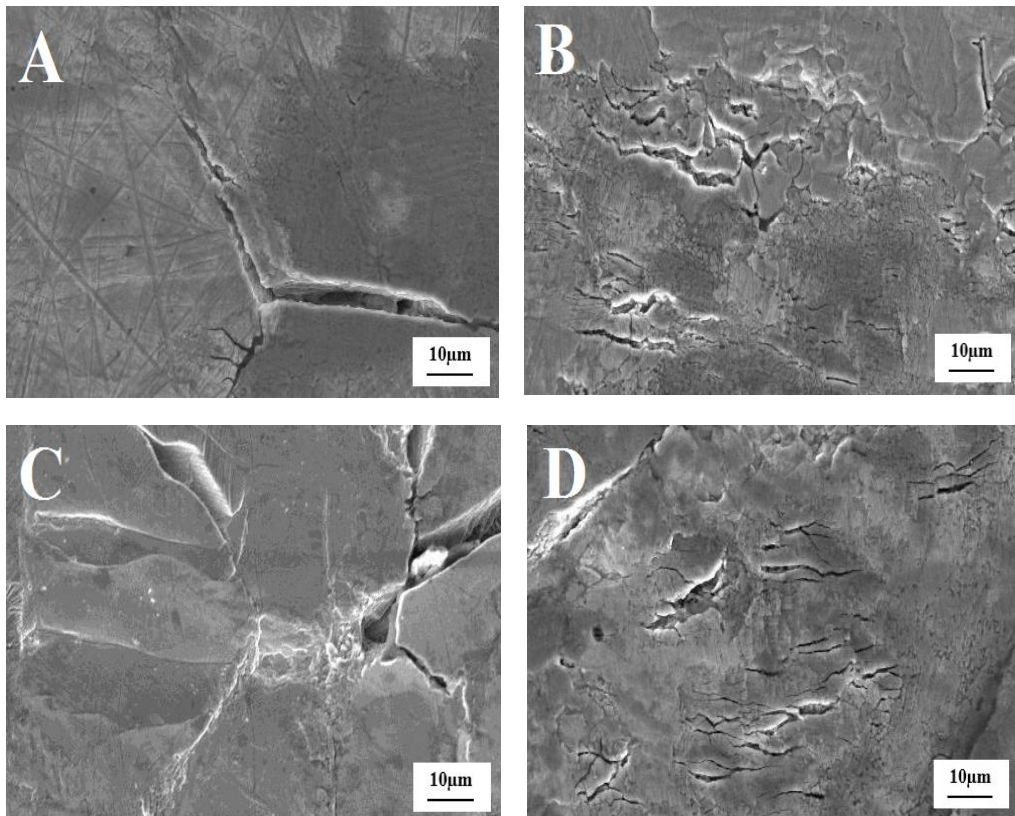


Figure III.19 : Images MEB montrant l'évolution d'ouverture des joints de grains à 25% de déformation plastique imposée sur différentes épaisseurs(A ;B ;C et D).

Pour la surface déformée à 25%, on met en évidence la forte augmentation du nombre de macles.

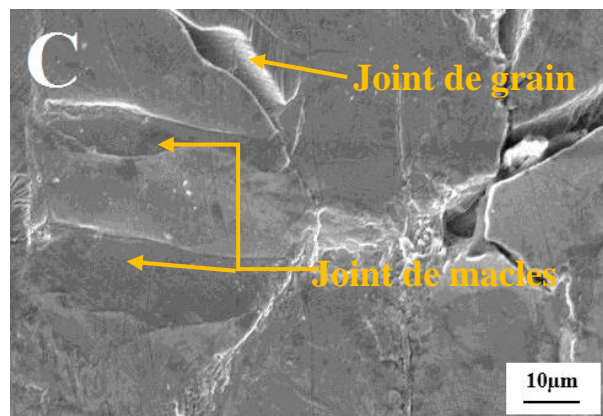


Figure III. 20 : Mise en évidence de l'ouverture des joints de macles et des joints de grains pour un échantillon C déformé à 25% pour le revêtement Zn.

II. 1.4. Rugosité de surface

Nous venons de montrer que l'augmentation de la déformation induit l'augmentation de la quantité de fissures inter et intra-granulaire ainsi que l'apparition de joint de macles. Ces dernières influent directement sur l'état de surface de ce revêtement. Pour caractériser son

II. Caractérisation mécanique

évolution, nous avons réalisé des mesures de rugosité par profilométrie optique interférentielle pour chaque niveau de déformation.

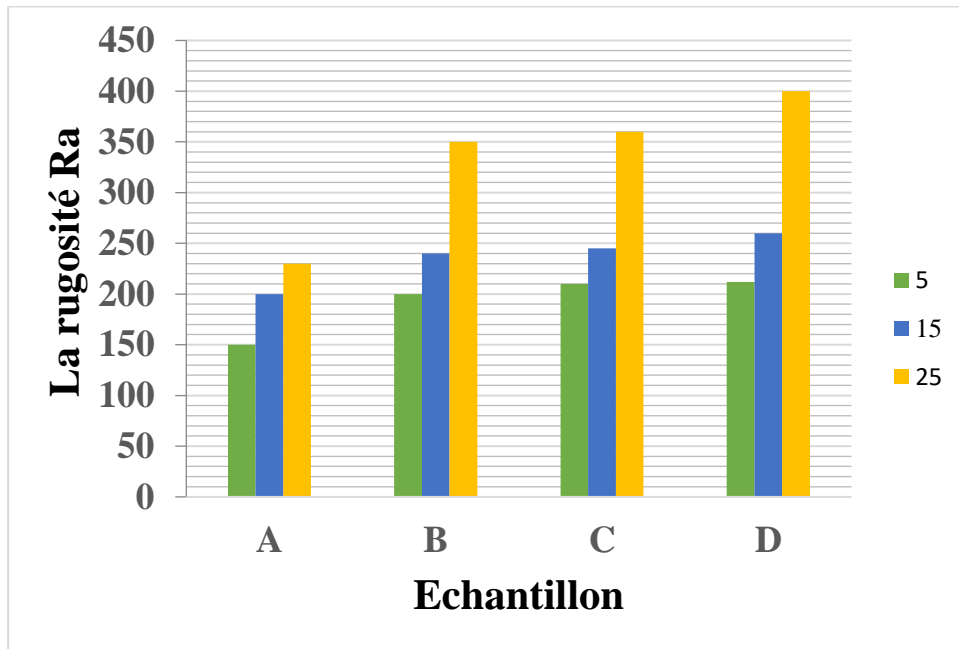


Figure III.21 : Évolution de l'écart moyen arithmétique (Ra) en fonction de la déformation plastique pour des échantillons(A ;B ;C et D).

L'écart moyen arithmétique Ra a été caractérisé pour chaque niveau de déformation pour tous les échantillons. Pour cela, des mesures ont été réalisées sur 10 zones différentes de $300 \times 220 \mu\text{m}^2$ de manière à obtenir une valeur moyenne et un écart type. La figure III.21 montre l'évolution de l'écart moyen arithmétique (Ra) en fonction de la déformation. Nous remarquons que l'écart moyen arithmétique (Ra) augmente de manière linéaire en fonction de la déformation avec un écart type d'environ 100 à 150 μm en fonction de la déformation.

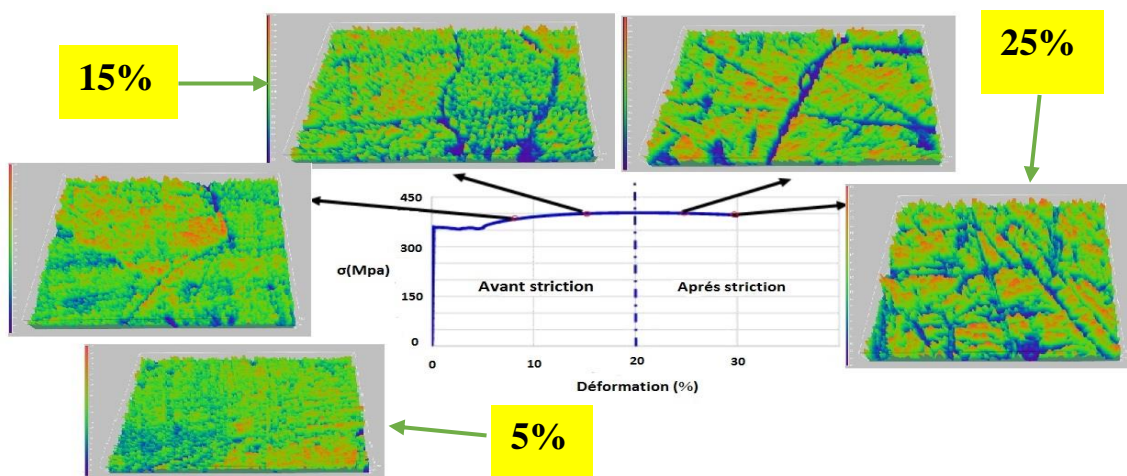


Figure III. 22 : Evolution de la rugosité de surface en fonction de la déformation sur le revêtement Zn (échantillon A).

II. 2. Nanoindentation

La nanoindentation est une méthode fiable et facile à utiliser. Elle permet d'étudier les propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle nanométrique tels que la dureté, le module élastique de Young et le fluage. Par conséquent, elle fournit une possibilité d'examiner une variété de micros mécanismes.

Les propriétés mécaniques des aciers galvanisés ont été caractérisées par nanoindentation, en utilisant un pénétrateur de diamant Berkovich de rayon 50 nm. Tous les tests d'indentation ont été effectués à température ambiante. Pour notre étude, nous avons effectué 09 tests sur chaque épaisseur (Fig III.23).

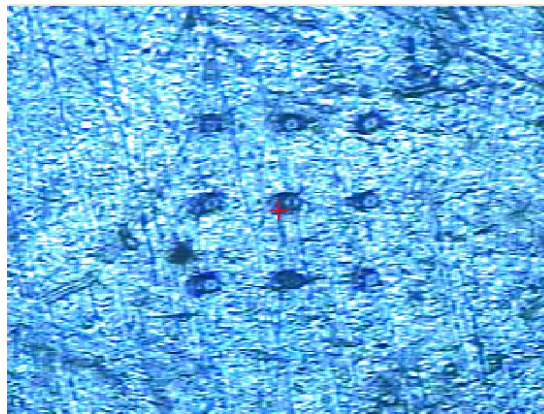


Figure III.23 : Images montrant les neuf empreintes d'indentations.

Des essais à différentes charges de 1000 à 12000 nm ont été réalisées pour comprendre l'effet de la charge. La dureté et le module de Young ont été déduits à partir des courbes de chargement – déchargement.

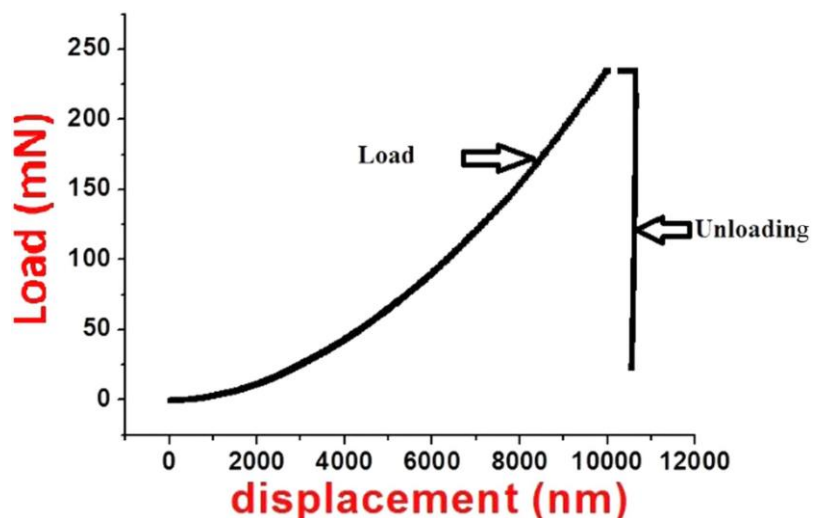


Figure III.24 : Exemple d'une courbe de chargement-déchargement.

II. Caractérisation mécanique

Ce cycle peut être configuré en fonction du déplacement . On distingue alors trois phases : phase de chargement où la charge progresse simultanément jusqu'à une valeur maximale, s'ensuit le palier qui permet d'étudier le fluage du matériau et la phase de déchargement où la charge diminue jusqu'à atteindre sa valeur nulle.

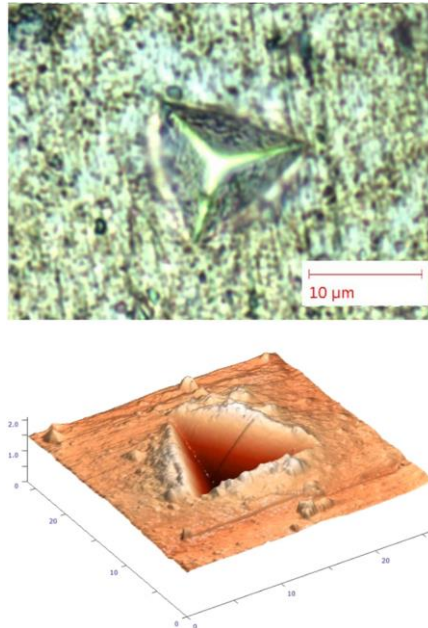


Figure III.25 : Image AFM de l'empreinte .

On peut voir clairement l'empreinte , avec une accumulation de comportement plastique autour de l'indentation.

II. 2.1. Courbe de chargement/déchargement

En général, le mécanisme de déformation des revêtements sous indentation Berkovich est très complexe. Il est souvent accompagné de plusieurs phénomènes tels que la déflexion [12], la formation de fissures [13-14], la saturation de la pression de contact, le délaminage du matériau, la plastification durant la phase de décharge et la formation d'un pile-up (formation de bourrelets plastique autour de la pointe). Les courbes chargements/déchargements de nos échantillons en fonction de la profondeur d'indentation sont présentées sur la figure III.26.

Les figures III.26 présentent des courbes typiques de chargement/déchargement de différentes épaisseurs A ,B, C et D respectivement. L'aire occupée par la phase de chargement traduit l'ensemble de l'énergie de déformation alors que la phase de déchargement dénote la déformation élastique η_e . La fraction de l'énergie élastique par rapport à l'énergie totale détermine l'élasticité du matériau alors que le rapport de l'énergie plastique et de l'énergie totale η_p spécifie la plasticité du matériau indenté [14].

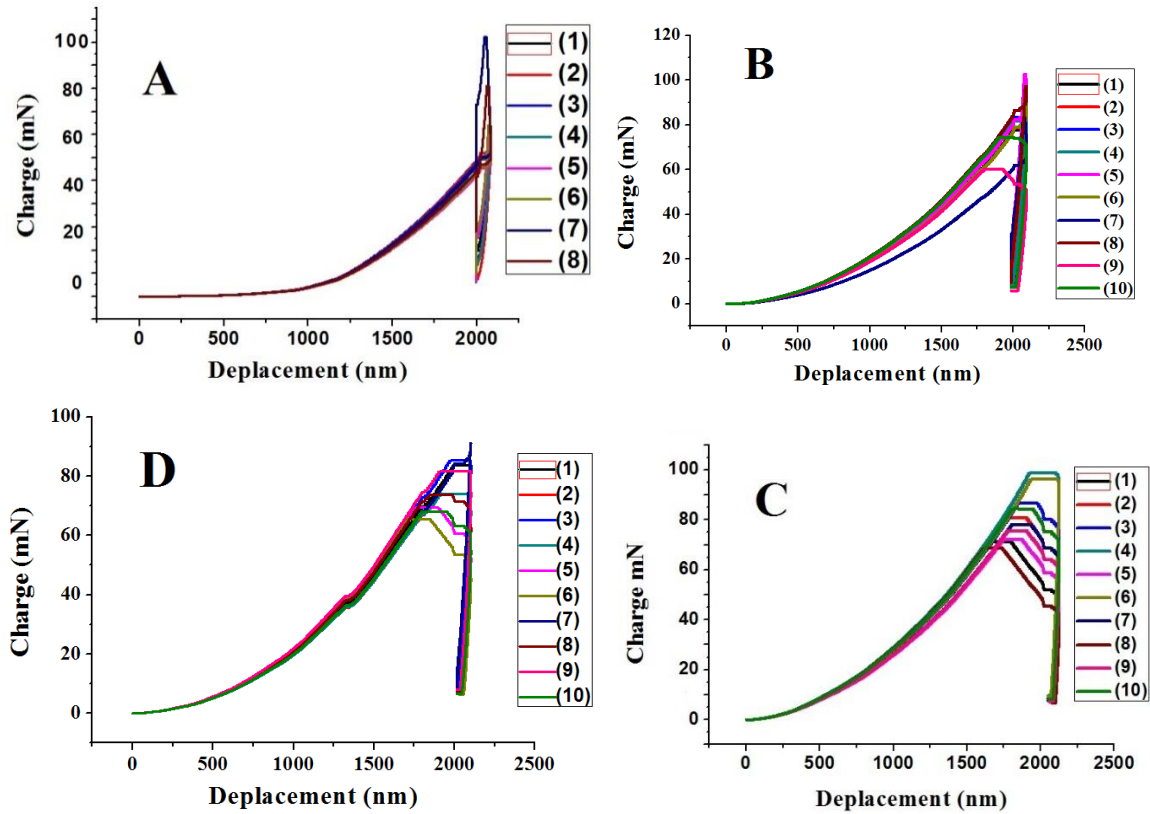


Figure III.26 : Les courbes typiques de chargement/déchargement du différent épaisseurs A ,B, C et D .

Sur les vingt essais de nanoindentation prévues, on n'a obtenue que dix. Les courbes de chargement déchargement des quatre échantillons montrent un comportement typique des aciers ductiles[12]. On peut voir également qu'il y a une grande variabilité de la réponse mécanique induite par les essais de nanoindentation appliqués sur chaque échantillon;et même si les distances entre indentations ne sont pas très grandes. On suppose que les écarts observés entre les courbes de chargement/déchargement sont affectés par des hétérogénéités locales tel que les inclusions et l'orientation des grains [14] et les densités initiales de dislocations géométriques nécessaires pour accommoder la déformation et qui déterminent les efforts fléchissant [11]. Ce dernier est extrêmement lié à la dureté car il permet de distinguer entre le comportement élastique et le comportement plastique [15].

On observe également un phénomène de fluage qui se traduit par le maintien constant de la charge maximale suite auquel se forme un plateau horizontal dont la longueur dépend du temps de maintien mais aussi du comportement visco-élastoplastique de l'acier. Au cours des essais de nanoindentation pour les différents échantillons, on observe aussi, un phénomène de « pile-up » (fig III.27) qui se traduit par la présence d'un bourrelet autour de l'empreinte d'indentation (zones en cercle noire sur la courbe rouge).

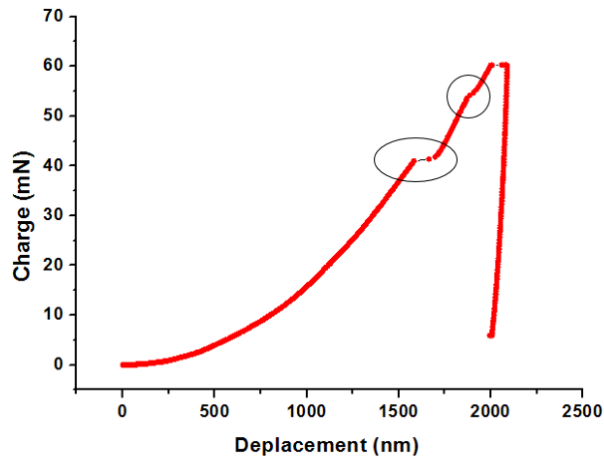


Figure III.27: Chargement /déchargement de échantillon C présente du phénomène de « pile-up»

En effet, La négligence du pile-up introduit des erreurs dans l'estimation de l'aire de contact, ce qui entraîne plusieurs difficultés dans la détermination de la valeur absolue de la nanodureté locale. Lorsque le bourrelet est significatif, l'aire de contact déduite de l'analyse d'Oliver et Pharr [13] peut sous-estimer l'aire de contact réelle menant donc à une surestimation de la nanodureté car la dureté est inversement proportionnelle à cette aire de contact. De plus, les analyses de Qian et al.[16] indiquent que l'aire de contact déduite est toujours plus petite que l'aire de contact réelle pour les indentations présentant soit un pile-up soit un sink-in (affaissement) [17].L'effet du pile-up et du sink-in est schématisé sur la figure III.28

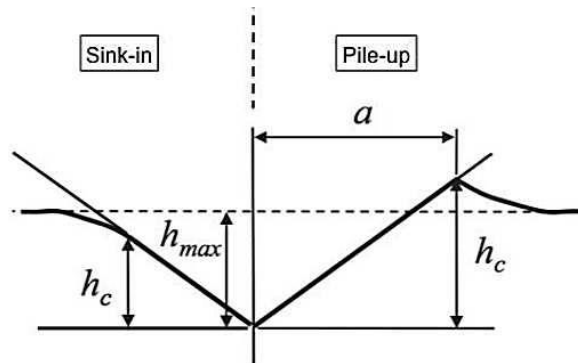


Figure III.28 :Effet du pile-up et du sink-in sur l'aire de contact pour une hauteur de pénétration h_{max} [18].

En conséquence, dans cette étude, les caractéristiques mécaniques de nos échantillons ont été estimés. Les défauts observés sur les courbes chargement/déchargement sont affectés par l'hétérogénéité des matériaux pour de multiples raisons : la topographie de la surface ainsi que les contaminants (oxydes préexistants.....).

En revanche, on note la présence du phénomène de « pile-up » qui a lieu dans le cas des matériaux mous [18] et qui se traduit par la présence d'un bourrelet autour de l'empreinte

II. Caractérisation mécanique

d'indentation. Ces sauts peuvent s'expliquer par l'inconsistance du rétablissement élastique qui est supplanté par la génération des déformations plastiques après le passage de l'indenteur. L'indentation est généralement accompagnée par l'apparition de champs de très grande portée de contraintes de cisaillement, source de dislocation au flanc du pénétrateur [18]. Ces dislocations, situées près du flanc de l'indenteur (région A de la figure III.29), peuvent être activées et sont en mesure de générer des boucles de dislocations.

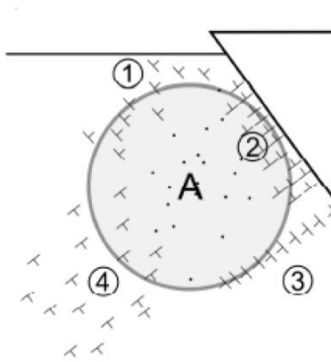


Figure III.29 :.Description du mouvement de dislocations au cours d'indentation sur un matériau ductile [19-20].

Ces dernières, émises sur des plans de glissement perpendiculaire au flanc de l'indenteur, s'accumulent en face de l'indenteur, engendrant de grands changements d'orientation (région 2 de la figure III.29). Il en résulte un empilement induisant une contrainte dans le sens opposé aux sources de manière significative empêchant en outre la génération de dislocations.

En raison du changement dans le champ de contraintes de cisaillement, les dislocations ne sont pas en mesure de surmonter la région centrale. Au contraire, ils forment un tas en ligne symétrique (région 3). Les autres parties de boucles se déplacent vers la surface libre où peu d'entre elles peuvent sortir du matériau. Mais la plupart des dislocations se disposent dans la zone où la contrainte de cisaillement s'annule formant la limite observée (région 1). On note aussi que les paliers des aciers galvanisés sont plus longues en raison de la survenue du phénomène de fluage causé soit par le mouvement des dislocations soit par la température de diffusion des atomes qui permet de changer la macrostructure du matériau via le changement de la forme des grains [19].

II. 2.2. Courbes de dureté

Les courbes III.31 représentatives de la dureté en fonction de la profondeur d'indentation révèlent une dispersion notable des valeurs de dureté pour l'ensemble des échantillons.

L'essai de nanoindentation est, par nature, extrêmement sensible aux hétérogénéités et impuretés présentes dans le matériau ainsi qu'à la rugosité de surface. On remarque que les courbes tendent vers des valeurs asymptotiques identiques.

II. Caractérisation mécanique

Lorsqu'un indenteur pénètre le matériau, il crée une zone de déformation plastique qui prend, dans des cas idéaux, une forme sphérique (Fig III.31)[21].

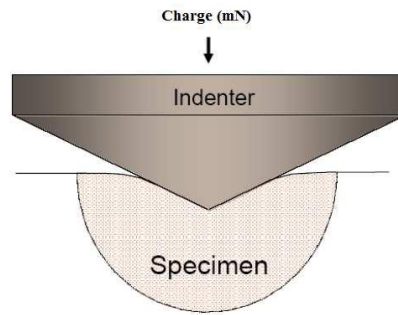


Figure III.30: Illustration d'une zone déformée sous empreinte [22].

Dans ces conditions, le volume de déformation détermine l'empreinte résiduelle et ses dimensions. D'autre part, un bourrelet le long des arêtes de l'indenteur est formé par le volume déplacé. On déduit dès lors que ces phénomènes basiques en apparence perturbent la mesure de dureté. Les scientifiques ont donc constaté que la dureté dépend de la taille de l'indentation [23]. Ceci se traduit par l'augmentation de la dureté avec la diminution de la profondeur d'indentation (Indentation size effect, ISE), soit par une diminution de la dureté avec la diminution de la charge (Reverse indentation size effect RISE).

L'effet de taille d'indentation est attribué à bon nombre de phénomènes incluant le durcissement par écrouissage durant l'indentation [24-25], à l'effet de la charge pour amorcer la déformation, à la récupération élastique après indentation [26-27], à la combinaison de réponse de déformation élastique et plastique du matériau [28]. Comme il peut être dû à la taille des boucles de dislocations formées durant l'indentation [29-30], au champ de contrainte associé aux dislocations [31], aux arêtes de l'empreinte agissant comme des charnières plastiques et à la résistance au frottement entre l'indenteur et l'échantillon [32-33].

L'effet de taille dépend aussi des paramètres microstructuraux tels que la taille des grains et de la densité initiale de dislocations au sein du matériau [34-36]. En effet, si la distance entre l'indenteur et le joint de grain augmente, la dureté diminue. Cet effet proviendrait de la facilité de nucléation des dislocations aux joints de grain [37]. En effet, la dureté d'un matériau, c'est-à-dire sa résistance à la déformation plastique, dépend directement du nombre et de la mobilité des dislocations. Plus les dislocations sont nombreuses et mobiles, plus le matériau est « mou ». Les joints de grains sont des obstacles aux mouvements des dislocations, et par conséquent, l'augmentation de la taille des grains, qui diminue la quantité de joints de grains, aura tendance à abaisser la dureté du matériau. Ce phénomène est bien connu dans le cas des métaux à l'état massif. D'autre part, le comportement en fluage peut entraver la mesure de dureté. Lors du chargement/déchargement où la charge est maintenue constante de nombreux matériaux métalliques montrent une sensibilité au fluage qui se manifeste par une horizontale à la charge

II. Caractérisation mécanique

maximale. Tout au début du déchargement, le palier fluage modifie la forme de la courbe et, de ce fait, rend la mesure de la dureté et du module d'élasticité difficile à déterminer. En effet, on observe parfois un effet du nez appelé « Bowing out » qui transcrit la continuité de la pénétration de l'indenteur avec la diminution de la charge appliquée [38]. Dans ce cas la courbe de chargement peut présenter une pente négative ce qui bien évidemment n'a pas de sens physique pour le calcul du module réduit puisque celui-ci serait négatif [39].

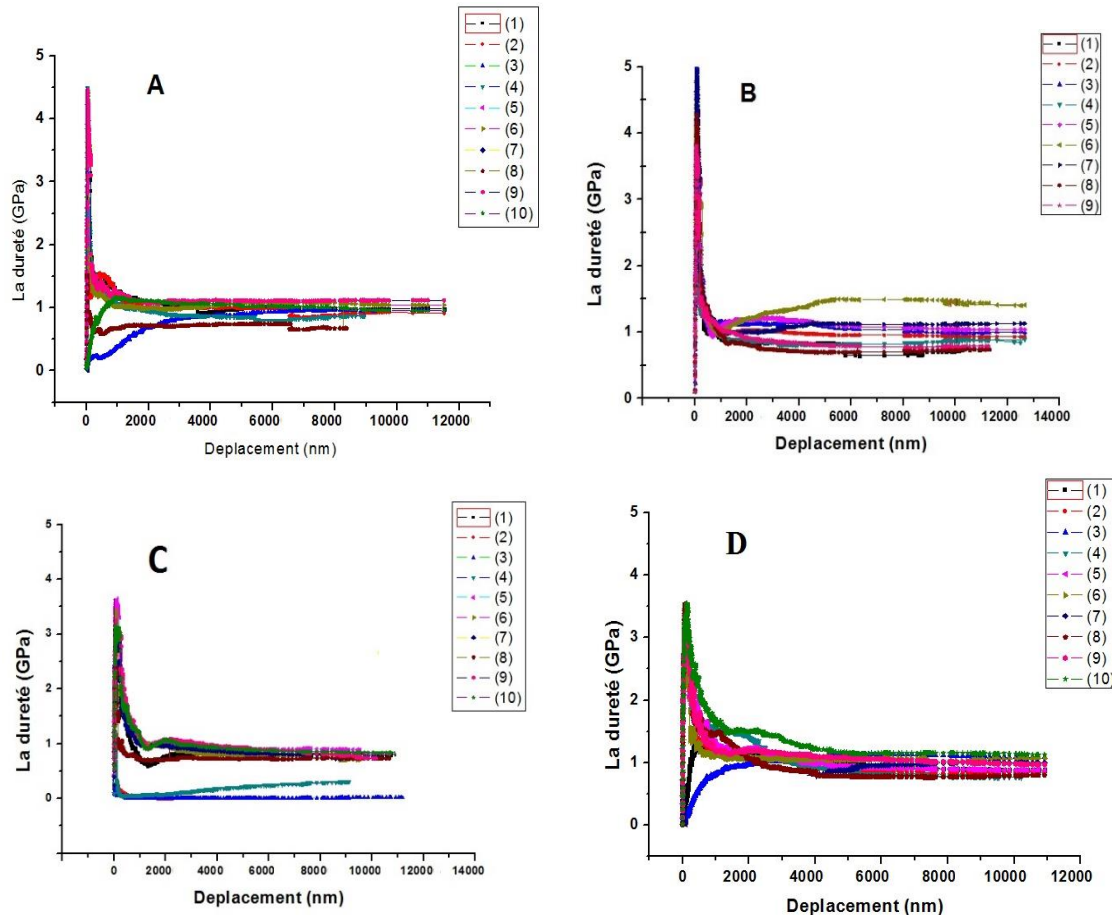


Figure III.31 :Les courbes de dureté en fonction de profondeur d'indentation :A ;B ;C et D.

On remarque également, que la dureté des quatre échantillons atteint des valeurs extrêmes d'environ 3.25 GPa.

La dureté de échantillon A; B;C et D se trouve dans l'intervalle de valeur 1.5 et 3.8. La diminution et la dispersion des duretés sont en fait dues à l'augmentation de la profondeur de pénétration et donc la longueur du segment de dislocations.

II. Caractérisation mécanique

Échantillons	Dureté de différente couche de revêtement (GPa)				Substrat
	Êta (η)	Dzêta (ζ)	Delta (δ)	Gamma (γ)	
A	0.77	1.228	3.115	2.11	1.112
B	0.79	1.2	3.21	2.1	
C	0.72	1.24	3.19	2.3	
D	0.75	1.29	3.25	2.15	

Tableau III.3 :Les valeurs de dureté des différentes couches pour les quatres échantillons A ;B ;Cet D.

Le tableau au-dessus regroupe la dureté de différente couche de revêtement pour tous les échantillons. D'après ce tableau, on remarque que la dureté de la couche Delta est plus grande que les autres couches pour tout les échantillons. On remarque aussi que les couches intermétalliques Fer-Zinc sont tres dures, souvent même plus durs que le substrat en acier .

II. 2.3. Courbes de module de Young

L'écart type est également significatif dans les courbes relatives au module d'élasticité des aciers galvanisés(Fig III.32). Comme cité précédemment, la figure reflète l'hétérogénéité des surfaces. L'indentation est sensible aux disparités microstructurales locales (oxydes, cohésion des nanoparticules...) et à la porosité. Cette dernière réduit la contrainte de rupture et bien entendu le module d'élasticité. Les études expérimentales montrent que la rugosité peut, également, fortement affecter les résultats des tests d'indentation et donc la détermination des propriétés mécaniques des matériaux à cause de la perturbation de l'aire de contact [40].

II. Caractérisation mécanique

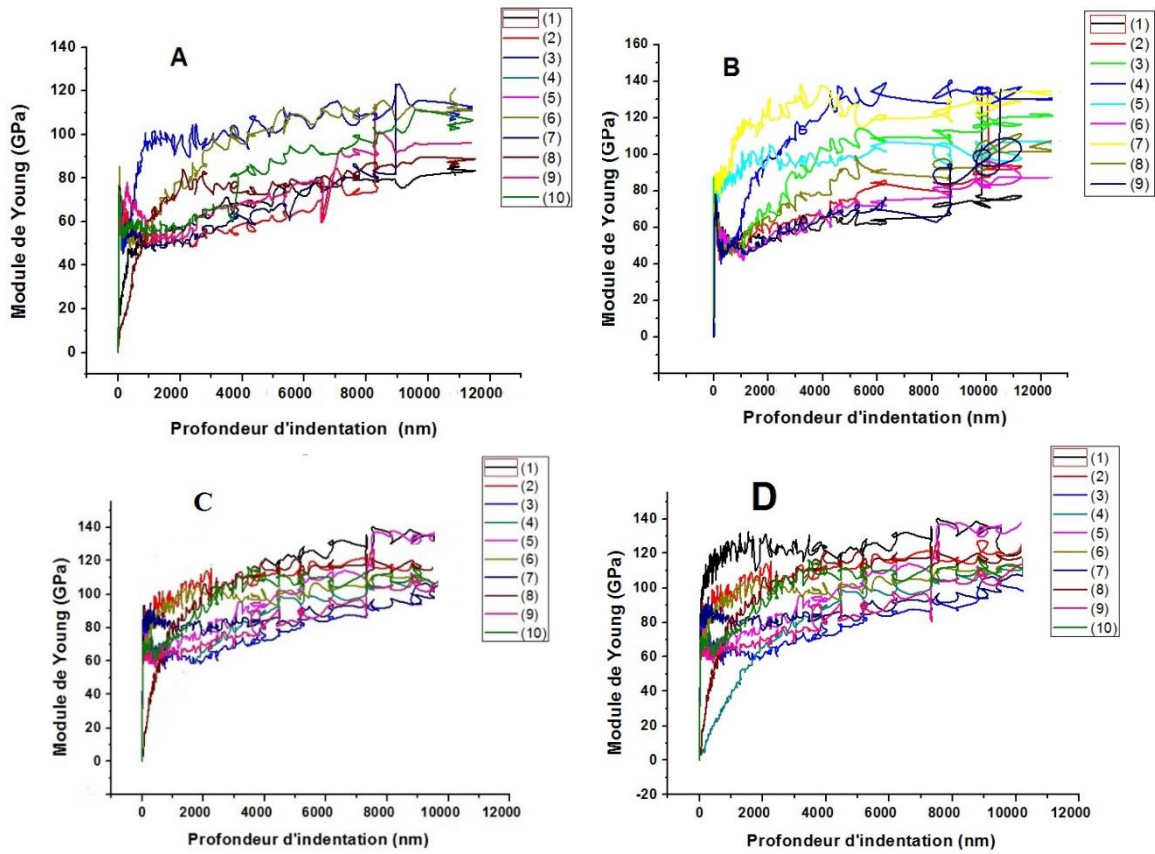


Figure III.32 : Les courbes de module de Young en fonction de profondeur d'indentation : A ;B ;C et D.

Échantillons	Module d'élasticité des différentes couches de revêtement (GPa)			
	Êta (η)	Dzêta (ζ)	Delta (δ)	Gamma (γ)
A	0,77	1,15	0,95	0,82
B	0,72	1,17	0,90	0,83
C	0,74	1,24	1,05	0,88
D	0,71	1,21	0,96	0,87

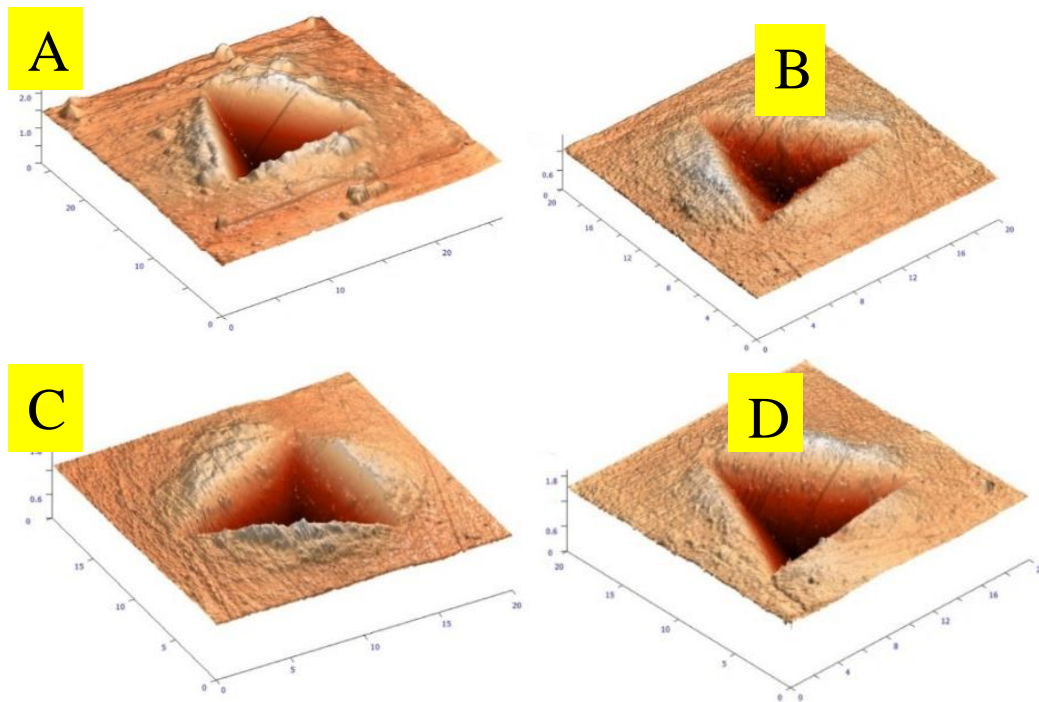
Tableau III.4: Valeurs de module d'élasticité des différentes couches pour les quatre échantillons A ;B ;C et D.

Le tableau au-dessus regroupe le module d'élasticité de différentes couches de revêtement pour tous les échantillons. D'après ce tableau, on remarque que le module de Young de la couche Dzêta est plus grand que les autres couches pour tous les échantillons. On remarque aussi que le module d'élasticité de l'échantillon C est plus élevé par rapport aux autres échantillons.

II. Caractérisation mécanique

II. 2.4. Caractérisation par AFM des empreintes de nanoindentation

Pour calculer les caractéristiques mécaniques réelles de matériaux ductiles on a utilisé une méthode fondée sur la mesure de l'empreinte d'indentation par imagerie AFM[41-42].L'utilisation de cette dernière s'est accrue parce qu'elle permet de calculer l'aire du « pile-up » en réalisant des images AFM et des profils de l'empreinte d'indentation et elle offre ainsi la possibilité de calculer l'aire de contact projetée réelle, nécessaire à la détermination de la dureté. Les figures III.33 illustrent les profils 3D des indentations obtenues à partir de mesures AFM en mode tapping. On constate que les aciers galvanisés sont déviés par rapport au prolongement des axes médians de la pyramide, indiquant que la déformation plastique s'est produite [43].Cela peut être un effet des joints de grains [44-45].Le déplacement de matière autour des indentations est donc significativement différent, à la fois en étendue et en forme, entre les indentations. Cela peut être expliqué par la nature des dislocations et la position de l'empreinte d'indentation par rapport aux plans cristallographiques (plan de glissement)[43, 46].



Figures III.33 :Profils 3D des indentations obtenues à partir de mesures AFM en mode tapping: A ;B ;C et D.

II. 3. Le rayage (scratch test)

Il s'agit d'évaluer l'endommagement des surfaces et les caractéristiques (taille, morphologie), dans l'optique de corréler les informations recueillies aux comportements tribologiques macroscopiques des aciers . Chaque acier galvanisé a subi des essais de rayures sous force normale progressive allant de 0 N à 10 N sur une gamme de vitesses de 10mm/min. Le diagnostic

II. Caractérisation mécanique

des modes d'endommagement occasionnés par les tests de rayage est obtenu à l'aide d'un microscope métallographique intégré dans ledispositif. Ce microscope effectue une inspection de la trace de rayure et l'archivage en post-synchronisation après chaque fin de test. Le coefficient de frottement de tous les échantillons accroît linéairement avec la charge normale. Par ailleurs, les mécanismes de fissuration et de délamination ne se traduisent point par des variations du signal d'émission acoustique concordant permettant un diagnostic direct (Fig III. 34) . Par conséquent, l'adhérence des matériaux antifriction au substrat est excellente.

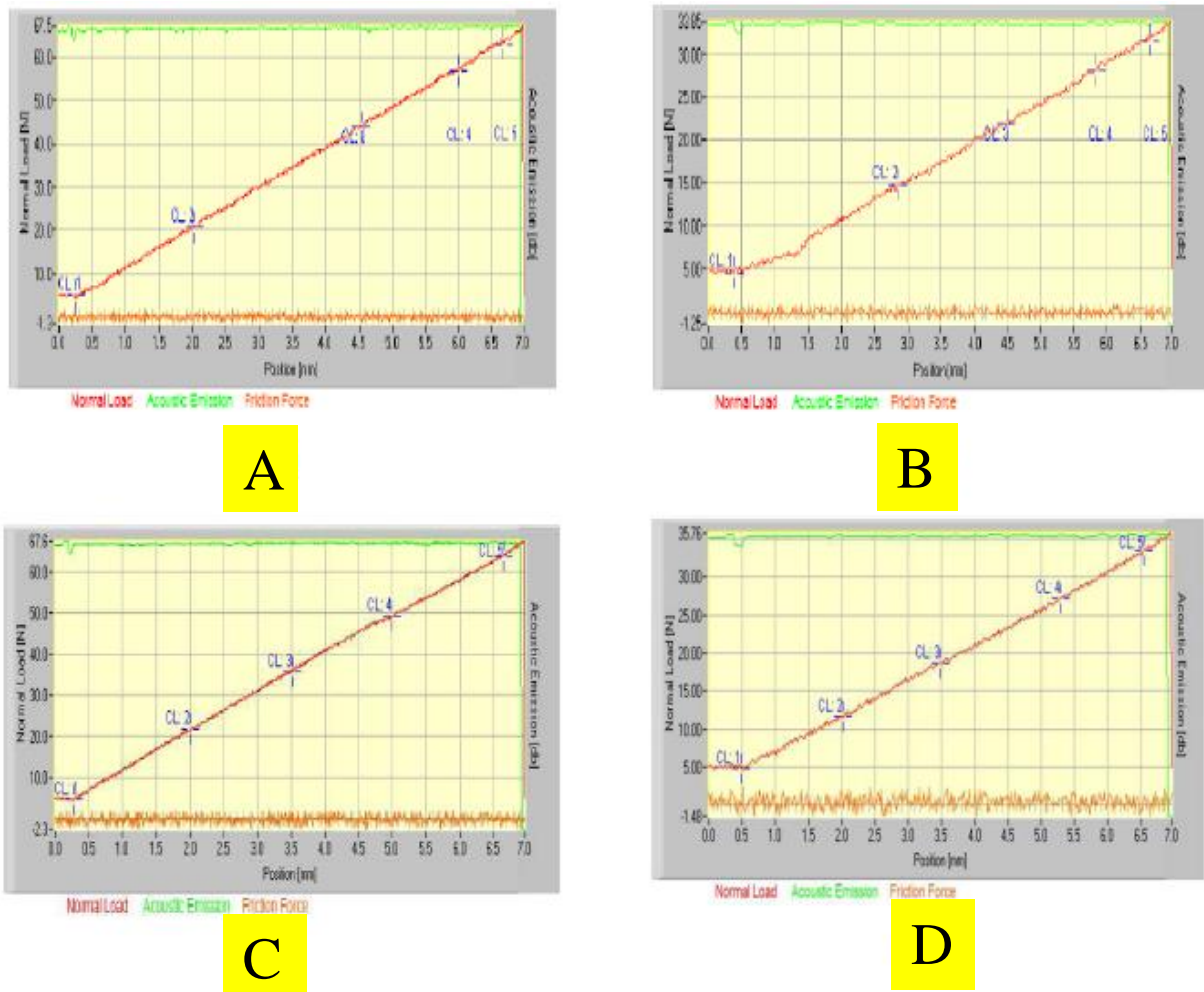


Figure III.34 :Evolution du coefficient de frottement et de l'émission acoustique : A ;B ;C et D.

II. 3.1. Essai de rayage

Les résultats expérimentaux relatifs à la rayure des échantillonsA ;B ;C et D sont regroupés à la figure III. 35. Cette figure révèle un endommagement plastique cohésif à l'intérieur de rayure de échantillon A. On note également de l'arrachement isogones surgissant après une courte distance du début de la rayure (après environ1,5 à 2 mm). L'arrachementest dû aux fortes contraintes internes des aciers[48, 49].Les valeurs des charges critiques sont résumées par le tableau III.5.

II. Caractérisation mécanique

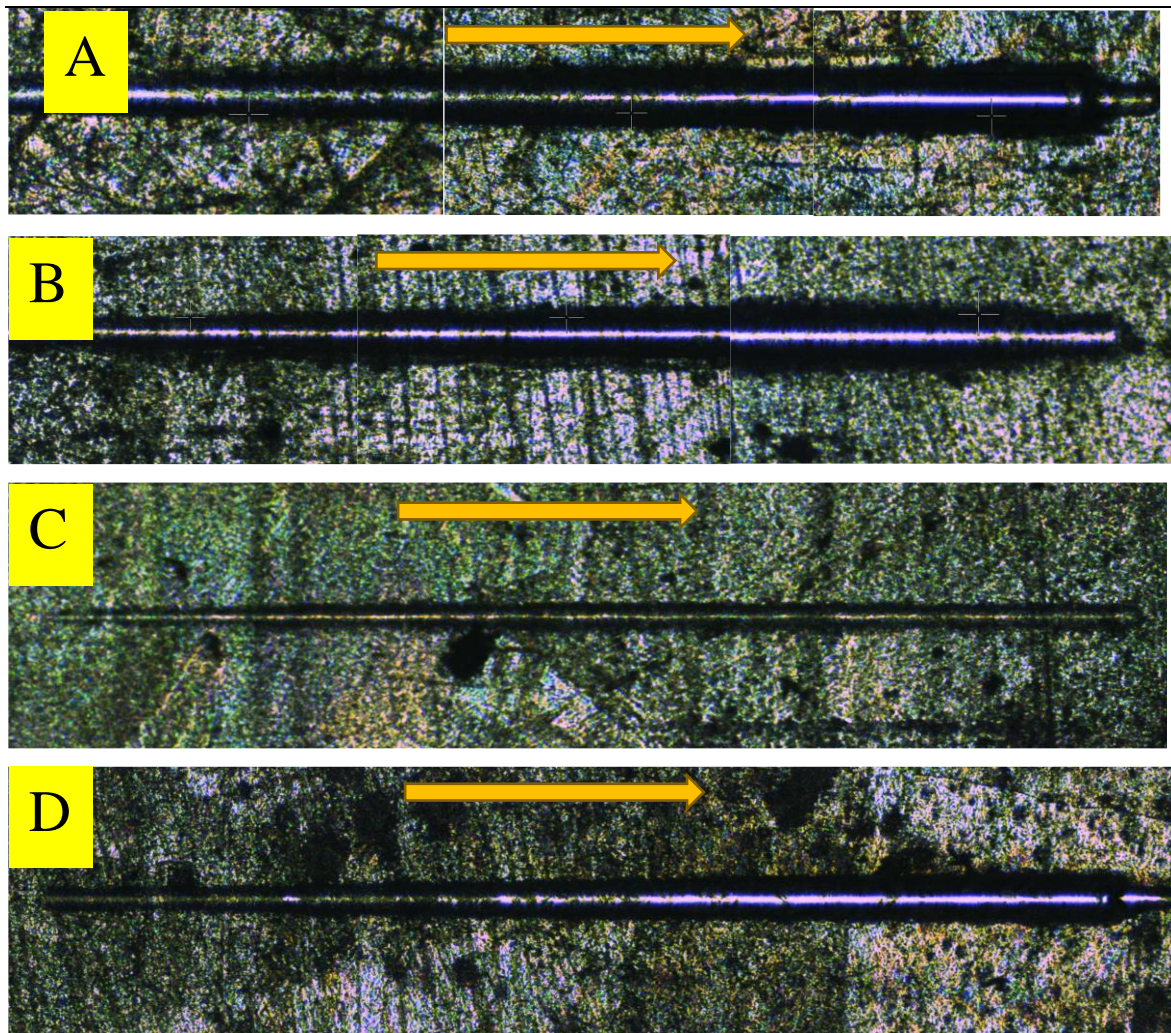


Figure III. 35 :Trace de rayure de l'échantillon A; B; C et D

Lc1: Charge critique correspond à l'apparition du premier mode d'endommagement : fissuration.;
 Lc2 : Charge critique correspond à l'apparition du deuxième mode d'endommagement : écaillage;
 Lc3 : Charge critique correspond à l'apparition du troisième mode d'endommagement : arrachement.

Echantillon	Lc1	Lc2	Lc3
A	3N	5N	7N
B	3.45N	5.12N	7.65N
C	3.78N	5.58N	8.05N
D	4.12N	6.45N	8.36N

Tableau III.5 : Les valeurs de charges critiques Lc pour les échantillons A ;B ;C et D

Couramment Lc3 est retenue comme critère d'appréciation de l'adhérence pratique en rayure à chargement progressif pour les revêtements ductiles (revêtement de zinc). Pour des pointes de

II. Caractérisation mécanique

rayures de 200 μm de rayon, généralement adoptés, ceci implique une déformation dominante du substrat accommodée par le revêtement, alors que dans la réalité de frottement/usure industriel, la déformation globale doit rester macro élastique dans le composite revêtement/substrat.

Les micrographies optiques des faciès de rayage montrent des dommages de morphologie différente contrastée par la présence d'effritement en gerbes aux frontières des traces de rayures (Fig III.35).

L'absence des fissures cohésives au bout de la trace est remplacée par des déformations plastiques jusqu'à environ le milieu des traces (Fig III.36). On observe également quelques ébrèchements de microfissures discontinues et éparses sur la figure III.35. Ce phénomène est dû aux propriétés élastoplastiques du matériau [50]. Les figures III.36 montrent l'apparition des chevrons avec l'augmentation de la charge normale sur le dernier tronçon de la trace de rayure. Ces chevrons sont semblables à des fissures de tension engendrées par le passage de la pointe de rayage sur les aciers galvanisés.

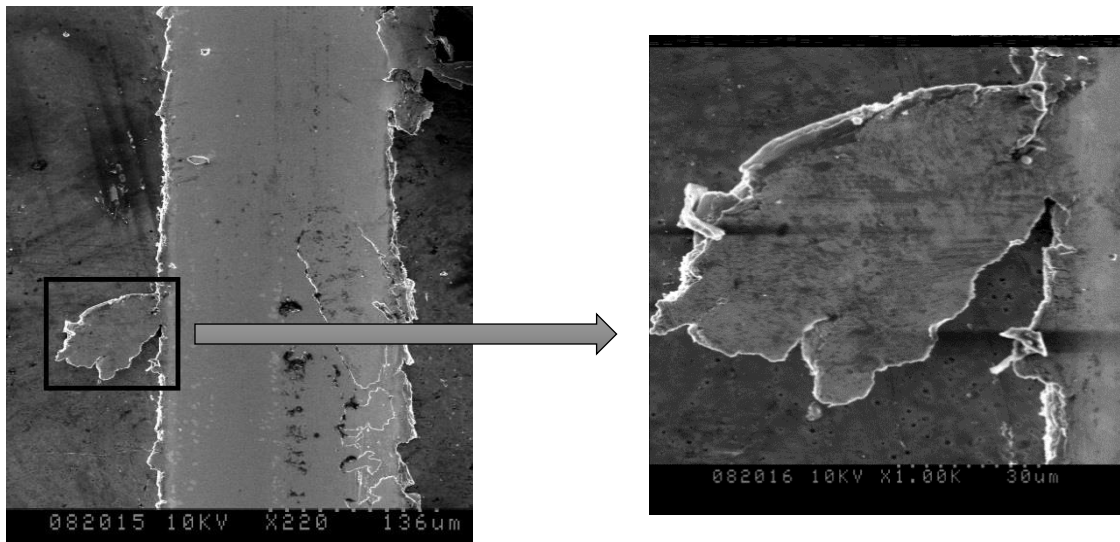


Figure III.36 : Micrographie MEB d'une faciès de rayure .

D'une façon générale, il est clair que le revêtement d'un acier Hypo-Sandelin montre une liaison substrat-revêtement bonne. Aucun décollement "adhésif" du revêtement après l'essai n'est mis en évidence, sauf si le traitement des surfaces préalable à la galvanisation est défectueux. Cela explique, de façon générale, une bonne d'adhérence du revêtement sur le substrat et justifie des efforts d'amélioration.

II. 4. Comportement tribologique

II. 4.1. Coefficient de frottement

La Figure III.37 montre l'évolution du coefficient de frottement (COF) en fonction de la distance de glissement de l'acier A9 et acier galvanisé respectivement sous la charge de 3N.

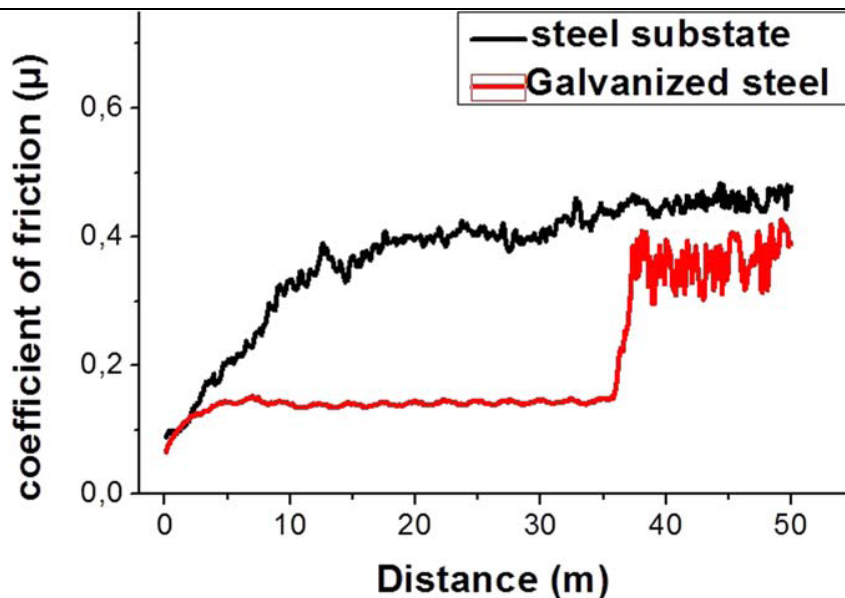


Figure III.37 : Evolution du coefficient de frottement sous la charge 3N en fonction de la distance de glissement des aciers galvanisés et non galvanisés.

L'analyse de la courbe de frottement du substrat permet de distinguer deux périodes successives de frottement. La première serait une période de rodage, durant laquelle, le coefficient augmente rapidement jusqu'à atteindre une valeur maximale. Cette période est caractérisée par l'usure et la déformation plastique des aspérités de surface. La deuxième période correspond à la stabilisation du coefficient de frottement dont la valeur est maintenue constante indépendamment de la distance de glissement. Cette étape correspond à la formation des débris d'usure solides (troisième corps) pendant le processus de glissement. Alors que, la courbe de l'acier galvanisé, présente plusieurs périodes de frottement :

- 1- La première période de 0-2m, qui est une période de rodage très courte caractérisée par une rugosité de surface réduite du revêtement.
- 2- La seconde étape de 2-36m, correspond à la stabilité du coefficient de frottement du revêtement.
- 3- La troisième étape se caractérise par une augmentation rapide du coefficient de frottement. Cela est dû probablement au contact direct de la bille avec le substrat.
- 4- La dernière étape de 40-50m correspond à la quasi stabilisation du coefficient de frottement du couple revêtement Zn/substrat.

L'augmentation de la charge appliquée et de l'épaisseur du substrat engendre l'augmentation du coefficient de frottement, en particulier pour la distance de glissement de 50m et la charge de 3 N pour tous les échantillons, sauf pour l'échantillon A d'où le COF

II. Caractérisation mécanique

diminue à la charge 2N comme illustrée à la figure III.38. L'augmentation du coefficient de frottement observé avec l'augmentation de la charge appliquée est attribuée au fait qu'aux charges plus élevées, les contraintes induites sur la surface d'usure sont plus élevées, ce qui signifie que le nombre d'aspérités de contact augmente et par conséquent, la surface du matériau s'use plus rapidement[51]. La figure III.37 montre que la galvanisation, en plus de son rôle de protection lors de la corrosion, permet de diminuer le coefficient de frottement, ce qui est intéressant pour réduire l'usure des outils de formage lors de l'estampage ou de l'emboutissage profond (par exemple pour l'industrie automobile).

Les surfaces d'usure pour les aciers galvanisés ont été analysées par profilométrie 3D afin de déterminer le volume d'usure, et par microscopie électronique à balayage équipée avec une microanalyse EDS pour caractériser les mécanismes d'usure.

Echantillon	COF Moy (1N)	COF Moy (2N)	COF Moy (3N)
A	0.145	0.127	0.325
B	0.192	0.362	0.397
C	0.236	0.364	0.436
D	0.302	0.456	0.496

Tableau III.6: Valeurs moyennes du coefficient de frottement des échantillons A ;B ;C et D.

Le COF moyen pour les quatre échantillons, sous les trois charges, est différent et varie entre 0.145 et 0.496 .

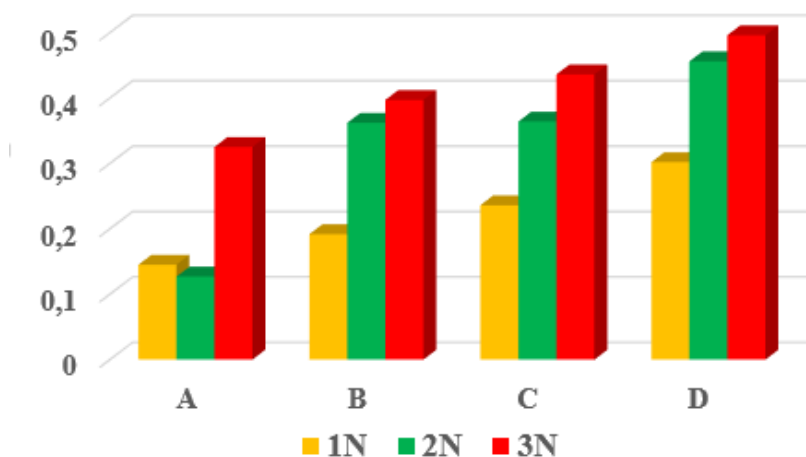


Figure III.38 : Evolution de coefficient de frottement moyenne en fonction de la charge et de l'épaisseur de substrat .

II. Caractérisation mécanique

Les résultats de l'analyse de surface en 3D des traces d'usure pour l'échantillon A sous les charges 2N et 3N, sont illustrées par les figures III.39. La morphologie des pistes d'usure de tous les échantillons pour la charge 2N, présente plusieurs rainures de différentes profondeurs et largeurs, avec des pics qui sont présents sur les sillons d'usure de l'alliage. Ces pics traduisent une déformation plastique des revêtements de Zn, où la hauteur de ces pics est plus importante pour ces échantillons pour la charge 3N. Les photos 3D pour la même charge, montrent des sillons d'usure plus profonds et plus larges, suggérant une augmentation du taux d'usure.

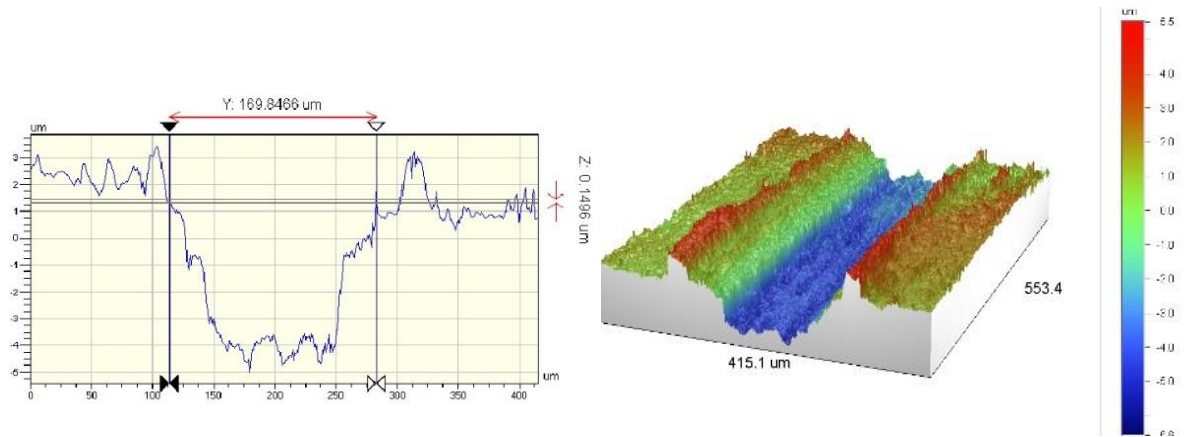


Figure III.39: Photos en 2D et 3D du sillon d'usure sous une charge de 2N (échantillon A).

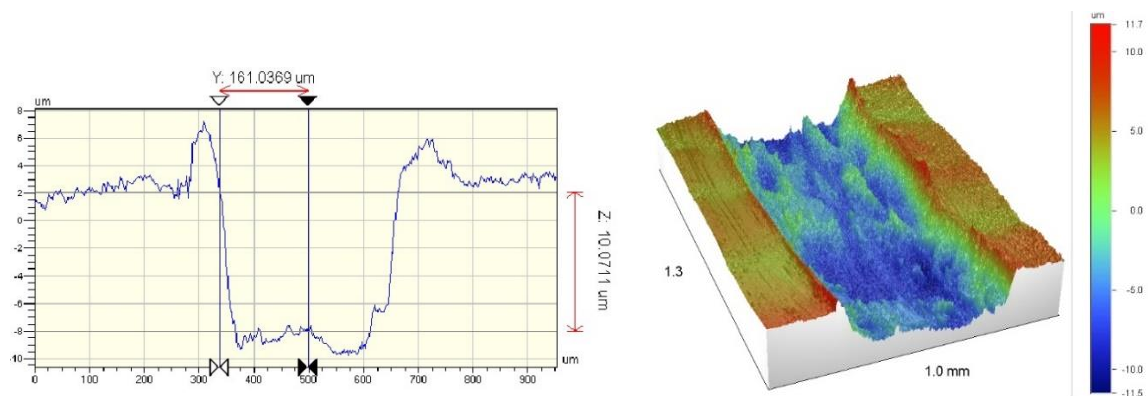


Figure III.40: Photos en 2D et 3D du sillon d'usure sous une charge de 3N (échantillon A).

II. 4.2. Taux d'usure

Les tests d'usure ont engendré des taux d'usure différents pour les différents échantillons. Les valeurs du taux d'usure sont rapportées dans le tableau III.7.

Échantillon	Taux d'usure (1N x 10 ⁻⁴ mm ³ /N/m)	Taux d'usure (2N x 10 ⁻⁴ mm ³ /N/m)	Taux d'usure (3N x 10 ⁻³ mm ³ /N/m)
A	2.94	2.93	1.03
B	3.03	5.02	1.5
C	3.93	5.92	1.35
D	1.85*10	2.76*10	3.53

Tableau III.7: Taux d'usure des différents alliages pour la charge 1N, 2N et 3N.

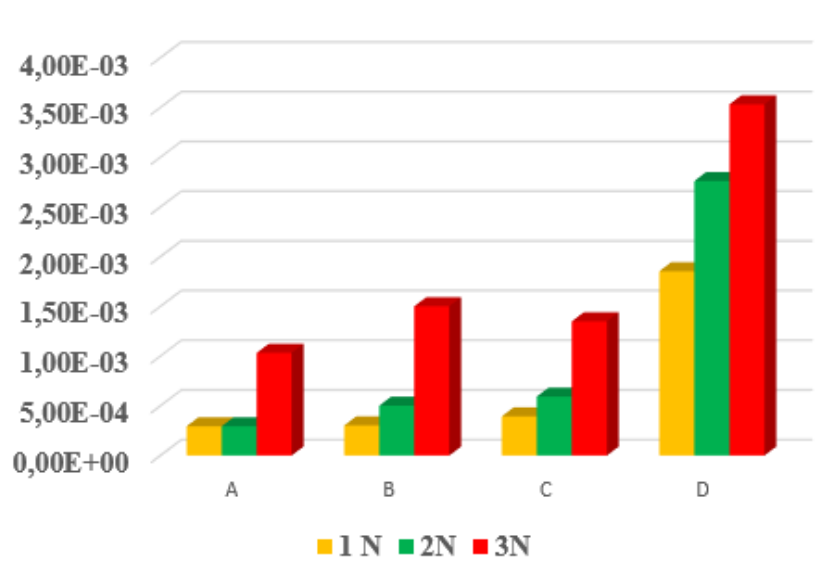


Figure III.41 : Evolution du taux d'usure en fonction de charge et l'épaisseur de substrat .

II. 4.3. Morphologie des pistes d'usure

La figure III.42 montre des micrographies MEB des traces d'usure obtenues pour les différents échantillons A ,B,C et D respectivement à la charge 3N. Ces traces révèlent des zones de déformation plastique et des débris d'usure résultant d'abord de la destruction des aspérités de surface, et par la suite de la dégradation des couches écrouies et oxydées. Ces phénomènes produisent inévitablement un troisième corps qui intervient dans le processus de dégradation de la surface[52]. Nous notons également la présence de rainures parallèles à la direction de glissement visibles sur les surfaces usées, confirmant une usure abrasive. Cette dernière est induite par des phases dures (intermétalliques et oxydes), et par les débris

II. Caractérisation mécanique

d'usure issus des parties de l'alliage déformées plastiquement et écrouies. Il existe également des signes de délaminage de la surface de contact par détachement suggérant une usure adhésive. Les intermétalliques zinc-fer peuvent générer le troisième corps pendant le frottement, les stries sont peu profondes. Il est alors suggéré que l'usure adhésive soit prédominante dans ce cas.

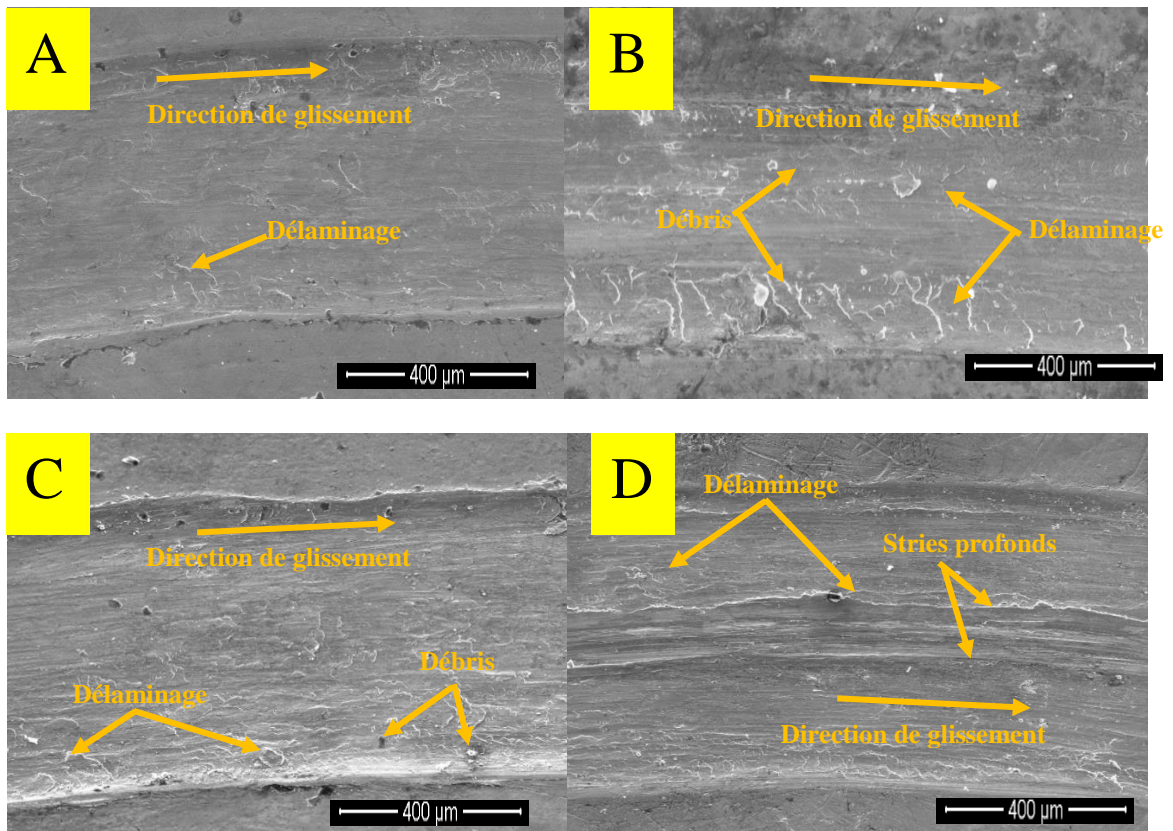


Figure III.42 Micrographies MEB montrant les morphologies d'usure sous la charge 3N des échantillon A ,B, C et D.

Bien que la couche supérieure soit du zinc pur, qui est un métal plutôt tendre, elle est cependant nettement plus dure et plus résistante à l'usure que les couches de peinture. Par contre, les alliages zinc-fer sont très durs, souvent même plus durs que le substrat en acier lui-même. Ces couches jouent un rôle protecteur contre l'usure du moment où elles restent cohésives et adhérentes en surface, les efforts tangentiels sont alors diminués. L'acier galvanisé leur doit sa grande résistance à l'usure et sa bonne résistance aux chocs.

Cette résistance n'est pas uniquement due à la dureté de l'alliage zinc-fer mais également à la couche supérieure de zinc, qui, moins dure, sert d'amortisseur. La combinaison des propriétés de résistance à l'usure et aux chocs est mise à profit dans des applications telles que des planchers industriels, des trémies, des barrières, des marches d'escaliers, etc.

X. Conclusion générale

Cette thèse de doctorat porte sur l'étude comparative entre les aciers galvanisés dans le but d'étudier l'effet d'épaisseur du substrat avec une focalisation sur les propriétés métallurgiques et mécaniques :

- Les macrographies montrent clairement un aspect fleuré typique du revêtement Zn. Des spangles représentatifs (lumineux, plumeux et ternes) ont été sélectionnés avec différentes morphologies couvrant toute la surface du revêtement.
- Les micrographies MEB montrent des grains avec des tailles de plusieurs centaines de micromètres et la présence de macles liées à l'opération de Skin-Pass réalisée en sortie du bain de galvanisation. Le revêtement présente la morphologie des plaquettes hexagonales minces qui sont inclinées par rapport à la surface du substrat.
- la cartographie d'orientations cristallographiques et la projection stéréographique en équidensité de ces orientations, montrent que la majorité des grains ont une structure préférentiellement basale dans le revêtement de Zn.
- les échantillons A, B, C et D présentent une épaisseur croissante du revêtement de Zn.
- l'épaisseur des couches revêtues et la rugosité de surface augmente avec l'augmentation de l'épaisseur du substrat. L'augmentation de la rugosité est due au changement de la morphologie de la couche galvanisée superficielle (eta, augmentation de l'aspect de fleurage).
- L'ouverture des joints de grains et la fissuration intragranulaire restent peu marquées avant 15% de déformation.
- La rugosité moyenne augmente linéairement avec la déformation alors que la rugosité totale présente trois stades d'évolution et que sa variabilité augmente de manière notable à partir de 5% de déformation.
- A partir de 25% de déformation, en plus de l'ouverture importante des joints de grains, on observe l'ouverture des joints de macles et l'augmentation de la densité de fissures intragranulaires. On note cependant l'absence de décohésion à l'interface revêtement / acier.

En résumé, le revêtement Zn accommode la déformation par deux mécanismes principaux : amincissement et ouverture des joints de grains et des joints de macle en surface.

- La caractérisation des propriétés mécaniques par nanoindentation a montré de fortes hétérogénéités locales du comportement induites par les inclusions et l'orientation des grains.

Conclusion générale

- Le coefficient de frottement de tous les échantillons croît linéairement avec la charge normale.
- Le revêtement d'un acier Hypo-Sandelin montre une liaison substrat-revêtement bonne. Aucun décollement "adhésif" du revêtement après l'essai n'est mis en évidence, sauf si le traitement des surfaces préalable à la galvanisation est défectueux. Cela explique, de façon générale, une bonne adhérence du revêtement sur le substrat et justifie les efforts d'amélioration.
- L'augmentation du coefficient de frottement observé avec l'augmentation de la charge appliquée est attribuée au fait qu'au charges plus élevées, les contraintes induites sur la surface d'usure sont plus élevées, ce qui signifie que le nombre d'aspérités de contact augmente et par conséquent, la surface du matériau s'use plus rapidement. La galvanisation, en plus de son rôle de protection lors de la corrosion, permet de diminuer le coefficient de frottement, ce qui est intéressant pour réduire l'usure des outils de formage lors de l'estampage ou de l'emboutissage profond (par exemple pour l'industrie automobile). Tous les aciers galvanisés présentent un faible taux d'usure pour les trois charges, c.-à-d. un meilleur comportement tribologique comparé à l'acier A9, qui se traduit par une grande résistance à l'usure.
- Deux mécanismes d'usure ont été identifiés pour tous les échantillons galvanisés, à savoir une usure abrasive et adhésive, avec prédominance du mécanisme adhésif. Le taux d'usure des échantillons revêtus augmente avec l'augmentation de la charge.
- Les alliages zinc-fer sont très durs, souvent même plus durs que le substrat en acier lui-même. Ces couches jouent un rôle protecteur contre l'usure du moment où elles restent cohésives et adhérentes en surface, les efforts tangentiels sont alors diminués. L'acier galvanisé leur doit sa grande résistance à l'usure et sa bonne résistance aux chocs.

Enfin, comme perspectives, il serait intéressant de relier les résultats obtenus des propriétés métallurgiques et mécaniques à une étude du comportement en corrosion des revêtements galvanisés étudiés.

XI. Bibliographie

- [1] M. González-Cuenca, W. Zipprich, B.A. Boukamp, G. Pudmich, F. Tietz, «*Impedance Studies on Chromite-Titanate Porous Electrodes under Reducing Conditions*,» *Fuel Cells*, vol. 1, p. 256–264, 2001.
- [2] R.Y. Chen, D.J. Willis, «*The behavior of silicon in the solidification of Zn-55Al-1.6Si coating on steel*,» *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 36, pp. 117-128, 2005.
- [3] J.Cai, J.Li, Q. Chao, E.Pavlina, P.Hodgson, «*Grain size and texture study of controlled skin passed hot dip galvanized coating*,» *Advanced High Strength Steel and Press Hardening*, pp. 256–260, 2015.
- [4] R.Parisot, «*Microstructure, déformation et endommagement d'un revêtement de zinc sur tôle d'acier*, » l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Thèse 2001.
- [5] Z.L. Long, Y.C. Zhou, L. Xiao, «*Characterization of black chromate conversion coating on the electrodeposited zinc-iron alloy*,» *Applied Surface Science*, vol. 218, pp. 123-136, 2003.
- [6] X. Zhang , W.G. Sloof, A. Hovestad, E.P.M. van Westing, H. Terryn, J.H.W. Dewit, «*Characterization of chromate conversion coatings on zinc using XPS and SKPFM*,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 197, pp. 168-176, 2005.
- [7] S.H.Zhang, B.Yang, G.Kong, J. Lu, «*Surface and Interface Analysis*, » 2017.
- [8] N.M.Martyak , «*Internal stresses in zinc-chromate coatings*,» *Surface and Coatings Technology* , vol. 88 , pp. 139-146, 1996 .
- [9] S. Aden-Ali «*Influence de la Fissuration des Couches Intermétalliques sur la Résistance à la Fatigue d'un Acier TRIP après Galvanisation au Trempé à Chaud*,» *Revue de Mécanique Appliquée et Théorique*, Vol. 2, 3, pp 233-240 ,2010.
- [10] K. Berchem , M.G. Hocking, «*The influence of pre-straining on the high-cycle fatigue performance of two hot-dip galvanized car body steels*,» *Mater Charact* 58 pp 593–602,2007.
- [11] L. Qian, M. Li, Z. Zhou, H. Yang, X. Shi, «*Surface and Coatings Technology*, » 195, pp264 ,271 , 2005.
- [12] J. Rocchi, Y. Berthier, L. Ballet, «*Tribological expertises to determine the conditions acting on a conforming geometry contact*, » 3 rd Aimeta Tribology Congress, Napoli, 2001.
- [13] A. G. Atkins, D. Tabor, «*Journal of Mechanics and Physics of Solids*, » 13(1965), pp149.
- [14] J. Chell, S. J. Bull, «*The investigation of creep of electropated Sn and Ni-Sn coating on copper at room temperature by nanoindentation*, » *Surface Coating Technics*, 203, 12, pp1609-1617 , 2009
- [15] Y. H. Lee, J.H. Hahn, S.H. Nahm, J. Jang, D. Kwon, «*Journal of Physics D: Applied Physics*» pp41, 2008.

Bibliographie

- [16] A. C. Fischer-Cripps, « *Nanoindentation*, » Springer, pp 111, 2011.
- [1] S. Suresh, T.G. Nieh, B. W. Choi, « *Nano-indentation of copper thin films on silicon substrates*, » Scripta Materials, pp 951–957, 1999.
- [17] A. Gouldstone, H. J. Koh, K. Y. Zeng, A.E. Giannakopoulos, « *Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films*, » Acta Materialia, pp 2277-2295 2000.
- [18] A. Gouldstone, A. E. Giannakopoulos, S. Suresh, and K. Y. Zeng, « *Acta Materialia*. » pp 1999, 2014.
- [19] A. Cracknell, N. J. Petch, « *Frictional Forces On Dislocation Arrays At The Lower Yield Point In Iron*, » Acta Metallurgica, 3, pp 186-189, 1955.
- [20] E. O. Hall, « *The deformation and ageing of mild steel*, » III Discussion of results, Proceedings of the Physical Society. B, 64, 9, pp 747-753, 1951.
- [21] A. Fischer-Cripps, « *Nanoindentations*, » Springer, 2002.
- [22] R. Hill, « *The mathematical theory of plasticity*, » Clarendon Press Oxford, 1950.
- [23] D. Tabor, « *The hardness of metals*, » Oxford press, 1951.
- [24] J. B. Pethica, R. Hutchings, W. C. Oliver, « *Hardness measurement at penetration depths as small as 20nm*, » philosophy's Magazine, A48, 4, 1983, pp 593-606, 1983.
- [25] N. Gane, J. M. Cox, « *The microhardness of metals at very low loads*, » Philosophy Magazine pp, 881, 1970.
- [26] J. Gong, H. Miao, Z. Peng, « *An analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of the residual contact stress*, » Acta material, 52, 3, pp 784-793, 2000.
- [27] P. J. Blau, « *A comparison of four microindentation hardness test methods using copper, 52100 steel*, » and an amorphous Pd-Cu-Si alloy, Metallurgy, pp 1-18, 2004.
- [28] D. B. Marshall, B. R. Lawn, « *Microindentation techniques in materials science and engineering*, » ASTM, pp 26, 1986.
- [29] S. J. Bull, T. F. Page, E. Yoffe, « *An explanation of the indentation size effect in ceramics*, » Philosophy Magazine Letters, 59, pp 281-288, 1989.
- [30] G. P. Upit, S. P. Varchenya, « *Microhardness of alkali halide Crystals*, » Physics Statement Solution, 17, 1966, pp 831-835, 1966.
- [31] G. P. Upit, S. Varchenya, « *The science of hardness testing and its research applications*, » ASME, Metals park, pp 135, 1973.
- [32] Q. Ma, D. R. Clarke, « *Size dependent hardness of silver single crystals*, » Journal of Materials Research, 10, 4, pp 853-863, 1995.
- [33] H. Li, R. C. Bradt, « *The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals*, » Journal Materials of Science, 28, pp 917-926, 1993.

Bibliographie

- [34] H. Li, Y. H. Han, R. C. Bradt, «*Knoop microhardness of single crystals sulphur*, » Journal Materials of Science, 29, pp 5641-5645 , 1994.
- [35] A. Ramalohary, P. Castany, P. Laheurte, F. Prima, T. Gloriant, «*Scripta Materialia*,» 2014.
- [36] K. L. Johnson, «*Contact Mechanics*, » Cambridge University Press, 1987.
- [37] A. C. Fischer-Cripps, «*AC Nanoindentation*, » Springer, 2004.
- [38] Y. T. Cheng, C.M. Cheng, « *Materials Science & Engineering*, » 44,pp 91-149, 2004.
- [39] Fisher Cripps, «*A simple phenomenological approach to nanoindentation creep*,» Materials Science Engineering A, 385, pp 74-82 , 2004.
- [40] G. Feng, A. H. W. Ngan, «*Effect of creep and thermal drift on modulus measurement using depth sensing indentation*, » Journal of Materials Research, 17, 3, pp 660-668, 2002.
- [41] G. B. De Souza, C. E. Foerster, S. L. R. Da Silva, F. C. Serbena, C. M. Lepienski, C. A. dos Santos, « *Hardness and elastic modulus of ion-nitrided titanium obtained by nanoindentation*, » Surface & Coatings Technology, 191, pp76-82, 2005.
- [42] D. Beegan, S. Chowdhury, M. T. Laugier, «*Work of indentation methods for determining copper film hardness*, » Surface & Coatings Technology 192, pp 57-63, 2005.
- [43] R. SAHA, W. D. NIX, «*Soft films on hard substrates – nanoindentation of tungsten films on sapphire substrates*,» Materials Science and Engineering A319, pp 898-901, 2001.
- [44] T.B. Britton, H. Liang, F. P. E. Dunne, A. J. Wilkinson, «*Proceedings of the royal society A466*,» pp 695-719 , 2010.
- [45] Y. Wang, D. Raabe, C. Kluber, F. Roters, « *Acta Materialia*,»52 , pp 229, 2004.
- [46] X. Li, B. Bhushan, « *A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its application*,» Materials Characterization, 48, pp11-36, 2002.
- [47] G. B. Viswanathan, E. Lee, Dennis M. Maher, S. Banerjee, H. L. Fraser, « *Acta Materialia*,» 53, pp 5101-5115, 2005.
- [48] J. V. Stebut, M. Busca, F. Lapostolle, H. Vallen, «*Acoustic emission monitoring of single cracking events and associated damage mechanism analysis in indentation and scratch testing*, » Surface & Coatings Technology, 160, pp116-119, 1999.
- [49] M. Barletta, G. Rubino, L. Lusvarghi, F. P. Mantini, «*Surface appearance and mechanical strength of multi-layer polymeric films*, » Progress in Organic Coatings, 61,pp 249–261, 2008.
- [50] M. Zouari, M. Kharrat, M. Dammak, M. Barletta, «*Scratch resistance and tribological performance of thermosetting composite powder coatings system: A comparative evaluation*, » Surface & Coatings Technology, 263, pp 27–35, 2015.
- [51] F. Felder 2011 Tribologie de l'emboutissage Techniques de l'Ingénieur, Editions T.I., Référence BM7536 - 23 p.

Bibliographie

[52]T. M. Manhabosco, S. M. Tamborim, C. B. Dos Santos and I. L. Müller, "Tribological, electrochemical and tribo-electrochemical characterization of bare and nitrided Ti6Al4V in simulated body fluid solution," *Corrosion Science*, vol. 53, no. 5, pp. 1786-1793, 2011

[53]Z. Doni, A. C. Alves, F. Toptan, J. R. Gomes, A. Ramalho, M. Buciumeanu and F. S. Silva, "Dry sliding and tribocorrosion behaviour of hot pressed CoCrMo biomedical alloy as compared with the cast CoCrMo and Ti6Al4V alloys," *Materials Design (1980-2015)*, vol. 52, pp. 47-57, 2013.

XII. Productions scientifiques

1. Communications internationales

First International Conference On Corrosion science and engineering 28-29 Octobre 2013 Annaba –international : *Protection de l'acier par galvanisation à chaud dans les conditions d'Arcelor Mittal Annaba*;

Conférence MATÉRIAUX 2014.(Montpellier) : *Caractérisation physico-chimique et mécanique d'un revêtement de zinc obtenu par galvanisation industrielle à chaud en continu* ;

Journées d'Etudes sur la Fonderie et l'Environnement la fonderie JEFE'2016 Annaba 10.11.12.2016: *Traitement de surface par galvanisation à chaud et comportement tribologique du revêtement* ;

3^{ème} Conférence Internationale de Mécanique 26-27 Avril 2017: *Traitement de surface et caractérisation tribologique de l'acier galvanisé dans les condition Arcelor Mital* ;

Conférence Internationale sur les Matériaux et leurs Applications, CIMA'2017 Khenchela, 29 - 31 Octobre 2017 : *Caractérisation des propriétés mécaniques par nanoindentation d'un revêtement de zinc pour différente épaisseur de la tôle galvanisée SIDER ANNABA* ;

First International Workshop on Chemical Engineering (IWCE'17) 02-03 December 2017: *Caractérisation tribologique des revêtement galvanisés* ;

2. Communications Nationales :

Journées d'Etudes sur la Fonderie et l'Environnement JEFE'2014 Annaba : *Traitement de surface de l'acier par galvanisation à chaud dans le zinc fondu : caractérisation physico-chimique et mécanique du revêtement formé* ;

Le 1^{er} Congrès Algérien de Caractérisation, Propriétés et Modélisation de Matériaux et des Matériaux Composites (CACPM3C-1) : *Protection de l'acier par galvanisation à chaud et leur propriété mécanique dans les conditions Arcelor Mittal Annaba.*

3. Publications Internationales :

[MaterialsResearch ExpressVolume 6, Number2](#)

Tribological behaviour of a continuous hot dip galvanized steel ;

A.Taleb, M.Labaïz, A.Iost, A.Montagne, A.Ourdjini3, A.Grairia et S.Meddah.

[https://doi.org/10.1088/2053-1591/aaf2a8.](https://doi.org/10.1088/2053-1591/aaf2a8)