

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Centre de Recherche en Technologie Industriels

Université Saad Dahleb de Blida

Institut d'aéronautique et des études spatiales

Département de Construction Aéronautique

Option : Structure Avion



Mémoire fin d'étude

Effet de la déformation sur le comportement en corrosion de l'acier galvanisée DX54D d'un alliage Zn-Al- Mg

Pour obtenir le grade de Master 2 en structures aéronautiques

Encadré par :

- **Mr: BESKRI Mohamed**
- **Mr: CHENITI Billel**

Présenté par :

- **KASTALI Mohamed Amin**
- **DJABALLAH Yousri**

Année universitaire 2018/2019

REMERCIEMENTS

Nous tenons tout d'abord à remercier le Dieu tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Ce travail a été réalisé au sein du Centre de recherche en technologie industriel « **CRTI** »

Tout d'abord, J'ai le devoir et le plaisir de remercier Monsieur le professeur **CHENITI Billel** qu'il m'a réservé au sein de son laboratoire pour préparer mon mémoire de master, Pour tout cela, sa confiance, le grand sérieux qu'il m'a témoigné, Qu'il veuille trouver ici l'expression de ma respectueuse reconnaissance et de mon profond respect.

je remercie vivement notre encadreur **BESKRI Mohamed**, pour son encadrement, sa disponibilité, les discussions constructives et pour ses encouragements durant la réalisation de ce mémoire.

Plus particulièrement, je remercie Mme **BOUDJELALE Hayet** pour ses précieux conseils durant la période de la réalisation de ce mémoire.

Nos remerciements vont également à :

© Toute l'équipe du laboratoire CRTI pour ses encouragements et sa gentillesse.

Enfin, je voudrais adresser des remerciements particuliers à mes parents, mes frères Abdellah et Yacine, ma sœur et S.Khelaifiya, pour leur soutien, et qui ont su être compréhensifs et patients.

Espérons bien que ce modeste effort concrétisé dans le contenu de ce mémoire sera utile pour toutes personnes et pour toutes recherches.

Merci à tous et à toutes.

ملخص

يتناول هذا العمل الغرض من دراسة تأثير التشوه على مقاومة تآكل طلاء الزنك المجلفن (زنك- ألمنيوم- مغنيزيوم) يعتمد بحثنا العلمي على تحديد مدى تطور ظاهرة التآكل الناجمة عن عدم تجانس البنية المجهرية ، في وجود الاجهادات الميكانيكية. لهذا ، تم إجراء اختبارات الغمس مع عدة تجارب تحاكي الظروف الطبيعية للمحيط الخارجي على الطلاء. وأجريت الملاحظات المجهرية قبل الاختبار وبعده ، فيما يتعلق بالقياسات الإجمالية للمقاومة الكهروكيميائية . الكلمات المفتاحية : الجلفنة ، طلاء (زنك- ألمنيوم- مغنيزيوم) ، اختبار الجر ، التآكل ، مطيافية المعاوقة الكهروكيميائية.

Résumé

Ce travail porte sur le but d'étudier l'effet de la déformation sur la tenue à la corrosion de revêtements galvanisés à base de Zinc (Zn- Al-Mg). Notre travail de recherche consiste à identifier l'amplification des phénomènes de corrosion induits par les hétérogénéités microstructurales, en présence de contraintes mécaniques. Pour cela, des essais d'immersion avec des cycles représentatifs des conditions réelles ont été réalisés le revêtement. Des observations de la microstructure avant et après essais, en lien avec les mesures d'impédance électrochimique globale et le suivi de potentiel, ont été menées.

Mots clés : Galvanisation, Revêtement Zn-Al-Mg, Essai de traction, Corrosion, Spectroscopie d'Impédance Electrochimique (SIE)

Abstract

This work deals with the purpose of studying the effect of deformation on the corrosion resistance of galvanized Zinc (Zn-Al-Mg) coatings. The main focus of the research was on the amplification of corrosion phenomena induced by microstructural heterogeneities in the presence of mechanical stresses. For this, immersion tests with cycles representative of the actual conditions were carried out the coating. Microstructure observations before and after testing, in connection with overall electrochemical impedance measurements and potential monitoring, were conducted.

Key words: Galvanization, Coating Zn-Al-Mg, Tensile testing, Corrosion, Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS).

Sommaire

Remerciements	
Résumé	
Introduction	P1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	
I.1 Généralités sur les aciers	P4
I.1.2 Définition d'un acier	P4
I.1.3 Constituants des aciers	P5
I.1.4 Diagramme simplifié fer-carbone	P6
I.1.4.1 Aciers hypoeutectoïdes	P7
I.1.4.1.1 Aciers extra-doux	P7
I.1.4.1.2 Aciers doux	P7
I.1.4.1.3 Aciers mi-doux	P8
I.1.4.1.4 Aciers mi-durs	P8
I.1.4.1.5 Aciers durs	P8
I.1.4.2 Aciers eutectoides	P8
I.1.4.3 Aciers hypereutectoides	P9
I.1.5 Différentes phase observées dans les aciers	P9
I.1.5.1 La ferrite	P9
I.1.5.2 L'austénite γ	P9
I.1.5.3 La cémentite	P9
I.1.5.4 La perlite	P9
I.1.6 Classification des aciers	P10
I.1.7 Caractéristiques mécaniques	P10

I.2 La galvanisation à chaud	P11
I.2.1 Introduction :	P11
I.2.2 Procédé	P11
I.2.3 Chimie du bain. Phases intermétalliques	P12
I.2.4 Revêtement avec du zinc pur	P13
I.2.5 Revêtement avec des alliages zinc – aluminium	P14
I.2.6 Revêtements avec des alliages Zn-Al-Mg	P15
I.2.7 Alliage Zn-Al-Mg	P16
I.3 Comportement électrochimique des aciers (EIS) :	P18
I.3.1 Introduction	P18
I.3.2 Notions sur la corrosion et la protection par revêtements métalliques	P18
I.3.3 Définition de la corrosion	P19
I.3.4 Processus de la corrosion	P19
I.3.4.1 Corrosion chimique (sèche)	P19
I.3.4.2 Corrosion électrochimique (corrosion humide)	P19
I.3.4.3 Corrosion avec érosion	P20
I.3.5 Forme de corrosion	P21
I.3.5.1 La corrosion uniforme	P21
I.3.5.2 Corrosion galvanique	P21
I.3.5.3 Corrosion par piquûre	P22
I.3.5.4 Corrosion inter granulaire	P23
I.3.5.5 Corrosion sous contrainte	P24
I.3.6 Processus de corrosion électrochimique	P25
1.3.6.1 Définition	P25
1.3.6.2 Matériel électrochimique	P26

I.4 Essais mécaniques	P27
I.4.1 Intérêt des essais	P27
I.4.2 Essai de traction	P28
I.4.2.1 Intérêt et déroulement de l'essai	P28
I.4.3 Propriétés de traction	P28
I.4.3.1 Le diagramme contrainte-déformation	P28
I.4.3.2 Domaine élastique linéaire	P29
I.4.3.3 Domaine plastique	P30
I.4.4 Déformation des revêtements galvanisés	P33
I.4.5 Mécanismes de déformation du zinc	P33
I.4.5.1 Modes de glissement	P33
I.4.6 Déformation des revêtements Zn-Al-Mg	P35
I.5 Conclusion	P35

Chapitre II : Protocoles Expérimentaux

II.1 Introduction	P37
II.2 Substrat	P37
II.3 Préparation des éprouvettes	P38
II.3.1 Découpage	P38
II.3.2 Formes géométriques et dimensions	P38
II.4 Machine de traction :	P39
II.5 Essais mécaniques : traction uniaxiale	P39
II.5.1 Courbes de traction	P41
II.6 caractérisation métallographique	P42
II.6.1 Prélèvement t des échantillons	P43
II.6.4 l'enrobage	P44
II.6.5 Polissage mecanique	P44

II.6.6 Nettoyages des échantillons	P44
II.6.7 Attaque chimique	P44
II.6.8 Microscope Optique	P45
II.6.9 Microscopie électronique à balayage (MEB)	P45
II.7 Essais Electrochimique	P46
II.7.1 Préparation des échantillons	P46
II.7.2 Enrobage Et Soudée Fil Electrique	P46
II.7.3 Préparation des solutions de NaCl	P47
II.7.4 Cellule Electrochimique	P47
II.8 La spectroscopie d'impédance électrochimique (SEI)	P48
II.8.1 Principe de fonctionnement	P49
 Chapitre III : Comportement en corrosion	
III.1 Microstructure du revêtement Zn-Al-Mg	P54
III.2 Effet de la déformation sur l'endommagement du revêtement de Zn-Al-Mg	P55
III.3 Comportement en corrosion de Zn-Al-Mg sous chargement uniaxial	P56
III.3.1 Caractérisation physico-chimique des dépôts	P56
III.4 Synthèse	P62
III.5 Analyse élémentaire par EDS	P63
III.6 Synthèse	P67
III.7 Mécanismes de corrosion du revêtement du Zn-Al-Mg	P68
III.8 Evolution du comportement électrochimique après essais d'immersion	P68
III.8.1 Analyses des résultats expérimentaux d'essais d'impédance électrochimique	P69
III.9 Synthèse	P70
Conclusion générale	P71
 Références bibliographiques	 P73
Liste des figures	P76
Liste des tableaux	P78

Introduction générale

Le choix d'un matériau pour une application donnée nécessite de s'assurer sa durabilité dans ses conditions d'emploi, en particulier environnementales. Ceci est particulièrement vrai pour les systèmes destinés à travailler à des températures élevées et dans des atmosphères corrosives. Pour cela, la connaissance et la compréhension du phénomène d'oxydation est indispensable afin de prévoir la durée de vie des structures et de proposer des solutions de protection adaptées. L'étude de l'oxydation à haute température est par conséquent un sujet fortement interdisciplinaire, à l'interface de la physico-chimie des matériaux métalliques.

Pour cette raison, l'acier est généralement protégé de la corrosion par différents procédés, sans altérer leurs propriétés mécaniques. De nos jours, le procédé de galvanisation est le plus fréquemment utilisé pour combattre la corrosion.

Le procédé de galvanisation à chaud consiste à tremper, après préparation, une pièce métallique, généralement des tôles en acier dans un bain de zinc obtenu à une température se situant entre 450°C à et 460°C. [4]

Les aciers galvanisés sont utilisés dans la construction, le transport, l'agriculture et tout autre domaine où la lutte contre la corrosion.

Le revêtement en Zinc-Al-Mg va protéger l'acier d'une façon à fournir une protection galvanique ou protection cathodique ; le zinc joue alors le rôle d'anode et s'oxyde préférentiellement par rapport à l'acier. [8]

Les galvaniseurs ont cherché à améliorer le procédé de galvanisation tout en s'adaptant à l'évolution des aciers avec ajout de nouveaux éléments d'alliage au bain de zinc ou en modifiant le mode opératoire. Ainsi la galvanisation en continu consiste à immerger durant quelques secondes l'échantillon en acier dans un bain de zinc allié. Ce bain contient de l'aluminium ajouté délibérément entre 0,15 et 0,2% et du fer (quelques %) issu de la diffusion des aciers. [16]

Cette galvanisation est utilisée pour les pièces métalliques qui vont être ensuite déformées, comme les tôles embouties pour l'industrie automobile.

L'ajout d'aluminium permet la création d'une couche d'inhibition Fe_2Al_5 à la surface de la tôle d'acier, suivi d'une couche de zinc.

Ce mémoire se compose de trois chapitres :

- La première partie est consacrée à la synthèse bibliographique.
 - La deuxième partie présente les techniques expérimentales
 - La troisième partie l'interprétation des résultats.
1. Le premier chapitre est consacré à donner des généralités sur les aciers aussi on trouve des détails sur les phénomènes de corrosion et le comportement électrochimique.
 2. Le deuxième chapitre fait le point sur la nature des matériaux utilisés, les dispositifs, la méthode expérimentale la spectroscopie de l'impédance électrochimique et l'ensemble des techniques de caractérisation telles que la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X (DRX).
 3. Le troisième chapitre est consacré à la présentation des principaux résultats obtenus ainsi que leur interprétation. Le travail est clôturé par une conclusion générale, qui résume les renseignements acquis à partir de cette étude.

CHAPITRE 1

Synthèse bibliographique

I.1 Généralités sur les aciers

Les aciers sont d'une importance capitale, puisqu'on les retrouve quasiment dans tous les domaines [1]. Ils sont élaborés pour résister à des sollicitations mécaniques ou des agressions chimiques ou une combinaison des deux. Pour résister à ces sollicitations et/ou agressions, des éléments chimiques peuvent être ajoutés en plus du carbone, dont les plus importants sont le manganèse (Mn), le chrome (Cr), le nickel (Ni) et le molybdène (Mo) [2]. Par conséquent, on obtient des aciers offrant les caractéristiques principales suivantes : excellente résistance à la corrosion dans un grand nombre de milieux et résistance mécanique notablement plus élevée que celle des matériaux traditionnels...etc. [3].

I.1.2 Définition d'un acier

Les aciers sont essentiellement des alliages à base de fer additionné d'un faible pourcentage de carbone environ de (0,008 à 2,1% en masse), qui contiennent en outre certains autres éléments introduits en faibles quantités au moment de leur élaboration. La teneur en carbone a une influence considérable sur les propriétés de l'acier, par rapport à la ductilité, il peut subir des changements de forme par compression ou extension à chaud ou à froid. Il est caractérisé, en outre, par une propriété fondamentale qui est la raison du développement considérable de ses emplois : il (prend la trempe), c'est-à-dire qu'il est susceptible d'acquiescer une grande dureté lorsqu'il est chauffé à une température suffisamment élevée et refroidi à une vitesse assez grande (trempe).

En dessous de 0,008%, l'alliage est plutôt malléable et on parle de fer, au-delà de 2,1% l'inclusion de carbone sous forme graphite, fragilise la microstructure et on parle de fonte. Entre ces deux valeurs, l'augmentation de la teneur en carbone a tendance à améliorer la résistance mécanique et la dureté de l'alliage, on parle d'aciers (doux, mi-doux, mi-durs, durs, extra- durs). On modifie également les propriétés des aciers en ajoutant d'autres éléments principalement métalliques, et on parle d'aciers alliés. Les aciers au carbone ordinaires ne contiennent que des concentrations résiduelles en impuretés autres que le carbone et un peu de manganèse, et on parle d'aciers non-alliés.

De plus, on peut encore améliorer grandement leurs caractéristiques par des traitements thermiques (notamment les trempes) prenant en surface ou à cœur de la matière on parle

alors d'aciers traités. En fonction du nombre d'élément d'alliage ajoutés au fer et de leur teneur, les aciers présentent un très grand nombre de nuances différentes.

I.1.3 Constituants des aciers

Les constituants de l'acier sont alliés au fer qui est un élément métallique de symbole Fe, de numéro atomique 26, de masse atomique 55,85g/mole. Il est solide à la température ambiante, devient liquide à la température 1538°C et gazeux à la température de 2880°C [1]. Il existe sous plusieurs formes cristallines différentes (allotropies) selon la température (Fig. I.1). A basse température, la structure cristalline du fer est du type cubique centrée (CC), c'est-à-dire qu'ils occupent les sommets et le centre d'un cube, avec un paramètre cristallin de 2,9Å, on l'appelle fer- α . Cette structure est stable jusqu'à une température de 910°C. Aux températures comprises entre celle-ci et 1390 °C, le fer- α se transforme en fer- γ , de structure cristalline cubique à faces centrées (C.F.C). Au-delà de 1394°C, la structure cristalline stable est de nouveau du type cubique centrée que l'on appelle alors fer- δ .

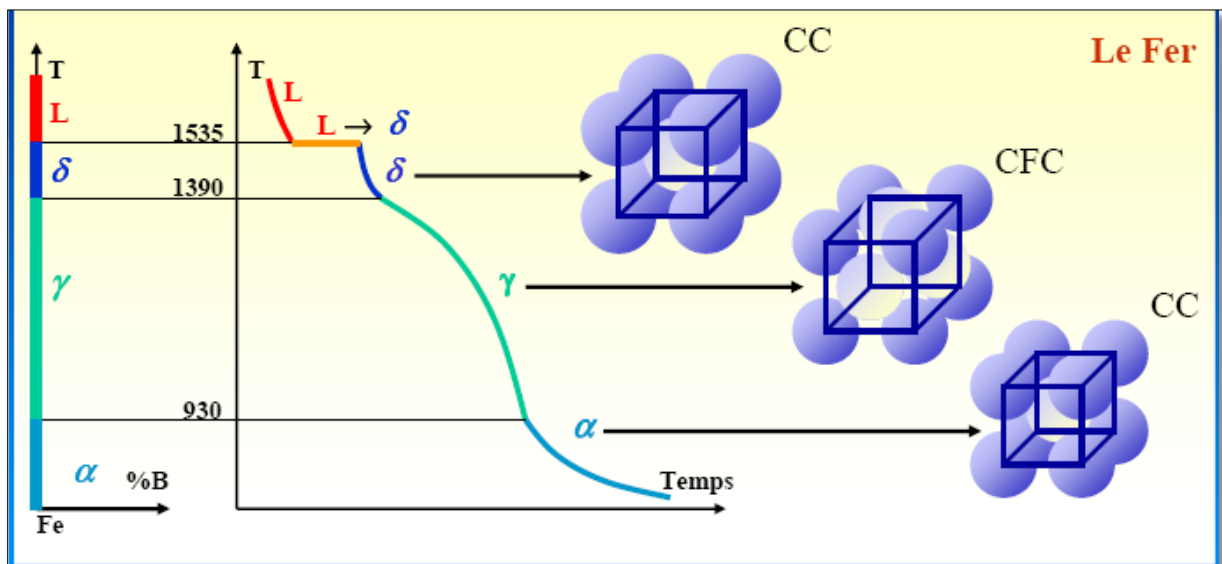


Figure I.1 Variation de la structure cristalline du fer en fonction de la température

L'existence des deux variétés allotropiques du fer joue un grand rôle pour les propriétés de l'acier. Le fait essentiel réside dans la différence de solubilité du carbone dans chacune de ces formes, cette solubilité est nulle ou extrêmement faible dans le fer- α , alors qu'elle est

notable dans le fer- γ , voisine de 2% à 1145°C. La solution de carbone dans le fer γ est appelée austénite, tandis que la solution très diluée (0,0218% à 727°C) dans le fer- α est appelée ferrite. En raison de cette faible solubilité, le carbone forme un troisième constituant le carbure de fer (Fe_3C) ou cémentite.

Ainsi, un acier est constitué à la température ordinaire d'un mélange de ferrite et de cémentite, mais à température plus élevée, le fer α s'est transformé en fery.

Le chauffage destiné à provoquer cette transformation est appelé austénisation.

La présence de carbone entraîne d'ailleurs des modifications de la température à laquelle se fait la transformation, ces modifications sont exprimées dans le diagramme Fer-Carbone.

I.1.4 Diagramme simplifié fer-carbone

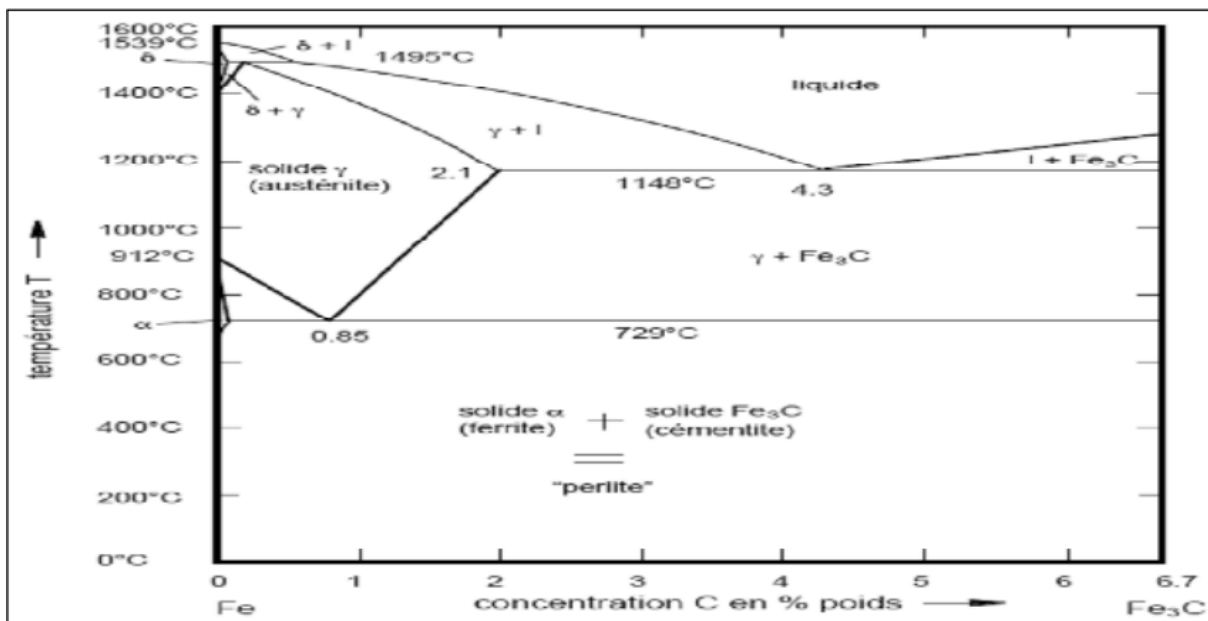


Figure I.2 Diagramme fer-carbone [4]

Le diagramme simplifié représente en fonction de la température et de la teneur en Carbone, les domaines d'existences des différents constituants des aciers. Au-dessus de 2% de carbone on parle de fontes, en dessous de 1,7% de carbone, on parle d'acier.

I.1.4.1 Aciers hypoeutectoïdes

Un acier hypoeutectoïdes est un acier avec un pourcentage de carbone inférieure à 0,8%, il est constitué de ferrite (α) et de perlite ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$).

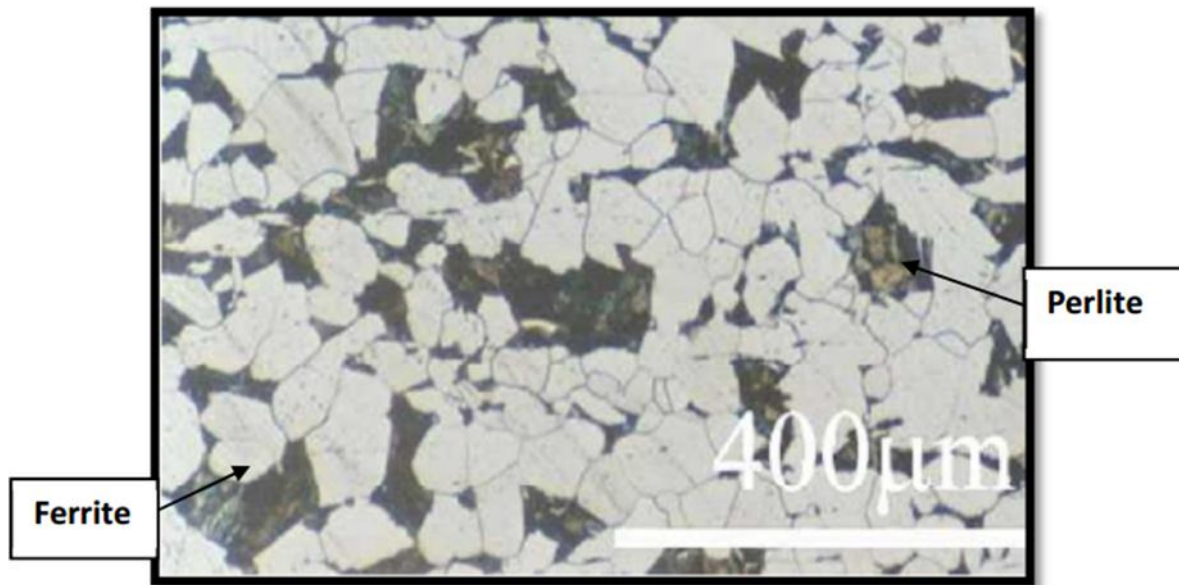


Figure I.3 : Microstructure d'un acier hypoeutectoïde [5]

I.1.4.1.1 Aciers extra-doux

Contiennent uniquement de la ferrite, et un peu de perlite et de cémentite tertiaire. Leur teneur en carbone est inférieur à 0,15%. Les aciers dont la teneur est comprise entre 0 et 0,02% sont entièrement formés de ferrite avec quelques îlots de cémentite tertiaire, aux joints de grains ferritiques sont employé comme des pièces de forge, feuillards, quincaillerie...etc.

I.1.4.1.2 Aciers doux

Dont la teneur en carbone est comprise entre 0,15% et 0,2%. Ils sont employés pour charpente métallique, construction mécanique courante, boulons...etc.

I.1.4.1.3 Aciers mi-doux

Dont la teneur en carbone est compris entre 0,25 et 0,4%, sont employés pour les pièces ou bâtis moulés, pièces forgées.

I.1.4.1.4 Aciers mi-durs

Dont la teneur en carbone comprise entre 0,4 et 0,6%, sont employés dans les éléments de machines agricoles, petit outillage.

I.1.4.1.5 Aciers durs

Leur teneur en carbone est comprise entre 0,6 et 0,8%, sont employés pour les pièces moulées et traitées, ressorts...etc. En général, les aciers hypoeutectoïdes présentent une structure constituée de grains de ferrite (proeutectoïde) et de perlite.

I.1.4.2 Aciers eutectoïdes

Ce sont des aciers dont la teneur en carbone est égale à 0,8%. Les aciers eutectoïdes présentent une structure constituée de lamelle alternée de ferrite et de cémentite ; la perlite lamellaire parfois est dite globulaire (cémentite) dispersée dans la ferrite.

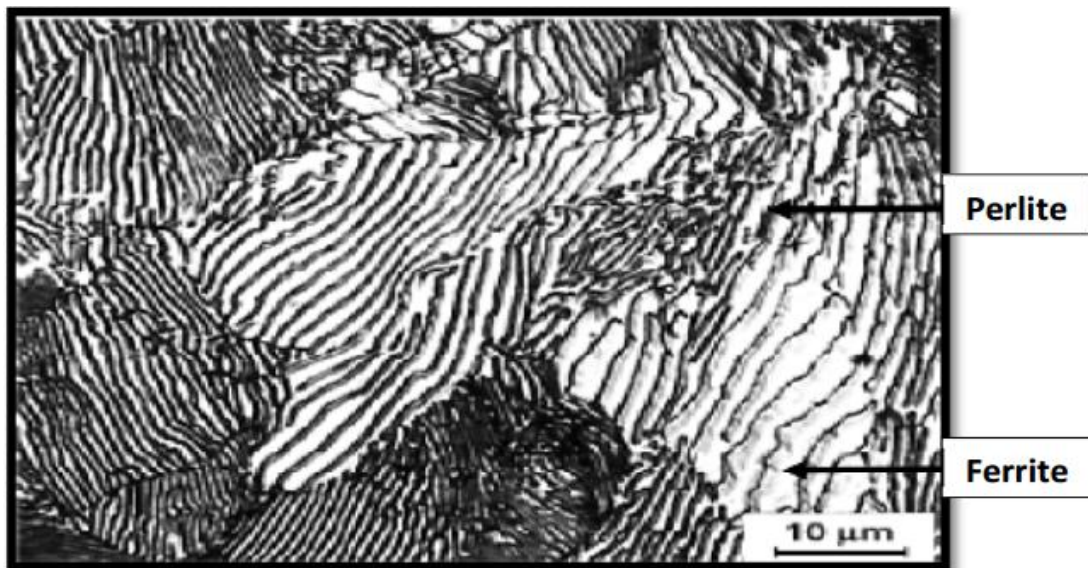


Figure I.4 : Microstructure d'un acier eutectoïde (perlitique) [5].

I.1.4.3 Aciers hypereutectoïdes :

Leur teneur en carbone est comprise entre 0,8 à 2,14%. Il est constitué de perlite et de Carbure.

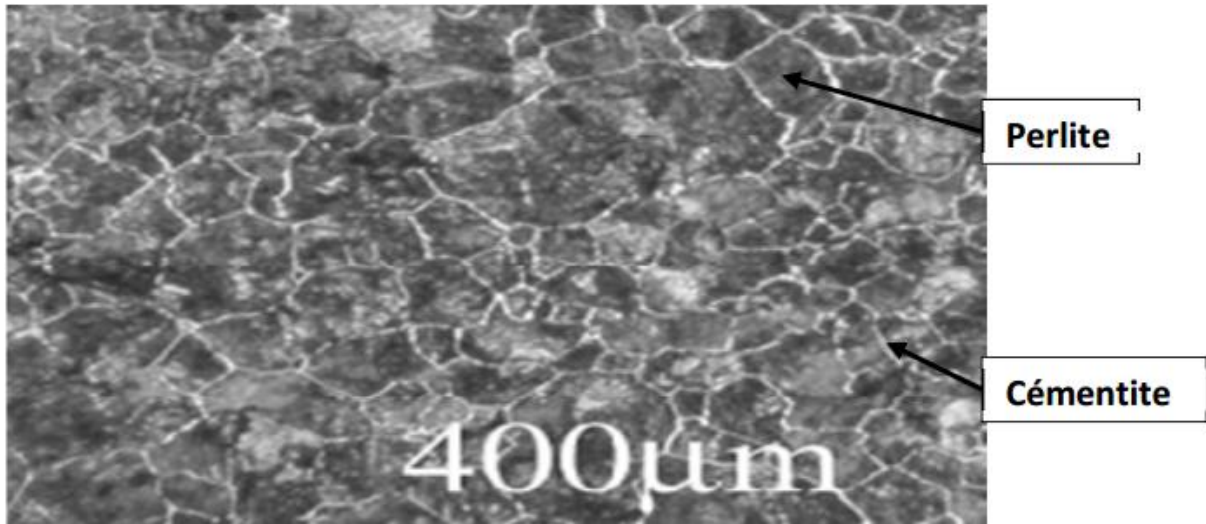


Figure I.5 : Microstructure d'un acier hypereutectoides [5]

I.1.5 Différentes phase observées dans les aciers

I.1.5.1 La ferrite : On distingue deux sortes de ferrite :

- **La ferrite α** : La ferrite α est une solution solide d'insertion du carbone dans le fer α .
- **La ferrite δ** : La ferrite δ est une solution solide d'insertion de carbone dans le fer δ .

I.1.5.2 L'austénite γ :

L'austénite γ est une solution solide d'insertion d'atome de carbone dans le fer γ . Cette phase dissout 0,8% à 727°C et 2,14% à 1147°C, elle est stable qu'au-dessus de 723°C. C'est une phase plastique, mais sa charge de rupture est relativement faible.

I.1.5.3 La cémentite :

La cémentite est une combinaison chimique de fer et de carbone (Fe_3C) dont la teneur en carbone est de 6,67%. Elle cristallise dans un système rhomboédrique, sa température de fusion est de 1550°C.

I.1.5.4 La perlite :

La perlite est un mélange hétérogène de ferrite α et de cémentite ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$) à 0,8% en masse de carbone.

I.1.6 Classification des aciers

On peut classer les aciers selon leur composition et leurs structure, leurs emplois, ou

suivant leur teneur en carbone. D'après la composition on distingue deux catégories d'aciers :

- Les aciers non alliés : Ils sont composés essentiellement de fer et de carbone et n'ayant fait l'objet d'aucune addition volontaire d'élément d'alliages.
- Les aciers alliés :
 - 1- aciers faiblement alliés : Aucun élément d'alliage ne dépasse la teneur de 5% en masse.
 - 2- aciers fortement alliés : Un élément d'alliage au moins dépasse 5% en masse.

I.1.7 Caractéristiques mécaniques

Les propriétés mécaniques usuelles des aciers se rattachent aux notions courantes d'élasticité et de plasticité.[6]

L'élasticité est la possibilité que possède le métal de pouvoir subir une déformation qui cesse après la suppression, de l'effort qui l'a provoquée.

La plasticité est la possibilité de subir une déformation permanente sans que rupture s'ensuive, elle prend deux aspects principaux : malléabilité (possibilité de réduire le métal en feuilles plus ou moins minces) et ductilité (possibilité de pouvoir l'étier en fils), cette propriété est utilisée dans le forgeage, le laminage, le tréfilage ...

Parmi les caractéristiques mécaniques des aciers les plus couramment utilisées pour une application de construction métallique est l'essai de traction qui permet de déterminer les caractéristiques mécaniques essentielles d'un métal à la température ordinaire consiste à soumettre une éprouvette de forme définie à un effort lent et continu dirigé suivant l'axe longitudinal le plus souvent jusqu'à rupture.

Un dispositif mécanique permet de tracer la courbe qui représente la charge en fonction de l'allongement [7] Les caractéristiques déterminées sont :

R_m Résistance à la rupture ;

R_e Résistance à la limite élastique ;

A% Allongement ;

E Module d'élasticité longitudinal.

I.2 La galvanisation à chaud

I.2.1 Introduction :

Le procédé de galvanisation à chaud consiste à recouvrir le fer par le zinc fondu à une température de 450°C°. Le zinc a un potentiel électrochimique plus négatif que celui du fer. Dans la pile fer-zinc, il constitue l'anode (zinc) qui est attaquée et se dissout, alors que le fer qui constitue la cathode reste inattaquée. Le zinc protège l'acier électro-chimiquement en se consommant et en formant une couche d'oxyde qui isole le revêtement du milieu agressif. Cette protection est efficace même si le revêtement de zinc est rendu discontinu par rayures aux cassures et se prolonge jusqu'à complète disparition du zinc. Le revêtement ne sera correctement réalisé que si un bon mouillage a été obtenu entre le métal à revêtir et le métal fondu à déposer. Le mouillage est toujours réactif, en ce sens que des composés intermétalliques précipitent à l'interface entre l'acier et le métal liquide durant l'immersion. La réactivité de l'acier vis-à-vis du bain de métal fondu est gouvernée par quatre familles de facteurs : la composition chimique du bain de métal fondu, les facteurs déterminant l'état de surface de l'acier à l'immersion, la température à laquelle se déroule la réaction avec le métal liquide et sa durée. Le zinc en tant que revêtement anticorrosion, reste encore actuellement d'un rapport performance, coût inégalé. Cela explique l'utilisation de tels produits dans les différents domaines de l'industrie.[8] [9].

I.2.2 Procédé

La galvanisation à chaud est une liaison métallurgique de zinc et d'acier produite en usine sous des conditions contrôlées. Ce procédé produit une excellente résistance anticorrosive, permettant une adhésion moléculaire entre les deux métaux en plus d'une protection cathodique. Même si le procédé de trempage demeure simple, chacune des étapes est importante pour obtenir une galvanisation de qualité (Figure I.6). [10]

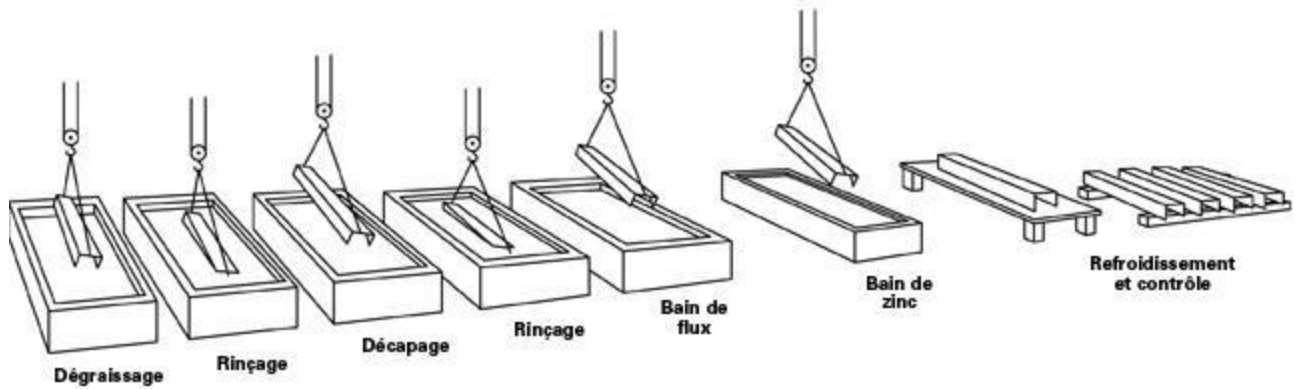


Figure I.6 : Processus de galvanisation à chaud

Lorsque l'acier fraîchement nettoyé est immergé dans un bain de zinc en fusion à 450 °C (840 °F), une liaison métallurgique s'opère déposant en couches successives des alliages de zinc et de fer en divers pourcentages pour terminer son procédé par une couche finale de zinc pur à 100 % (Figure I.7).

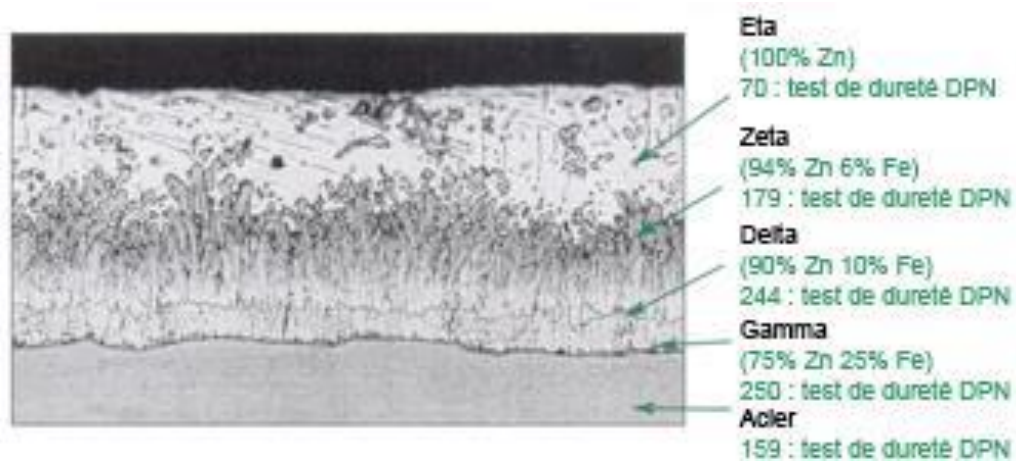


Figure I.7 : Photomicrographie d'un revêtement galvanisé

I.2.3 Chimie du bain. Phases intermétalliques

Une couche intermétallique, contenant plusieurs phases, se forme entre le substrat en acier et le revêtement de zinc pendant le procédé de galvanisation à chaud [11]. L'épaisseur des phases intermétalliques dépend de la diffusion du fer dans la couche de zinc et vice-versa et est fonction de la composition du substrat, de la température du bain, du temps d'immersion ainsi que des éléments d'addition.

Les phases intermétalliques influencent la liaison entre l'acier et le zinc lors de la déformation. L'adhérence diminue avec l'augmentation de l'épaisseur des phases intermétalliques.

I.2.4 Revêtement avec du zinc pur

A 450°C, la diffusion du zinc dans le fer est négligeable tandis que le fer se dissout et diffuse facilement dans le zinc fondu [12]. Le diagramme de phase Fe-Zn (Figure I.8) indique les phases qui peuvent se former. D'après ce diagramme, les phases intermétalliques se succèdent dans le revêtement solide dans l'ordre indiqué au tableau 1.

Tableau I.1 : Intermétalliques présents après galvanisation dans un bain de zinc.

phase	formule	structure cristalline
η	Zn(Fe)	HC
ξ	FeZn ₁₃	monoclinique
δ	FeZn ₇	hexagonale
Γ_1/δ_1	FeZn ₄	CFC
Γ	Fe ₃ Zn ₁₀	CC
α	Fe(Zn)	CC

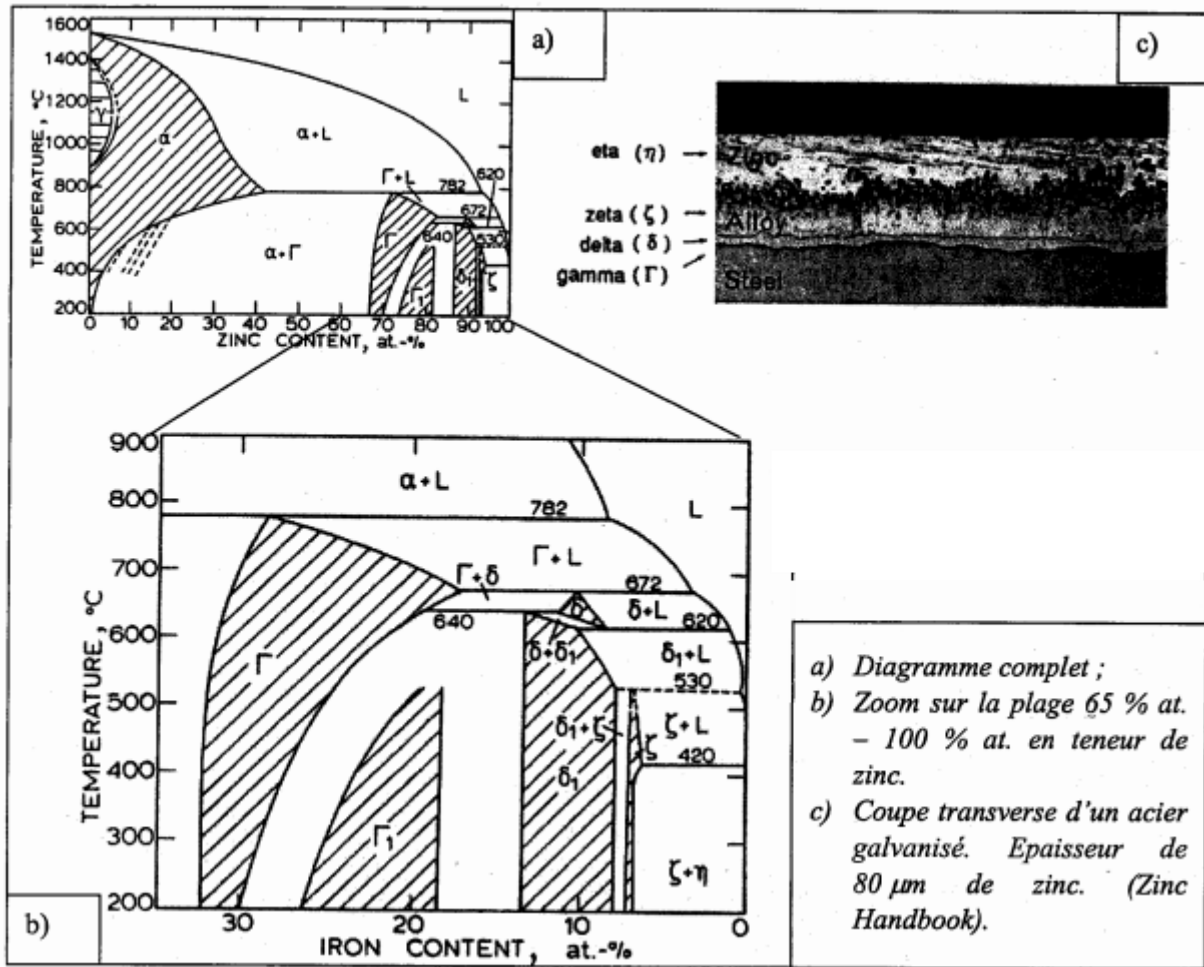


Figure I.8 Le diagramme de phase Fe-Zn [13]

I.2.5 Revêtement avec des alliages zinc – aluminium

L'aluminium permet d'éviter la création de phases intermétalliques Zn-Fe assez fragiles lors de la solidification de la couche de zinc sur le substrat. Il permet de créer des phases intermétalliques à base d'alliages ternaires Zn-Fe-Al et de diminuer l'épaisseur de la couche intermétallique. Parce que le fer présente une plus grande affinité pour l'aluminium que pour le zinc, il se crée une couche à l'interface du fer et du zinc appelée couche d'inhibition de composition FeAl_3 - Fe_2Al_5 . Celle-ci empêche la diffusion du Zn dans le Fe. L'adhérence obtenue est de très bonne qualité et la résistance mécanique contrairement aux couches intermétalliques Fe-Zn est largement améliorée. De plus l'addition d'aluminium, même inférieure à 0.5% dans le zinc (Figure I.9), provoque l'augmentation de la ductilité de ce métal par suite de l'affinage des grains dans le processus de solidification.

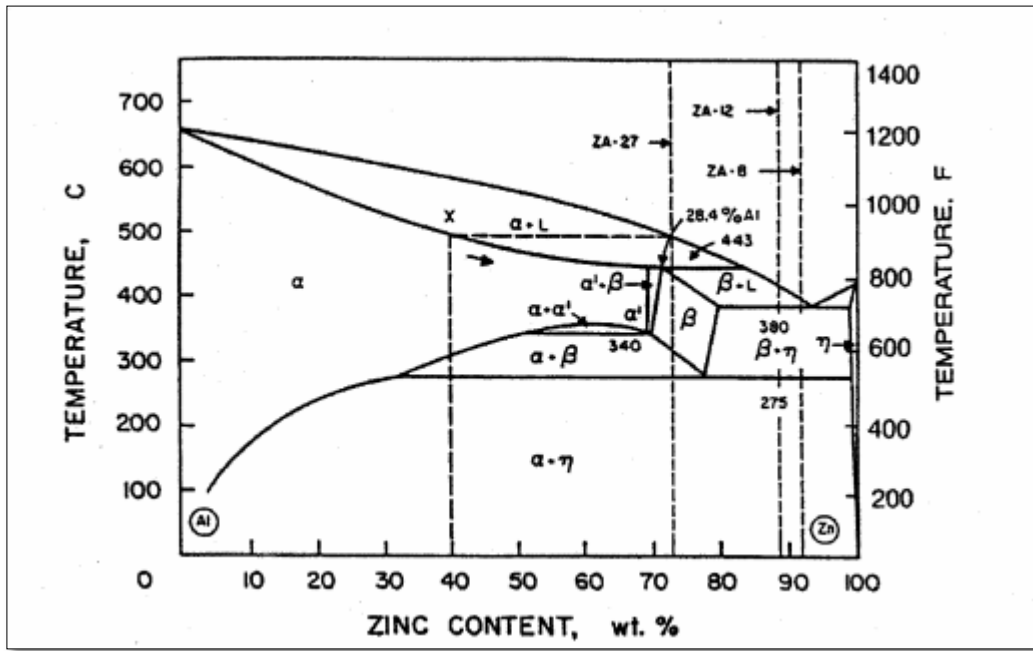


Figure I.9 Diagramme de phase Zinc Aluminium [14]

I.2.6 Revêtements avec des alliages Zn-Al-Mg :

Dans ces revêtements, la teneur en aluminium varie entre 0,2% et 11% en poids, celle en magnésium étant comprise entre 0,1% et 3,0%. Généralement, les revêtements européens contiennent des pourcentages en poids compris entre 0,4% et 2,0% pour l'aluminium et entre 1,0% et 2,0% pour le magnésium [15].

Le tableau I.1 présente les revêtements Zn-Al-Mg les plus répandus en Europe avec leurs compositions chimiques respectives.

Tableau I.2 : Liste des revêtements Zn-Al-Mg les plus répandus avec leurs compositions respectives [15].

Entreprises	Nom du revêtement	désignation	Zn (wt. %)	Al (wt. %)	Mg (wt. %)
NipponSteel Corp	SuperZinc	Zn-4.5Al -0.1Mg	95.4	4.5	0.1
Nisshin	ZAM	Zn-6Al-3Mg	91.0	6	3
NipponSteel Corp	SuperDyma	Zn-11Al- 3Mg	86.0	11	3
Tata Steel	Magizinc	Zn-1.5Al-1.5Mg	97.0	1.5	1.5
Voestalpine	Corrender	Zn-2Al-Mg2	96.0	2	2.0
TyssenKrupp	ZM Ecoprotec	Zn-1Al-1Mg	98.0	1.0	1.0
ArcelorMittal	Magnelis	Zn-3.7Al-3Mg	93.3	3.7	3

I.2.7 Alliage Zn-Al-Mg

Dans la microstructure des revêtements Zn-Al-Mg, les phases les plus fréquemment rencontrées sont : une phase primaire riche en zinc, une phase primaire riche en aluminium (pour des teneurs élevées en aluminium) et une phase intermétallique Zn_2Mg [16].

Dutta et al. [17] ont détecté aussi la phase intermétallique Zn_2Mg_{11} dans le revêtement Zn-0.2Al-0.5Mg. Selon la composition utilisée, un eutectique binaire Zn-Zn₂Mg ou /et un eutectique ternaire Zn-Al-Zn₂Mg peuvent également se former. La présence et la répartition de chacune des phases dépendent de la composition du revêtement et des paramètres d'élaboration.

La figure I.10 montre des exemples de microstructures en coupe des revêtements Zn-Al-Mg les plus courants. A partir de ces images, Azevedo [15] a proposé le tableau I.3 qui synthétise la distribution des phases en fonction de la quantité d'aluminium et de magnésium contenue dans les revêtements Zn-Al-Mg.

Tableau I.3 : Comparaison de la présence ou non de des différentes phases dans les revêtements Zn-Al-Mg D'après [15]

"+" Représente la présence mineure de la phase et
 "++", présence importante.

Désignation	Phase primaire riche en Zn	Eutectique binaire Zn-Zn ₂ Mg	Eutectique ternaire Zn-Al-Zn ₂ Mg	Phase primaire riche en Al
Zn-1Al-1Mg	++		+	
Zn-1.5Al-1.5Mg	++	+	+	
Zn-2Al-2Mg	++	+		
Zn-3.7Al-3Mg	+		+	
Zn-6Al-3Mg			++	+
Zn-11Al- 3Mg			++	++

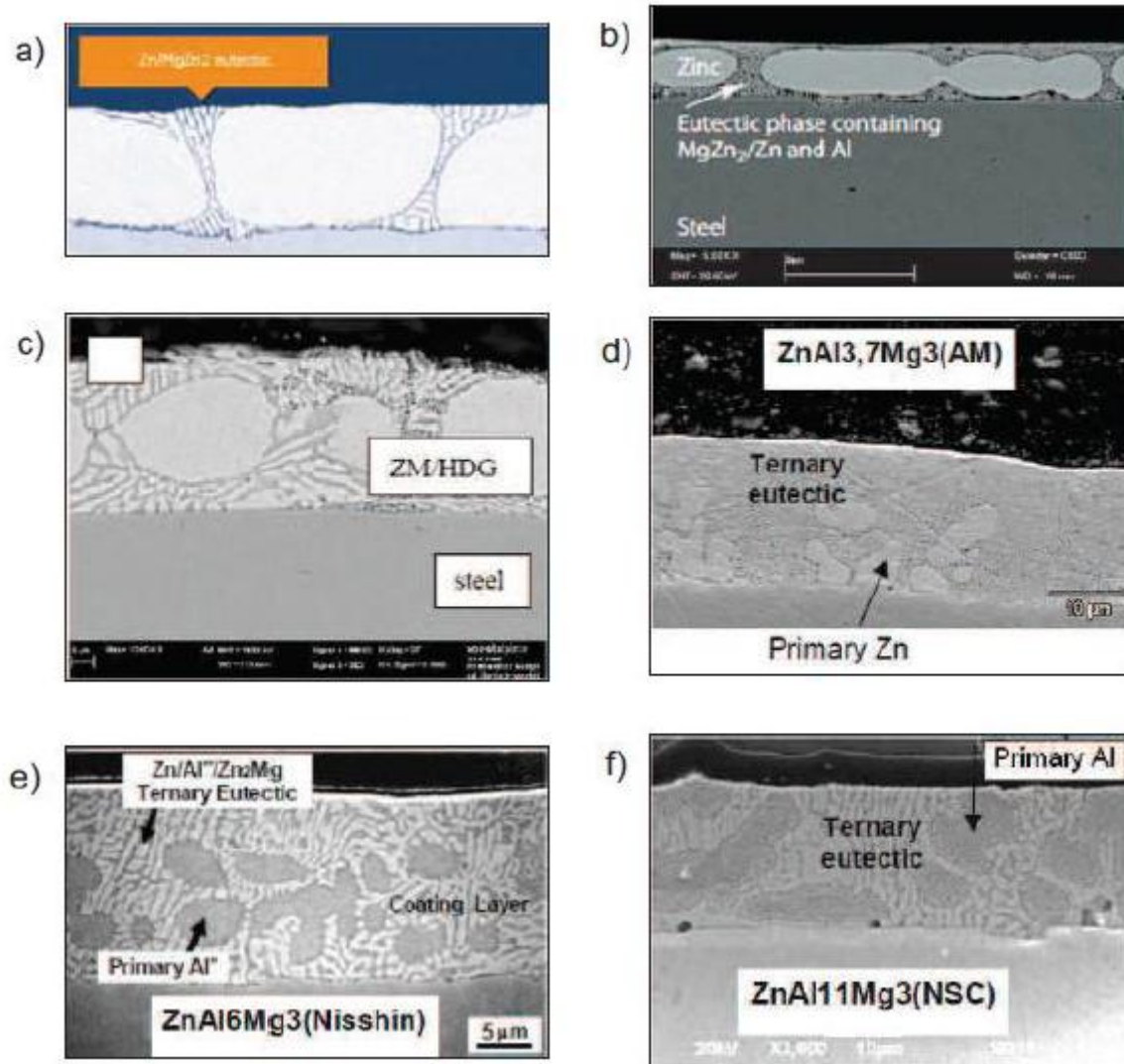


Figure I.10 : Image MEB en Coupe des revêtements Zn-Al- Mg :

- a) ZM EcoProtect (ThyssenKrupp), Zn-1Al- 1Mg,
- b) MagiZinc (Tata Steel), Zn-1.5Al-1.Mg,
- c) Coriandre (voestalpine), Zn-2Al-2Mg,
- d) Magnelis (ArcelorMittal) Zn-3,7Al-3Mg),
- e) Zn-6Al-3Mg
- f) Zn-11Al-3Mg [15].

I.3 Comportement électrochimique des aciers (EIS) :

I.3.1 Introduction :

Les métaux se dégradent sous l'effet de trois causes principales : l'usure, la fatigue et surtout la corrosion. Le problème de la corrosion a pris de nos jours une importance considérable, étant donnée l'utilisation de plus en plus grande des métaux et alliages dans la vie moderne. La corrosion est une destruction relativement lente et progressive qui résulte d'une attaque chimique à basse température ($T < 100^\circ\text{C}$) effectuée par les agents atmosphériques (constructions métalliques, charpentes, ponts, chemin de fer...), par l'eau ou sa vapeur (chaudières, conduites, bateaux...) ou par les divers produits chimiques (industries chimiques, produits alimentaires). La corrosion se traduit généralement par les effets tels que ; la diminution de poids, altération de la surface et affaiblissement des propriétés mécaniques.

Le phénomène de corrosion résulte de la tendance irrésistible de métaux à réagir électrochimiquement avec l'oxygène, l'eau, et les autres substances dans l'environnement aqueux pour revenir à leur état naturel. Cependant, notant qu'heureusement les métaux les plus utiles réagissent avec l'environnement pour former des films de produits de corrosion, plus ou moins protecteur, qui limitent la réaction de dissolution.

I.3.2 Notions sur la corrosion et la protection par revêtements métalliques

La corrosion, du latin "corrodere", signifie ronger, attaquer. C'est une destruction non voulue des métaux sous l'action de milieux corrosifs (agents atmosphériques ou réactifs chimiques). Après attaque, les métaux ont tendance à retourner à leur état primitif d'oxyde, sulfure, carbonate etc., plus stable par rapport au milieu considéré et ainsi subir une détérioration de leurs propriétés. En service, les matériaux métalliques sont souvent en contact avec un milieu agressif liquide ou gazeux, donc le phénomène de corrosion est un problème de surface ou plus précisément d'interface entre un métal et un milieu agressif liquide ou gazeux.

I.3.3 Définition de la corrosion :

La corrosion métallique c'est l'interaction physico-chimique entre un métal et son milieu environnant entraînant des modifications dans les propriétés du métal et souvent une dégradation fonctionnelle du métal lui-même, de son environnement ou du système technique constitué par les deux facteurs [18].

I.3.4 Processus de la corrosion :

La corrosion d'un métal ou d'un alliage peut se développer suivant différents processus qui caractérisent chacun un type de corrosion :

- Corrosion chimique
- Corrosion électrochimique
- Corrosion accompagnée d'érosion

I.3.4.1 Corrosion chimique (sèche) :

Il s'agit d'une réaction hétérogène entre une phase solide (métal), et une phase gazeuse ou liquide. Dans le cas où le réactif est gazeux, apparaît un phénomène dit corrosion sèche en atmosphère oxydante à haute température. Si le réactif est un liquide, il se produit une attaque du métal avec une formation d'un produit de corrosion à sa surface même. La corrosion purement chimique se produit sans formation du courant électrique [19].

I.3.4.2 Corrosion électrochimique (corrosion humide) :

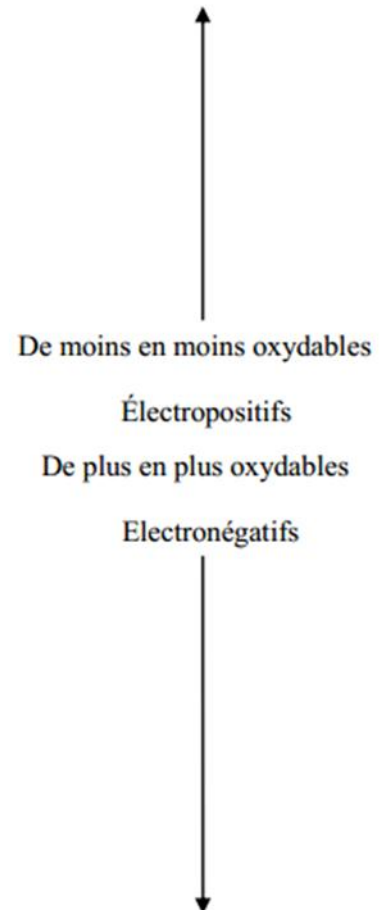
Elle se produit lorsqu'il existe une hétérogénéité, soit dans le métal, soit dans le réactif.

L'existence de ces hétérogénéités détermine la formation d'une pile, un courant électrique circule entre l'anode (zone attaquée) et la cathode (zone protégée). Les métaux, même les plus purs, ne sont en général pas monophasés, lorsqu'ils sont plongés dans un réactif, ils sont le plus souvent le siège d'une corrosion électrochimique. Le tableau I.4 illustre la proportion à la corrosion électrochimique de plusieurs métaux. La tendance des métaux à passer à l'état d'ions en milieu aqueux, dépend du potentiel de l'électrode indiqué dans le Tableau I.4 Ceux qui figurent en haut (tels que l'or et le platine) sont des métaux

nobles, c'est-à-dire Chimiquement inertes. Plus un métal est situé près du bas du tableau plus il est actif, ou Susceptible de s'oxyder.

Tableau I.4: Classification de la résistance à la corrosion des métaux selon leur potentiel

Métal	Réaction de l'électrode	Potentiel standard de l'électrode(Volt)
Or	$Au^{3+} + 3 e^- \rightarrow Au$	+1,420
Platine	$Pt^{2+} + 2 e^- \rightarrow Pt$	~ + 1,200
Argent	$Ag^+ + e^- \rightarrow Ag$	+ 0,800
Fer	$Fe^{3+} + e^- \rightarrow Fe^{2+}$	+ 0,771
Cuivre	$Cu^{2+} + 2e^- \rightarrow Cu$	+0,340
Bismuth	$Bi^{3+} + 3e^- \rightarrow Bi$	+0,230
Antimoine	$Sb^{3+} + 3e^- \rightarrow Sb$	+0,200
Etain	$Sn^{4+} + 4e^- \rightarrow Sn$	+0,050
Hydrogène	$2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$	+0,000
Plomb	$Pb^{2+} + 2e^- \rightarrow Pb$	-0,126
Nickel	$Ni^{2+} + 2e^- \rightarrow Ni$	-0,250
Cobalt	$Co^{2+} + 2e^- \rightarrow Co$	-0,277
Cadmium	$Cd^{2+} + 2e^- \rightarrow Cd$	-0,403
Fer	$Fe^{2+} + 2e^- \rightarrow Fe$	-0,440
Chrome	$Cr^{3+} + 3e^- \rightarrow Cr$	-0,744
Zinc	$Zn^{2+} + 2e^- \rightarrow Zn$	-0,763
Aluminium	$Al^{3+} + 3e^- \rightarrow Al$	-1,662
Magnésium	$Mg^{2+} + 2e^- \rightarrow Mg$	-2,363
Sodium	$Na^+ + e^- \rightarrow Na$	-2,714
Potassium	$K^+ + e^- \rightarrow K$	-2,924



I.3.4.3 Corrosion avec érosion :

Lorsque les produits de corrosion forment un dépôt adhérent et continu à la surface du métal, ils ralentissent en général la vitesse de la corrosion. Cette couche peut être éliminée en certains points par abrasion du métal due au mouvement du liquide lui-même, ou bien à celui des particules solides qu'il contient. Il y'a alors accélération de la corrosion

I.3.5 Forme de corrosion :

La corrosion métallique est répartie en plusieurs catégories :

I.3.5.1 La corrosion uniforme :

La corrosion uniforme se caractérise normalement par une réaction électrochimique qui poursuit uniformément sur toute la surface exposée. Autrement dit, c'est une perte de matière plus ou moins régulière sur toute la surface et avec la même vitesse d'attaque. Cette attaque se trouve généralement sur les métaux exposés au milieu acide.

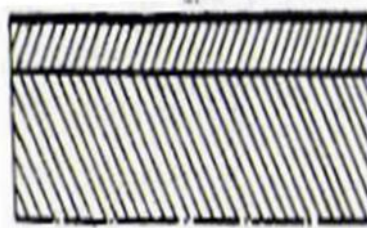


Figure I.11: Représentation schématique du mécanisme de corrosion uniforme

I.3.5.2 Corrosion galvanique :

La corrosion galvanique survient lorsque deux métaux, dont les potentiels de corrosion sont différents, restent en contact en présence d'un électrolyte : il se forme alors une pile de corrosion (Figure I.12). Le métal dont le potentiel de corrosion est le plus faible va se consommer préférentiellement, protégeant ainsi le métal « noble ».

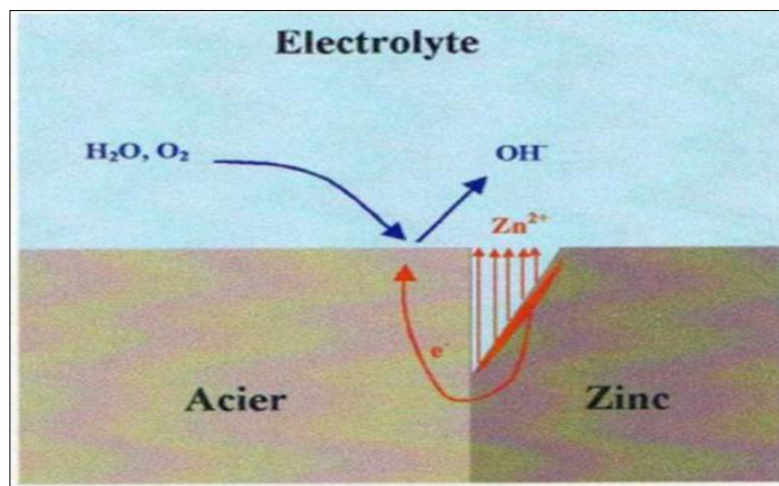


Figure I.12 : Cas de corrosion galvanique d'un revêtement de zinc sur acier. Le métal le plus actif (ou anodique) va se corroder rapidement tandis que le métal en contact le moins actif (ou cathodique, qui est l'acier dans notre exemple) sera préservé [20].

I.3.5.3 Corrosion par piqûre :

La corrosion par piqûre est une autre forme de corrosion très localisée, qui se manifeste par de petites piqûres sur le métal. Elle s'amorce habituellement sur la partie supérieure d'une surface horizontale et se propage presque verticalement vers le bas. Elle est produite par certains anions notamment l'ion chlorure, sur les métaux protégés par un film d'oxyde mince (acier inoxydable par exemple). La figure I.12 montre un couteau de cuisine qui présente des piqûres à sa surface. La figure I.13, présente le mécanisme de progression d'une piqûre constituée la zone anodique, la réaction cathodique se produit à la surface passivée, autour de la piqûre.



Figure I.13:a) Piqûres de corrosion sur un couteau en acier inoxydable (12% Cr).

b) Coupe métallographique de piqûres (plan de coupe perpendiculaire à la lame) [19]

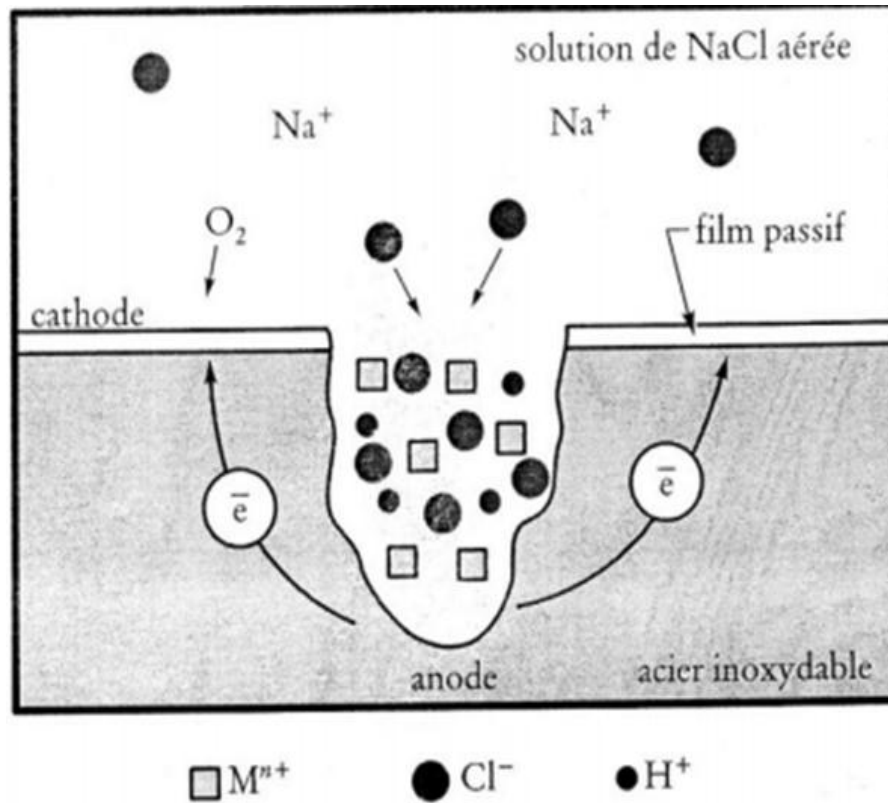


Figure I.14 : Représentation schématique du mécanisme de progression d'une piqûre dans un acier inoxydable. Le fond de la piqûre constitue la zone anodique ; la réaction cathodique se produit à la surface passivée, autour de la piqûre. [21]

I.3.5.4 Corrosion inter granulaire :

La corrosion inter granulaire se produit généralement le long des joints de grains de certains alliages. Ce type de corrosion prévaut notamment dans certains aciers inoxydables qui deviennent, après avoir été chauffés assez longtemps à une température comprise entre 500C° et 800C°, vulnérable à une attaque inter granulaire. Ce traitement thermique favorise la formation de petites particules de précipité de carbure de chrome ($Cr_{23}C_6$) à la suite d'une réaction entre le chrome et le carbone dans l'acier inoxydable (figure I.15). Ces deux éléments diffusent jusqu'aux joints de grains pour que se forment les précipités, ce qui engendre une zone appauvrie en chrome près du joint de grains. Cette région devient alors fortement sujette à la corrosion inter granulaire.

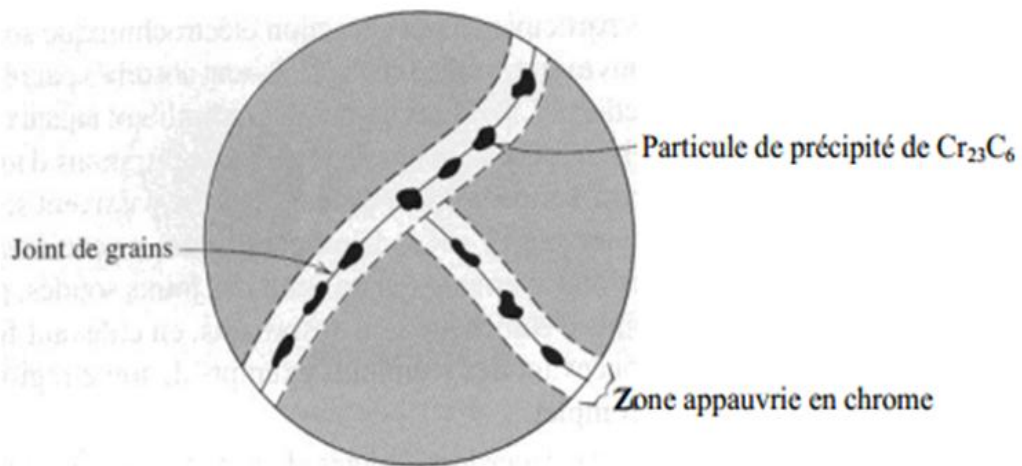


Figure I.15 : Représentation schématique de particules des carbures de chrome qui ont précipité le long de joints de grains d'un acier inoxydable [22].

I.3.5.5 Corrosion sous contrainte :

La corrosion sous contrainte est un phénomène résultant de l'action combinée simultanée d'un milieu corrosif et d'une contrainte mécanique (la traction résiduelle ou appliquée) conduisant à la fissuration des matériaux métalliques, qui se propage ensuite dans une direction perpendiculaire à celle de la contrainte. La figure. I.16 montre la micrographie illustrant la corrosion sous contrainte dans le chlorure de magnésium d'un acier inoxydable.

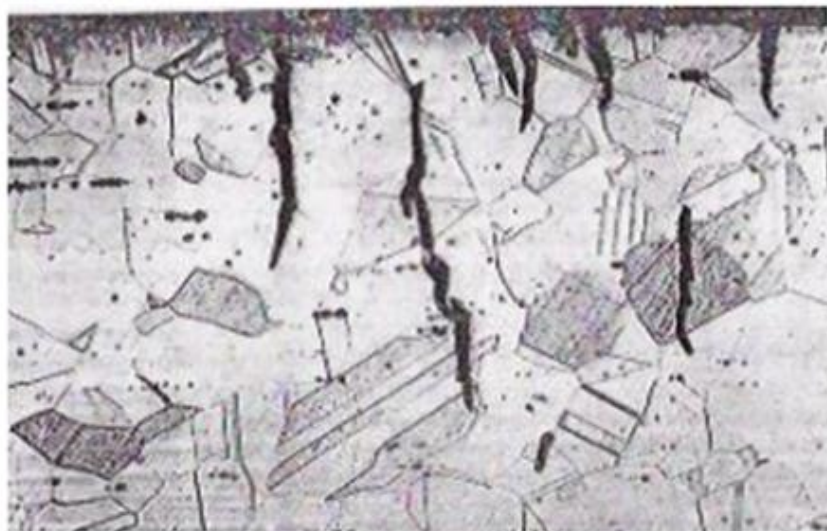


Figure I.16 : Corrosion sous contrainte dans le chlorure de magnésium d'un acier inoxydable [19].

I.3.6 Processus de corrosion électrochimique :

La corrosion des métaux en milieu aqueux est considérée actuellement comme un phénomène purement électrochimique dont les différents aspects peuvent être expliqués par la cinétique électrochimique. Le métal dont ils ont étudiés la corrosion fait partie, en général, d'une pile électrochimique ou galvanique, dans laquelle les deux électrodes sont en contact, c'est ce qu'on appelle une pile de corrosion. Cette pile est engendrée par un transfert de charge à l'interface, entre un conducteur électronique (électrode) et un conducteur ionique (électrolyte). [34]

1.3.6.1 Définition :

Un processus électrochimique global peut être décomposé en plusieurs réactions chimiques et/ou électrochimiques élémentaires. Les techniques électrochimiques stationnaires (tracé de courbes courant-potentiel stationnaires) permettent de déterminer l'étape la plus lente qui limite la vitesse de la réaction globale du processus. L'emploi des techniques non stationnaires, telle que la spectroscopie d'impédance électrochimique, permet de séparer les différentes réactions élémentaires dans la mesure où elle possède des constantes de temps suffisamment distinctes.

1.3.6.2 Matériel électrochimique :

Les essais se font dans un milieu artificiel dont la composition peut être variable. Le plus souvent il s'agit d'une salive artificielle dont le seul élément organique est l'urée.

La cellule électrochimique à double paroi est maintenue, par l'intermédiaire d'un bain thermostat, à une température constante et définie (37°C) (figure I.17). [34]

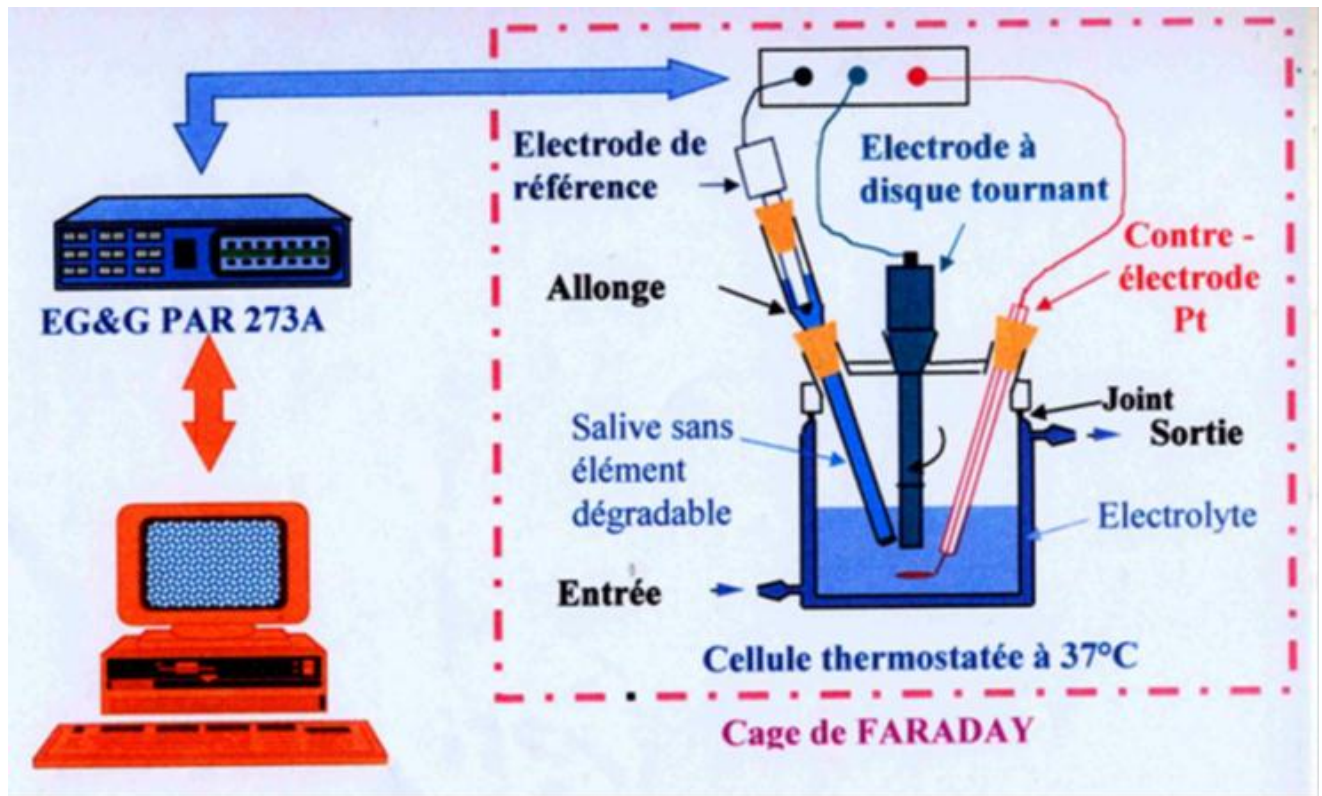


Figure I.17 : Cellule électrochimique [34]

Classiquement trois électrodes sont utilisées :

- **L'électrode de travail** : il s'agit de l'échantillon à étudier,
- **L'électrode de référence** : les tensions sont mesurées par rapport à une électrode de référence. Celle la plus souvent utilisée en laboratoire est saturée en chlorure de potassium (ECS). Elle est immergée dans une allonge qui communique avec l'électrolyte de la cellule par l'intermédiaire d'un fritté.
- **L'électrode auxiliaire** : un fil de platine est utilisé comme contre-électrode dans les études où des perturbations en tension ou en courant sont imposées au système. Le montage fait intervenir un potentiostat qui permet d'imposer un potentiel à l'électrode de travail, géré par des microprocesseurs. Des logiciels spécifiques assurent le pilotage des séquences expérimentales, l'acquisition et le traitement des données numériques. [34]

I.4 Essais mécaniques

I.4.1 Intérêt des essais

Pendant plus longtemps, l'empirisme et l'habitude suffisaient pour mener à bien les opérations de mise en œuvre des matériaux tels que : le laminage, le filage, l'extrusion, le forgeage, l'usinage, ... etc Or, l'augmentation de la dimension des demi-produits, les exigences accrues de qualité et de précision, les économies d'énergie et même la fiabilité du produit fini à réaliser concourent à rendre nécessaires les calculs détaillés de ces diverses opérations. La fabrication des diverses structures mécaniques et le rôle fonctionnel que joue chaque pièces dans son assemblage exige en premier lieu de connaître le comportement mécanique du matériau vis-à-vis les sollicitations qui sont imposées par le milieu extérieur.

En fait connaître les propriétés mécaniques d'un matériau, c'est un indice technique indispensable pour les ingénieurs qui s'occupent des calculs des structures à chaque étape de mise en œuvre des matériaux. Il est évident que ces calculs ne peuvent être menés à bien sans une connaissance précise des lois de comportement mécanique des matériaux souvent influencées par d'autres phénomènes extérieurs telles que : la vitesse de sollicitation, la température, ou même les interactions entre les propriétés mécaniques et les évolutions de la structure microscopique.

Quoique plusieurs modèles et des lois de comportement mécanique ont vu le jour ces derniers temps [23, 24, 25] ; la validation de ces modèles ne peut être signée qu'une fois les résultats trouvées seront en bonne corrélation avec les valeurs expérimentales. C'est à dire que les essais mécaniques qui fournissent directement la réponse des matériaux face à une sollicitation donnée, sont d'un grand intérêt pour la caractérisation de ceux-ci.

Nous définissons dans le cadre de ce travail, l'essai de traction, qui intéressée la résistance à la rupture du matériau et caractérisent sa consolidation.

I.4.2 Essai de traction

I.4.2.1 Intérêt et déroulement de l'essai

L'essai de traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé. Il consiste à soumettre une éprouvette du matériau à étudier à deux efforts F de tension de sens opposés et de même valeurs absolues. La ligne d'action étant confondue avec l'axe de symétrie ou de rotation de l'éprouvette. On mesure instantanément l'allongement Δl , correspondant [24].

Afin de pouvoir utiliser les courbes brutes de traction, on doit les modifier pour que les résultats obtenus ne soient fonction que du matériau étudié et non de la géométrie de l'éprouvette.

Pour ce faire, on rapporte la charge F à la section initiale S_0 de l'éprouvette en vue d'obtenir la contrainte nominale σ :

$$\sigma = F/S_0 \quad \text{Eqs(III.1)}$$

Et on apporte l'allongement Δl à la longueur initiale entre repères l_0 , pour obtenir la déformation nominale :

$$\varepsilon = \Delta l/l_0 \quad \text{Eqs(III.2)}$$

On peut effectuer les essais sur un barreau cylindrique ou de section rectangulaire éprouvette plate. L'éprouvette cylindrique permet d'avoir un système symétrique et un système d'accrochage simple par vissage, l'éprouvette plate permet de voir ce qui se passe sur une face : apparition de lignes de glissement, forme des cristallites métallographie,

I.4.3 Propriétés de traction

I.4.3.1 Le diagramme contrainte-déformation

Le courbe contrainte-déformation met très bien en évidence les différences de comportement des matériaux, et fournit les valeurs caractéristiques de résistance à la traction R_m , limite d'élasticité R_e , limite de proportionnalité R_p , allongement de rupture A et module d'élasticité E . [26]

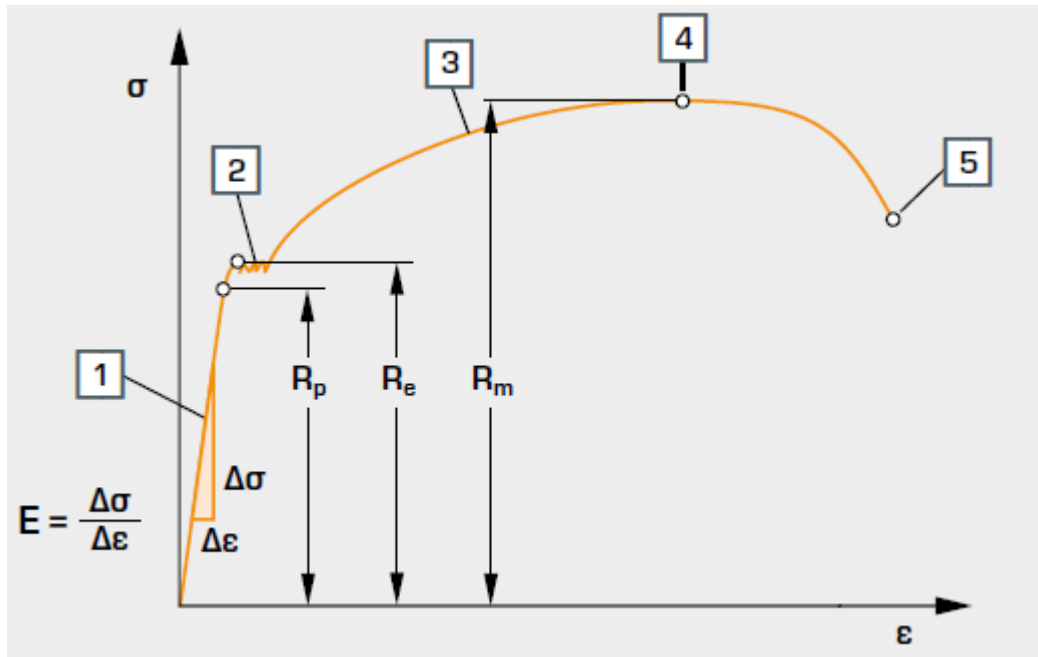


Figure I.18 : Courbe contrainte-déformation

σ contrainte, ϵ déformation .

R_p limite de proportionnalité, **R_e** limite d'élasticité, **R_m** résistance à la traction,

1. droite de Hooke, domaine des déformations élastiques ou réversibles (zone parfois linéaire) si l'on cesse la charge, l'éprouvette retrouve ses dimensions initiales.
2. déformation de Lüders,.
3. plage de renfort, la déformation n'est plus complètement réversible. La déformation est plastique (ou permanente) homogène ; appelée aussi déformation plastique répartie. L'allongement s croissent plus vite que les charges. L'allongement a lieu avec une diminution régulière de la section tout au long de l'éprouvette
4. début de la striction, la déformation plastique se localise dans une petite portion de l'éprouvette et n'est plus homogène, c'est la striction on aboutit à la rupture en C. les allongements croissent avec une diminution de la charge.
5. rupture

Chaque matériau a une courbe caractéristique de déformation et de contrainte.

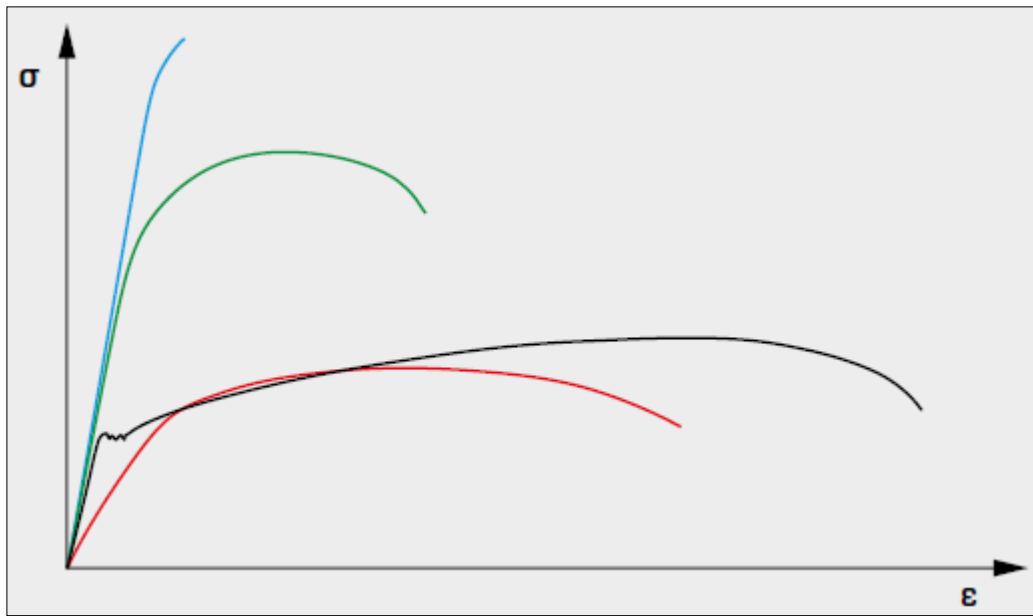


Figure I.19 : Les courbes caractéristiques de déformation et de contrainte.

- **Acier trempé:** très haute résistance à la traction
- **Acier trempé et revenu:** haute résistance à la traction
- **Acier de faible résistance:** déformation très importante, faible résistance à la traction
- **Alliage d'aluminium:** faible module d'élasticité

L'exploitation de la courbe de traction permet de distinguer deux domaines fondamentaux :

I.4.3.2 Domaine élastique linéaire

La première partie de l'essai, l'éprouvette a un comportement élastique linéaire et obéit la loi de Hooke. Théoriquement la pente de la droite est égale au module d'Young E ; en pratique, le module d'élasticité est très rarement mesuré de cette façon, car, dans le domaine élastique, les déformations sont très faibles, et la précision des mesures laisse alors à désirer. La limite de ce domaine est marquée par une propriété importante. C'est la limite élastique R_e (Figure I.20). [23]

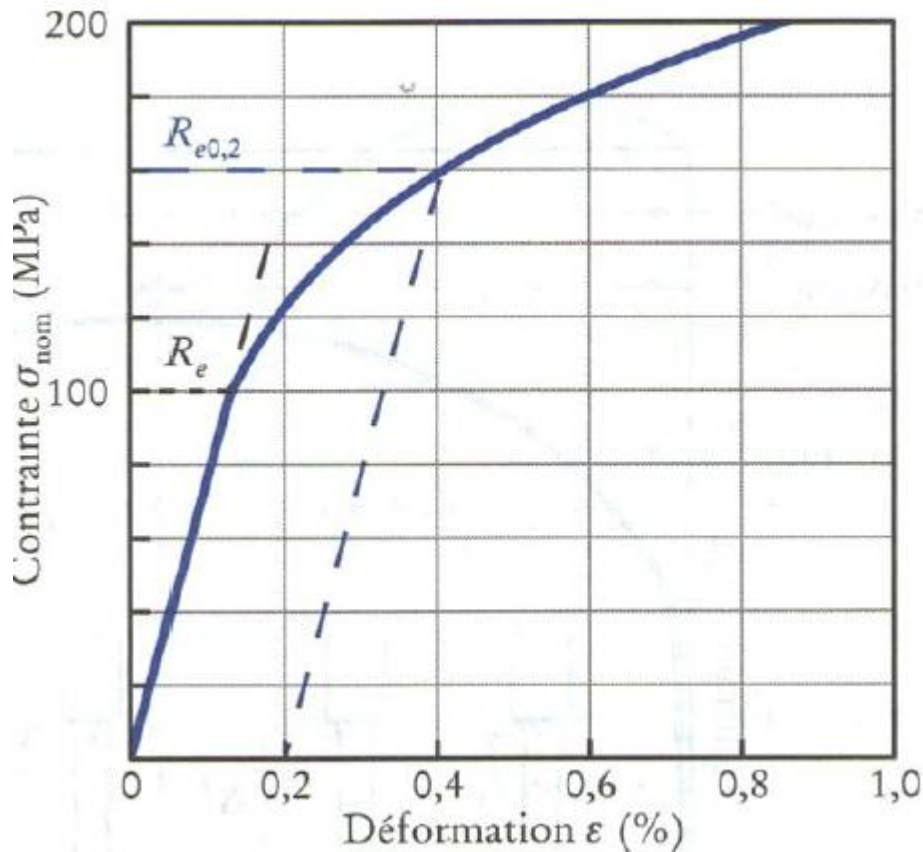


Figure I.21 : la limite d'élasticité à 0,2 % ($R_{e0,2}$) d'un alliage d'aluminium.

En toute rigueur, la limite d'élasticité R_e correspond à la contrainte à partir de laquelle le comportement du matériau s'écarte de la loi de Hooke, c'est-à-dire au moment où apparaît la première déformation plastique irréversible. En d'autres termes, la limite d'élasticité devrait donc correspondre, à la contrainte à partir de laquelle il n'y a plus proportionnalité entre contrainte et déformation. En pratique, même si sa définition est simple, une telle limite de proportionnalité est très difficile à apprécier, car le passage du domaine élastique au domaine plastique se fait de façon progressive ; la limite de proportionnalité, ou limite d'élasticité vraie R_e , dépend donc de la précision que l'on a sur la mesure de l'allongement. On lève toute ambiguïté en définissant une limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 %, notée $R_{e0,2}$: Elle définit la contrainte à laquelle correspond une déformation plastique permanente égale à 0,2 %.

Certains alliages (c'est le cas en particulier des aciers doux) ont un comportement en traction telle que la transition entre les domaines élastique et plastique est discontinue (Figure I.22). Dans ces cas, la limite d'élasticité R_e ou $R_{e0,2}$ est définie comme la valeur inférieure de la discontinuité. [25]

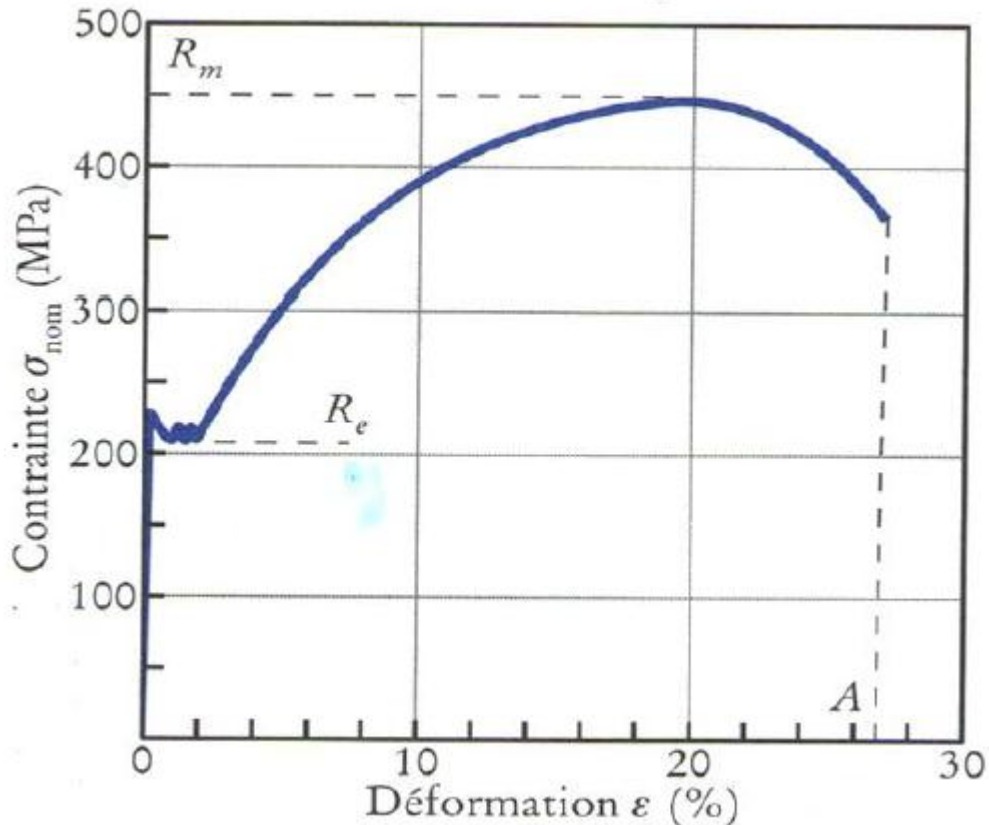


Figure I.22 : Courbe de traction d'un acier doux (Fe-C 0,15 %) présentant une discontinuité à la limite d'élasticité.

I.4.3.3 Domaine plastique

Dans la seconde phase de l'essai, le comportement du matériau n'est plus linéaire puisque la déformation élastique est suivie de la déformation plastique qui se manifeste de deux façons.

i) Déformation plastique homogène :

Dans ce sous-domaine qui est compris entre la limite élastique et se poursuit jusqu'à la valeur maximale de la contrainte, le matériau se consolide par phénomène d'écrouissage. Le taux de consolidation, pente de la courbe $\sigma=(\epsilon)$, diminue quand la contrainte augmente et devient nul à la valeur maximale de la contrainte nominale appliquée. Cette dernière caractérise la résistance à la traction R_m qui se définit comme la contrainte maximale atteinte durant l'essai de traction. Les matériaux fragiles n'ont pas de domaine de déformation plastique, dans ce cas, la limite d'élasticité et la résistance à la traction sont confondues. [24]

ii) Déformation plastique hétérogène (localisée) :

Une fois que la courbe de traction ait atteint un maximum R_m , la contrainte nominale diminue bien que l'allongement continue de croître. Quand l'allongement augmente au-delà de celui qui correspond à la charge maximale atteinte, un nouveau phénomène apparaît figure I.22 localement, la consolidation du matériau ne peut plus compenser l'augmentation de la contrainte.

I.4.4 Déformation des revêtements galvanisés.

Rappelons que les revêtements issus d'une opération de galvanisation à chaud et en continu peuvent, à la sortie du bain de galvanisation subir un Skin-Pass qui est un laminage de faible amplitude. Cette opération génère l'introduction de contraintes résiduelles et de déformations plastiques initiales dans le revêtement. De plus, la mise en forme des tôles galvanisées pouvant être réalisée par différents procédés (pliage, cintrage, repoussage, emboutissage...), chacun d'entre eux peut générer à nouveau des déformations à l'origine d'endommagements tels que l'écaillage ou le poudrage qui peuvent altérer les propriétés anticorrosives des surfaces revêtues. [16]

I.4.5 Mécanismes de déformation du zinc :**I.4.5.1 Modes de glissement :**

Pour réaliser une déformation homogène générale sans changement de volume, 5 systèmes de cisaillement indépendants [27] sont requis dans le poly cristal. Un système de cisaillement est indépendant à condition que son activation produise un changement de forme du cristal qui ne puisse pas être réalisée par la combinaison de glissements sur d'autres systèmes [28].

En fait, la ductilité du zinc (et de ses alliages) s'explique par l'existence de plusieurs modes de déformations:

- glissement dans les systèmes prismatiques et pyramidaux, qui devient d'autant plus actif que la température de déformation est plus élevée.

- maclage (en général à température modérée) qui entraîne une déformation et une modification de l'orientation du cristal, permettant l'activation du glissement basal dans la partie maclée [29]
- formation de bandes de pliages lors de la déformation dans la direction [0001] [30]. Indépendamment de la possible superposition de plusieurs modes de déformation, le glissement pyramidal de seconde espèce est le seul à fournir les 5 systèmes de glissements (Figure I.23) indépendants requis pour accommoder un état de déformation quelconque.

Tableau I.5 : description des systèmes de glissement des alliages de zinc

Systèmes de glissement	Nombre de systèmes de glissements	Nombre de systèmes de glissements
Basal	$\{00.1\} \langle 11.0 \rangle$	3
Prismatique	$\{10.0\} \langle 11.0 \rangle$	3
Pyramidal 1ère espèce	$\{10.1\} \langle 11.0 \rangle$	6
Pyramidal 2ème espèce	$\{11.2\} \langle 11.3 \rangle$	6

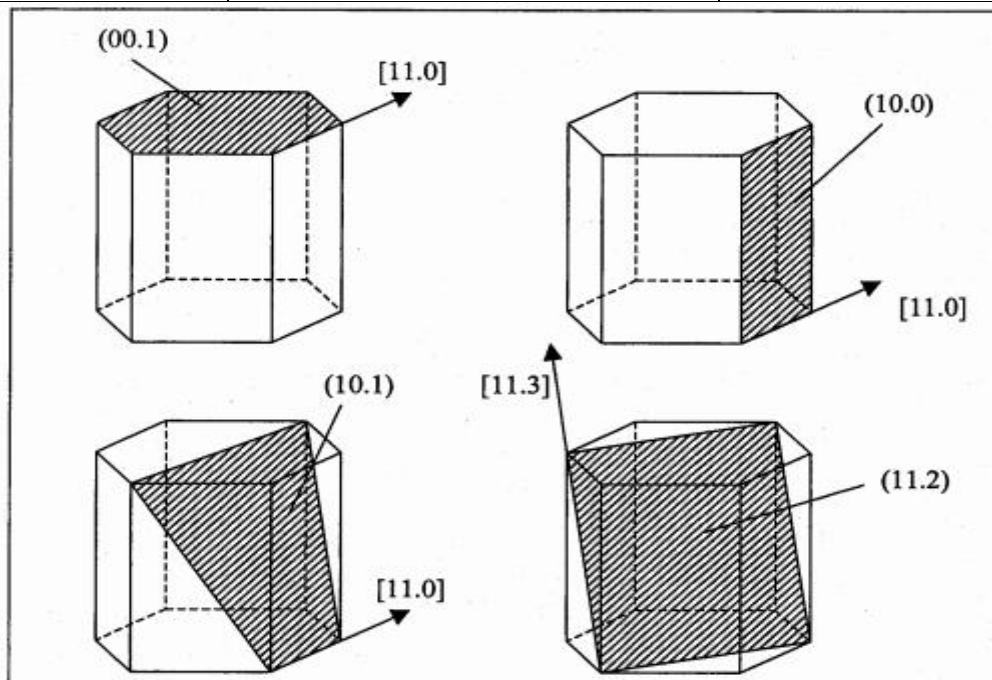


Figure I.23 : Les systèmes de glissement dans les hexagonaux compacts

I.4.6 Déformation des revêtements Zn-Al-Mg

Dans leurs travaux portant sur la corrosion de revêtements Zn-Al-Mg déformés, Schuerz et al. [31] montrent que pour 5% de déformation plastique, des fissures sont visibles à la surface et dans le revêtement Zn-2Al-2Mg. À partir de 10% de déformation, les fissures sont traversantes et atteignent le substrat. La taille et la profondeur de ces fissures augmentent avec l'accroissement de la déformation. Elles sont associées à la présence de la phase intermétallique fragile $MgZn_2$. Zunko et al. [32] ont étudié l'effet de la déformation de revêtements Zn-Al-Mg de trois épaisseurs différentes. La figure I.42 illustre l'évolution de la densité de fissures à 7% et 27% de déformation sur un revêtement de 24 μm d'épaisseur.

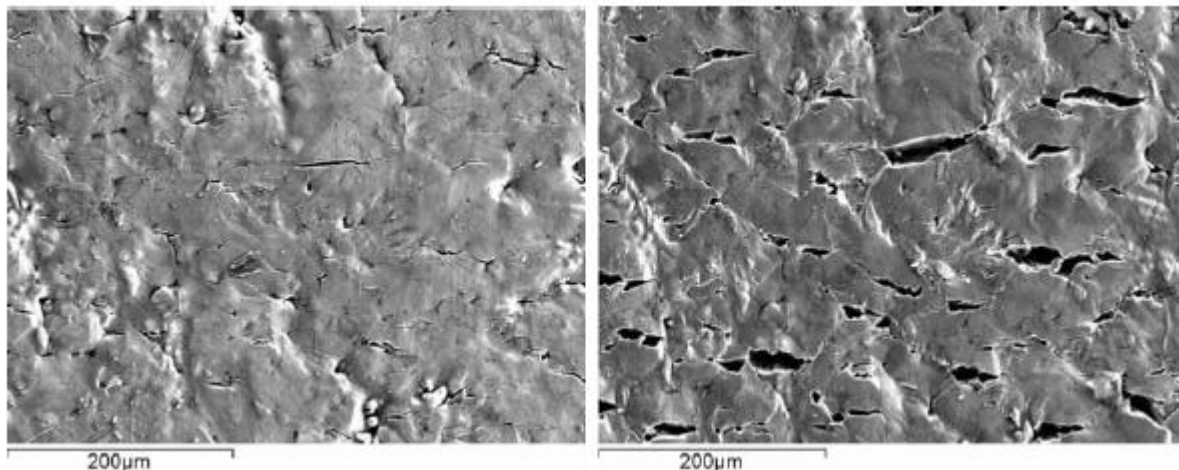


Figure I. 42 : Illustration de l'évolution de la fissuration du revêtement Zn-Al-Mg de 24 μm d'épaisseur : a) 7% de déformation
b) 27% de déformation [31].

I.5 Conclusion :

Nous avons, dans ce chapitre, présenté les différents types d'acier, les processus de la corrosion et l'essai de traction mécanique, la méthode de revêtement par galvanisation à chaud, (principale opération de galvanisation, influence des différents éléments sur le bain et le substrat lui-même, procédée de galvanisation). Le problème majeur, qui fait actuellement l'objet de nombreuses recherches, concerne la composition chimique du bain de galvanisation, nature de l'acier de substrat, effet de la déformation sur la cohésion du revêtement qui est traitée dans notre étude.

CHAPITRE 2

Protocoles Expérimentaux

II.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la partie expérimentale de notre travail, les étapes de la réalisation de ce travail sont bien détaillé tel, que le découpage des éprouvettes et la préparation de leurs surface.

Les différents moyens et techniques expérimentaux utilisés dans cette étude sont décrits.

II.2 Substrat

Le matériau utilisé dans cette étude comme substrat est un acier féritique, le nom commercial DX54D L'acier est revêtu en continu sur une ligne de galvanisation au trempé. Les applications industrielles du DX54D sont nombreuses tels que la construction : plancher composite, profilés structurels.

Le chiffre 54 désigne l'indice d'emboutissage de l'acier sa composition chimique est donnée dans le tableau II.1, en pourcentage massique, La teneur en carbone est limitée à un maximum de 0,12 % en masse afin d'éviter la formation de carbures.

Compositions chimique en % :

Tableau II.1 : représente la composition chimique d'acier DX54D [II.1]

Eléments	C	Mn	P	S	Si	Ti
Composition (%)	≤ 0,120	≤ 0,60	≤ 0,10	≤ 0,045	≤ 0,50	≤ 0,30

L'acier DX54D présente une résistance mécanique Rm qui varie entre 260 et 350 MPa. L'allongement à la rupture est supérieur à 36%. Ce matériau répond à la norme EN 10346 . Les compositions et les épaisseurs des revêtements de zinc étudiés sont présentées dans le tableau II.2 Pour la suite du document, nous utiliserons les abréviations suivantes, Zn-Al-Mg. [32]

Tableau II. 2 : Composition chimiques et épaisseurs des revêtements de l'étude.

Composition	Abréviation	Epaisseurs (µm)
93,5Zn-3,5Al-3Mg	Zn-Al-Mg	25

II.3 Préparation des éprouvettes

II.3.1 Découpage

La tôle était découpé à l'aide d'une Cisaille a levier dans l'atelier structure aéronautique.



Figure II.1 Cisaille à levier manuelle (Longueur de coupe 180 mm)

II.3.2 Formes géométriques et dimensions

Plusieurs échantillons ont été utilisés dans le cadre de notre étude afin de réaliser la caractérisation métallurgique.

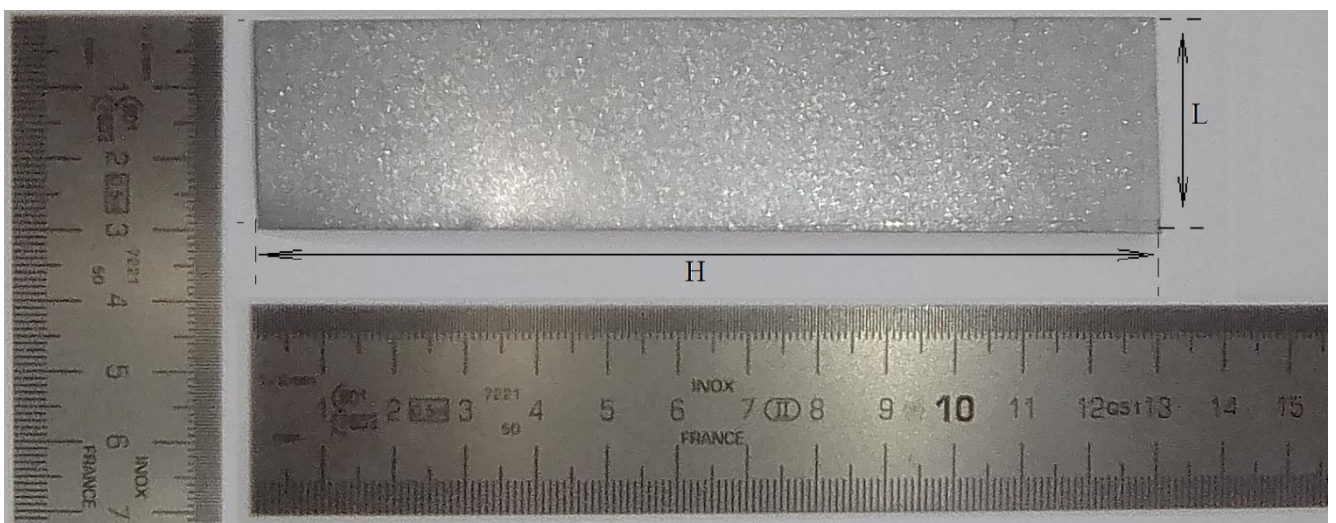


Figure II.2 La forme de l'éprouvette de fatigue.

Tableau II.3 : dimensions des éprouvettes

Nom	Longueur totale (H)	Largeur aux extrémités (L)	Epaisseur (e)
Dimension	130 mm	30 mm	0.54 mm

II.4 Machine de traction :

Le centre de recherche en technologies industrielles CRTI de Chéraga - Alger possède une machine d'essai de fatigue en traction uniaxiale de modèle : Cretirion MTS.45, qui a les caractéristiques suivantes :

Tableau II.4 : Spécification de la machine MTS.45

PARAMÈTRE	SPÉCIFICATION
Capacité de force nominale maximale	100 kN
Vitesse d'essai maximale	750 mm/min
Vitesse d'essai minimale	0,005 mm/min

II.5 Essais mécaniques : traction uniaxiale

Les essais de traction ont été effectués sur la machine qui est constituée d'un bâti rigide qui comprend une Adaptateur de Base sur laquelle est montée l'une des têtes de l'éprouvette. L'autre extrémité de l'éprouvette est fixée à une traverse mobile, dont les dimensions sont 60 x 30 x 0,54 mm³. La longueur encastrée dans les mors est de 35 mm avec une longueur entre les mors de 60 mm (figure II.5), avec une vitesse déplacement de traverse de 1 mm.min⁻¹. La direction de traction correspond à la direction de laminage pour tous les essais. Les essais sont pilotés par micro-ordinateur. L'acquisition s'effectue à l'aide d'un logiciel MTS adapté pour P.C et assure la collecte et l'analyse des courbes de traction. Les résultats sont enregistrés puis imprimés.

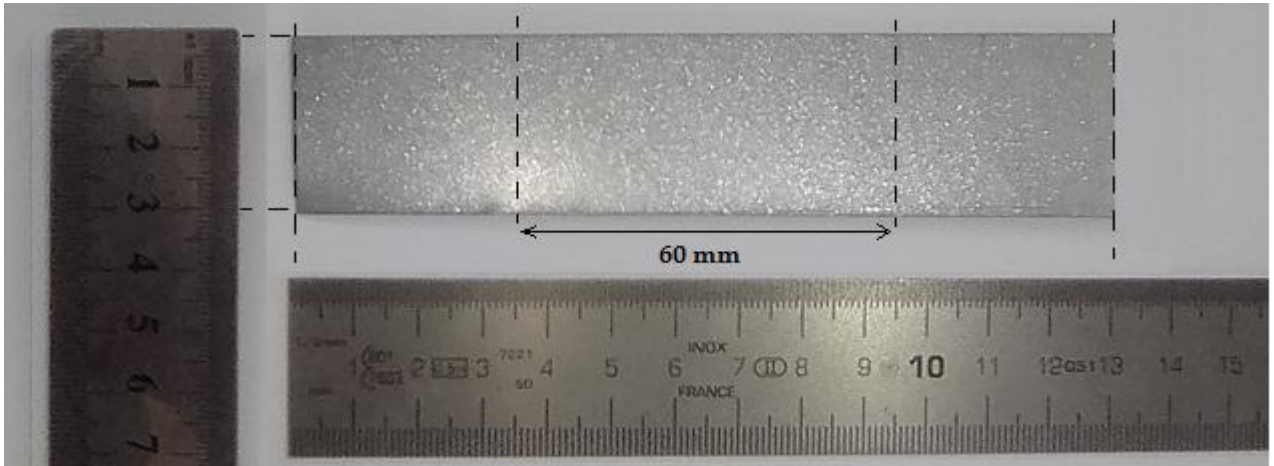


Figure II.4 : Dimensions des éprouvettes de traction pour les échantillons avec les revêtements Zn- Al-Mg.

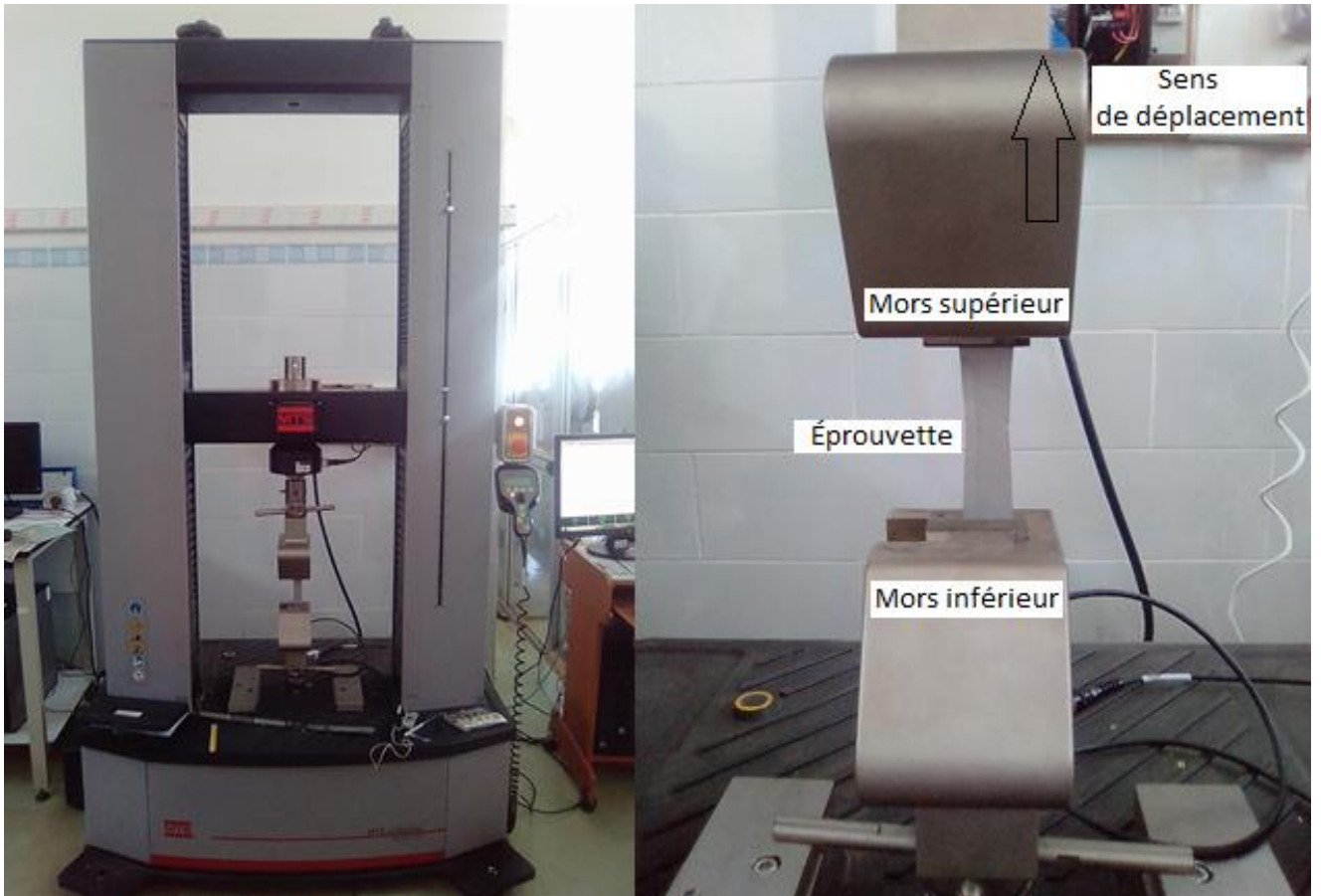
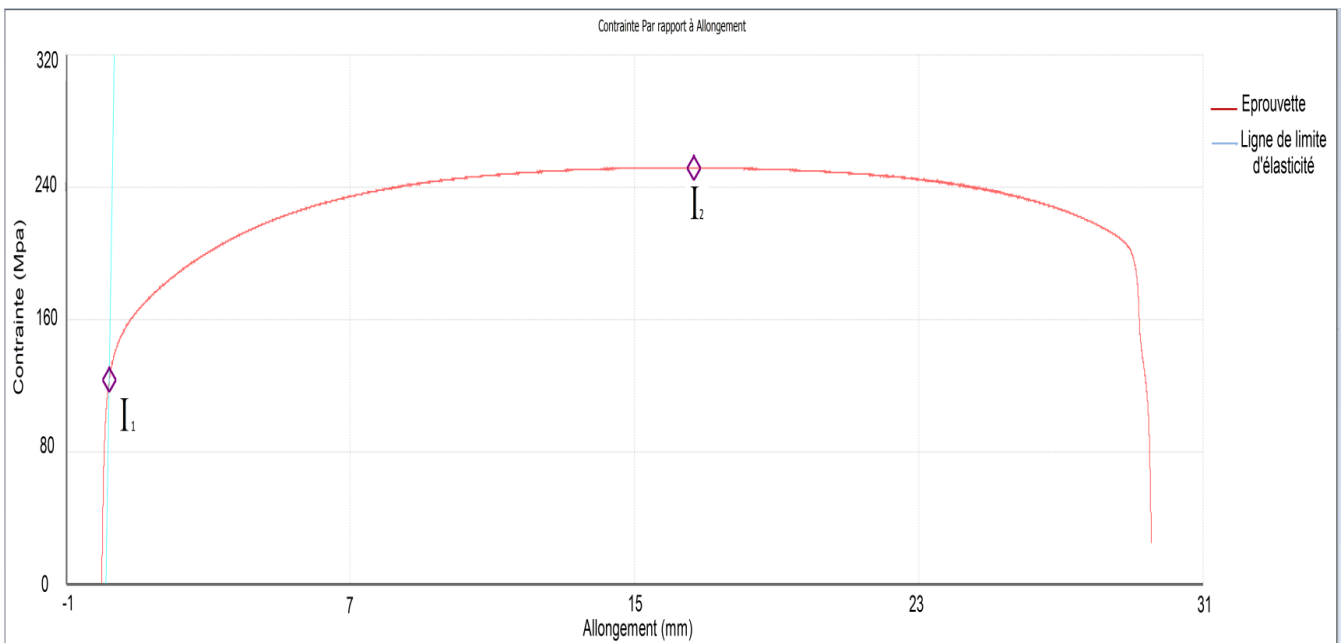


Figure II.5 : Montage expérimental de l'essai de traction sur la machine MTS.45

II.5.1 Courbes de traction

Les valeurs mesurées directement lors de l'essai de traction sont la force F et l'allongement L , plutôt que les contraintes et la déformation. La contrainte, rapportée dans un diagramme de traction est la force divisée par la section initiale S_0 de l'éprouvette (contrainte nominale). La figure II.6 montre un exemple de courbe de traction obtenues avec l'éprouvette de référence (E_{p0}) à fin de déterminer l'allongement maximale donner par logiciel de traction MTS.

La figure II.7 montre la Courbe contrainte déformation, On préférera donc de tracer la courbe en rapportant la force F à la section initiale S_0 , et en rapportant l'allongement Δl à la longueur initiale l_i : on obtient la courbe donnant la contrainte σ en fonction de la déformation ϵ .



La figure II.6 Exemple de courbe de traction (contrainte/allongement)

I1 : Index de la limite d'élasticité , I2 : Index de début de la striction .

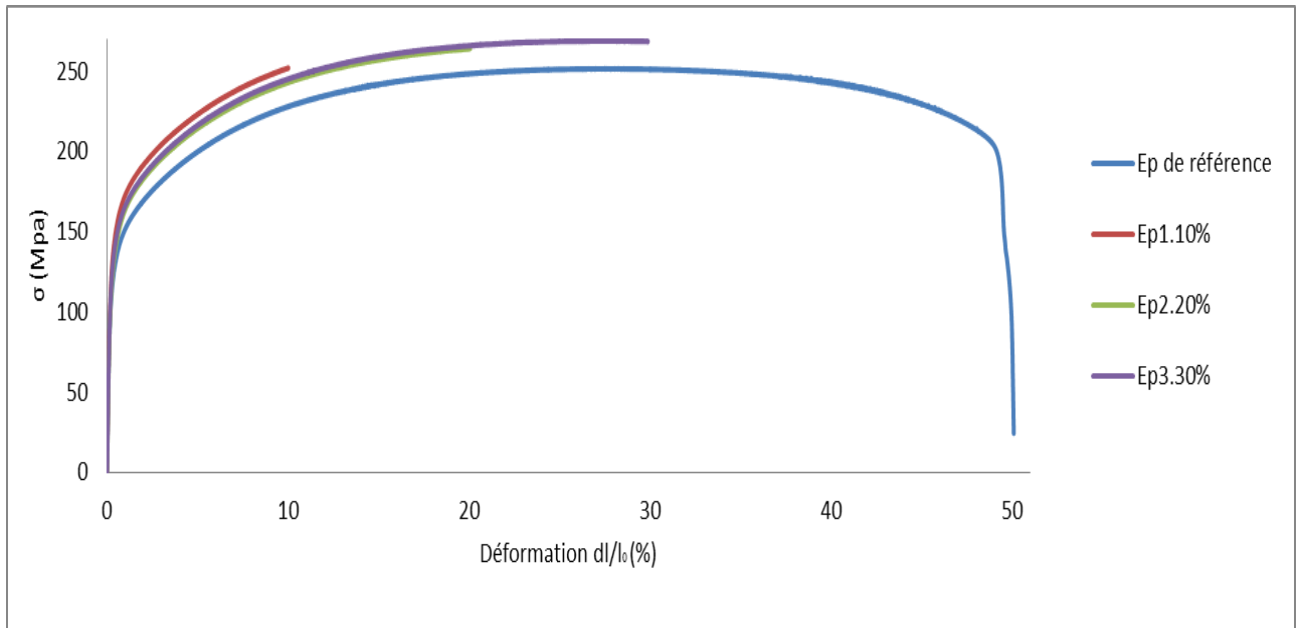


Figure II.7 : Courbes contrainte déformation des éprouvettes de revêtement Zn-Al-Mg

Le tableau II.5 représente les différentes déformations choisies pour les éprouvettes Ep10, Ep20, Ep30 afin d'étudier le phénomène de la corrosion.

Tableau II.5 Taux de déformation des éprouvettes.

Eprouvette	Ep1	Ep2	Ep3
Allongement (%)	10%	20%	30%

Logiciel MTS de traction nous permettons de réaliser les essais jusqu'à la déformation souhaitées avec la détermination des force, contrainte le temps et le traverse relative à la déformation choisie.

II.6 caractérisation métallographique :

L'observation simple d'un objet métallique ne donne pas de renseignement particulier ; L'étude métallographique est un moyen de contrôle essentiel de la structure micrographique des matériaux métalliques. L'étude de la structure et des propriétés des métaux et de leurs alliages nécessite un polissage parfait des échantillons étudiées dépendra de plusieurs étapes :

II.6.1 Prélèvement des échantillons :

Après chaque essai de traction, des petits échantillons mesurant 20 x 20 x 0.54 mm³, Ces échantillons sont prélevés dans des zones de milieu (zones déformation plastique) figures II.8.

Le découpage se fait par tronçonnage avec tronçonneuse STRUERS Discotom-6 et accutom-5 pour garantir une grande précision et prépolissage. (Figures II.9, Figures II.10).

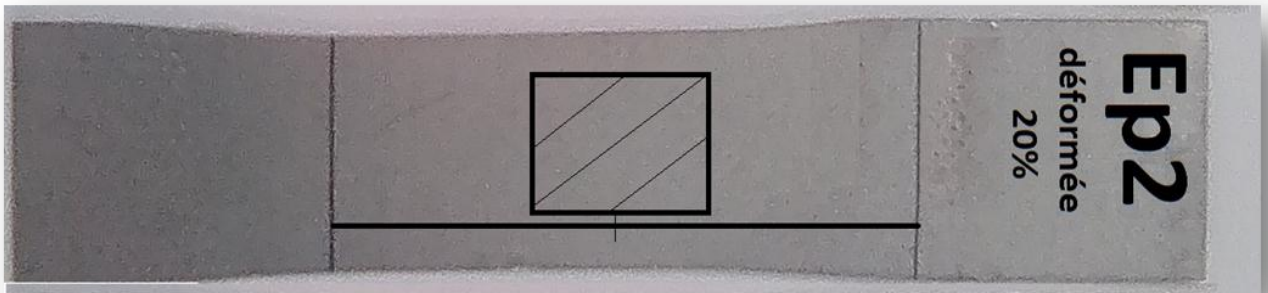


Figure II.8: Exemple de zone de prélèvement pour polissage.

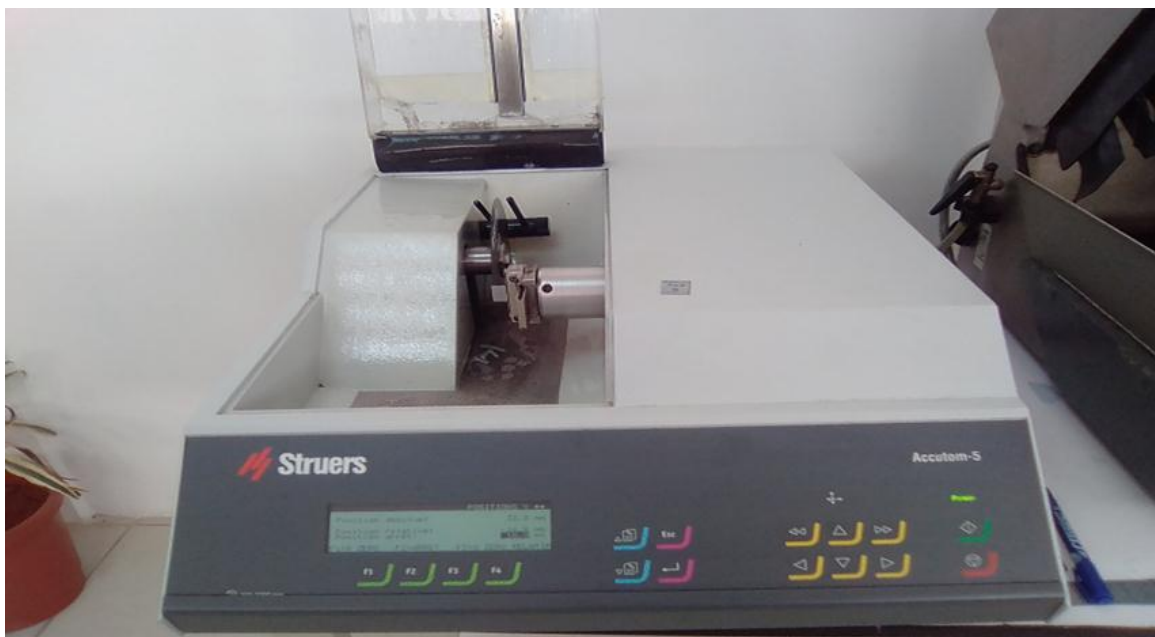


Figure II.9: STRUERS Discotom-6



Figure II.10 STRUER accutom-5

II.6.4 l'enrobage

L'enrobage est une opération qui donne au produit des caractéristiques de surface, l'application d'une couche de résine sur les échantillons pour faciliter le polissage.

II.6.5 Polissage mécanique

Les échantillons sont passés successivement sur différents papiers dont les grains ont une finesse décroissantes (400, 800, 1000, 1200, 4000) . Puis, on utilise une toile sur laquelle on dépose des diamants artificiels de taille maîtrisée.

II.6.6 Nettoyages des échantillons

Les échantillons subits une opération de nettoyage avec de l'eau distillé et de l'acétone afin d'éliminer tout trace d'impureté.

II.6.7 Attaque chimique

L'attaque micrographique donne des différences de relief ou de coloration entre les différents constituants ou entre les cristaux différemment orientés d'une même phase, ce qui permet de les observer.

II.6.8 Microscope Optique

Un microscope métallographique optique de permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 50x. Ce microscope s'accompagne d'une caméra.

L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation des surfaces, et des coupes transversales.

II.6.9 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les observations des échantillons ont été réalisées par Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Le MEB est une technique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface de l'échantillon. Le microscope utilisé est de marque GEMINI et de type SEM 300 piloté par le logiciel ZEISS (Figure II.11) Il est couplé à une microanalyse (EDS) qui permet l'analyse par rayons X à dispersion d'énergie des divers éléments chimiques de l'échantillon.



Figure II.11 Microscope électronique à balayage GEMINI SEM 300

II.7 Essais Electrochimique

Pour réaliser cette expérience nous faisons ces étapes suivant :

II.7.1 Préparation des échantillons

Le matériau utilisé dans notre travail est un acier DX54D, Les échantillons utilisés dans nos essais, ont été découpés à partir des échantillons effectué de la même manière que précédemment pour le polissage, sous forme carré de dimensions d'environ (20 x 20 x 0.54) mm².

II.7.2 Enrobage Et Soudée Fil Electrique

Echantillons destinés au test électrochimique L'une des faces des échantillons a été soudée à un conducteur électrique pour permettre sa connexion au potentiostat. L'échantillon a été couvert d'une vernis isolante à l'exception de la face à émerger dans l'électrolyte figure II.12, II.13.



Figure II.12 : Echantillon Ep2



Figure II.13 : la face à émerger Ep2

II.7.3 Préparation des solutions de NaCl

La solution électrolytique utilisée dans notre travail est de l'eau distillée + La solution de NaCl, La solution préparée par la dissolution de NaCl en poudre cristallisé dans un litre d'eau distillée, puis agitée par un barreau aimanté afin d'avoir une solution homogène. Dans ce travail, nous avons choisi la solution de (0.6M \approx 35g/l NaCl), et l'eau distillée car la composition de solution est proche de la composition de l'eau de mer.

II.7.4 Cellule Electrochimique

Les expériences électrochimiques ont été réalisées dans une cellule en verre à trois électrodes. Cette cellule est munie d'une double paroi et d'un couvercle en verre à trois orifices permettant ainsi le passage des trois électrodes.

Nos essais électrochimiques sont réalisés à l'aide d'un potentiostat-galvanostat de type AUTOLAB PGSTAT302N (Figure II.15) piloté par un micro-ordinateur, connecté à une cellule à trois électrodes. Les électrodes utilisées sont : une électrode à calomel saturé (SCE) de KCl comme électrode de référence, une contre électrode de platine et l'électrode de travail (l'échantillon).

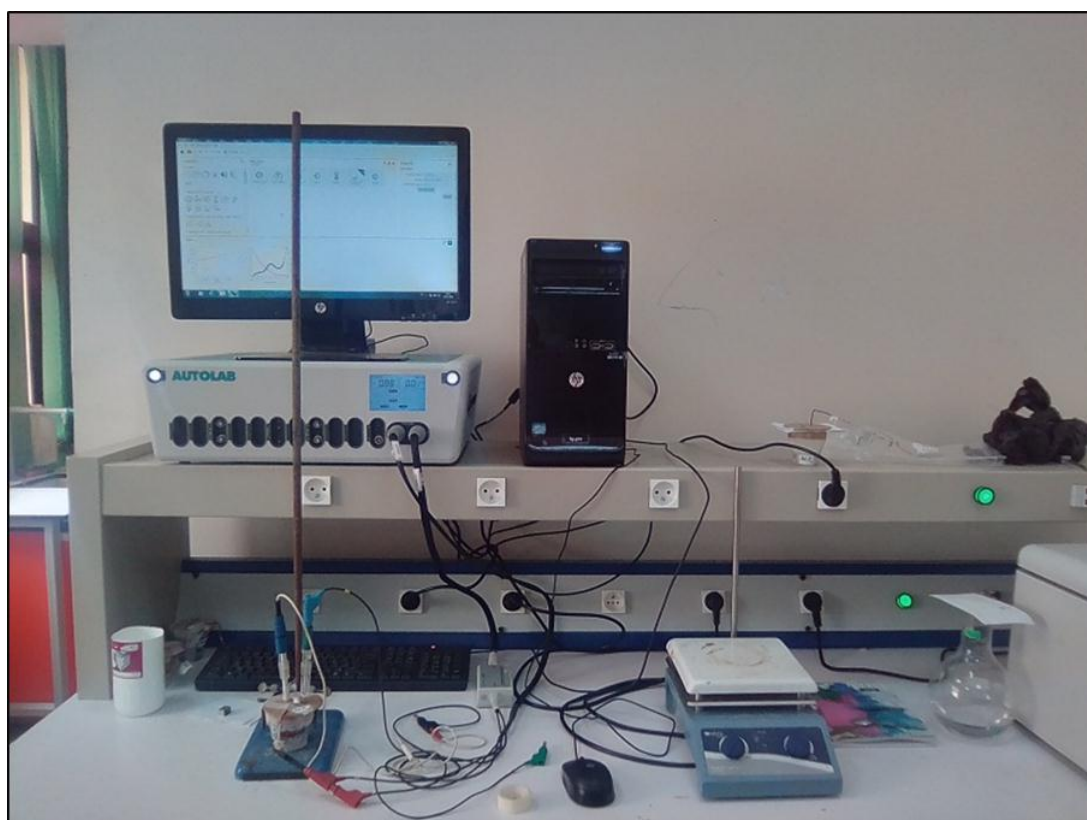


Figure II.14 : le dispositif expérimental.

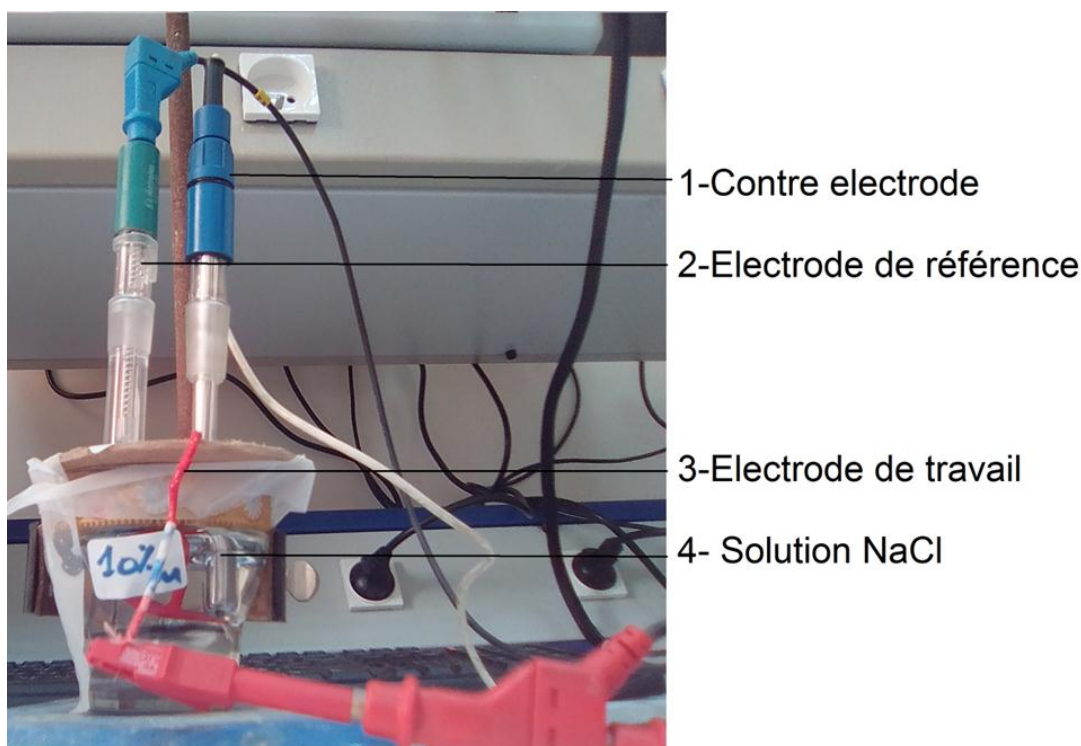


Figure II.15 : cellule électrochimique.

II.8 La spectroscopie d'impédance électrochimique (SEI)

Les mesures d'impédance électrochimique sont largement utilisées, dans la recherche, pour une meilleure connaissance des processus de corrosion et une évaluation plus sûre de la vitesse de corrosion. L'un des objectifs des courbes courant-potential qui consiste à recueillir des informations mécanistiques à des fins de modélisation du processus interfacial n'est que très partiellement atteint quand il s'agit de mesures dans l'état stationnaire. En effet, elle ne rend compte que de la vitesse globale de processus ou de l'étape la plus lente qui limite celle-ci.

Parmi les techniques électrochimiques transitoires, l'impédance électrochimique qui permet d'avoir des informations sur les étapes élémentaires qui constituent le processus électrochimique global. Elle va pouvoir différencier les divers phénomènes élémentaires sur la base de leur constante du temps :

Les phénomènes électrochimiques rapides sont sollicités dans le domaine des hautes fréquences (transfert de charge) [33]

II.8.1 Principe de fonctionnement :

Son principe consiste à superposer au potentiel de l'électrode une modulation de potentiel sinusoïdale de faible amplitude et à suivre la réponse en courant pour différentes fréquences du signal perturbateur. La réponse en courant est également sinusoïdale, superposée à un courant stationnaire mais déphasée d'un angle ϕ par rapport au potentiel. [34].

Inversement, un courant peut être imposé et le potentiel est enregistré (Figure II.16).

Le choix du type de régulation dépend du système électrochimique de l'allure de la courbe courant-tension [34].

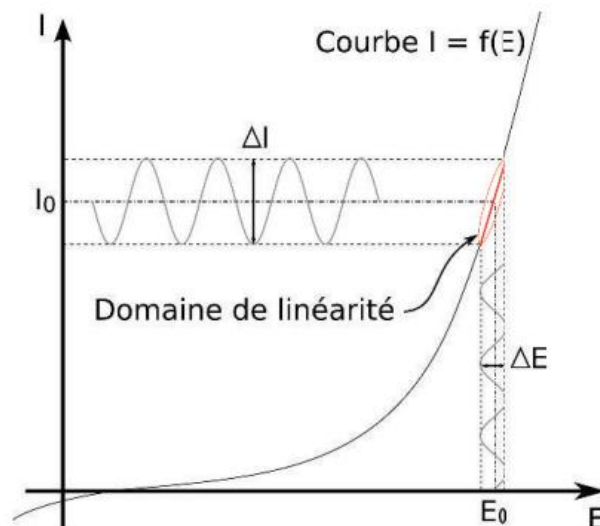


Figure II.16 : Schéma d'un système électrochimique non linéaire soumis à une perturbation sinusoïdale. [33]

En régulation potentiostatique, la perturbation suit l'équation (II.1), avec ω la pulsation liée à la fréquence de modulation f par $\omega = 2\pi f$.

$$E(t) = E_0 + \Delta E(t) \text{ , avec } \Delta E(t) = \Delta E \cdot \sin(\omega t) \text{ Eqt (II.1)}$$

Où ϕ : déphasage entre $I(t)$ et $E(t)$.

Il est à noter que ΔI dépend de ω et que la réponse et la perturbation ont la même pulsation.

Les signaux $E(t)$ et $I(t)$ sont illustrés sur la figure II.17

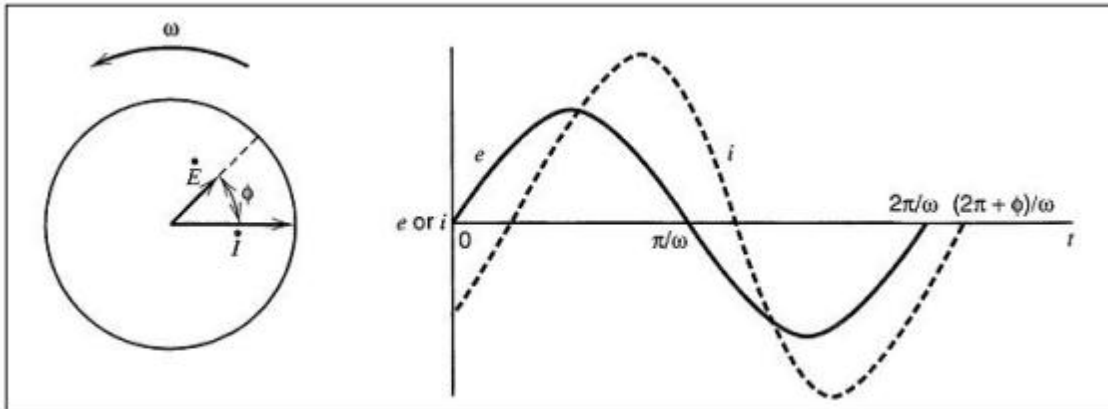


Figure II.17 : Représentation temporelle de la perturbation en potentiel et de la réponse en courant.

Pour une fréquence donnée, l'impédance électrochimique est définie par le rapport :

$$Z(\omega) = \frac{E(t)}{I(t)} \quad \text{Eq. (II.3)}$$

qui après réarrangement mathématique devient :

$$Z(\omega) = \frac{|E(t)|}{|I(t)|} (\cos\phi + j\sin\phi) = |z| \cdot e^{j\phi} \quad \text{Eq. (II.4)}$$

Dans le plan complexe l'impédance représente un vecteur, caractérisé par le module $|z|$ et l'angle de déphasage ϕ . Elle peut aussi s'écrire comme une somme vectorielle d'une partie réelle et d'une partie imaginaire :

$$Z = Z_{re} + jZ_{im} \quad \text{Eq. (II.5)}$$

La représentation graphique d'une impédance $Z = Z_{re} + jZ_{im}$ dans le plan complexe pour différentes fréquences est appelée diagramme de Nyquist. Chaque point de diagramme correspond à une fréquence donnée du signal d'entrée. En, électrochimie, on préfère représenter $(-Z_{im})$ en fonction de (Z_{re}) . La plupart des diagrammes s'inscrivent alors dans le quadrant supérieur droit du système de coordonnées (figure II.18)

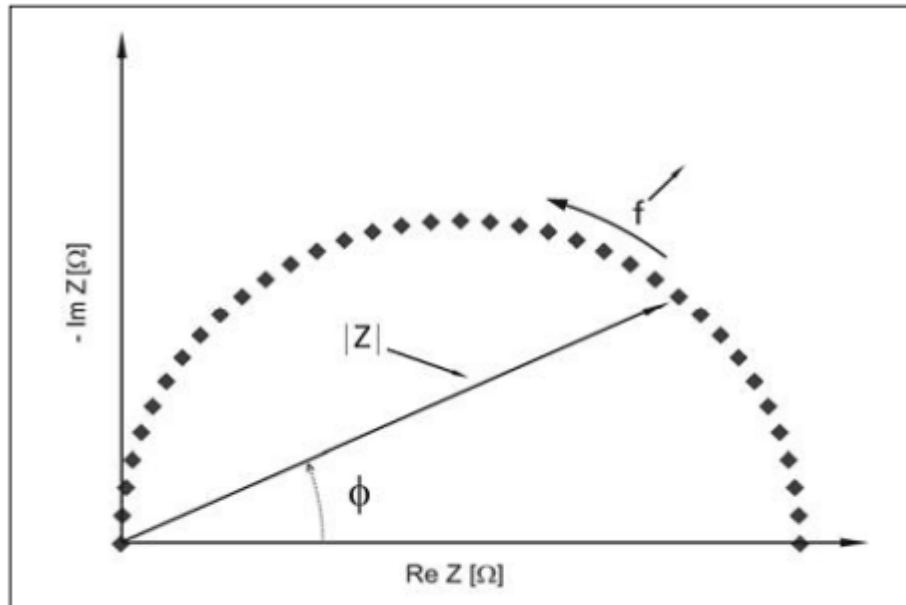


Figure II.18 : Diagramme de Nyquist.

Par contre Le diagramme de Bode, consiste à porter le logarithme du module et le l'angle de déphasage de l'impédance en fonction du logarithme de la fréquence Figure II.19.

L'analyse en fréquence de l'impédance électrochimique permettra de différencier les divers phénomènes élémentaires en fonction de leur fréquence caractéristique (ou constante de temps). Les phénomènes électrochimiques rapides (transfert de charge) sont sollicités dans le domaine de hautes fréquences, tandis que les phénomènes lents (diffusion, adsorption) se manifestent à basses fréquences.

$|Z|$ Étant le module de l'impédance, φ le déphasage, Z_{re} la partie réelle et Z_{im} la partie imaginaire. Pour passer d'une forme à l'autre, il suffit d'utiliser les relations suivantes :

$$|Z|^2 = Z_{re}^2 + Z_{im}^2 \quad \text{et} \quad \varphi = \tan^{-1} \frac{Z_{im}}{Z_{re}} \quad \text{Eq (II.6)}$$

Où $Z_{re} = |Z| \cos\varphi$ et $Z_{im} = |Z| \sin\varphi$.

Z_{re} et Z_{im} ont pour unité l'Ohm(Ω).

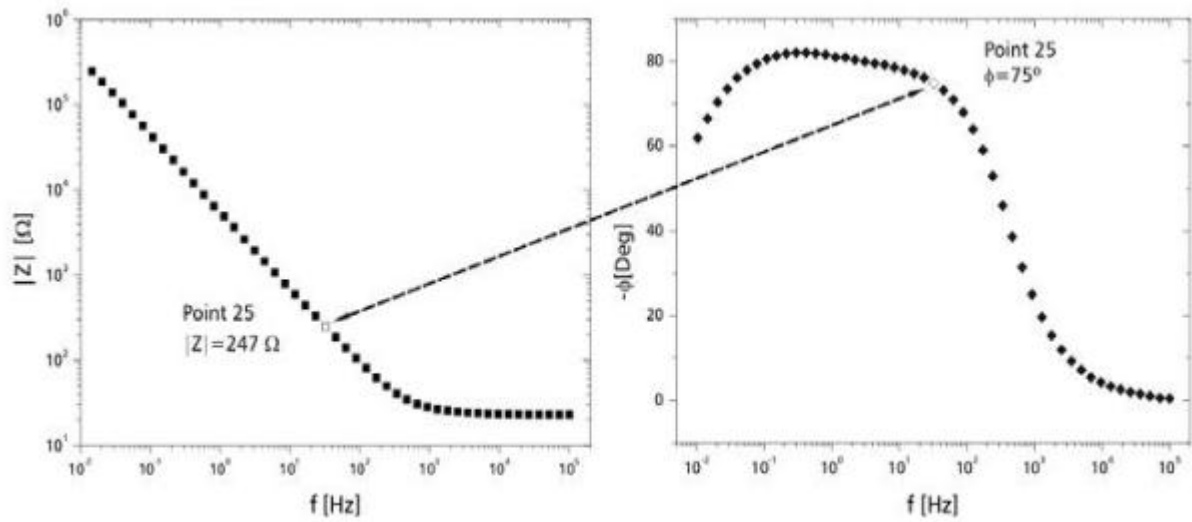


Figure II.19: Diagramme de Bode.

CHAPITRE III :

Comportement en corrosion du revêtement galvanisé

93,5Zn-3,5Al-3Mg

III.1 Microstructure du revêtement Zn-Al-Mg

D'après M.BESKRI [16], La figure III.1 présente une image MEB en coupe du revêtement Zn-Al-Mg. on peut remarquer qu'il y'a :

- des phases primaires riches en zinc.
- ainsi que des phases eutectiques binaire et ternaire.

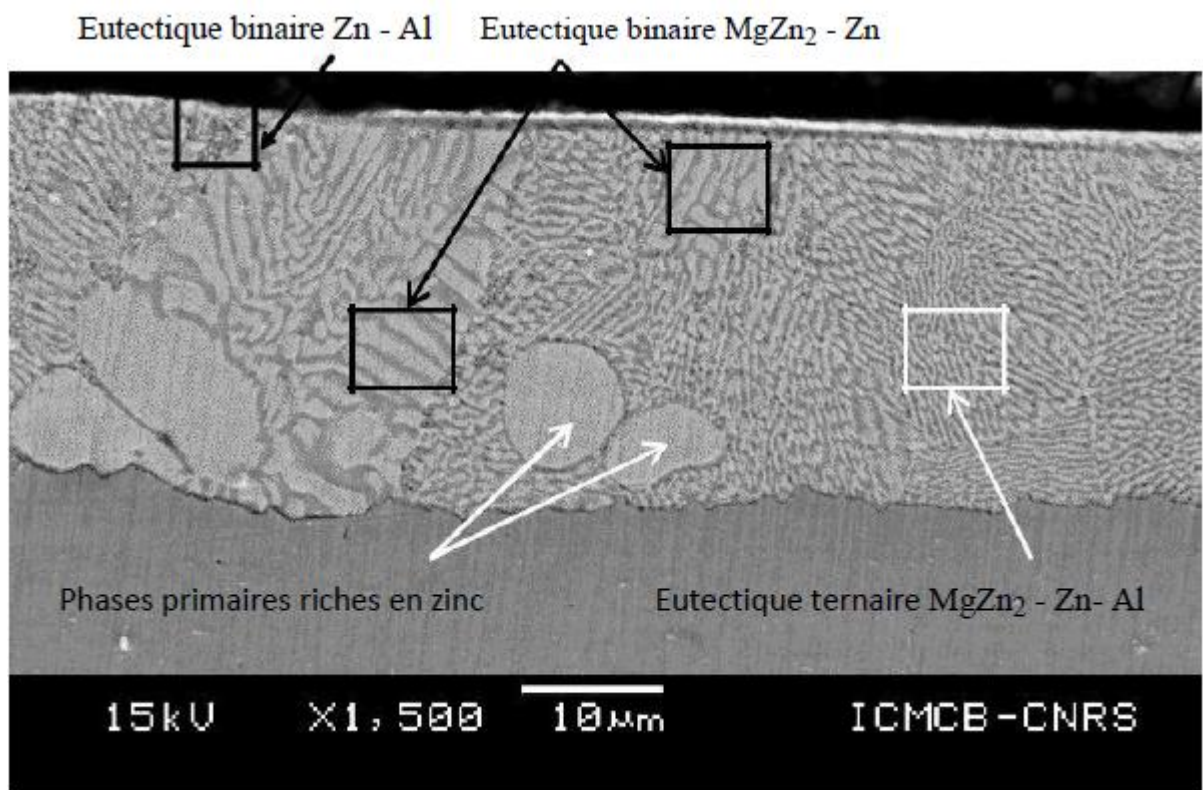


Figure III.1 Image MEB en coupe du revêtement Zn-Al-Mg. [16]

III.2 Effet de la déformation sur l'endommagement du revêtement de Zn-Al-Mg

La figure III.2 présente Des observations en coupe au microscope optique à différents niveaux de déformation permettent de mieux visualiser l'épaisseur de revêtement avant et après le chargement mécanique. Nous constatons que les épaisseurs des revêtements sont dégressive de l'échantillon de base jusqu'au 30% de déformation. De plus, on peut voir que la largeur des fissures et la décohésion du revêtement à l'interface revêtement-substrat augmentent avec la déformation plastique.

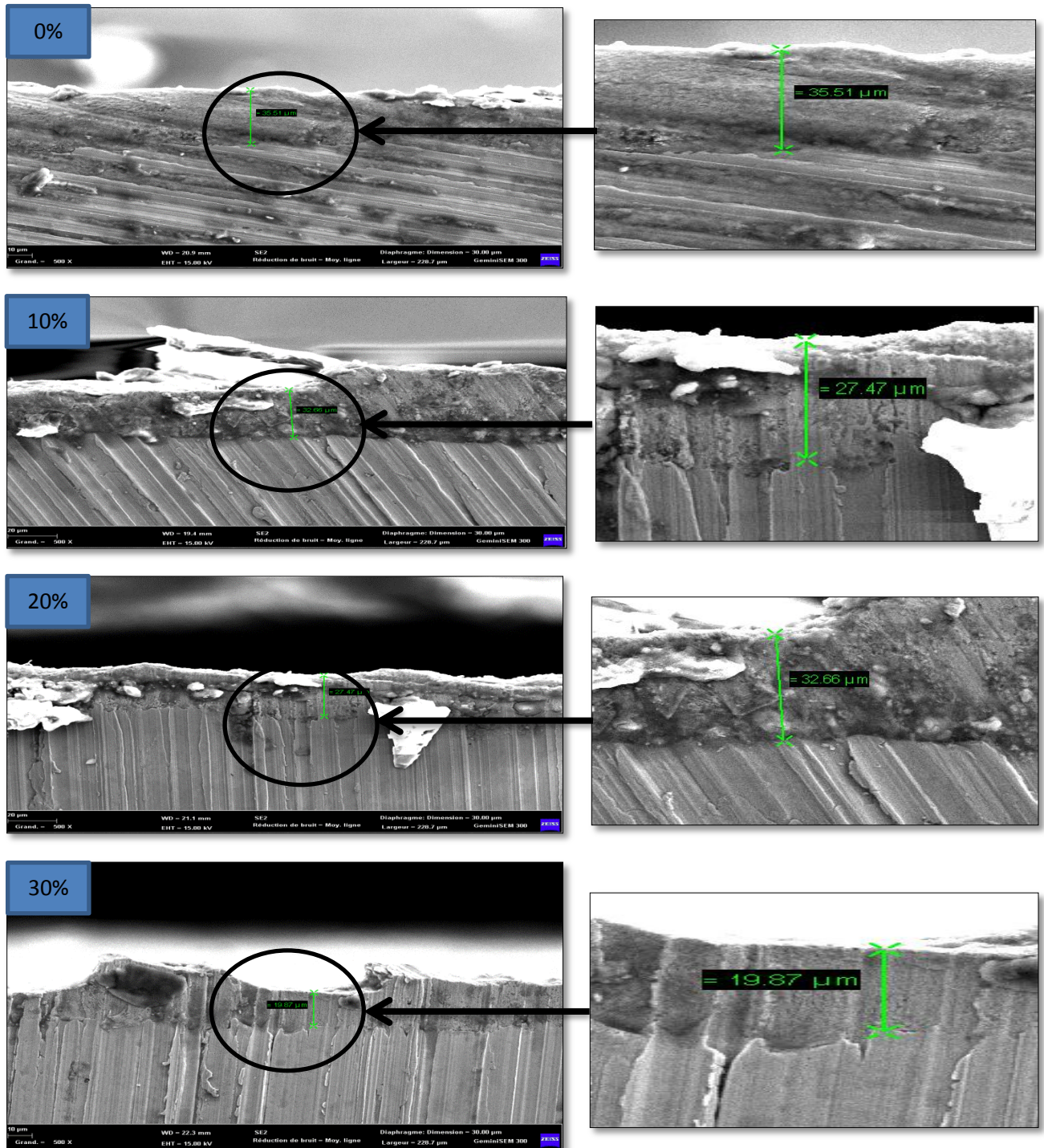


Figure III.2 : Observation au microscope optique des sections du revêtement Zn-Al-Mg pour différents niveaux de déformation plastique 0, 10, 20 et 30%.

III.3 Comportement en corrosion de Zn-Al-Mg sous chargement uniaxial

Dans cette partie, on étudie l'effet de la déformation sur le comportement en corrosion du revêtement galvanisé Zn-Al-Mg.

III.3.1 Evolution de la microstructure après les essais d'immersion

Après l'immersion dans 35g/l de NaCl, les échantillons sont caractérisés par microscopie électronique à balayage (MEB). La figure III.3 montre des micrographies sur les échantillons à différents taux de déformation 0, 10, 20 et 30%. Et après 56 jours d'immersion dans l'NaCl.

On constate la transformation du revêtement de base en produits de corrosion ainsi la présence des zones avec des produits de corrosion compacte. De plus, on remarque la présence des fissures sur la surface des échantillons et cela quelque soit le niveau de déformation plastique imposé. La densité de fissures a augmenté avec la déformation.

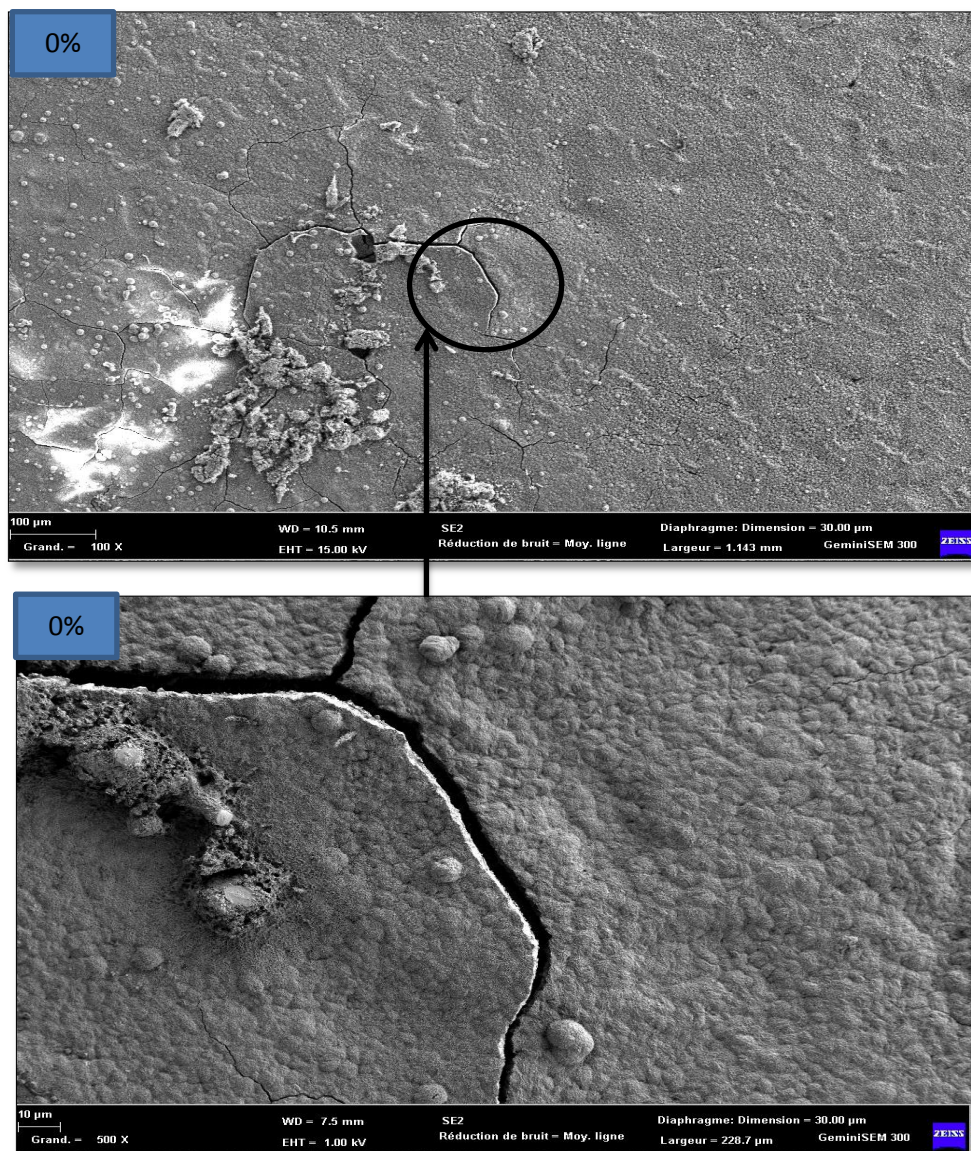


Figure III.3 : Images MEB de la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour 0 % de déformation.

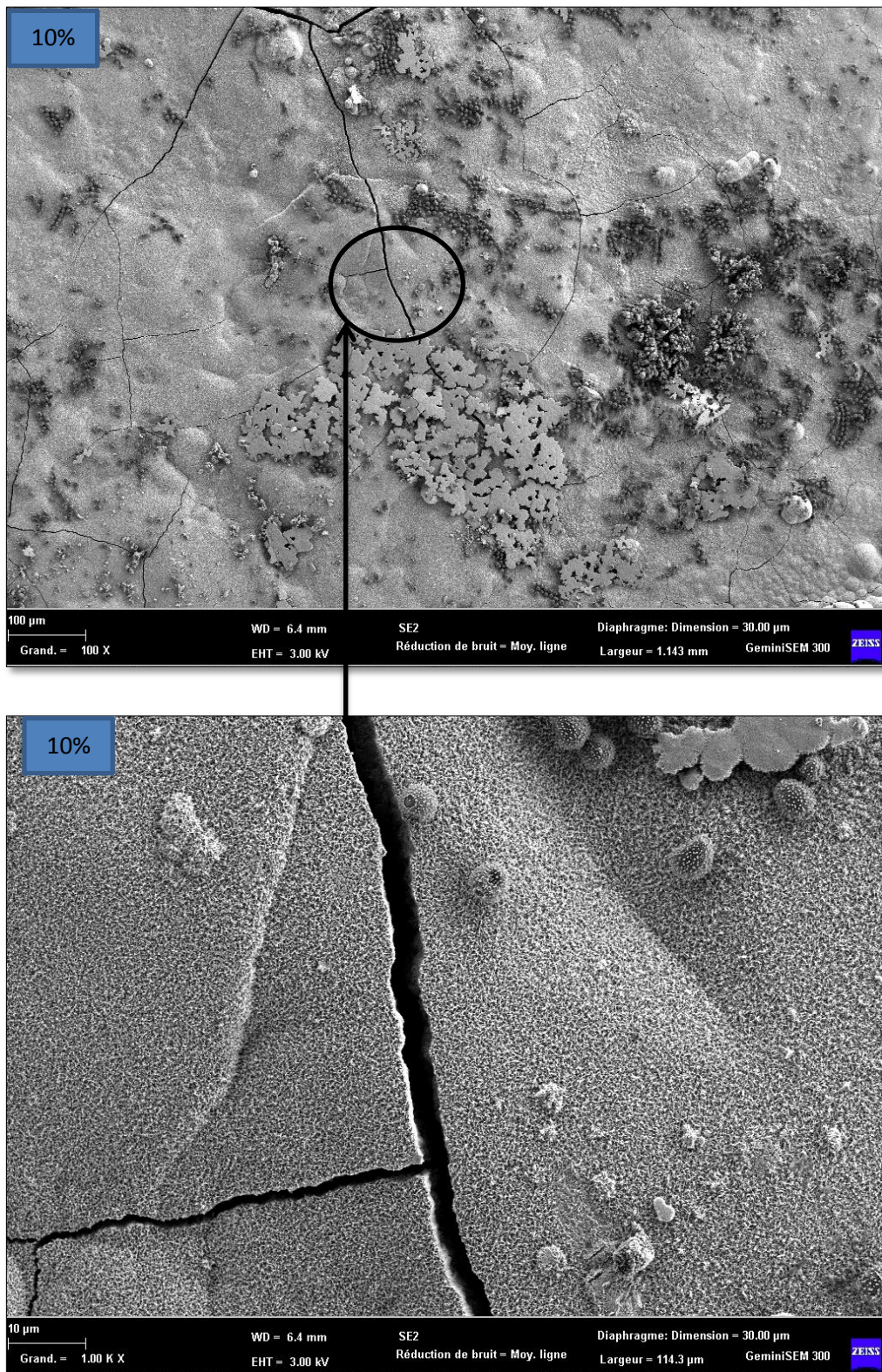


Figure III.4 : Images MEB de la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour 10% de déformation.

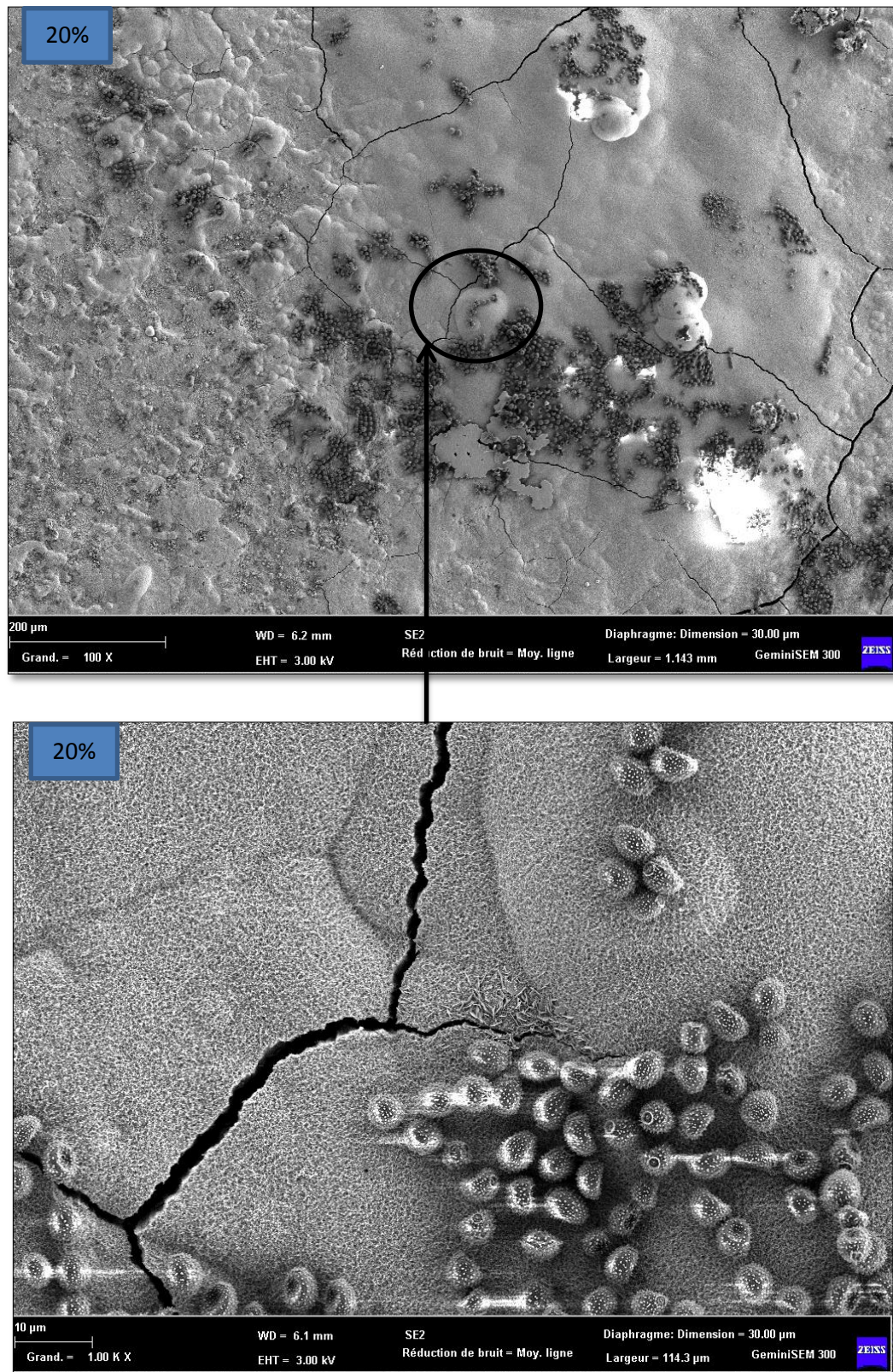


Figure III.5 : Images MEB de la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour 20% de déformation.

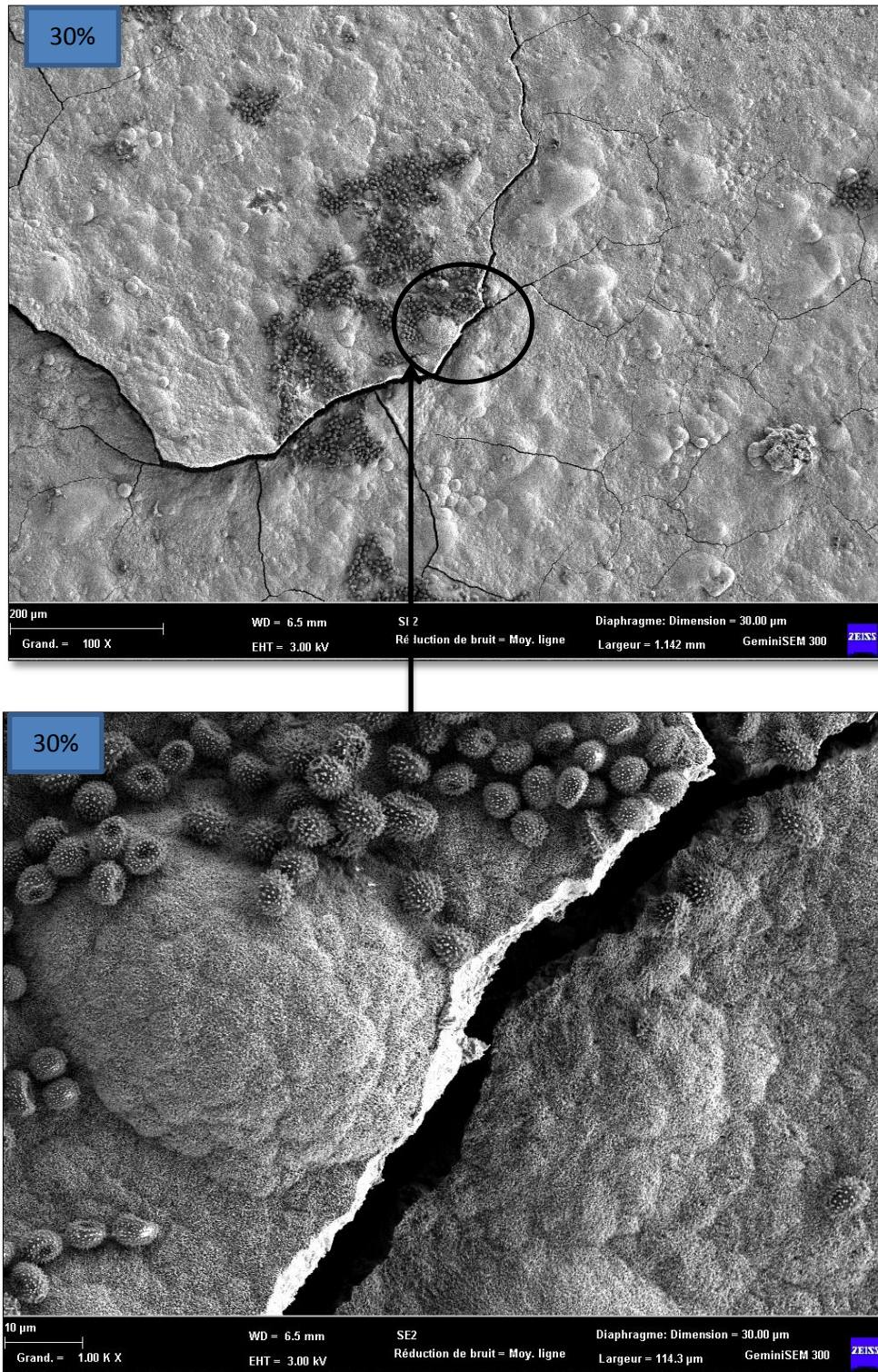


Figure III.6 : Images MEB de la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour différents niveaux de déformation (30%).

Les figure III.7 et 8 présente des observations en coupe en obtenues pour différents niveaux de déformation, après 56 jours d'immersion. Pour le cas de l'échantillon non déformé, on observe des zones comportant encore du revêtement Zn-Al-Mg et d'autres totalement transformées en produits de corrosion. Pour l'échantillon ayant subi 10% de déformation, l'état de en coupe est tout à fait comparable à celui qui a été obtenu sans déformation. Par contre, pour 30% de déformation, la transformation du revêtement est plus intense qu'a 0% et 10% de déformation. Signalons aussi la présence des produits de corrosion à l'interface revêtement substrat. Cela implique que la déformation accélère la transformation du revêtement en produit de corrosion.

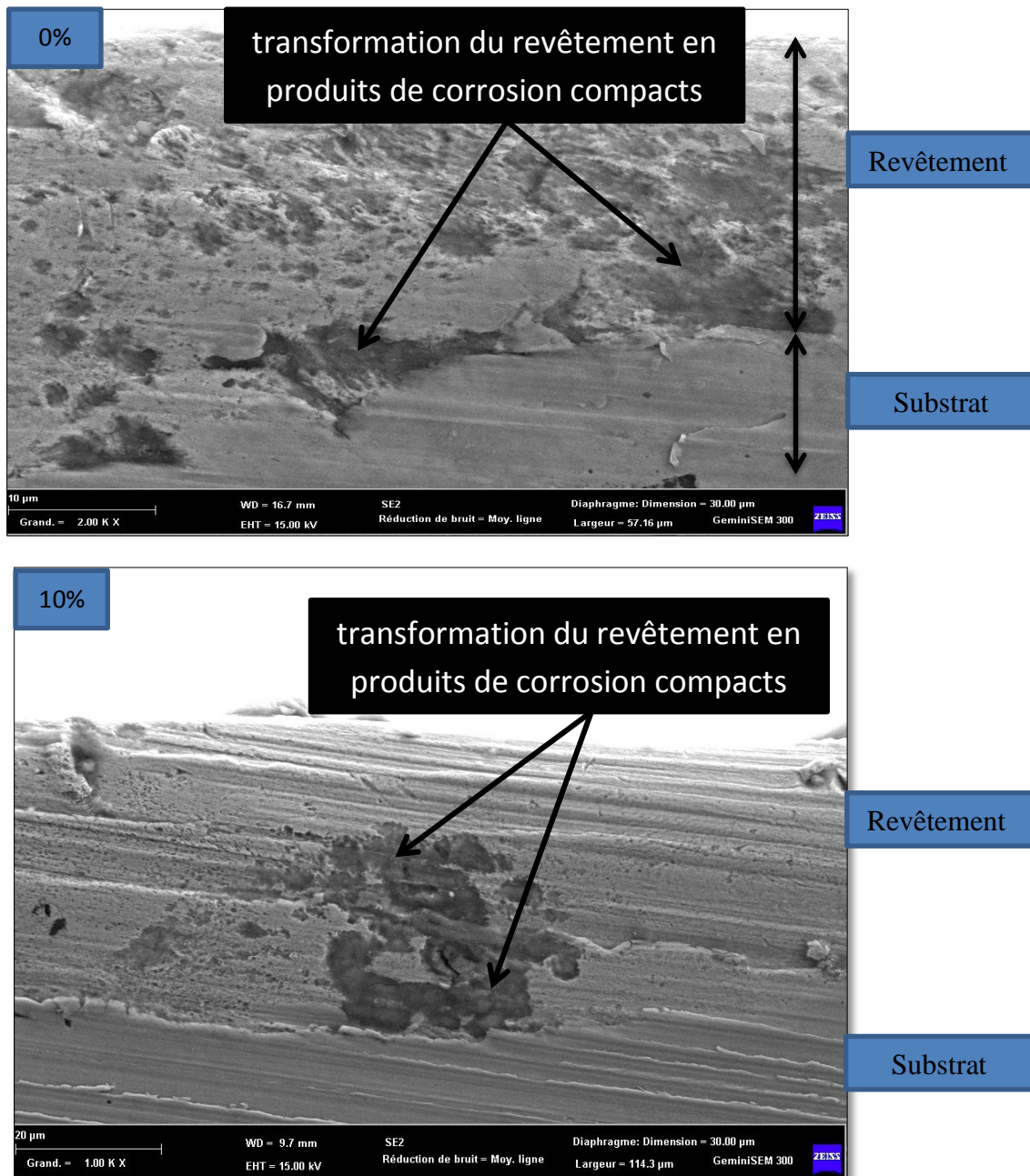


Figure III. 7 : Observation en MEB des coupes après 56 jours d'immersion du revêtement Zn-Al-Mg pour différents niveaux de déformation 0 et 10 %.

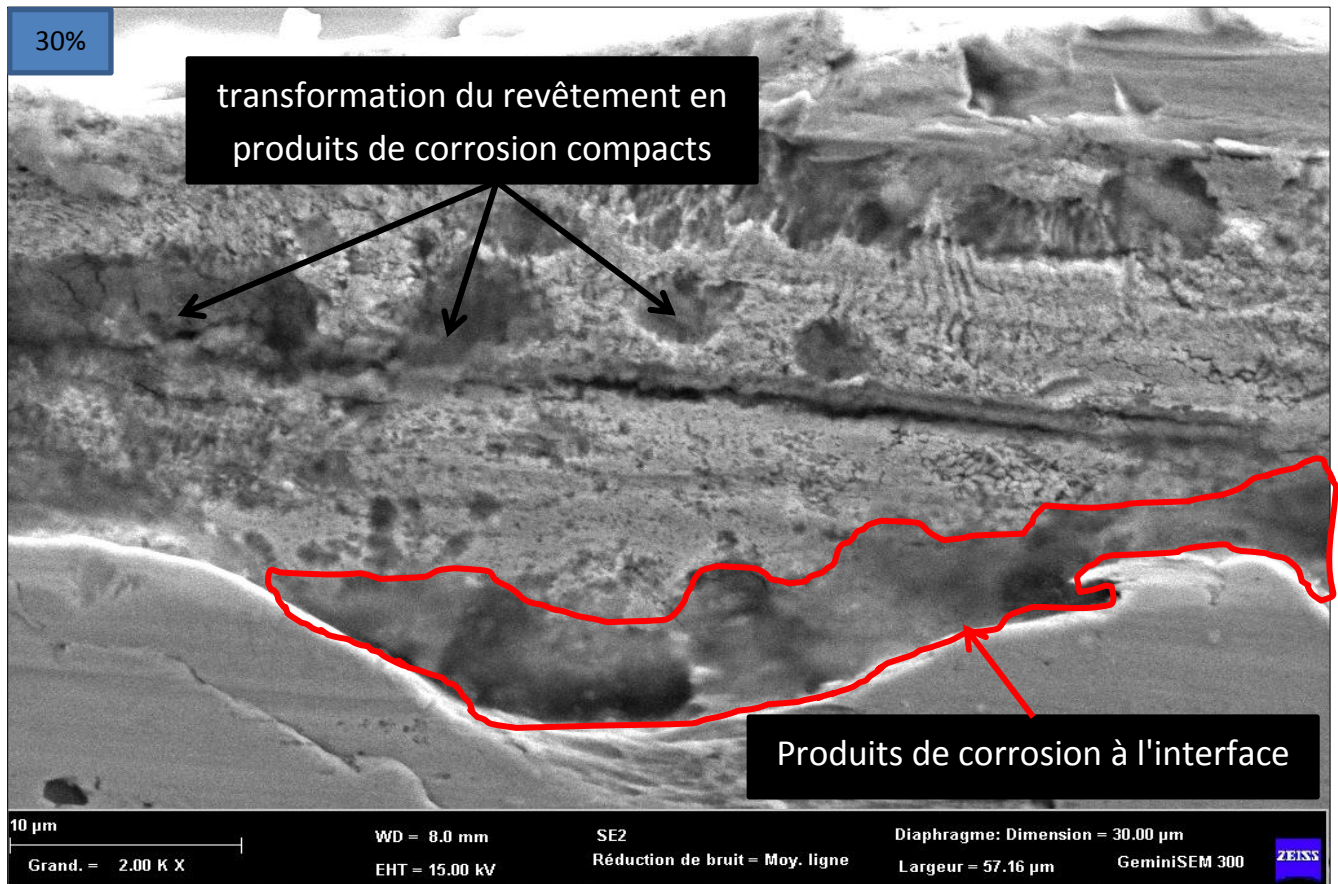


Figure III.8 : Observation en MEB des coupes après 56 jours d'immersion du revêtement Zn-Al-Mg pour 30 % de déformation.

III.4 Synthèse

1. Les figures III.3, 4,5, et 6 montrent la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour les différents niveaux de déformation (0 à 30 %).
 - On constate la présence des produits de corrosion et des fissurations sur la surface de l'échantillon non déformé (0%).
 - Pour 10 % et 20% de déformation, on observe une plus forte densité de produits de corrosion, comparée à celle de l'échantillon non déformé. Aussi la localisation des produits de corrosion autour de fissures.
 - On note aussi pour l'échantillon qui subit 30 % de déformation que la zone de transformation est plus large et la densité de produits de corrosion autour des fissures et plus important qu'à 0% et 10% de déformation.

- On note enfin, que les fissures ne sont ni totalement recouvertes ni complètement colmatées par des produits de corrosion pour tous les niveaux de formation.

2. Les figure III.7 et 8 montre les vues en coup du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour les différents niveaux de déformation (0 à 30 %).

- Pour le l'échantillon non déformée, on remarque une faible dégradation en corrosion dans l'épaisseur du revêtement.
- Pour le cas de l'échantillon déformé à 30%, on observe des zones totalement transformées en produits de corrosion ainsi qu'une dégradation plus importante à l'interface revêtement substrat.

On note enfin, que l'apparition de produits de corrosion est proportionnel aux déférentes niveau de déformation. Cela implique que la déformation accélère la transformation du revêtement en produit de corrosion.

III.5 Analyse élémentaire par EDS

L'analyse élémentaire par EDS des produits de corrosion a été effectuée à l'aide d'un spectromètre couplé au microscope électronique à balayage. Ainsi la figure III.6 montre les spectres EDS obtenus des échantillons 0, 10, 20 et 30%.

La figure III.9. spot 1 montre la présence de zinc comme élément principal et le Cl ceci laisse supposer la formation de produits de corrosion tel

que la simonkolleite $[Zn_5(OH)_8Cl_2 \cdot H_2O]$. La simonkolleite est considérée comme un produit de corrosion plus protecteur que l'oxyde ZnO et les hydroxydes de zinc. La figure 9. Spot 2 montre la présence de Zn, Cl et Al. Ces éléments peuvent caractériser la présence d'une LDH $[Zn_2Al(OH)_6Cl \cdot 4H_2O]$ produit plus protecteur que la simonkolleite.

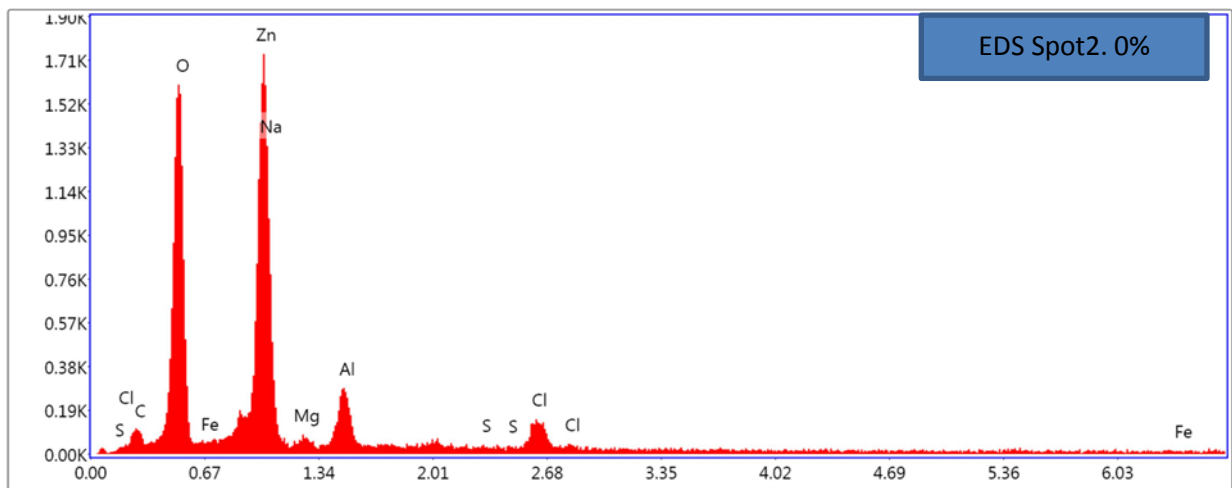
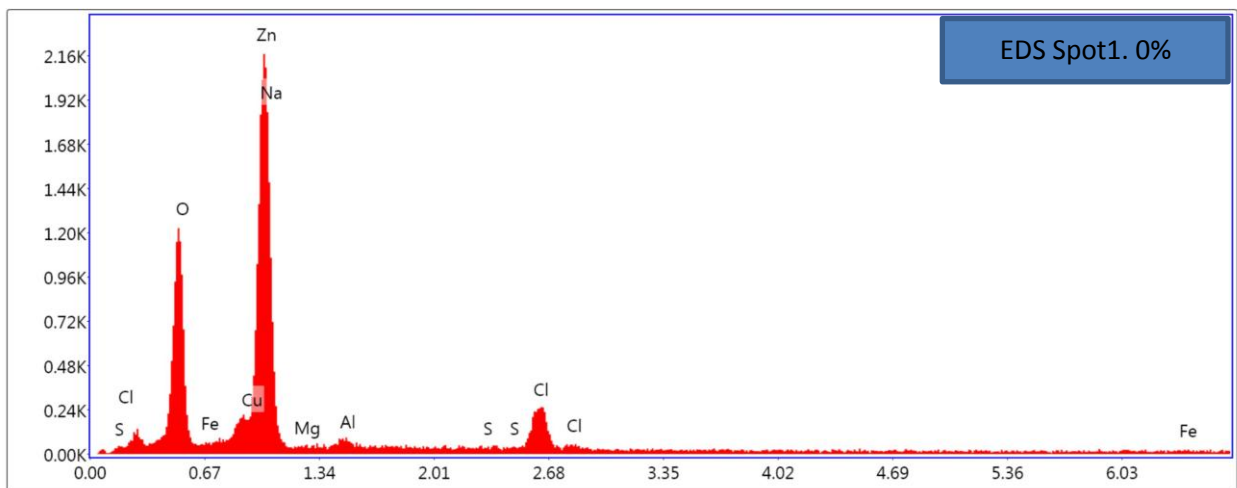
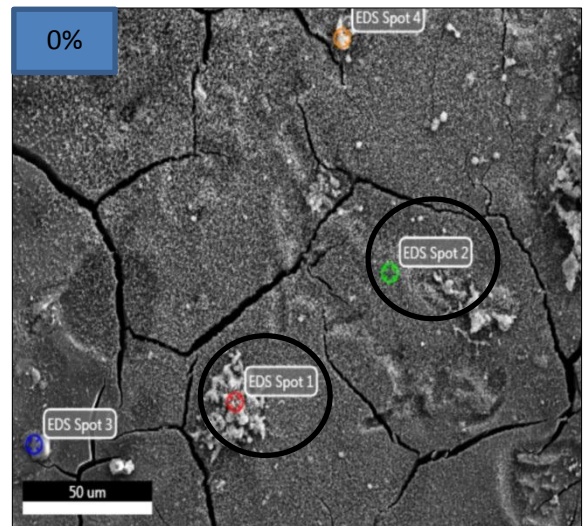


Figure III.9 : Images MEB et analyse EDX de la surface d'un revêtement Zn-Al-Mg pour 0% de déformation.

Les figures III.10, 11 et 12 montrant la présence de Zn, Cl ceci laisse supposer la formation de produits de corrosion tel que la simonkolleite $[Zn_5(OH)_8Cl_2 \cdot H_2O]$ pour 10 et 20 et 30% de déformation.

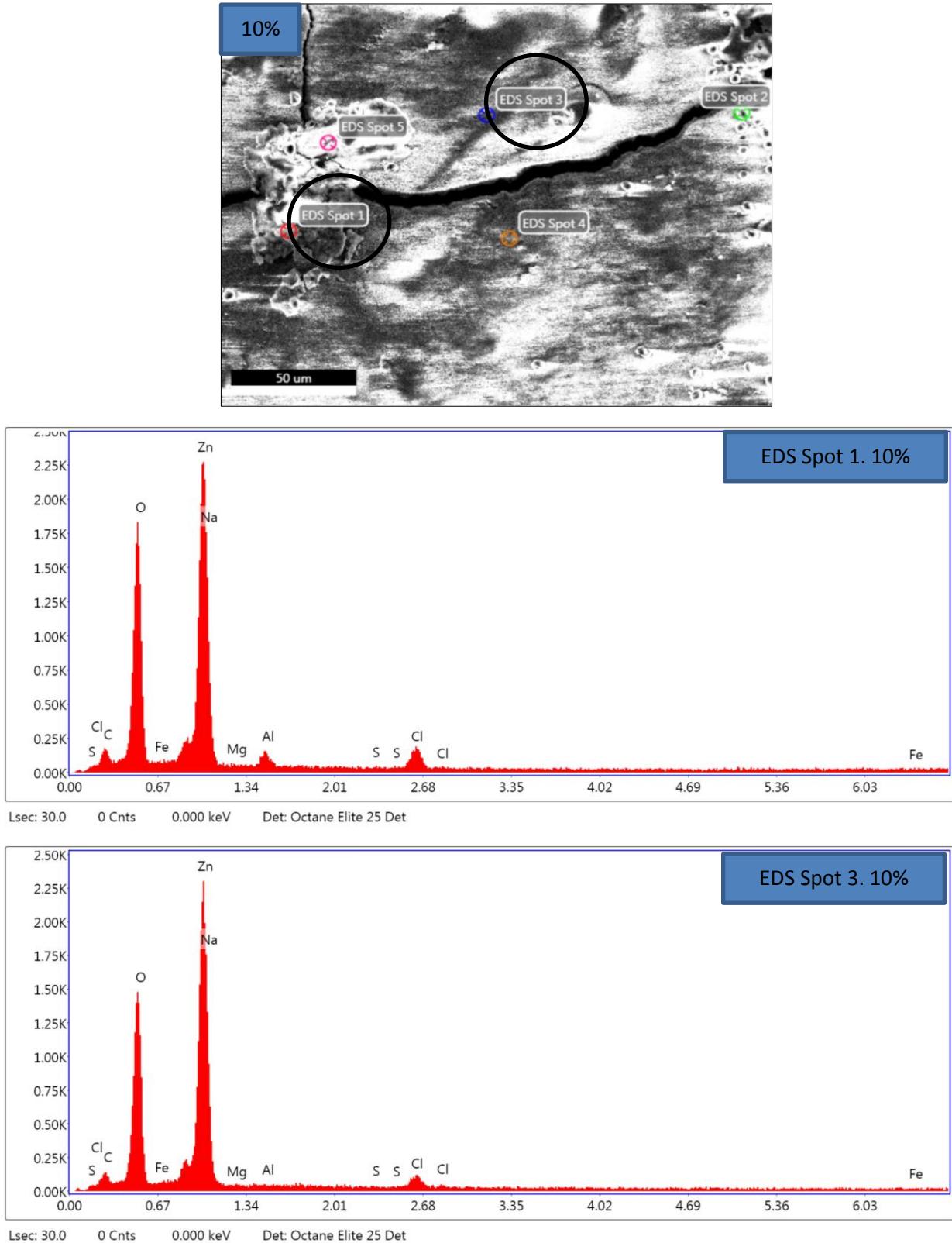


Figure III.10 : Images MEB et analyse EDX de la surface d'un revêtement Zn-Al-Mg pour 10% de déformation.

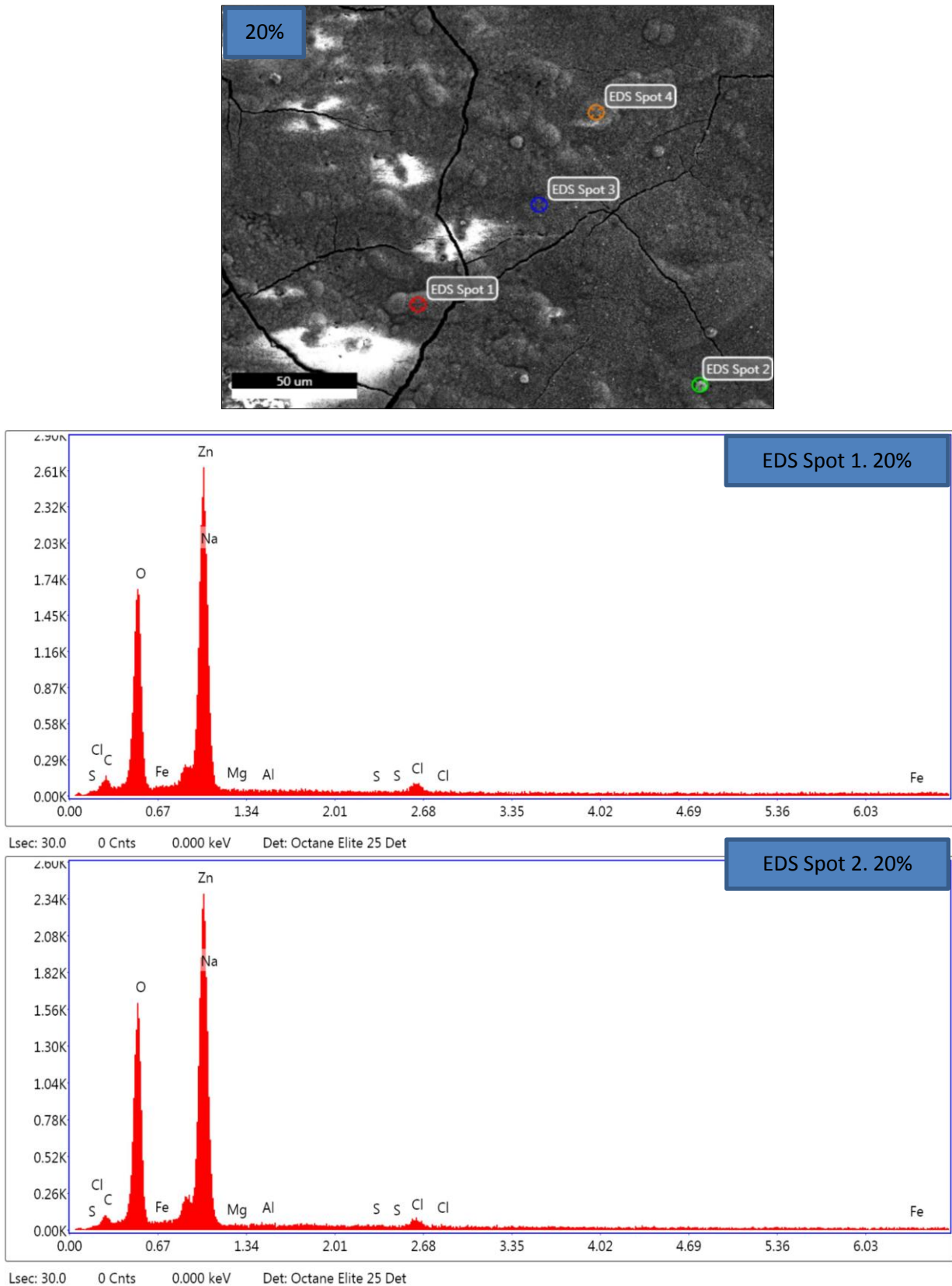


Figure III.11 : Images MEB et analyse EDX de la surface d'un revêtement Zn-Al-Mg pour 20% de déformation.

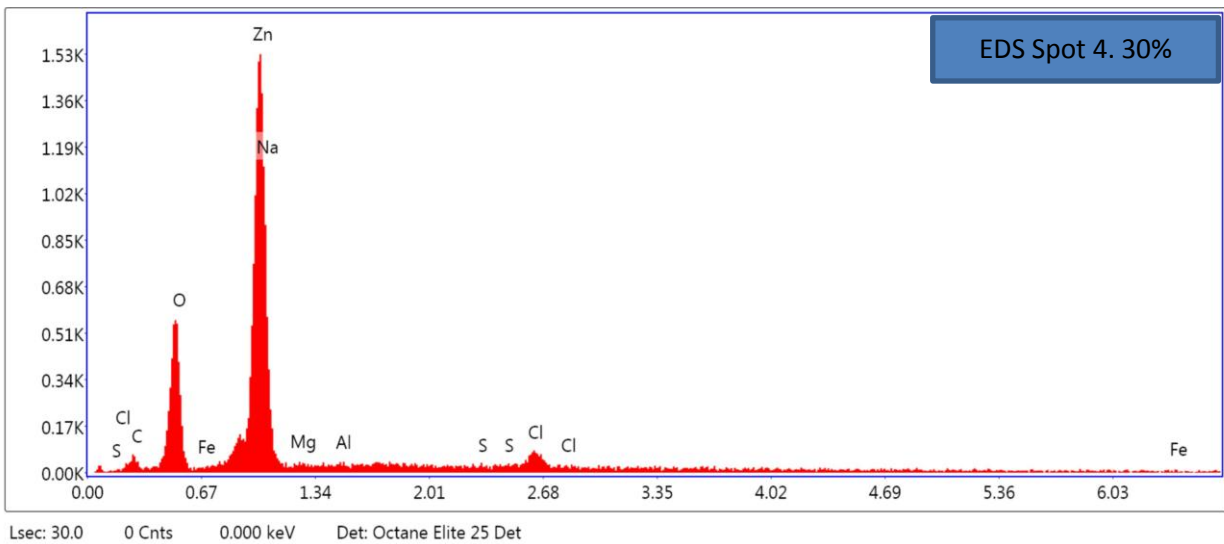
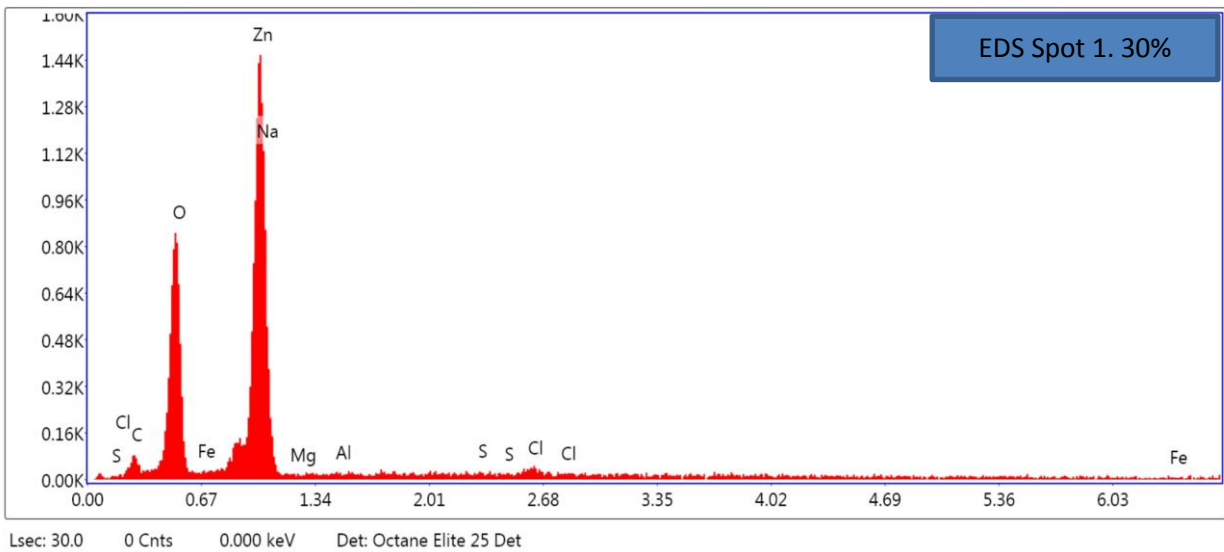
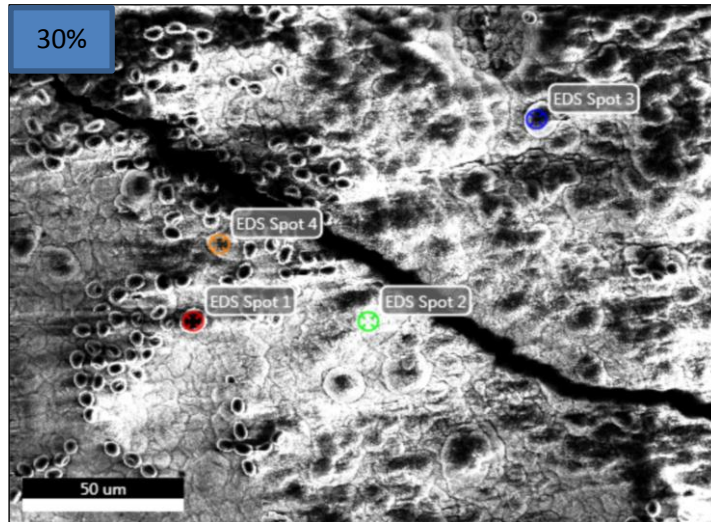


Figure III.12 : Images MEB et analyse EDX de la surface d'un revêtement Zn-Al-Mg pour 30% de déformation.

III.6 Synthèse

Les figure III.9,10,11, et 12 présente des image MEB en contraste chimique et l'analyse EDX des différents zone des échantillon après 56 j d'immersion.

- On peut noter comme précédemment que les surfaces sont recouvertes avec des produits de corrosion.
- Et Comme ce qu'est remarquable la présence de zinc avec un grand pourcentage en mass génère la formation du produits de corrosion tel que l'oxyde (ZnO) ou l'hydroxyde (Zn(OH)₂) du zinc.
- On observe aussi des zones présentant des microfissures qui facilite la pénétration de l'électrolyte et permet la transformation du revêtement en produits de corrosion compacts.
- Les analyses chimiques de cette zone, révèlent la présence de Zn, Al et Cl.
- Par contre, les analyses révèlent la présence de Mg avec un pourcentage très faible dans les zone ce qui signifie qu'il n'est pas dans la composition des produits de corrosion.
- En effet, le magnésium étant plus électronégatif que le zinc et l'aluminium, les phases Zn-Mg et Zn-Al-Mg vont subir une corrosion préférentielle comme il est indiqué [16].

III.7 Mécanismes de corrosion du revêtement du Zn-Al-Mg

La figure III.13 présente l'évolution de module à 10Mhz au cours du temps d'immersion, pour chaque déformation. Nous pouvons noter, que cette résistance diminue fortement durant les premières heures d'immersion puis qu'elle se stabilise. Cette diminution est attribuée à la dissolution active de la couche d'oxydes préexistante (MgO et Al_2O_3) sur la surface de revêtement. Il est important de noter que même en absence de déformation, la valeur de la résistance R_f est faible durant l'immersion. Ce résultat n'est pas conforme avec la bonne tenue de revêtement en corrosion atmosphérique mais nous pouvons l'expliquer par le fait que le revêtement, dans ce cas, est plongé dans un volume important d'électrolyte ce qui s'éloigne des conditions de corrosion atmosphérique où seul un film de liquide est présent sur la surface. En effet, il est bien connu que le magnésium limite voir supprime la transformation de l'hydrozincite et de la simonkolleite en oxyde de zinc moins protecteur dans les conditions de corrosion atmosphérique. Dans un grand volume d'électrolyte, le magnésium sous forme ionique diffuse plus largement dans le milieu conduisant à limiter son rôle protecteur et favorisant ainsi, la formation d'oxyde ou hydroxyde de zinc. Nous pouvons également observer que la valeur des résistances, une fois stabilisée, est beaucoup plus élevée à 0% de déformation qu'à 20 et 30%. Ce résultat montre que le revêtement est beaucoup moins résistant lorsqu'il est fortement déformé à plus de 20%.

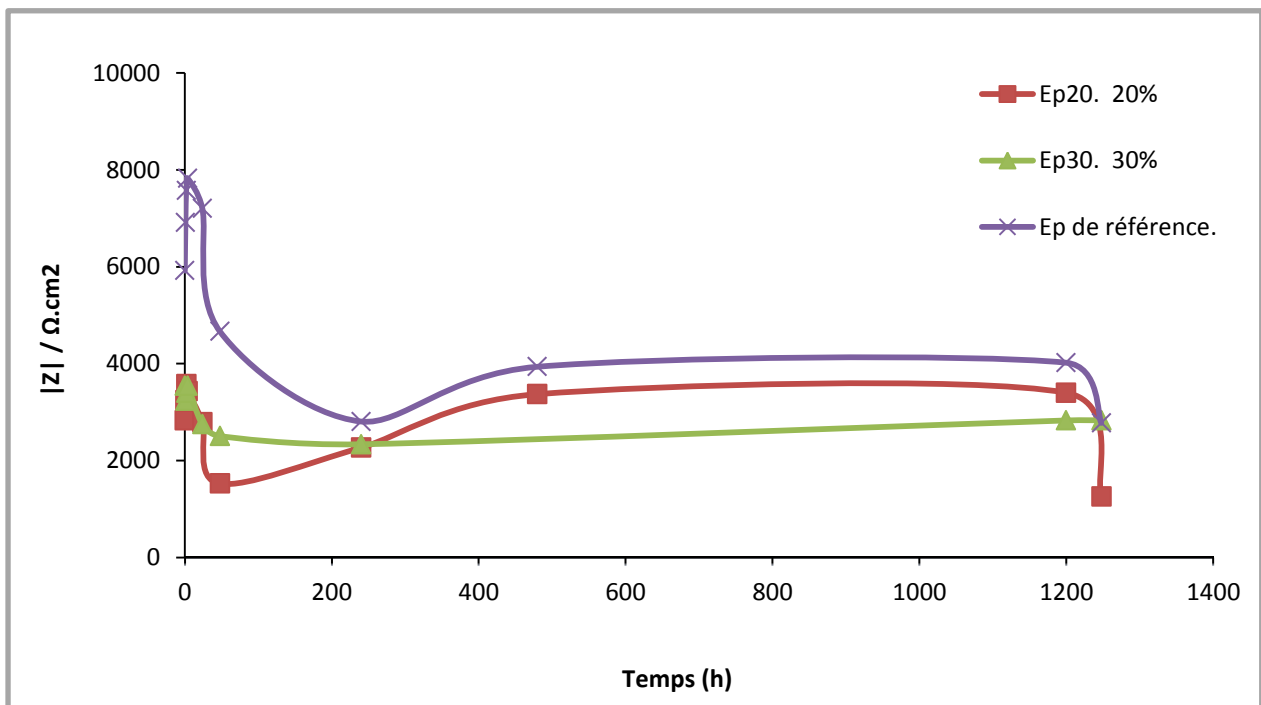


Figure III.13 Diagrammes de Nyquist obtenus au cours de temps d'immersion dans 35g/l NaCl pour le revêtement Zn-al-mg pour une fréquence de 10 mhz

III.8 Evolution du comportement électrochimique après essais d'immersion

III.8.1 Analyses brut des résultats expérimentaux d'essais d'impédance électrochimique.

L'objectif de cette partie est d'analyser l'effet de la déformation sur le comportement en corrosion du revêtement Zn-Al-Mg. Nous présentons une comparaison des diagrammes d'impédance (EIS) pour chaque déformation ainsi que les simulations de ces essais.

La figure III.14 représente des diagrammes de Nyquist au cours du temps d'immersion pour différents niveaux de déformation. On note que l'amplitude de l'impédance globale diminue très fortement avec l'augmentation de la déformation. Cette diminution est beaucoup plus importante que celle qui a été observée sur le zinc.

Les diagrammes présentent la même allure que ceux qui ont été observés sur le zinc. Nous pouvons distinguer au moins deux constantes de temps, une en HF et l'autre en BF conduisant à des allures de boucles capacitives. La forte diminution de l'amplitude de l'impédance avec la déformation traduit l'augmentation de l'activité électrochimique due à la présence croissante des fissures traversantes dans le revêtement. La représentation en Bode des diagrammes d'impédances (figure III.15) confirme la présence d'au moins deux constantes du temps. Nous pouvons observer un déplacement vers les basses fréquences de l'impédance BF au cours du temps d'immersion. Ce résultat a également été montré dans le cas du revêtement Zn. Les deux étapes réactionnelles mettent en évidence le processus de transfert de charge en HF accompagné d'un processus de diffusion en BF lié à la formation d'une couche d'oxyde.

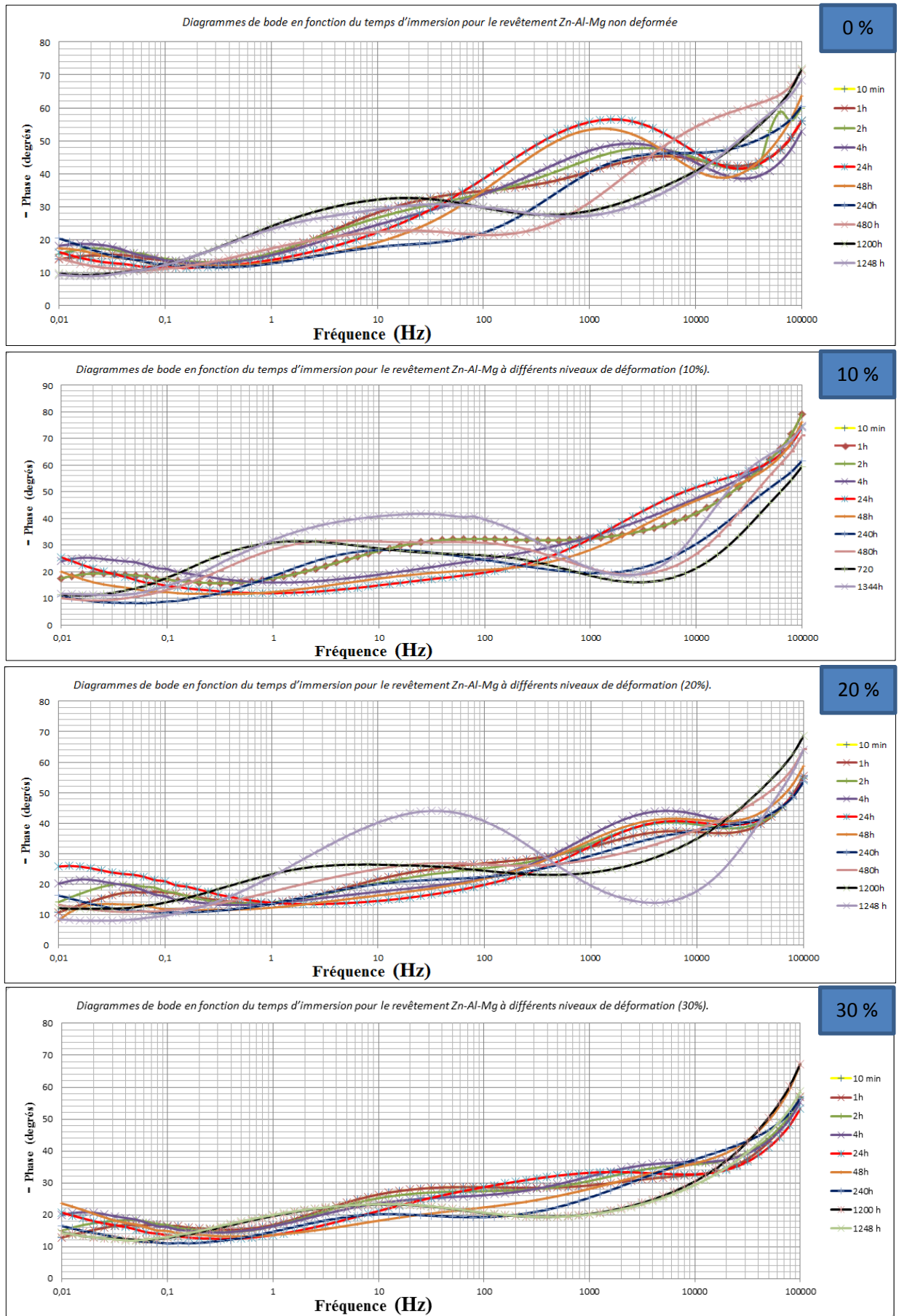


Figure III.14 : Diagrammes de Bode phase-frequence en fonction du temps d'immersion pour le revêtement Zn-Al-Mg à différents niveaux de déformation (0, 10, 20 et 30%).

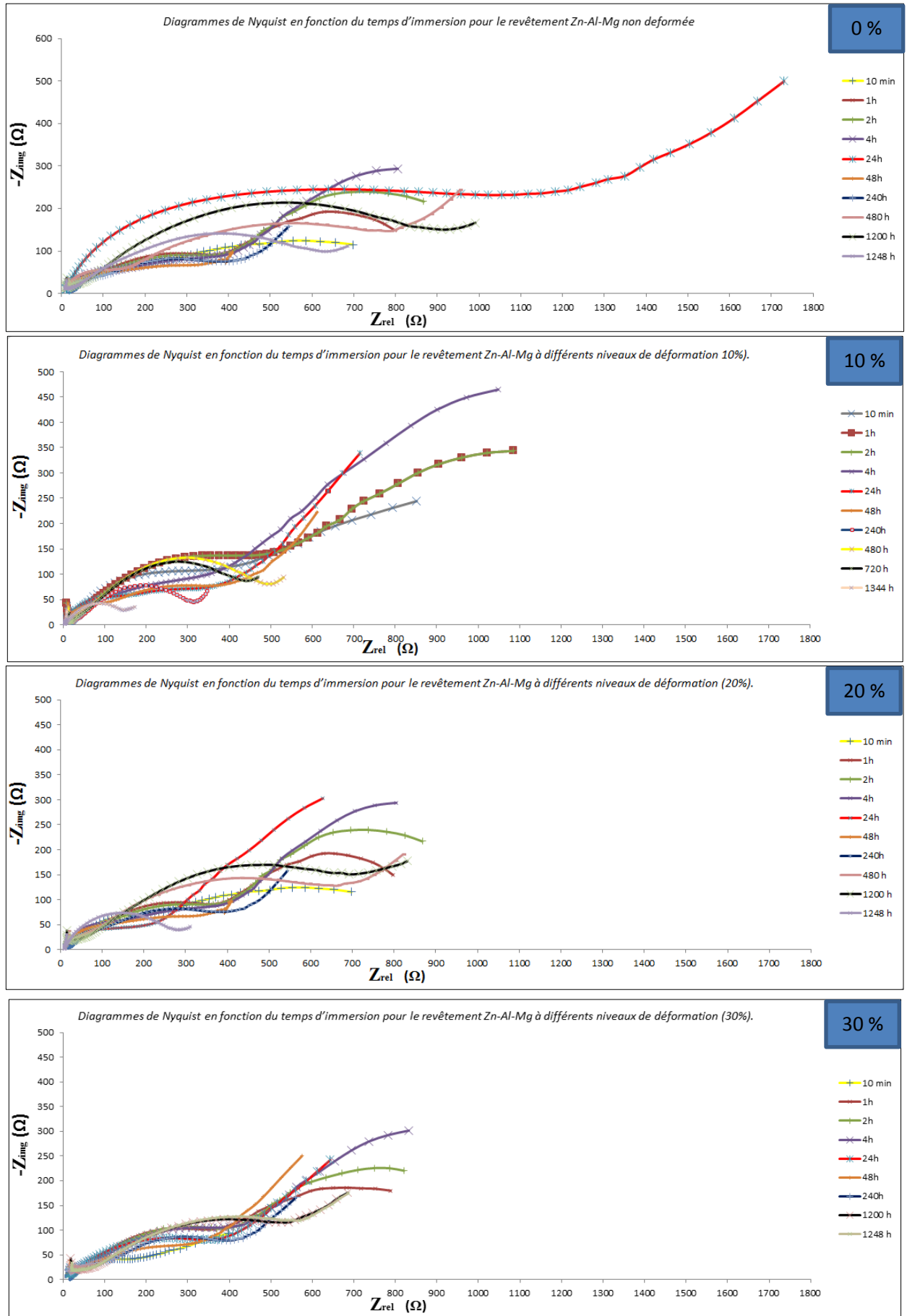


Figure III.15 : Diagrammes de Nyquist en fonction du temps d'immersion pour le revêtement Zn-Al-Mg à différents niveaux de déformation (0, 10, 20 et 30%).

III.9 Synthèse

Le but de ces diagrammes est d'analyser l'effet de la déformation sur le comportement en corrosion du revêtement Zn-Al-Mg. Nous présentons une comparaison des diagrammes d'impédance (EIS) (Bode et Nyquist) pour chaque déformation.

La figure III.14 représente des diagrammes de Bode, Phase-Fréquence en fonction du temps d'immersion pour le revêtement Zn-Al-Mg à différents niveaux de déformation (0, 10, 20 et 30%).

- A partir de cette figure III.14 nous pouvons observer un déplacement vers les basses fréquences de l'impédance BF au cours du temps d'immersion.
- Ce résultat a également été montré dans le cas du revêtement Zn. Les deux étapes réactionnelles mettent en évidence le processus de transfert de charge en HF accompagné d'un processus de diffusion en BF lié à la formation d'une couche d'oxyde [16].

La figure III.15 représente des diagrammes de Nyquist au cours du temps d'immersion pour différents niveaux de déformation.

- On peut remarquer que l'amplitude de l'impédance a été diminuée par une grande marge avec l'augmentation de la déformation. Cette diminution est beaucoup plus importante comparant avec l'échantillon de 0%.
- Nous pouvons constater que la forte diminution de l'amplitude de l'impédance avec la déformation traduit l'augmentation de l'activité électrochimique due à la présence croissante des fissures traversantes dans le revêtement.

Conclusion générale

Les procédés de revêtement par galvanisation font maintenant partie des techniques de traitements de surface préconisées par les bureaux d'études. Deux grands domaines d'application de ces procédés qui sont la protection contre l'usure et la corrosion.

Pour ce dernier, le volume d'application le plus important concerne la protection contre la corrosion, qui est un phénomène naturel déclenché généralement par une attaque, indésirable ou électrochimique sur les aciers. Ces processus de corrosion commencent leur action quand un matériau et un agent agressif réagissent l'un sur l'autre.

Il peut être fortement limité en protégeant la surface de la pièce avec un revêtement dur avec une forte adhérence au substrat et une bonne cohésion. Pour le dépôt est réalisé par galvanisation présentent une microstructure lamellaire. L'objectif de ce travail était d'étudier l'influence de L'essai de la déformation sur le comportement en corrosion de l'acier galvanisée DX54D.

Le revêtement Zn-Al-Mg permet de décupler la résistance du revêtement face à la corrosion. Ce revêtement est une alternative voire un véritable produit de substitution à la galvanisation conventionnelle Zn. Le test d'immersion dans la solution NaCl montre des résultats étonnants. En effet ce dernier met en évidence, le niveau de déformation établie, une résistance du Zn-Al-Mg de 3 à 4 fois supérieure à un revêtement en zinc.

Le travail a été mené en trois phases. La première avait pour objectif une meilleure compréhension de paramètres de galvanisation (temps d'immersion, et composition chimique du bain de galvanisation) aussi les différents types d'acier et les caractérisations mécaniques de ce dernier. La deuxième phase est consacré à la partie expérimentale de notre travail, les étapes de la réalisation de ce travail sont bien détaillé tel, que le découpage des éprouvettes et la préparation de leurs surface. Les différents moyens et techniques expérimentaux utilisés dans cette étude sont décrits.

La troisième phase est de déterminer l'effet de déformation sur le comportement en corrosion. Nous constatons que pour des niveaux de déformations élevées ($> 20\%$), le revêtement est complètement transformé. Cela implique que la déformation accélère la transformation du revêtement en produit de corrosion et que les fissures ne sont ni totalement recouvertes ni complètement colmatées par des produits de corrosion et l'apparition de traces de corrosion est proportionnel au déférentes niveau de déformation des pièces.

Références bibliographiques

- [1] G.Beranger, G.Henry, G.Sanz. « Livre de l'acier », Ed.SOLLAC ,1996.
- [2] Touaibi Djallel Eddine, « Etude de réalisation d'un assemblage hétérogène (A333.Grade 6/A790.532 550) par un métal d'apport (ER 2209) », projet de fin d'études, école nationale supérieure polytechnique, Alger (2009).
- [3] Edelstahl-vereinigung e.v, Verein Deutxher Eisenhuttenlente (vdeh), Technique et documentation-Lavoisier, 1990.
- [4] S. UEDA. O. TAGUCHI. Y. IJIMA. G. TAKAHASHI. K. YAMAGUCHI, «Growth kinetics of intermediate phase layers in an early stage of hot dip galvanizing at 450°C», J Mater Sci 43:5666–5668, 2008.
- [5] B. LEFEVRE, thèse de doctorat, «Corrosion des aciers revêtus de zinc dans les zones Confinées des carrossiers», Métallurgie et Matériaux, Laboratoire de Physico-Chimie des Surface, ENSCP. Paris VI, 2004.
- [6] SAGHI LYNDIA, Mémoire de magister étude des paramètres de revêtement des aciers à chaud par le zinc
- [7] C. CHAUSSIN, G. HILLY «Elaboration des métaux», tome II, DUNOD,1984.
- [8] Souske . R .La galvanisation à chaud. Dunod Paris 1963.
- [9] Daniele. Q.Galvanisation à chaud.Technique de l'ingénieur, vol M1534. 2005.
- [10] Galvanisation à chaud de structures d'acier : processus, types de revêtements et normes à respecter ,Par Louis Lessard ,Décembre 2012
- [11] Marder (2000) A.R. Marder, The metallurgy of zinc coated steel, Progress in Materials Sciences, 45 (2000), pp. 191-271
- [12] Culcasi et at. (1999) J.D. Culcasi, P.R. Sere', C.I. Elsner, A.R. Di Sarli, Control of the growth of zinc-iron phases in the, hot-dip galvanizing process, Surface and coatings technology, Vol. 84 (1999), No. 8, pp.21-23
- [13]Mackoviack and J. Mackowiak and N.R. Short, Metallurgy of galvanized coatings, Int. Metals
- [14] Gervais, Barnhurst E. Gervais, R.J. Barnhurst and C.A. Loong, An analysis of selected propertie.
- [15] 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 et Chimie Analytique de Paris, Thèse 2014.
- [16] Mohamed Biskri. Tenue à la corrosion de structures assemblées par déformation à froid. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Bordeaux, 2017. Français.

- [17] M. Dutta, A. K. Halder, S. B. Singh, «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.
- [18] BY JOHN W. KRZYWICKI, «Zinc Coatings: Steel's Corrosion Inhibitor» Multifaceted finish serves dual purpose in shielding steel substrates from atmospheric exposure while offering cathodic protection, October 2006.
- [19] J. FOCT, A. IOST, G.REUMONT, «Mechanical behaviour of zinc coating», The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel, edited by A.R. Marder, 21-30, 1993.
- [20] S. PAN, F. YIN, M. ZHAO, YA LIU, Xuping Su* «The zinc-rich corner of the 450°C isothermal section of the Zn–Al–Fe–Si quaternary system», Journal of Alloys and Compounds 470 600–605, 2009.
- [21] A.R. MARDER, «The metallurgy of zinc-coated steel», Progress in Materials Science 191-271, 2000.
- [22] P.J. GELLINGS, E.W. DE BREE, G. GIEMAN, « Synthesis and characterization of Homogeneous intermetallic Fe-Zn compounds», Z.Metallkde, 70,312, 1979.
- [23] H. Hamadache ; Concepts Fondamentaux de la Mécanique Des Matériaux, éditions dde l'université de Badji Mokhtar, 2007.
- [24] J.P. Bailon, JU-M-Dorlot, Des Matériaux, presses internationales polytechniques ,2007.
- [25] Dominique FRANÇOIS, Essais de rupture, technique de l'ingénieur, 2012.
- [26]Gunt hamburg essai des materieaux .
- [27] Von Mises (192S) Von Mises, Mechanik der plastischen Formiinderung von Kristallen, Z. Angew. Math. Mech. (D),8, p.161-85 (1928)]
- [28]Partridge (1967) Partridge P.G., The cristallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals, Metallurgical Reviews, Review 118, pp. 169-194 (1967)
- [29] Mahajan et al. (1973) S. Mahajan and D.F. Williams, Deformation twinning in metals and alloys, Intern. Metallurgical Rev., 18, N173, p.43 1973)
- [30]. Racek (1995) R. Racek, Mise en forme du zinc et de ses alliages, Techniques de l'ingénieur, M670 (1995)

- [32] H. Zunko, A. Hackl, H. Antrekowitsch, R. Ebner, R. Brisberger, F. Priewasser, C.K. Riener, «Analyse des Umformverhaltens von Zn-Al-Mg-Beschichtungen,» Springer-Verlag, vol. 154, pp. 334-341, 2009.
- [31] 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, p. 9, 2011.
- [32] Site internet SAAB Metal coated formable steels, EN10346:2015
- [33] J. B. Jorcin « Spectroscopie d'impédance électrochimique locale : caractérisation de la délamination des peintures et de la corrosion des alliages : Al-Cu », Thèse de doctorat, institut National Polytechnique de Toulouse, France (2007).
- [34] I. Epelboin, C. Gabrielli, M. Keddam, H. Takenouti, « Electrochemical Corrosion Testing » ,ASTM STP 727, (1981).

LISTE DES FIGURES

- Figure I.1 Variation de la structure cristalline du fer en fonction de la température.
- Figure I.2 Diagramme fer-carbone.
- Figure I.3 : Microstructure d'un acier hypoeutectoïde.
- Figure I.4 : Microstructure d'un acier eutectoïde (perlitique).
- Figure I.5 : Microstructure d'un acier hypereutectoïdes.
- Figure I.6 : Processus de galvanisation à chaud.
- Figure I.7 : Photomicrographie d'un revêtement galvanisé.
- Figure I.8 Le diagramme de phase Fe-Zn.
- Figure I.9 Diagramme de phase Zinc Aluminium.
- Figure I.10 : Image MEB en Coupe des revêtements Zn-Al- Mg
- Figure I.11: Représentation schématique du mécanisme de corrosion uniforme.
- Figure I.12 : Cas de corrosion galvanique d'un revêtement de zinc sur acier.
- Figure I.13:a) Piqûres de corrosion sur un couteau en acier inoxydable (12% Cr).
b) Coupe métallographique de piqûres (plan de coupe perpendiculaire à la lame).
- Figure I.14 : Représentation schématique du mécanisme de progression d'une piqûre dans un acier inoxydable. Le fond de la piqûre constitue la zone anodique ; la réaction cathodique se produit à la surface passivée, autour de la piqûre.
- Figure I.15 : Représentation schématique de particules des carbures de chrome qui ont précipité le long de joints de grains d'un acier inoxydable.
- Figure I.16 : Corrosion sous contrainte dans le chlorure de magnésium d'un acier inoxydable.
- Figure I.17 : Cellule électrochimique.
- Figure I.18 : Le diagramme contrainte-déformation.
- Figure I.19 : Les courbes caractéristiques de déformation et de contrainte.
- Figure I.21 : la limite d'élasticité à 0,2 % ($R_{e0,2}$) d'un alliage d'aluminium.
- Figure I.22 : Courbe de traction d'un acier doux (Fe-C 0,15 %) présentant une discontinuité à la limite d'élasticité.
- Figure I.23 : Les systèmes de glissement dans les hexagonaux compacts
- Figure I. 42 : Illustration de l'évolution de la fissuration du revêtement Zn-Al-Mg
- Figure II.1 : Cisaille à levier manuelle (Longueur de coupe 180 mm).
- Figure II.2 : La forme de l'éprouvette de fatigue.
- Figure II.4 : Dimensions des éprouvettes de traction pour les échantillons.
avec les revêtements Zn- Al-Mg.
- Figure II.5 : Montage expérimental de l'essai de traction sur la machine MTS.45.
- Figure II.6 : montre un exemple de courbe de traction (contrainte/allongement).
- Figure II.7 : Courbes contrainte déformation des éprouvettes de revêtement Zn-Al-Mg.
- Figure II.8 : Exemple de zone de prélèvement pour polissage.
- Figure II.9 : STRUERS Discotom-6.
- Figure II.10 : STRUER accutom-5.
- Figure II.11: Microscope électronique à balayage GEMINI SEM 300.
- Figure II.12 : Echantillon Ep2.
- Figure II.13 : la face à émerger Ep2.
- Figure II.14 : le dispositif expérimental.
- Figure II.15 : cellule électrochimique.

- Figure II.16 : Schéma d'un système électrochimique non linéaire soumis à une perturbation sinusoïdale.
- Figure II.17 : Représentation temporelle de la perturbation en potentiel et de la réponse en courant.
- Figure II.18 : Diagramme de Nyquist.
- Figure II.19: Diagramme de Bode.
- Figure III.1 Image MEB en coupe du revêtement Zn-Al-Mg.
- Figure III.2 : Observation au microscope optique des sections du revêtement Zn-Al-Mg pour différents niveaux de déformation plastique 0, 10, 20 et 30%.
- Figure III.3 : Images MEB de la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour différents niveaux de déformation (0 %).
- Figure III.4 : Images MEB de la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour différents niveaux de déformation (10%).
- Figure III.5 : Images MEB de la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour différents niveaux de déformation (20%).
- Figure III.6 : Images MEB de la surface du revêtement Zn-Al-Mg après 56 jours d'immersion pour différents niveaux de déformation (30%).
- Figure III. 7 : Images MEB des coupes après 360h d'immersion du revêtement Zn-Al-Mg pour différents niveaux de déformation 0 et 10 %.
- Figure III.8 : Images MEB des coupes après 360h d'immersion du revêtement Zn-Al-Mg pour différents niveaux de déformation 20 et 30%.
- Figure III.9 : Images MEB et analyse EDX de la surface d'un revêtement Zn-Al-Mg pour 0% de déformation.
- Figure III.10 : Images MEB et analyse EDX de la surface d'un revêtement Zn-Al-Mg pour 10% de déformation.
- Figure III.11 : Images MEB et analyse EDX de la surface d'un revêtement Zn-Al-Mg pour 20% de déformation.
- Figure III.12 : Images MEB et analyse EDX de la surface d'un revêtement Zn-Al-Mg pour 30% de déformation.
- Figure III.13 Diagrammes de Nyquist obtenus au cours de temps d'immersion dans 35g/l NaCl pour le revêtement Zn-al-mg pour une fréquence de 10 mhz
- Figure III.14 : Diagrammes de Bode phase-frequence en fonction du temps d'immersion pour le revêtement Zn-Al-Mg à différents niveaux de déformation (0, 10, 20 et 30%).
- Figure III.15: Diagrammes de Nyquist en fonction du temps d'immersion pour le revêtement Zn-Al-Mg à différents niveaux de déformation (0, 10, 20 et 30%).

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Intermétalliques présents après galvanisation dans un bain de zinc.

Tableau I.2 : Liste des revêtements Zn-Al-Mg les plus répandus avec leurs compositions respectives.

Tableau I.3 : Comparaison de la présence ou non des différentes phases dans les revêtements Zn-Al-Mg.

Tableau I.4: Classification de la résistance à la corrosion des métaux selon leur potentiel

Tableau I.5 : description des systèmes de glissement des alliages de zinc

Tableau II.1 : représente la composition chimique d'acier DX51D.

Tableau II.2 : Composition chimiques et épaisseurs des revêtements de l'étude.

Tableau II.3 : dimensions des éprouvettes.

Tableau II.4 : Spécification de la machine MTS.45.

Tableau II.5 :Taux de déformation des éprouvettes.