



**HAL**  
open science

# Amélioration de la résistance à la fissuration des revêtements de zinc par optimisation du procédé de galvanisation

Sylvie Gaignard

► **To cite this version:**

Sylvie Gaignard. Amélioration de la résistance à la fissuration des revêtements de zinc par optimisation du procédé de galvanisation. Matériaux. Université Paul Verlaine - Metz, 2000. Français. NNT : 2000METZ022S . tel-01775386

**HAL Id: tel-01775386**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775386v1>**

Submitted on 24 Apr 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

6 / 87467

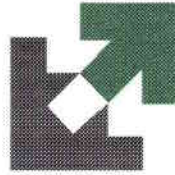
S/M3 00/22



INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE  
ET PRODUCTIQUE

# THESE

Présentée à



UNIVERSITE DE METZ

Par

**Sylvie GAIGNARD**

Pour l'obtention du grade de :

**DOCTEUR de L'UNIVERSITE de METZ**

**SPECIALITE :** *Sciences de l'Ingénieur*

**OPTION :** *Sciences des Matériaux*

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	2000/285
Cote	S/M3 00/22
Loc	Magasin

**AMELIORATION DE LA RESISTANCE A LA FISSURATION  
DES REVETEMENTS DE ZINC  
PAR OPTIMISATION DU PROCEDE DE GALVANISATION**

M <sup>me</sup>	M.J. PHILIPPE	Professeur de l'Université de Metz	Directeur de Thèse
M	C. ESLING	Professeur de l'Université de Metz	Directeur de Thèse
MM	P. KLIMANEK	Professeur de l'Université de Freiberg (Allemagne)	Rapporteur
	R. SCHWARCHER	Professeur de l'Université de Clausthal (Allemagne)	Rapporteur
	J.M. LECUIRE	Professeur de l'Université de Metz (France)	Rapporteur
MM	B. GAY	Ingénieur, Société Union-Minière	Examineur
	J.M. MATAIGNE	Ingénieur, Société Sollac	Examineur
	J. WEGRIA	Docteur-Ingénieur, Université de Metz	Invité
	M. DUBOIS	Ingénieur, Société Cockerill-Sambre	Invité

**Ecole Doctorale PROMENA**

## Remerciements

Ce travail a été effectué, en collaboration avec les sociétés UNION MINIERE et COCKERILL SAMBRE, au laboratoire d'Etude des Textures et Applications aux Matériaux (LETAM - CNRS UMR). Cette structure est une composante de l'Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique (ISGMP) de l'Université de Metz.

En premier lieu, je tiens à remercier M. Esling, professeur, directeur du LETAM et codirecteur de thèse pour l'accueil qu'il m'a réservé et pour la confiance qui m'a accordée en me proposant ce sujet. Je le remercie également pour l'aide qu'il m'a apportée en me faisant bénéficier de ses compétences.

J'exprime mes remerciements à Mme Philippe, professeur au LETAM et codirecteur de thèse, qui m'a fait bénéficier de son expérience par les fructueuses discussions que nous avons eues, et qui a su me guider et m'accompagner dans les premiers pas de ces travaux.

Je remercie M. Klimanek, professeur de l'Université de Freiberg (Allemagne), M. Schwarzer, professeur de l'Université de Clausthal (Allemagne) et M. Lecuire, professeur de l'Université de Metz (France) pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de ce travail et pour leur participation au jury de thèse.

Je remercie particulièrement M. Wégria. Grâce à ses compétences, sa disponibilité et ses conseils avisés, il m'a permis de réaliser ce travail dans les meilleures conditions. Qu'il trouve ici, l'expression de ma profonde reconnaissance.

J'exprime toute ma reconnaissance à tous les acteurs d'une collaboration enrichissante entre l'Université de Metz et les sociétés UNION MINIERE et COCKERILL SAMBRE : M. Wégria, M. Dubois et M. Gay qui ont aussi accepté de participer au jury de la thèse, ainsi qu'à MMataigne de la SOLLAC qui a lui aussi accepté de participer au jury de la thèse.

Enfin, mes sincères remerciements vont à mes camarades étudiants chercheurs et à l'ensemble des membres du laboratoire qui, de par leur aimable collaboration, ont rendu mon séjour agréable. Je m'oublierai pas de remercier ma famille et Christophe, pour le soutien et les encouragements qu'ils m'ont adressés pendant toute cette période.



INTRODUCTION.....	1
I. ETAT DE L'ART, BUT DE L'ETUDE.....	3
II. ASPECT METALLURGIQUE DU ZINC ET DES REVETEMENTS DE ZINC.....	5
A. Introduction.....	5
B. Caractéristiques du zinc.....	5
C. Mécanisme de déformation du zinc (glissement, maclage, fissuration).....	6
C.1. Le glissement	
C.2. Le maclage	
C.3. La cission critique	
C.4. La fissuration	
C.1.a. Fissuration intergranulaire	
C.1.b. Fissuration intragranulaire	
C.5. Bilan des modes de déformation	
D. Les revêtements de zinc.....	13
D.1. Leur utilisation	
D.2. Les différents types de revêtements	
D.2.a. Revêtement de zinc pur	
D.2.b. Revêtement allié : Zinc - Fer	
D.2.c. Revêtements Galflex (Zn + 1% Al)	
D.2.d. Revêtement Galfan (Zn + 5% Al)	
D.2.e. Revêtement Galvalume (Zn + 55 % Al + 1,5 % Si)	
D.3. Leur déformation	
E. La galvanisation .....	19
E.1. Principe du procédé	
E.2. Les couches intermétalliques	
E.3. Le bain de zinc, les paramètres influents	
E.3.a. Composition de l'acier	
E.3.b. La température du bain	
E.3.c. Les éléments d'alliages du zinc	
E.3.c.1. L'aluminium	
E.3.c.2. Le plomb	
E.3.c.3. Le fer	
E.3.c.4. L'étain - cadmium	
E.3.c.5. Le cuivre	
E.3.c.6. Le magnésium	
E.3.c.7. L'antimoine	
E.3.c.8. Le manganèse, le nickel	
E.4. Le skin - pass	
E.4.a. But du skin - pass	
E.4.b. Effet des actionneurs du skin - pass	
E.4.b.1. Lubrification	
E.4.b.2. La vitesse de laminage	
E.4.b.3. Le diamètre des cylindres de laminaires	
E.4.b.4. La tôle d'acier	
E.4.b.5. Epaisseur de la tôle	
E.5. Bilan sur la galvanisation	

F. Autres paramètres influents.....	36
F.1. Energie de surface	
F.2. La solidification des dépôts de zinc	
F.2.a. Introduction	
F.2.b. Formation d'une texture	
F.2.c. Phénomène de surfusion	
F.2.d. Influence des éléments d'addition dans le bain de zinc	
F.3. La rugosité	
III. METHODES EXPERIMENTALES.....	41
A. Introduction.....	41
B. Détermination des textures.....	41
B.1. Méthodologie de l'analyse de texture	
B.2. Les figures de pôles	
B.2.a. Méthodes de diffraction polycristalline	
B.2.b. Corrections des figures de pôles	
B.2.b.1. Le bruit de fond	
B.2.b.2. La défocalisation	
B.2.b.3. Pseudo normalisation des figures de pôles	
C. Applications, conditions de mesures.....	48
C.1. Figures de pôles	
C.2. Métallographie	
C.2.a. Préparations métallographiques	
C.2.b. Attaque chimique	
C.2.c. Observations	
C.3. Déterminations des propriétés de pliage	
D. Matériaux.....	52
IV. RESULTATS et DISCUSSIONS.....	55
A. Introduction.....	55
B. Pseudo normalisation .....	56
C. Effet de la chimie du bain.....	59
C.1. Texture	
C.2. Microstructure	
C.3. Fissuration au pliage	
C.4. Bilan de l'étude de l'influence des teneurs en aluminium	
E. Effets du skin - pass.....	69
E.1. Influence du taux de skin - pass	
E.1.a. Texture	
E.1.a.1. La texture avant skin – pass est une texture centrale	
E.1.a.2. La texture avant skin – pass possède des pics répartis sur toute la figure de pôles (texture initiale plus aléatoire)	
E.1.b. Microstructure	

- E.1.c. Fissuration au pliage
- E.2. Influence de l'épaisseur de la tôle et de l'épaisseur du dépôt
  - E.2.a. Texture
  - E.2.b. Microstructure
  - E.2.c. Fissuration au pliage
  - E.2.d. Bilan sur l'épaisseur de dépôts des échantillons galvanisés
- E.3. Influence du lubrifiant
  - E.3.a. Texture
  - E.3.b. Microstructure
  - E.3.c. Fissuration au pliage
- E.4. Influence du diamètres des cylindres de laminaires
  - E.4.a. Texture
  - E.4.b. Microstructure
  - E.4.c. Fissuration au pliage
- E.5. Interprétation de l'influence du skin - pass par modélisation
  - E.5.a. Généralités
    - E.5.a.1. Présentation du modèle de laminage choisi
    - E.5.a.2. Extension au cas des aciers revêtus
  - E.5.b. Application à notre étude
    - E.5.b.1. Observations et interprétations des résultats de modélisation.
    - E.5.b.2. Existence de relation entre ces résultats et les effets bénéfiques du skin - pass ?
- E.6. Conclusions sur effets du skin - pass

CONCLUSION.....	103
PERSPECTIVES.....	105

Figure 1 :	Structure hexagonale compacte.....	6
Figure 2 :	Les quatre systèmes de glissement de la structure hexagonale compacte.....	7
Figure 3 :	Description schématique du maillage dans le zinc.....	8
Figure 4 :	Les éléments conventionnels décrivant le maillage.....	9
Figure 5 :	La relation entre l'orientation de la contrainte et la déformation.....	10
Figure 6 :	Stéréogramme du maillage dans le zinc, selon l'orientation de la contrainte uniaxiale.....	13
Figure 7 :	Différents types de film anticorrosion .....	15
Figure 8 :	Galvanisé allié.....	16
Figure 9 :	Galflex.....	17
Figure 10 :	Galfan.....	18
Figure 11 :	Galvalume.....	18
Figure 12 :	Procédé de galvanisation.....	21
Figure 13 :	Schéma de principe de la zone d'élaboration du revêtement par galvanisation à chaud.....	22
Figure 14 :	Diagramme d'équilibre du système fer – zinc.....	24
Figure 15 :	Les différentes phases intermétalliques.....	24
Figure 16 :	Diagramme d'équilibre du système zinc – aluminium.....	28
Figure 17 :	Coupe isotherme à 500°C du diagramme ternaire Al - Zn - Fe.....	29
Figure 18 :	Schéma de skin - pass.....	32
Figure 19 :	Schéma montrant le développement des dendrites.....	38
Figure 20 :	Schéma d'un goniomètre de texture (à 4 cercles).....	43
Figure 21 :	Plan cristallographique diffractant suivant la loi de Bragg.....	43
Figure 22 :	Sphère de projection stéréographique.....	44
Figure 23 :	Description du bruit de fond.....	46
Figure 24 :	Mesure du bruit de fond.....	46
Figure 25 :	Effet de la défocalisation.....	47
Figure 26 :	Rôle de la largeur de fente et de la hauteur de fente.....	47
Figure 27 :	Schéma de pliage.....	51
Figure 28 :	Histogramme de fissuration .....	51
Figure 29 :	Reproductibilité des mesures de figures de pôles.....	58
Figure 30 :	Evolution de la figure de pôles (00.2) en fonction de la teneur en aluminium (Echantillons de C.S. Flémalle).....	62
Figure 31 :	Evolution de la figure de pôles (00.2) en fonction de la teneur en aluminium (comparaison Galvameuse/C.S. Flémalle).....	63
Figure 32 :	Microstructure des revêtements dont les teneurs en aluminium différent.....	64
Figure 33 :	Comportement en pliage d'échantillons à teneur en aluminium différente.....	65
Figure 34 :	Figures de pôles avant et après skin – pass (texture initialement centrale avec quelques réflexions individuelles).....	72
Figure 35 :	Figures de pôles avant et après skin – pass (texture initialement centrale).....	73
Figure 36 :	Microstructure d'un échantillon galvanisé sans skin – pass et avec skin – pass.....	74
Figure 37 :	Comportement en pliage d'échantillons avant et après skin - pass .....	75
Figure 38 :	Figures de pôles de revêtements d'épaisseurs de dépôts 10 µm et 20 µm .....	77
Figure 39 :	Microstructure d'échantillons galvanisés non skin – passés avec des épaisseurs de Revêtement de 10 µm et 20 µm.....	78
Figure 40:	Comportement en pliage d'échantillons de 10 µm et de 20 µm d'épaisseur de revêtement..	79
Figure 41 :	Figures de pôles d'échantillons skin – passé avec lubrifiant et sans lubrifiant (taux de skin – pass 1%) .....	80
Figure 42 :	Microstructure d'échantillons galvanisés l'un skin – passés avec lubrifiant et l'autre sans lubrifiant .....	82
Figure 43 :	Comportement en pliage d'échantillons skin – passés avec lubrifiant et sans lubrifiant.....	83
Figure 44 :	Figures de pôles d'échantillons skin – passé avec des diamètres de laminoirs de 400 mm et des diamètres de laminoirs de 600 mm.....	84
Figure 45 :	Microstructure d'échantillons galvanisés skin – passé avec des diamètres de laminoirs de 400 mm et des diamètres de laminoirs de 600 mm.....	86

Figure 46 : Comportement en pliage d'échantillons skin – passés avec des diamètres de laminoirs de 400 mm et des diamètres de laminoirs de 600 mm.....	87
Figure 47 : Progression géométrique de l'écart entre les lignes de courant.....	89
Figure 48 : Géométrie de laminage.....	89
Figure 49 : Différences des contraintes $\sigma_1$ , $\sigma_2$ et $\sigma_3$ en fonction du coefficient de frottement $\mu$ .....	92
Figure 50 : Cisaillement $\tau_{13}$ pour des coefficients de frottement $\mu$ de 0,05 et 0,25.....	93
Figure 51 : Déformation $\varepsilon_{13}$ pour des coefficients de frottement $\mu$ de 0,05 et 0,25.....	94
Figure 52 : Déformation plastique $k$ pour des coefficients de frottement $\mu$ de 0,05 et 0,25.....	95
Figure 53 : Influence du taux de réduction.....	96
Figure 54 : Cisaillement $\varepsilon_{13}$ induit par le frottement.....	97
Figure 55 : Cisaillement $\varepsilon_{13}$ imposé par le géométrie du laminage.....	97

Tableau 1 : Différentes phases intermétalliques.....	25
Tableau 2 : Températures (°C) correspondant aux limites conventionnelles supérieures de la déformation à froid ( $0,3 T_f$ ) et inférieures de la déformation à chaud ( $0,5 T_f$ ).....	34
Tableau 3 : Coefficients de ségrégation estimés et compositions à l'interface dans les alliages binaires de zinc.....	38
Tableau 4 : Gamme de rugosités.....	40
Tableau 5 : Valeurs expérimentales.....	49
Tableau 6 : Angle de diffraction du plan (0.02) du zinc pour une anticathode de cobalt.....	49
Tableau 7 : Listes des échantillons étudiés et leurs caractéristiques.....	53
Tableau 8 : Echantillons galvanisés à différents taux d'aluminium.....	60
Tableau 9 : Caractéristiques des divers échantillons étudiés (teneur en aluminium variable).....	68

## II. Aspect métallurgique du zinc et des revêtements de zinc

### A. Introduction

---

Le zinc est l'un des matériaux qui ne révèle un durcissement par écrouissage qu'au-dessous de la température ambiante. Même de faibles contraintes mécaniques provoquent une déformation permanente à la température ambiante, de sorte que l'usage du zinc est limité en tant que matériau de construction [De Cooman, 1998]. Il n'est d'ailleurs utilisé, à l'état non allié, que pour sa résistance durable à la corrosion [Habraken, 1978]. Il est déposé sous forme de film mince sur les métaux ayant une faible résistance à la corrosion afin de les protéger. Dans la suite de ce chapitre, nous décrirons plus en détail les caractéristiques mécaniques, les mécanismes de déformation de ce matériau ainsi que les différents revêtements de zinc actuellement disponibles sur le marché. Après un paragraphe réservé à la description du procédé de galvanisation, nous achèverons cette partie bibliographique par la présentation des phénomènes de germination et de croissance dans la couche de zinc et le rôle des énergies de surface sur la formation de la microstructure d'un revêtement.

### B. Caractéristiques du zinc

---

L'une des propriétés fondamentales du zinc est son potentiel d'oxydoréduction qui le place en situation anodique par rapport à de nombreux matériaux. Cette propriété explique sa large utilisation pour la protection contre la corrosion des aciers.

De plus, le zinc se différencie sensiblement des autres métaux industriels, notamment par un point de fusion relativement bas (419°C) et par sa structure cristallographique. C'est en effet un des rares métaux, avec le titane, le zirconium et le magnésium qui cristallise dans le système hexagonal compact (figure 1) [Partridge, 1967].

Les paramètres de maille à 25°C sont :

$$a = 2.659 \text{ \AA}$$
$$c = 4.936 \text{ \AA}$$
$$c/a = 1.856$$



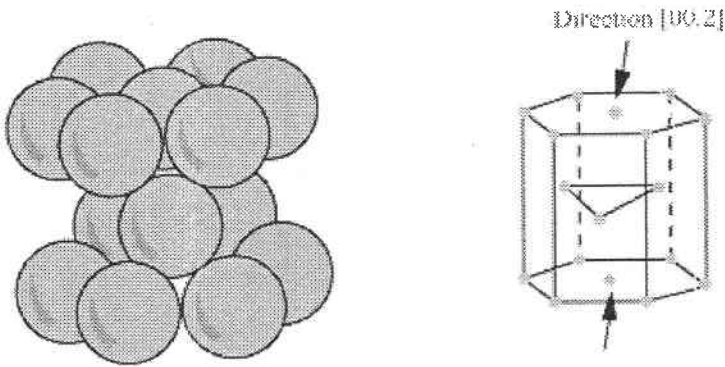


Figure 1 : structure hexagonale compacte

Le comportement en déformation du zinc dépend dans une large mesure de sa structure cristallographique. Ceci est dû au fait que sa maille hexagonale lui confère une forte anisotropie des propriétés mécaniques et physiques (cf. § C.3).

## C. Mécanismes de déformation du zinc (glissement, maclage, fissuration)

---

### C - 1. Le glissement

Chaque métal de structure hexagonale présente un système de glissement qualifié de « facile » et divers systèmes secondaires activés plus difficilement. La déformation plastique des métaux de structure hexagonale compacte est influencée par la valeur du rapport  $c/a$  des axes cristallographiques de la maille. On peut montrer que la valeur théorique de ce rapport  $c/a$  (compacité idéale) est de 1,633. Lorsque le rapport  $c/a$  est supérieur à cette valeur théorique, le système de glissement principal est le système basal [Fahrenhorst, 1930].

La déformation plastique est, à l'échelle microscopique, généralement due au glissement des dislocations. L'analyse des systèmes de glissement indépendants dans les cristaux de structure hexagonale compacte, montre qu'il existe quatre modes de glissement [Partridge, 1967]. Ce sont les glissements (figure 2) de type :

basal  $\{00.1\} \langle 11.0 \rangle$

prismatique  $\{10.0\} \langle 11.0 \rangle$

pyramidal de première espèce  $\{10.1\} \langle 11.0 \rangle$

pyramidal de seconde espèce  $\{11.2\} \langle 11.3 \rangle$

Dans le cas du zinc, le glissement basal est le glissement prédominant. Le glissement prismatique n'est activé qu'à partir de 250°C [Gilman, 1956 cité dans Bell, 1957]. A température ambiante, le glissement pyramidal de seconde espèce possède une cission critique 50 fois plus élevée que celle du glissement basal [Bablik, 1950 cité dans Lazik 1995, Price, 1963]. Seul le système pyramidal de seconde espèce est susceptible de fournir les cinq systèmes de glissement indépendants requis pour accommoder un état de déformation quelconque [Von Mises, 1928]. Il est en effet le seul à posséder une composante de glissement selon l'axe  $c$ .

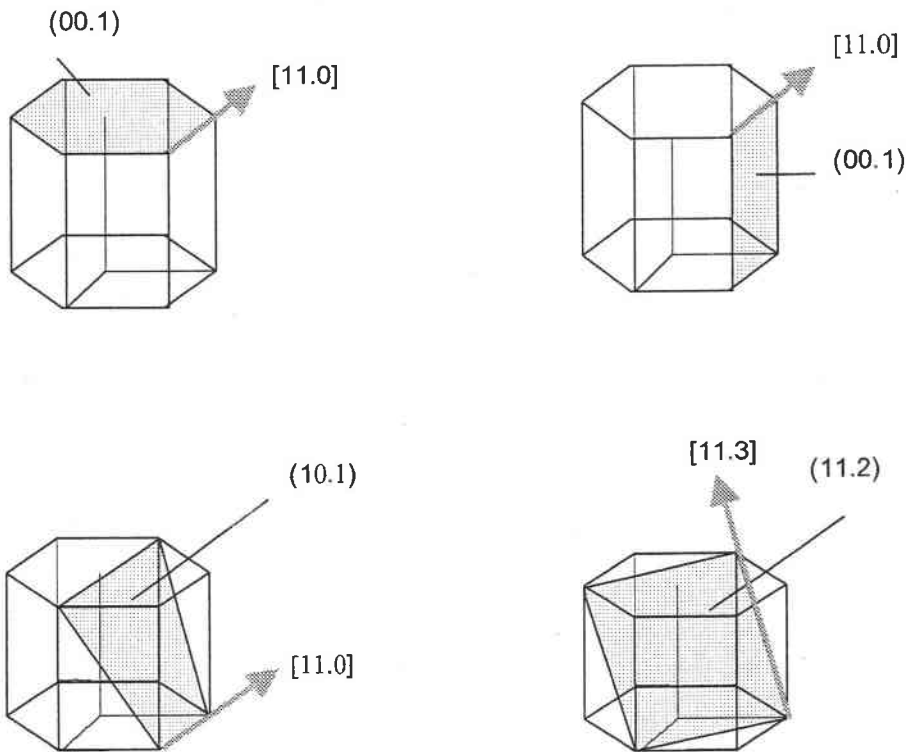


Figure 2 : les quatre systèmes de glissement de la structure hexagonale compacte

### C - 2. Le maillage

Pour certains métaux hexagonaux qui possèdent un nombre réduit de possibilités de glissement, il existe un autre mode de déformation : le maillage. D'une manière générale, le maillage ne crée pas de déformation importante ; il intervient habituellement à température modérée, pour modifier l'orientation du cristal afin de rendre à nouveau possible le glissement principal. Tous les métaux hexagonaux possèdent, sous des contraintes appropriées, le mode de maillage  $\{10.2\} \langle 10.1 \rangle$  entre autres. Mais dans le cas du zinc, du cadmium et du béryllium, ce système est unique. Il est favorisé par une compression parallèle ou par une traction normale à l'axe  $c$ . Il est donc très dépendant de la

contrainte appliquée (la contrainte requise (cission résolue) pour un maclage est de  $50 \text{ kg/mm}^2$  pour le zinc) [Partridge, 1967]. Le maclage  $\{10.2\} \langle 10.1 \rangle$  entraîne une diminution de la longueur du cristal parallèlement à l'axe  $c$  de la matrice. Inversement, une compression du cristal provoque le maclage. C'est pour cette raison que l'on parle de macles de compression (figure 3).

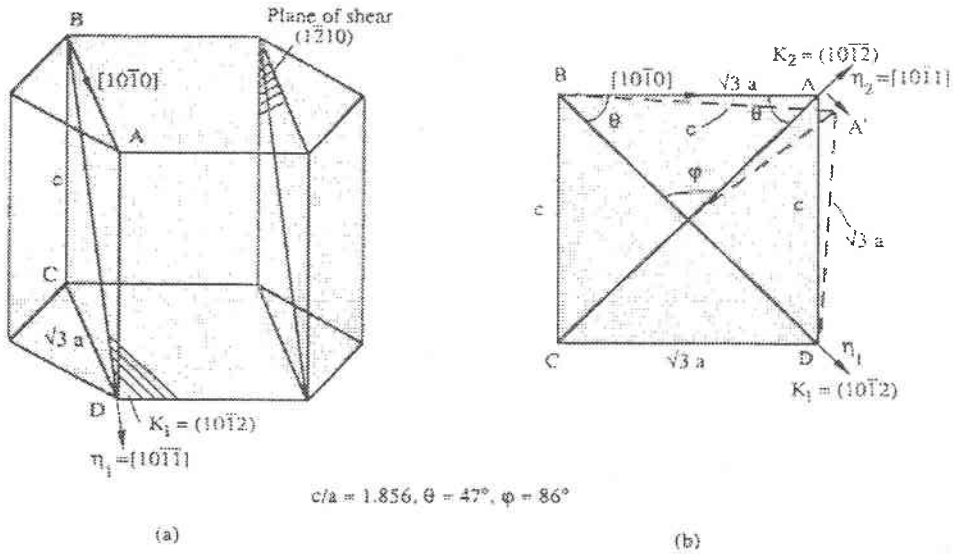


Figure 3 : description schématique du maclage dans le zinc [Mei, 1993].

a) Plan de maclage  $K_1$  et direction de maclage  $\eta_1$

b) Sur le plan de cisaillement, le triangle  $BAD$  devient  $BA'D$  après maclage et la direction  $[1\bar{0}0]$  dans le cristal non maclé devient l'axe  $c$  du cristal maclé.

La convention de Johnson (1968) cité dans Wégria (1984) pour le maclage définit les éléments de maclage comme suit (figure 4) :

- le plan de macle  $K_1 \{10\bar{1}2\}$
- la direction de macle  $\eta_1 \langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$
- le second plan non distordu  $K_2 \{\bar{1}012\}$  avant déformation et  $K'_2$  après déformation
- la direction de cisaillement  $\eta_2 \langle 10\bar{1}1 \rangle$  par rapport à  $K_2$  et se transforme en  $\eta'_2$  après déformation
- le taux de cisaillement  $S = 2 \cotan 2\phi$  où  $2\phi$  est l'angle entre  $K_1$  et  $K_2$

Dans le cas particulier du zinc, le maclage entraîne une déformation de 7 % et l'angle entre le grain initial et sa partie maclée est de  $86^\circ$  environ. Les macles qui se forment au cours de la déformation sont plutôt des macles d'accommodation créées par des contraintes internes que par des contraintes extérieures. Par ailleurs, le maclage ne crée pas d'obstacles au glissement, le glissement a lieu dans la

macle, la consolidation avant et après décrochements des courbes (qui caractérisent le maclage) gardant la même valeur [Wall, 1984]. Néanmoins, il est important de noter que la propagation du glissement est contrariée par la présence de macles. La macle est dès lors un élément fixant une limite de domaine.

Le taux de cisaillement au cours du maclage est fonction du rapport  $c/a$  (figure 4). Dans le cas du zinc

(plan de macle de la famille (10.2)), ce taux s'écrit :  $S = \frac{3 - (c/a)^2}{(c/a)\sqrt{3}}$

Pour  $c/a = \sqrt{3}$ , le taux de cisaillement est nul. En effet, le plan de macle fait alors un angle de  $45^\circ$  avec le plan de base et constitue un plan de symétrie. Selon que les valeurs de  $c/a$  sont supérieures ou inférieures à  $\sqrt{3}$ , les cisaillements sont dans des directions opposées, mais les valeurs restent faibles. Pour le zinc :  $S = 0.14$  environ. Cette valeur est beaucoup plus faible que celle correspondant à un cristal cubique (0.707). Ceci explique l'activation aisée du maclage dans le zinc en comparaison de ce que l'on observe dans la plupart des métaux cubiques [Mei, 1993].

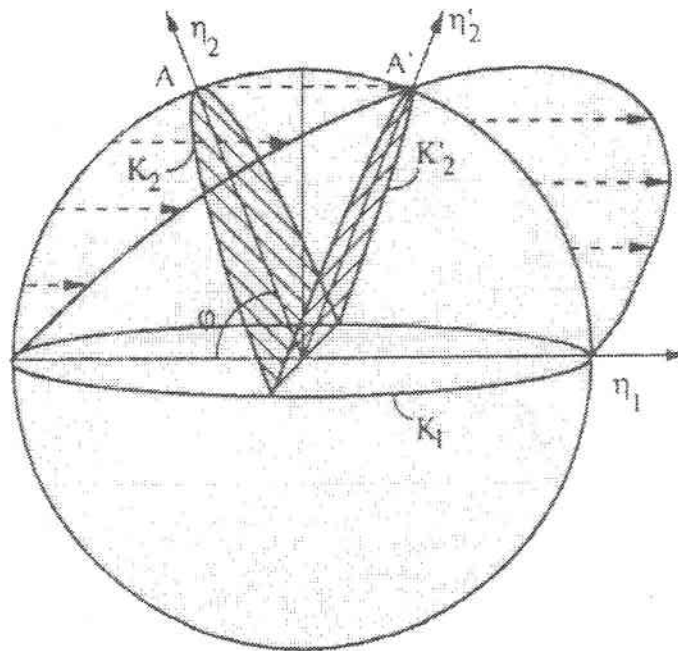


Figure 4 : les éléments conventionnels décrivant le maclage. L'hémisphère supérieur est cisailé en une demi - ellipse par maclage le long de la direction  $\eta_1$  [Mei, 1993].

### C - 3. La cission critique

Considérons un cristal soumis à une force  $F$  (soit à une contrainte  $\sigma = F / S$ ) (figure 5).

En fonction de la cission résolue,  $\tau$ , les modes de déformation sont activés selon que leur cission critique est atteinte ou non. La cission résolue dépend de l'orientation de la contrainte macroscopique appliquée par rapport aux axes cristallographiques. Cette dépendance est décrite par la loi de Schmid et Boas [Boas, 1930 cité dans Price, 1963].

$$\tau = \sigma \cos \phi \cos \lambda$$

où  $\tau$  est la cission résolue

$\sigma$  la contrainte uniaxiale appliquée

$\phi$  et  $\lambda$  sont les angles entre l'axe de la contrainte et respectivement, la normale au plan de glissement et la direction de glissement.

Le facteur géométrique  $\cos \phi \cos \lambda$  est couramment appelé le facteur de Schmid.

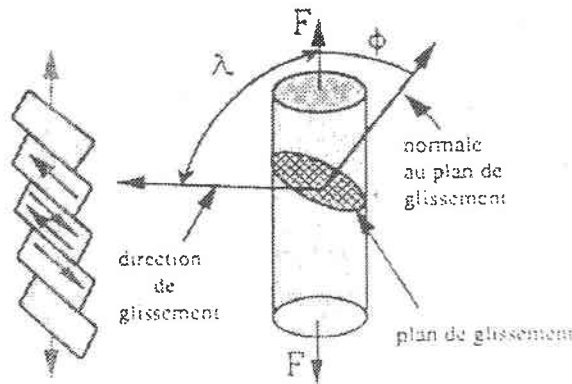


Figure 5 : la relation entre l'orientation de la contrainte et la déformation

Lorsqu'un monocristal est déformé plastiquement, il est le siège d'une rotation progressive des plans de glissement, rotation associée aux glissements des dislocations sur les plans cristallographiques. Le même phénomène se produit pour les grains d'un polycristal que l'on déforme.

Pour activer un système  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ , il est nécessaire d'appliquer dans le plan de glissement, une contrainte minimale appelée contrainte critique de cisaillement résolue (CRSS)  $\tau_c$ . La déformation s'amorce quand la cission, résolue sur un plan cristallographique de glissement et dans la direction de glissement, atteint cette valeur critique  $\tau_c$  qui est caractéristique du système de glissement et qui est fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la composition chimique de l'alliage [Marder, 1990].

Les valeurs de cisssion critique pour le maclage sont difficiles à déterminer, parce que la nucléation devient prédominante [Partridge, 1967]. Cependant, Bell (1957) a mesuré, à température ambiante, une valeur de la cisssion critique résolue comprise entre 10 et 40Mpa. La différence entre ces résultats et ceux chapitre II - C - 2, montre bien la difficulté de ces calculs. De plus, il a noté que les cristaux, dans lesquels des germes de macles étaient déjà présents, avaient une valeur comprise entre 3 et 5 MPa. Wégria (1984) a montré que la cisssion critique du glissement basal du zinc pupolycristallin s'élève à 0.18 MPa.

#### C - 4. La fissuration

Il existe deux modes de fissuration distincts : la fissuration intergranulaire et la fissuration intragranulaire, appelée aussi clivage. Les deux modes de fissuration sont activables sous de faibles ou de fortes contraintes ; toutefois, sous faible contrainte, les fissures intergranulaires sont observées plus fréquemment [Jaffrey, 1980, Wall, 1984].

##### *C - 4 - a. Fissuration intergranulaire*

Les joints de grains, où l'empilement des atomes est le moins dense, constituent des points faibles du matériau. Pour créer ou propager une fissure, il faut briser les liaisons interatomiques. Il semble donc évident que les joints de grains seront des zones fragiles de ce point de vue, car si l'empilement des atomes est moins dense, cela signifie que la distance moyenne entre atomes voisins est plus grande et que les énergies de liaisons interatomiques sont plus faibles que dans le reste du matériau.

Les fissures peuvent être d'origine thermique (ces fissures sont aussi appelées les préfissures dans le cadre de ce travail). Elles se créent, pour certains échantillons de cette étude, pendant le refroidissement dès la sortie du bain de galvanisation, [Jaffrey, 1980, Rangarajan, 1989, Wall, 1984, Willis, 1995]. En effet, comme le zinc et l'acier n'ont pas le même coefficient de dilatation thermique ( $\alpha_a = 14.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ,  $\alpha_c = 60.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ,  $\alpha_{\text{polycristal}} = 26.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour le zinc, et  $\alpha_a = 12.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour l'acier) le refroidissement générera des contraintes internes liées à la contraction lors de la solidification et du refroidissement du revêtement. De plus, la limite élastique du zinc étant bien inférieure à celle d'un acier doux (70 MPa et 200 MPa, respectivement), le zinc accommodera en premier les contraintes résiduelles et sera donc le siège de fissures intergranulaires [Jaffrey, 1980].

##### *C - 4 - b. Fissuration intragranulaire*

La fissure intragranulaire se formera moins souvent que la fissure intergranulaire. Pour Jutteau (1982) elle peut se produire simultanément avec la fissure intergranulaire lors de la déformation ou apparaître progressivement d'après Wégria (1984). Les fissures intragranulaires restent à l'intérieur du grain et ne

se propagent pas dans le grain adjacent, du moins lorsqu'il existe une désorientation suffisante entre les deux grains adjacents. Elles sont initialement toutes parallèles à l'intérieur du grain, mais des fissures supplémentaires, ayant des orientations différentes peuvent aussi se former dans le grain lors de la déformation.

Le rapport  $c/a$  du zinc étant supérieur au rapport  $c/a$  idéal, le clivage se produira dans les monocristaux de zinc exclusivement dans le plan basal [Mei, 1993]. Dans les polycristaux, des fissures intracristallines peuvent apparaître, sous faibles contraintes, dans des plans autres que le plan basal [Jutteau, 1982]. C'est ainsi qu'une fissuration intragranulaire a été observée dans les plans  $\{11.0\}$  et  $\{11.2\}$  [Partridge, 1967]. Par ailleurs, la fissuration de l'interface des macles a été observée dans les matériaux hexagonaux soumis à des contraintes cycliques [Partridge, 1965].

### C - 5. Bilan des modes de déformation

Nous avons montré précédemment que des trois modes de déformations, celui qui sera activé sous l'effet d'une contrainte donnée est déterminé par la contrainte de cisaillement résolue. Pour un cristal de zinc, le glissement dans le plan de base est obtenu plus facilement que le clivage ou le maclage. Donc, à moins que les grains ne soient orientés très défavorablement pour le glissement (contrainte de cisaillement résolue trop faible), le mécanisme de déformation sera le glissement dans le plan de base. Les deux orientations défavorables correspondent à un axe de déformation soit parallèle, soit perpendiculaire au plan de base. Dans ces deux cas, il n'y a pas vraiment compétition entre le clivage et le maclage ; le clivage accommodera seulement les contraintes de traction perpendiculaires au plan de base alors que le maclage peut seulement accommoder les contraintes de compression perpendiculaires au plan de base (figure 6) [Mei, 1993].



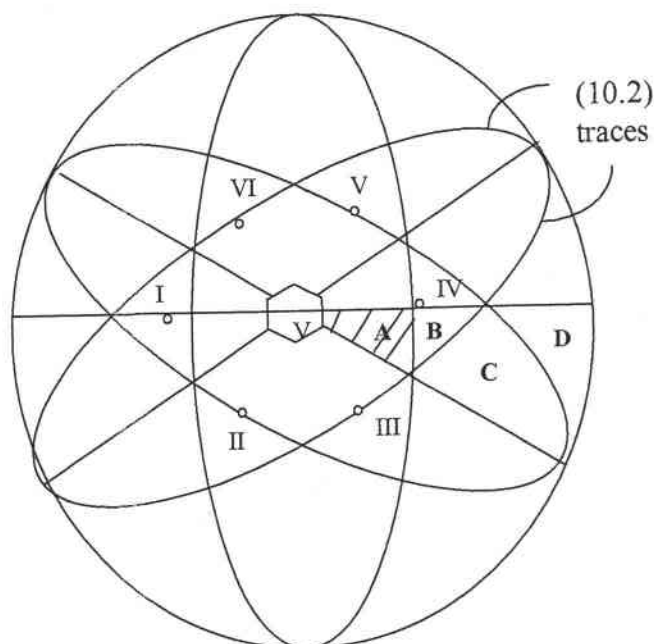


Figure 6 : stéréogramme du maillage dans le zinc selon l'orientation de la contrainte uniaxiale [Mei, 1993].

Les pôles des plans de maillage sont représentés de I à VI.

- A. Si la contrainte uniaxiale se situe dans la zone A, les pôles des plans de maillage de I - VI sont en compression.
- B. Si la contrainte uniaxiale se situe dans la zone B, les pôles des plans de maillage II, III, V et VI sont en compression ; alors que les pôles des plans de maillage I et IV sont en extension.
- C. Si la contrainte uniaxiale se situe dans la zone C, les pôles des plans de maillage II et V sont en compression, les autres pôles de plans de maillage sont en extension.
- D. Si la contrainte uniaxiale se situe dans la zone D, les pôles des plans de maillage I - VI sont en extension.

## D. Les revêtements de zinc

### D - 1. Leur utilisation

Les revêtements à base de zinc sont les plus répandus parmi les revêtements métalliques de l'acier, ceci est dû à plusieurs caractéristiques du zinc [Lietzau, 1996] :

- le zinc est relativement bon marché ;
- il présente une bonne résistance à la corrosion atmosphérique. Cette caractéristique est très importante pour les industries du bâtiment et de l'automobile. Par contre le zinc ne sera pas

- approprié pour une utilisation dans des milieux plus agressifs, notamment en présence d'acides et de bases forts rencontrés dans l'industrie chimique ;
- son potentiel électrochimique ( $E^\circ = -0.76V$ ), est inférieur à celui du fer ( $E^\circ = -0.44V$ ), d'où son rôle de protection cathodique sacrificielle en présence d'un petit défaut dans la couche protectrice qui met l'acier à nu. Le zinc a tendance à s'oxyder plus facilement (perte d'électrons) que le fer lorsqu'il est en contact avec ce dernier. Le zinc joue le rôle d'anode et se corrode préférentiellement en formant des sels qui recouvrent et protègent les zones où l'acier est à nu. Des métaux plus nobles que le fer accéléreraient la corrosion dans de tels cas ;
  - la température de fusion du zinc ( $420^\circ C$ ) permet une galvanisation à chaud économique. A cette température, l'appareillage et l'énergie nécessaires pour fondre le métal sont bien meilleur marché que dans le cas des métaux caractérisés par une température de fusion plus élevée.

#### D - 2. Les différents types de revêtements

Le revêtement de zinc constitue une barrière physique de très bonne qualité et, en cas de blessure, il assure une protection électrochimique du fer. De plus, dans bien des cas, les produits de corrosion du zinc sont suffisamment imperméables aux agents réactifs pour empêcher le développement des blessures du revêtement. C'est un revêtement anticorrosion de haute performance. Quantin (1994) a répertorié les différents procédés d'élaboration de film anticorrosion en zinc (figure 7) :

- le zingage électrolytique : déposition de zinc par des techniques électrolytiques. Les produits obtenus sont couramment appelés «électrozingués » [Heurtaux, 1986, Marder, 1990, Townsend, 1991, Wenzloff, 1993] ;
- le zingage par projection à chaud : les produits, appelés métallisés au zinc, sont obtenus par projection au pistolet de zinc fondu ;
- le zingage par matoplastie : recouvrement par écrasement de particules de zinc par un moyen d'impact (billes de verre) au sein d'un milieu chimique ;
- shéradisation (du nom de l'inventeur) : procédé thermochimique de diffusion superficielle de zinc dans l'acier [Sjoukes, 1978] ;
- les peintures contenant du zinc : elles ne font pas partie des procédés de zingage. Elles sont désignées par «peinture métallique au zinc » ou «peinture riche en zinc » pour éviter toute ambiguïté. Les effets de protection cathodique du zinc sous cette forme sont très limités ;
- la galvanisation à chaud : l'acier est revêtu par immersion dans un bain de zinc fondu. Ces produits sont appelés produits galvanisés [Townsend, 1986, Warnecke, 1990, Quantin, 1994].

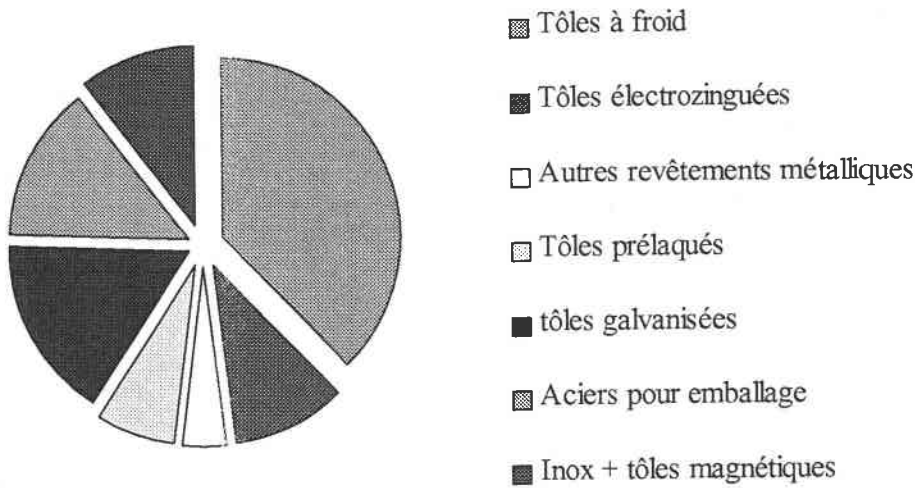


Figure 7 : différents types de film anticorrosion, 1992, CEE

Dans cette étude, nous nous sommes exclusivement intéressés aux revêtements galvanisés à chaud. L'efficacité de la protection de l'acier par le zinc est certes reconnue mais la grande variété des produits disponibles prouve qu'il n'existe pas de solution universelle répondant simultanément à tous les besoins.

Les produits galvanisés qui vont être brièvement décrits présentent tous des points forts et des points faibles [Mataigne, 1994]. En choisir un parmi eux revient toujours à faire le meilleur compromis technico - économique au moment de la sélection [Quantin, 1994].

#### *D - 2 - a. Revêtement de zinc pur*

Après recuit, la bande d'acier est immergée dans le bain de zinc fondu presque pur, car il contient 0,15 à 0,30 % d'aluminium (en poids) et du plomb en très faible quantité ( $Pb < 0,10$  % en poids). L'aluminium est utilisé pour inhiber à l'interface acier - revêtement, la formation de composés intermétalliques Fe - Zn dont la fragilité nuit à la déformabilité ultérieure du revêtement. En outre, la présence d'aluminium permet la formation d'une couche d'alumine très fine à la surface du bain qui le protège de l'oxydation. Quant au plomb, il permet de jouer sur l'aspect de la cristallisation du revêtement. A la sortie du bain, le revêtement est constitué d'une fine couche solide de  $Fe_2Al_5$  contenant du zinc et de zinc liquide entraîné lors du passage de la bande. L'essorage par lames d'air ou d'azote oblige une partie du zinc liquide à refluer vers le bain et permet de régler la quantité de revêtement déposée de 30 à 300 g/m<sup>2</sup> par face soit environ 4 à 40 microns. La solidification du revêtement se produit ensuite grâce à l'utilisation de refroidisseurs à jets d'air placés le long du brin montant de la bande. Si le bain de zinc contient du plomb ( $Pb > 0,05$  % en poids), le revêtement prend un aspect avec des fleurs qui sont en fait des grains de zinc constitués de dendrites de solidification. Le

revêtement a un aspect métallique assez homogène sans fleurs si aucun ajout de plomb n'est fait dans le bain. Une autre méthode pour obtenir un revêtement sans fleurs consiste à projeter de la poudre de zinc sur le revêtement encore liquide, juste après l'essorage, provoquant ainsi un très grand nombre de germes de solidification (minimisé). Le revêtement obtenu a un bon comportement au formage, en particulier lorsqu'il est sans plomb. La présence d'aluminium dégrade un peu son comportement au soudage par rapport à l'électrozingué (usure des électrodes). Après un traitement de surface approprié, il peut se peindre sans problème. Pour obtenir un aspect soigné après mise en peinture, c'est plutôt un revêtement sans « fleurs » qui est recommandé.

#### *D - 2 - b. Revêtement galvannealed*

Le galvannealed [Deits, 1990, Drewien, 1990, Claus, 1995], revêtement allié de zinc - fer (8 à 12 % de fer en poids) s'obtient en chauffant la bande revêtue de zinc entre 480 et 520°C, juste après l'essorage. Ce traitement thermique contrôlé provoque la diffusion du fer dans le revêtement qui, après refroidissement, présente une couche interfaciale composée essentiellement de la phase  $\Gamma$  surmontée de cristaux enchevêtrés de phase  $\delta_1$  (figure 8). Le galvannealed présente certains avantages. La soudabilité est améliorée : l'usure des électrodes des machines à souder par points est plus faible. L'application d'une peinture aboutit souvent à des meilleurs résultats en adhérence. A l'inverse, le revêtement allié Fe - Zn a tendance à s'effriter légèrement sous la forme d'une poudre lorsqu'il est fortement déformé. Ces particules s'accumulent à la surface des outils et peuvent provoquer des défauts lors de la mise en forme des pièces suivantes.

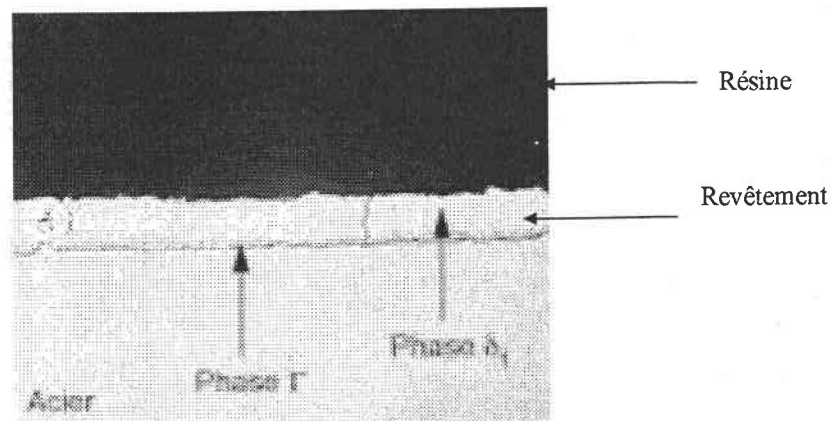


Figure 8 : galvanisé allié, coupe micrographique (\*1000) attaque Nital 0.5

#### *D - 2 - c. Revêtements Galflex (Zn + 1 % Al)*

Le Galflex est obtenu par l'immersion de la bande d'acier dans un bain de zinc contenant 1 % (en poids) d'aluminium, suivie d'un réchauffage vers 460°C puis d'un refroidissement très rapide. Le

réchauffage ne provoque pas la diffusion du fer dans le revêtement comme dans le cas du galvanneal. La teneur en aluminium est en effet suffisamment élevée pour empêcher la formation de composés d'intermétalliques Fer - Zinc. Ce traitement thermique sert à homogénéiser la composition chimique du revêtement encore liquide avant de réaliser une trempe à l'aide de refroidisseurs puissants. La structure du revêtement obtenu est constituée d'une très fine dispersion de grains de zinc et de phase eutectique (figure 9). L'aspect de la surface est proche de celui du revêtement de zinc sans « fleurs ». La structure particulière de ce revêtement lui confère une excellente déformabilité sans fissuration. Sa tenue à la corrosion se situe entre celle du galvanisé au zinc pur et celle du Galfan.

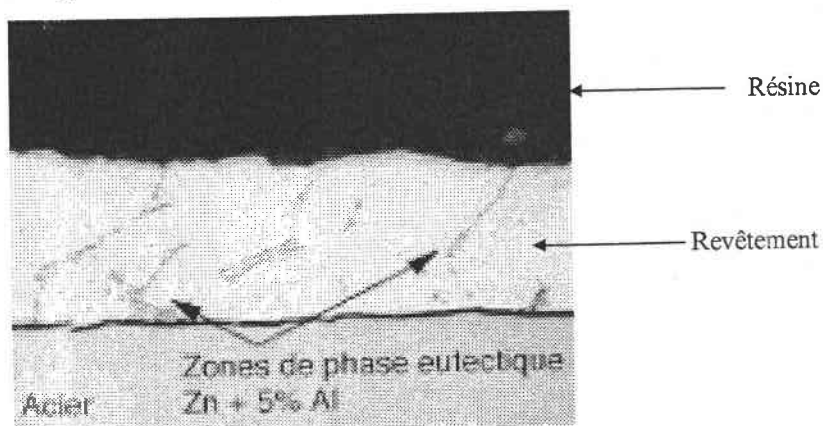


Figure 9 : Galflex, Coupe micrographique (\*1000) attaque finkeldey (cf. chapitre IV.B.2.b)

#### D - 2 - d. Revêtement Galfan (Zn + 5% Al)

Le Galfan est obtenu par immersion de la bande d'acier dans un bain de zinc contenant 5 % (en poids) d'aluminium. Cette composition correspond à celle de l'eutectique, point caractéristique du diagramme d'équilibre des alliages Al - Zn (figure 16). Après refroidissement, la structure du revêtement obtenu est du type eutectique lamellaire (alternance de fines lamelles de zinc et d'aluminium) ou globulaire, avec localement des cristaux d'une phase riche en zinc (figure 10). Comme dans le cas du Galflex, la teneur importante en aluminium du bain empêche le développement de composés intermétalliques à l'interface acier - revêtement. Grâce à sa structure et à l'absence de phase interfaciale, ce revêtement a une excellente formabilité, une très bonne adhérence et un coefficient de frottement faible qui facilite son glissement sous les outils. Son niveau de protection contre la corrosion est au moins deux fois supérieur à celui du revêtement de zinc pur. Au bout de quelques mois d'exposition, sa surface se patine et devient plus terne. La notion de « fleurs » n'existe pas en Galfan mais la surface peut présenter selon les conditions de refroidissement, un léger relief au niveau des joints de grains eutectiques. La surface en « peau d'orange » qui en résulte est parfois gênante pour obtenir l'aspect recherché après peinture. La soudabilité du Galfan est équivalente à celle d'un acier revêtu de zinc pur mais la présence d'aluminium accélère l'usure des électrodes.

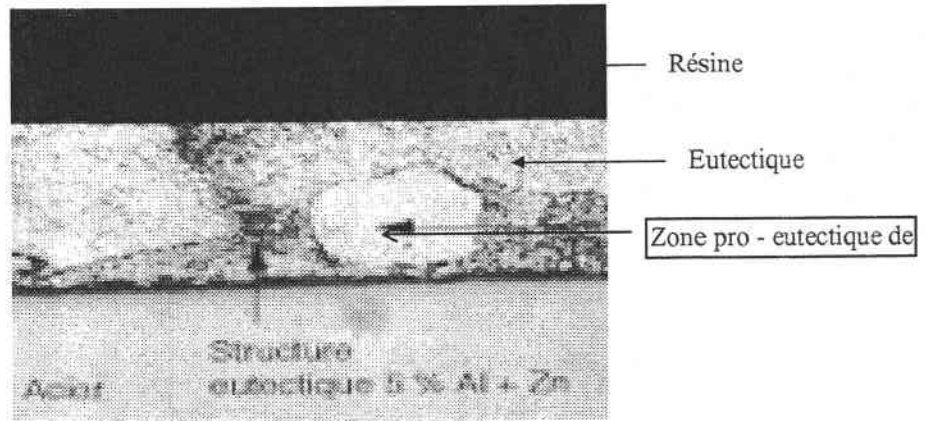


Figure 10 : Gaifan, Coupe micrographique (\*1000) attaque finkeldey

*D - 2 - e. Revêtement Galvalume (Zn + 55 % Al + 1,5 % Si)*

Le Galvalume est obtenu par immersion de la bande d'acier dans un bain contenant 55 % (en poids) d'aluminium [Rangarajan, 1989]. L'opération s'effectue à une température plus élevée (610° C environ). Dans ces conditions, il est nécessaire de limiter la réaction entre le fer et l'aluminium par l'ajout de 1,5 % (en poids) de silicium. Il se forme alors un alliage Fe - Al - Si - Zn à l'interface acier - revêtement. Après refroidissement, le Galvalume présente une structure biphasée (une phase riche en zinc et une phase riche en aluminium) et une couche interfaciale notable (figure 11). Des aiguilles de silicium sont aussi observées. Ce revêtement a une très bonne résistance à la corrosion mais la protection cathodique des tranches cisailées n'est plus assurée. Son aspect de surface est très lisse avec un « fleurage » régulier. Sa formabilité est assez bonne malgré la couche d'alliage interfacial qui a tendance à fissurer.

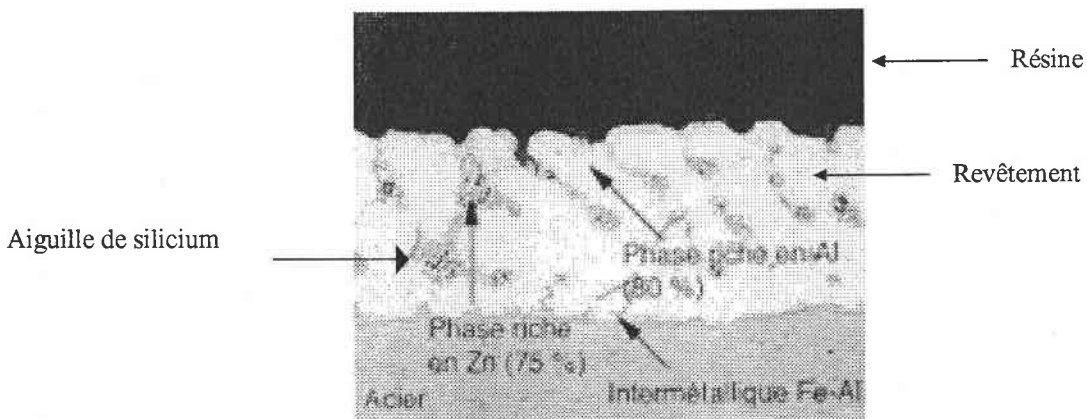


Figure 11 : Galvalume, Coupe micrographique (\*1000) attaque finkeldey

D - 3. Leur déformation

Les déformations que doit subir une pièce sont imposées par sa fonctionnalité. En général, pièces et procédés de fabrication sont conçus de façon à ce que le substrat puisse accommoder la déformation



par écoulement plastique stable sans striction ni rupture. Le revêtement peut alors soit accommoder la déformation plastique lui aussi, par glissement ou maclage, soit se fissurer [Partridge, 1967, Yoo, 1967, Wall, 1984, Idris, 1988].

Du fait de la grande anisotropie du zinc, son comportement en déformation est lié tout particulièrement à sa texture. D'après un récapitulatif des résultats sur la ductilité des couches galvanisées à chaud [Lazik, 1997], il apparaît que la texture basale prédomine, en général, dans les revêtements galvanisés à chaud. Après différents essais (traction, déformation biaxiale ...), les revêtements sont fissurés et le matériau localisé à proximité des fissures ne présente, en général, pas de déformation. Les études de microstructures ont montré que la fissuration peut être attribuée partiellement à la fissuration des phases intermétalliques. Pour de nombreux revêtements, Rangarajan, (1990) a observé que l'intensité de la fissuration est modifiée par la taille des grains et l'intensité de la texture. La déformation dépend en grande partie des essais de déformation utilisés ; un pliage à 180° entraîne une fissuration intragranulaire accompagnée de maclage alors que l'essai de traction provoquera une fissuration intergranulaire [Madea, 1996]. Pour les revêtements de zinc dont les plans de base sont orientés parallèlement à la direction de la contrainte, la fissuration s'observe dans des zones regroupant plusieurs grains [Schaffer, 1990]. Il s'avère donc, compte tenu de l'état de contraintes macroscopiques, que la fissuration n'est pas seulement liée à la texture des revêtements, mais qu'elle dépend aussi des désorientations locales de grains et de la résistance intrinsèque des joints de grains. Le revêtement Galfan présente un bon comportement en déformation. Une légère fissuration intergranulaire ou intragranulaire est observée après des essais de traction et d'emboutissage profond. Wall, Spittle et Jones [Wall, 1984] associent ce fait à la petite quantité de phase cubique centrée (phase riche en aluminium) coexistant dans le Galfan avec la phase hexagonale majoritaire, qui permet une déformation plus importante.

## E. La galvanisation

---

### E.1. Principe du procédé

La tôle d'acier galvanisée est un produit plat en acier non allié ou faiblement allié, laminé à chaud ou à froid, recouvert d'une couche de zinc par immersion dans un bain de zinc en fusion. Le poids de la couche déposée (son épaisseur) est réglé par la température du bain et par le temps d'immersion de la tôle dans ce bain.



Le procédé de galvanisation en continu combine en une seule étape, le recuit continu de recristallisation de la bande d'acier laminée à froid et son immersion dans un bain de métal fondu. Les lignes de galvanisation sont des installations imposantes. La bande d'acier défile sans arrêt, en continu, dans les zones de traitement. Un exemple d'installation est schématisé à la figure 12. La figure 13 détaille le principe de la zone d'élaboration du revêtement.

Un revêtement de galvanisation à chaud assure, grâce au recouvrement de l'acier par le zinc, une double protection [Quantin, 1994] :

- physico-chimique : effet barrière isolant l'acier de l'atmosphère, cette barrière perdurant grâce à la formation de sels de zinc protecteurs ;
- électrochimique : due à l'effet de protection cathodique apporté par le zinc vis-à-vis du fer qui se fait sentir à l'aplomb des blessures de revêtement et des zones où l'acier est à nu (tranches).

Le revêtement galvanisé n'est pas un simple dépôt de zinc à la surface de l'acier comme pourrait l'être par exemple une peinture. Il s'agit réellement d'une réaction métallurgique de double diffusion entre le zinc et le fer. Cette diffusion conduit à la formation de couches d'alliages Fe - Zn, (composés intermétalliques). Le revêtement galvanisé est donc composé :

- d'une ou plusieurs couches de composés intermétalliques dépendant de la nature du bain (présence d'aluminium en particulier) et du procédé technologique ;
- d'une couche finale de zinc externe, zinc entraîné par capillarité lors du retrait de la pièce.

La formation d'intermétalliques est liée à la diffusion fer - zinc (cf. diagramme d'équilibre fer - zinc figure 14) et lorsqu'on plonge un élément en acier dans un bain de zinc en fusion, différents phénomènes se produisent de manière plus ou moins concomitante [Guttman, 1994] :

- le mouillage de l'acier par le zinc lié à la composition superficielle de l'acier, sa propreté, sa rugosité d'une part et aux caractéristiques du bain (composition et température) d'autre part ;
- une attaque du fer par le bain avec dissolution superficielle du substrat ;
- des réactions de diffusion conduisant à la formation d'alliages intermétalliques, dépendant du bain et des conditions opératoires (temps - température), de type Fe - Zn ou Fe - Al.

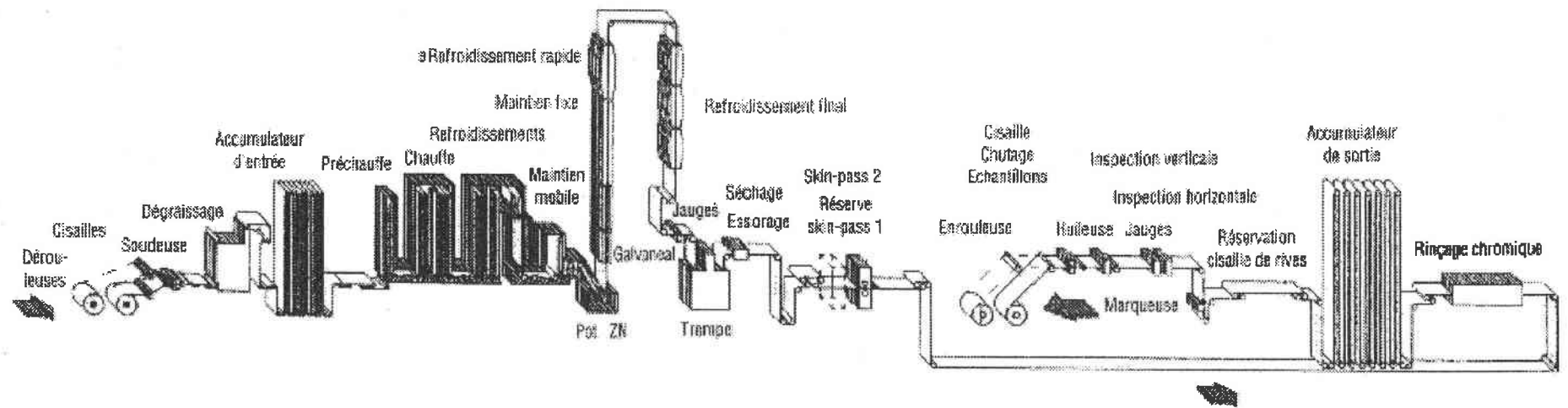


Figure 12 : procédé de galvanisation [François, 1994 cité dans Quantin, 1994]

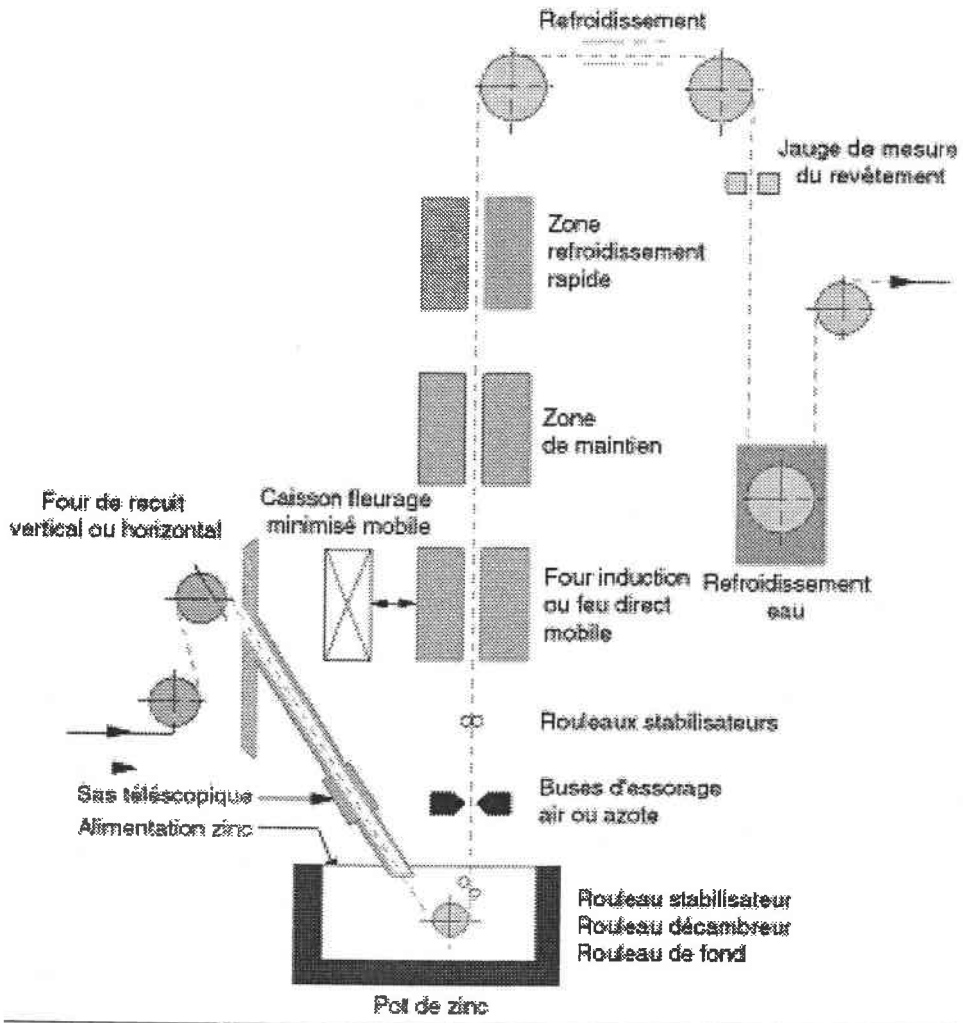


Figure 13 : schéma de principe de la zone d'élaboration du revêtement par galvanisation à chaud.

## E - 2. Les couches intermétalliques

La formation de ces couches résulte de deux facteurs :

- a) Un facteur thermodynamique : le diagramme d'équilibre Fe – Zn (figure 14) donne les possibilités de combinaison des deux éléments. On identifie : pour un bain de zinc pur, les phases gamma  $\Gamma$ , delta  $\delta$ , zêta  $\zeta$  et êta  $\eta$  (figure 15)

Divers auteurs [Dreulle, 1985, Kubasschewki, 1986 cité dans Mataigne 1994, Marder, 1990, Gutmann, 1994, Jordan, 1997] ont présenté différentes variantes de ce diagramme de phase avec une ou deux phases  $\Gamma$ , deux phases  $\delta_1$  [compacte ( $\delta_{1K}$ , coté  $\Gamma$ ) et palissade ( $\delta_{1P}$ , coté  $\zeta$ )], etc. Sur un revêtement du type de celui de la figure 15 on distingue successivement plusieurs phases dont les caractéristiques essentielles sont résumées dans le tableau 1. D'après les expériences de Guttmann, 1994 il est maintenant admis qu'à haute température, (620 – 672 °C) la phase  $\delta$  ne se distingue pas de la phase  $\delta_1$  et qu'une seule phase  $\delta_1$  existe dans le système Fe – Zn, ses deux variantes  $\delta_{1P}$  et  $\delta_{1K}$  ayant des compositions et des morphologies différentes mais gardant le même réseau cristallographique [Bastin, 1976].

- b) Un facteur cinétique, déterminé par deux processus : les réactions chimiques aux interfaces solide – liquide et solide – solide et la diffusion dans le liquide et dans le solide. Ces processus sont essentiellement fonction de la chimie du bain, de la mouillabilité de l'acier par le bain, de la température du bain et de la durée du contact solide - liquide.

Les analyses métallographiques réalisées par divers chercheurs se résument de la manière suivante :

- $\Gamma$  toujours très fine et difficile à visualiser ;
- $\delta_1$  composée de deux couches de mêmes caractéristiques physiques mais se différenciant par leur structure métallographique [Nishimoto, 1986] :
  - $\delta_{1K}$  couche continue fine ;
  - $\delta_{1P}$  couche plus épaisse à l'aspect microfissuré (au total 15 à 20 % de l'épaisseur du revêtement).
- $\zeta$  sous forme de bâtonnets perpendiculaires au substrat. Cette phase peut constituer jusqu'à 50 % du revêtement ;
- $\eta$  zinc, saturé en fer, entraîné lors du retrait de la bande à la sortie du bain.

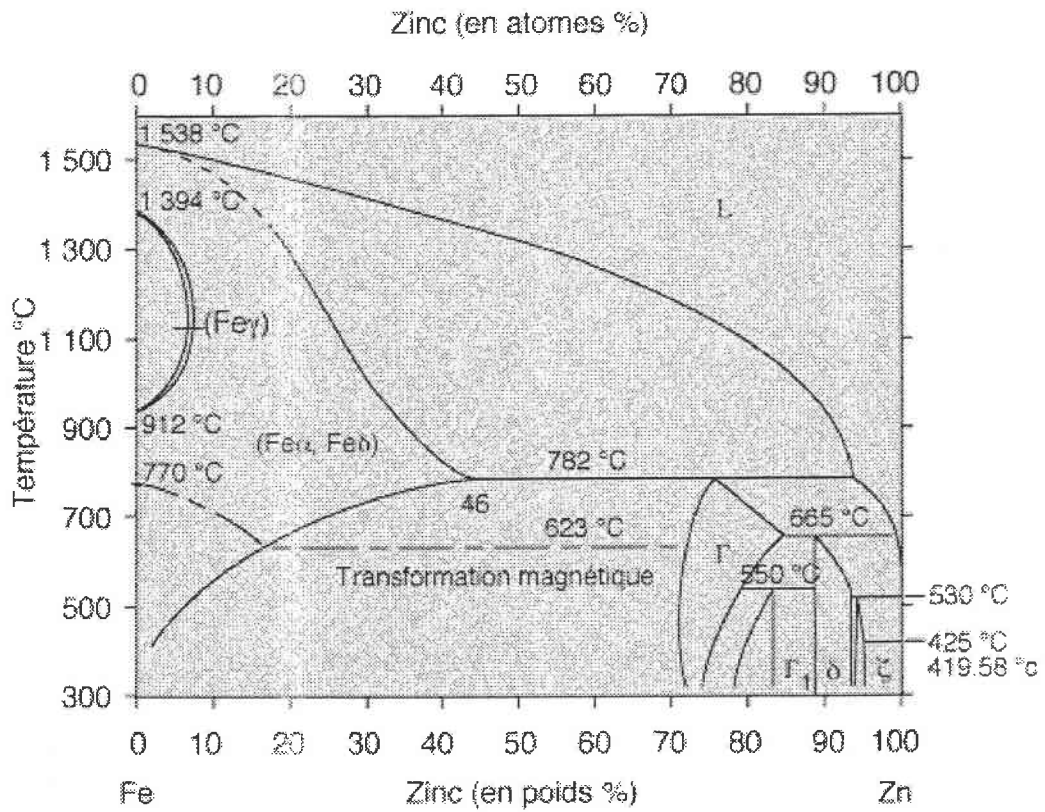


Figure 14 : diagramme d'équilibre du système fer - zinc [Kubaschewki, 1986]

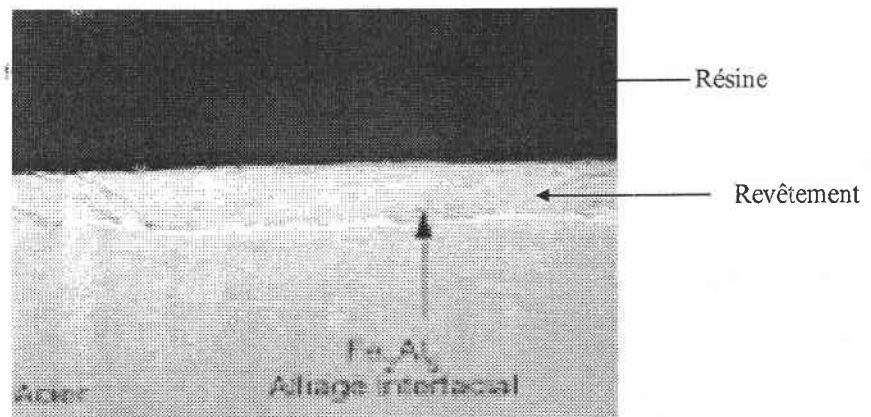


Figure 15 : les différentes phases intermétalliques [Kubaschewki, 1986] Coupe micrographique (\*1000) attaque de Finkeldey.

Caractéristiques des phases de Fe - Zn					
Phase	Composé	Fer % en masse	Système cristallin	Densité	Dureté Vickers HV
Êta ( $\eta$ )	Zn	$\leq 0.03$	Hexagonal : a = 0.266 nm, c = 0.595 nm	7.14	37
Dzêta ( $\zeta$ )	Fe Zn <sub>13</sub>	5 à 6	Monoclinique : a = 1.365 nm, b = 0.761 nm, c = 0.51 nm $\beta = 128^\circ 44$	7.18	270
Delta ( $\delta_1$ )	FeZn <sub>7</sub>	7 à 12	Hexagonal : a = 1.28 nm, c = 5.76 nm	7.25	450 à 550
Gamma ( $\Gamma$ )	FeZn <sub>3</sub> FeZn <sub>10</sub> FeZn <sub>21</sub>	21 à 28	Cubique : a = 0.9 nm	7.36	510 à 550

Tableau 1 : différentes phases intermétalliques [Mataigne, 1994].

On note que les alliages Fe – Zn sont d'une grande dureté par rapport à l'acier de base (150 HV). Cela peut conférer au revêtement des propriétés particulières. Mais cette dureté s'accompagne d'une fragilité certaine et, lors du refroidissement du produit galvanisé ou ultérieurement lors de la mise en œuvre, des contraintes internes, voire des fissures, peuvent apparaître dans la couche d'alliage [Gupta, 1984].

Notons qu'à 450°C, la diffusion du zinc dans le fer est négligeable tandis que le fer se dissout et diffuse facilement dans le zinc fondu [Jordan, 1997]. Ces différentes phases intermétalliques influencent la liaison entre l'acier et le zinc et influencent donc le comportement lors de la déformation. L'épaisseur des phases intermétalliques dépend de la diffusion du fer dans la couche de zinc et vice et versa. Elle est fonction de la composition du substrat, de la température du bain, du temps d'immersion ainsi que des éléments d'addition.

De nombreuses recherches font état de microfissures présentes dans les revêtements après la galvanisation à chaud [Makimatilla, 1984 cité dans Rangarajan, 1990, Deits, 1990]. Les microfissures dans les couches galvanisées peuvent se former à partir de fissures observées dans l'interface zinc - fer

[Stevenson, 1985, He, 1993,]. Une mesure de dureté et une mesure de la longueur totale de la fissure ont montré que la phase delta est la plus dure [Foct, 1993] et qu'elle est responsable de la décohésion pendant la déformation [Chang, 1990] dans les aciers galvanisés au trempé.

### E - 3. Les paramètres influents du bain de zinc,

#### *E - 3 - a. Composition de l'acier*

L'élément le plus connu est le silicium. Il a aussi été montré que le phosphore a un effet similaire et que l'effet des deux éléments est cumulatif. Ils conduisent à la formation de couches de galvanisation très épaisses avec une structure de phases à grains fins non stratifiée. On l'appelle l'effet Sandelin. Pour cet effet, le lecteur se reportera à la littérature [Quantin, 1994]. Il est à noter que l'effet de ces éléments n'est notable qu'à l'état non lié. A l'état oxydé (par exemple au cours d'un traitement thermique), il n'y a pas d'effet Sandelin. Mais si une rayure blesse la couche oxydée, à l'aplomb de la blessure la réaction Fe - Zn sera très forte. Dans le domaine de la galvanisation en continu des tôles qui nous intéresse, en dehors de l'effet Sandelin (en général inexistant du fait de l'oxydation interne et / ou des bas taux de Si et des courtes durées de contact), des effets localisés de réactivité très forte avec des buissons d'alliage Fe - Zn en phase  $\zeta$  liés à des phénomènes de joints de grains ou d'oxydes superficiels ont été observés [Hisamatsu, 1989]. L'effet des éléments d'addition et de la texture du substrat sur la formation et la rupture de la couche d'inhibition (Fe - Al) reste toujours une question ouverte.

#### *E - 3 - b. La température du bain*

L'effet de la température du bain sur la réactivité est plus ou moins notable suivant la nature de l'acier [Quantin, 1994]. En général, on constate une croissance quasi linéaire de la réactivité entre 420 et 480 °C, puis en accélération plus ou moins nette vers 500 - 520 °C pour la galvanisation au trempé. La température du bain en galvanisation continue est, en règle générale, la plus basse possible.

#### *E - 3 - c. Les éléments d'alliages du zinc*

Les propriétés d'un matériau dépendent de l'organisation atomique, de la taille des grains ou des sous-grains, de l'existence et de la distribution des phases. Cette microstructure est liée tant à la présence d'éléments d'alliages dans le métal, qu'à l'ensemble des traitements thermomécaniques ou simplement thermiques qu'il a subis. La résistance mécanique peut donc être accrue par la consolidation des réseaux cristallins par diverses techniques, notamment l'utilisation d'éléments d'alliages qui entrent en solution dans le réseau hexagonal de zinc et accroissent sa résistance en augmentant les entraves aux mouvements des dislocations. En fait, les très faibles solubilités de la plupart des éléments dans le zinc



solide rendraient illusoire une telle consolidation, si l'action conjuguée de traitements thermomécaniques (au cours du laminage, du tréfilage etc.) ne consolidait pas ces frontières. Cette consolidation est effectuée en provoquant la formation d'une sous-structure formée d'imperfections sur lesquelles viennent s'accumuler les éléments en solution [Habraken, 1978].

Les éléments d'alliage peuvent aussi intervenir dans les composés intermétalliques existants ou provoquer l'apparition de nouvelles phases riches en d'autres éléments qui, à nouveau, en liaison avec les traitements thermomécaniques de laminage, tréfilage... conduisent à des caractéristiques améliorées [Habraken, 1978].

#### *E - 3 - c - 1. L'aluminium*

L'exigence simultanée de résistance à la corrosion et à l'oxydation à haute température a favorisé la mise au point de revêtements alliés zinc - aluminium. L'aluminium diminue l'oxydation superficielle du bain de zinc et entraîne ainsi une augmentation de la brillance du revêtement. Le revêtement zinc - aluminium présente les caractéristiques suivantes :

- bonne durabilité en atmosphère marine et industrielle ;
- résistance à l'oxydation à haute température : aucune dégradation jusqu'à 315°C ;
- bon pouvoir réfléchissant de la chaleur et de la lumière ;
- absence de corrosion sous-jacente à partir des zones où l'acier a été mis à nu, par cisailage par exemple (protection cathodique).

De plus, l'aluminium est destiné à ralentir la réaction fer - zinc et de cette manière, à empêcher, dans le cas des durées d'immersion courtes, la formation des composés intermétalliques fer - zinc fragiles [Baril, 1999]. En effet, leur croissance rendrait le produit impropre à toute utilisation de pliage ou d'emboutissage [Buscarlet, 1987, Guttman, 1994, Lin, 1997]. De plus, l'addition d'aluminium dans le zinc, en teneur même inférieure à 0.5 % (en poids), provoque l'augmentation de la ductilité de ce métal par suite de l'affinage des grains dans le processus de solidification [Dreulle, 1985] et par l'augmentation de la densité en dislocations basales, les plus mobiles dans le zinc (système de déformation principal).

A l'état liquide, il y a miscibilité totale des deux métaux. A l'état solide, le système est biphasé avec absence de composés intermétalliques (figure 16) ; les deux phases sont  $\alpha$  (solution solide de zinc riche en aluminium) et  $\beta$  (solution solide d'aluminium riche en zinc). On constate la présence d'un eutectique à la teneur en aluminium de 5 % (poids). A la température ambiante, la solubilité de l'aluminium est de 0.05 % (en poids) dans le zinc [Dreulle, 1985, Quantin, 1994].

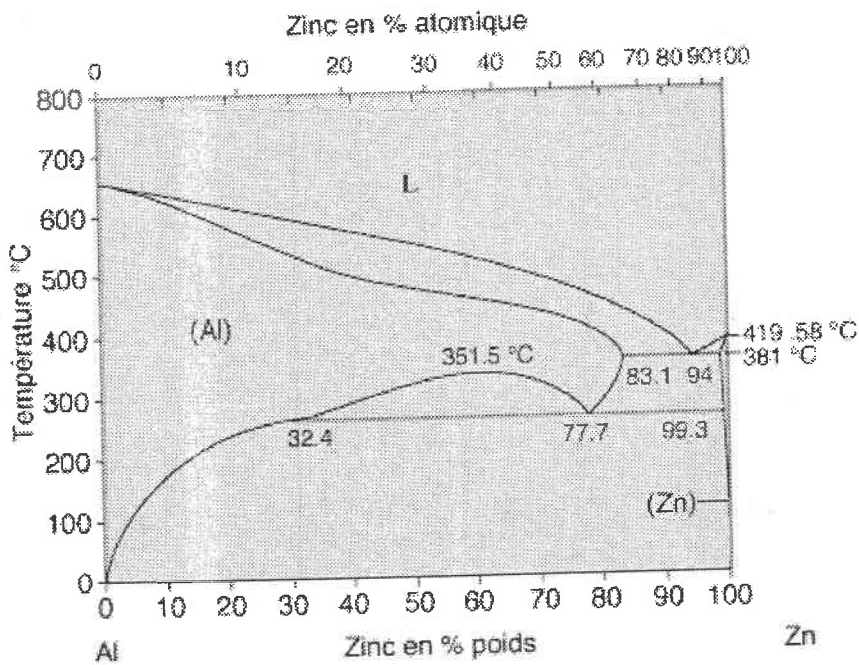


Figure 16 : diagramme d'équilibre du système zinc - aluminium, [ASM, 1992]

Lors de la galvanisation de l'acier dans un bain zinc - aluminium, la dissolution du fer dans le bain va se traduire par l'existence locale d'un alliage ternaire Zn - Fe - Al [Baril, 1999].

On constate sur la figure 17 que :

- Il existe un grand nombre de composés intermétalliques Fe - Al dont la formation est liée à la grande affinité entre le fer et l'aluminium ;
- $Fe_2Al_5$  et  $FeAl_3$  peuvent contenir du zinc en solution solide en quantité notable (10 à 15 % en poids) ;
- La solubilité de l'aluminium dans les phases  $\Gamma$  et  $\zeta$  est faible, contrairement à la solubilité dans  $\delta_1$  ;
- La phase  $\delta$  (Fe - Zn) n'existant qu'au-dessous de 600°C, aurait sa température d'apparition abaissée vers 500 °C en présence d'aluminium.

L'aluminium est un élément d'alliage essentiel pour les revêtements galvanisés à chaud. Pour des teneurs inférieures à 0.005%, il n'y a pas d'influence de l'aluminium sur la réaction Fe - Zn. Mais, ajouté au bain en faibles quantités (0.005 à 0.02 % - en poids), il forme une fine couche continue d'alumine,  $Al_2O_3$  sur la surface de la couche solidifiée, ce qui donne au revêtement un aspect plus brillant et une meilleure résistance à la corrosion (amélioration légère).

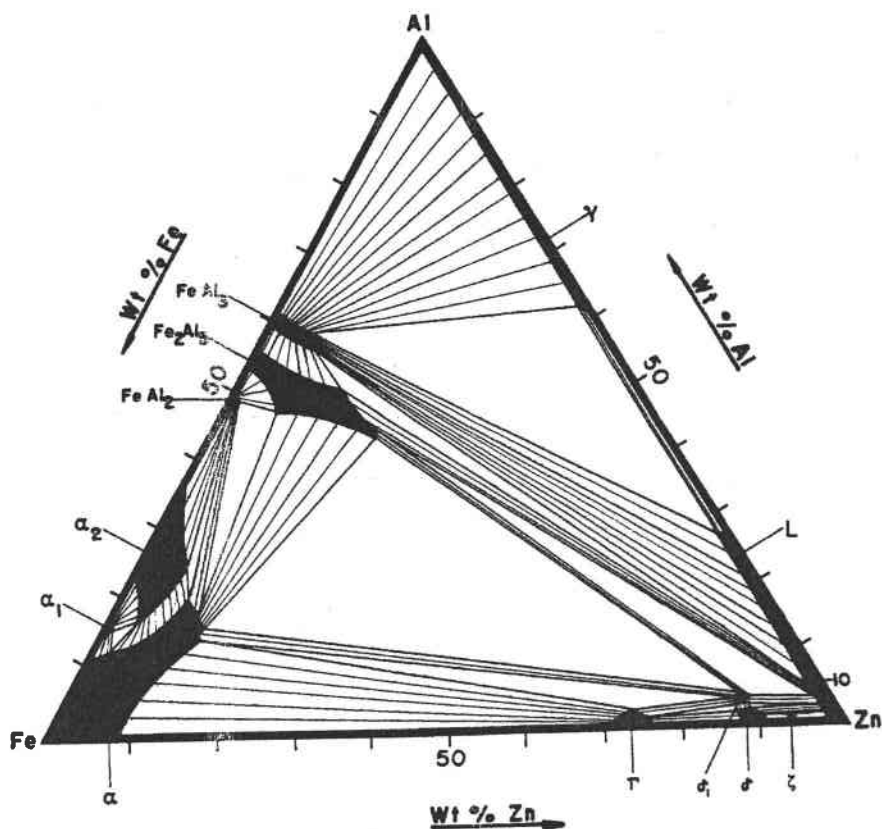


Figure 17 : coupe isotherme à 500°C du diagramme ternaire Al - Fe - Zn [Dreulle, 1985]

Par contre, si le bain contient plus de 0.1 à 0.3 % d'aluminium en poids, on observe une diminution de l'épaisseur de la couche d'intermétalliques fer - zinc [Haughton, 1953, Heurtaux, 1986] en raison de la plus grande affinité du fer pour l'aluminium que pour le zinc. Les phases intermétalliques correspondantes sont donc des alliages ternaires Zn - Fe - Al [Dreulle, 1985]. En fait, la composition exacte dépend de la teneur en aluminium en solution dans le bain (Al actif) et du degré de réaction [Guttman, 1994]. La composition exacte de cette couche est encore largement discutée ; elle a été successivement identifiée comme étant  $\text{FeAl}_3$  [Bablik, 1950 cité dans Lazik 1995],  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  [Horstmann, 1978, Borzillo, 1969 cité dans Guttman, 1994], un mélange de ces deux,  $\text{Fe}_2\text{Al}_4\text{Zn}$  [Urednicek, 1973 cité dans Guttman, 1994] ou un composé ternaire Fe - Zn - Al de composition non-précisée [Ghuman, 1973 cité dans Guttman, 1994]. L'épaisseur de la couche d'intermétalliques obtenue avec un bain contenant de l'aluminium ne dépend pas de la teneur en plomb (jusqu'à 2 % Pb en poids) [Fasoyinu, 1990].

La couche à l'interface, appelée couche d'inhibition, retarde la formation des phases zinc - fer par le simple fait qu'elle utilise, pour sa propre formation, tout le fer dissout dans le bain au début de la réaction fer - aluminium [Dreulle, 1985, Guttman, 1994, Lin, 1997]. Elle empêche aussi la diffusion

du zinc dans le fer ( $Zn \rightarrow Fe$ ) et / ou la diffusion du fer vers le zinc ( $Fe \rightarrow Zn$ ). On observe ainsi un enrichissement en aluminium à l'interface acier / zinc. En associant cet enrichissement avec une couche d'alliage très fine, il produit une adhérence particulièrement bonne du zinc [Warnecke, 1990]. Cependant à partir du moment où la couche d'inhibition est saturée en fer, elle se dégrade, ce qui entraîne rapidement sa rupture et la formation non uniforme de phases intermétalliques fer - zinc. Etant donné que les revêtements ont, dans ces conditions, de mauvaises caractéristiques mécaniques, il est important de garder la durée d'immersion de la tôle dans le bain inférieure à celle nécessaire à la formation d'une couche d'inhibition complète.

#### *E - 3 - c - 2. Le plomb*

En galvanisation, le bain peut contenir du plomb à des teneurs variant suivant les lignes de 0 à 0.07 % (en poids). Le plomb est responsable, à partir d'une teneur de l'ordre de 0.018%, de l'aspect solidification avec fleurage auquel certains secteurs d'utilisation sont très attachés (bâtiment par exemple) [Buscarlet, 1987, Fasoyinu, 1990]. Le plomb n'est pas vraiment un élément d'addition, c'est plutôt une impureté qui accompagne le zinc dès le minerai (cela dépend bien évidemment de sa teneur). Il est pratiquement insoluble dans le zinc solide ; même à 450°C, il n'influence pratiquement pas la réaction Zn - Fe (la limite de solubilité du plomb dans le zinc liquide est de 1.2 %). Le plomb forme des précipités aux joints de grains du zinc ; il se distribue de manière aléatoire dans la couche de zinc, soit de façon isolée, soit en amas de particules, mais ces particules sont concentrées à la surface extérieure [Jaffrey, 1980]. La croissance exagérée des cristaux de zinc lors de la solidification peut être supprimée si le bain ne contient pas de plomb [Warnecke, 1990]. Une réduction de la teneur en plomb du bain de galvanisation entraîne une microstructure plus uniforme avec des grains plus petits [Warnecke, 1990]. Cameron et Harvey, 1967 ont proposé l'interprétation qu'une addition marquée de plomb dans le bain de zinc, réduit le nombre de germes effectifs dans le métal liquide, ce qui conduit à des grains de plus grande taille dans le revêtement solidifié.

Le rôle du plomb, dans les bains de galvanisation est d'améliorer la mouillabilité de l'acier par le zinc [Buscarlet, 1987]. Combiné avec de l'étain, le plomb entraîne l'apparition d'un aspect de fleurage du revêtement.

Dans le cas des applications automobiles, les inconvénients en corrosion et surtout en corrosion intergranulaire liés à la présence du plomb sont tels que de plus en plus l'industrie tend à réduire, voire complètement supprimer cette addition. A ces raisons s'ajoutent des motifs écologiques liés à la toxicité du plomb.

#### *E - 3 - c - 3. Le fer*

Il provient de l'attaque de l'acier par le zinc. Sa limite de solubilité à 450°C est égale à 0.03%. L'excès de fer précipite sous forme d'intermétalliques Zn - Fe (mattes) dans le bain. Le fer dans les alliages de zinc n'a pas d'effets fâcheux sur les caractéristiques mécaniques ; il peut seulement provoquer des difficultés à l'usinage ou au cours des opérations de polissage [Lèbre, 1978].

#### *E - 3 - c - 4. L'étain - cadmium*

Ces deux éléments se retrouvent dans les bains de galvanisation lors de l'utilisation de zinc de deuxième fusion. Cette utilisation est certes économique ; elle engendre néanmoins des problèmes de pollution. Ces éléments améliorent le pouvoir mouillant et augmentent le fleurage. L'étain tout comme le cadmium ont surtout un effet détrimental dû au fait qu'ils limitent la réaction Fe - Zn. L'étain et le cadmium, comme le plomb, sont responsables d'un phénomène de corrosion intergranulaire, dû à leur présence dans les joints de grains où ils ségrègent, ces éléments étant très peu solubles dans le zinc [Farge, 1966]. La corrosion intergranulaire se manifeste par une chute rapide des caractéristiques mécaniques et l'apparition d'une fragilité qui rend ces éléments d'alliages indésirables dans les bains de galvanisation en continu [Lèbre, 1978].

#### *E - 3 - c - 5. Le cuivre*

La solubilité du cuivre dans le zinc à la température de fusion de celui-ci n'atteint pas 3 % en poids et elle tombe à 0.3 % à la température ambiante. De plus, comme le cuivre n'a pas le même effet salutaire que l'aluminium sur l'agressivité du zinc vis - à - vis du fer, il n'est jamais ajouté seul. Son intérêt réside dans le fait qu'il retarde l'influence des impuretés qui provoquent une corrosion fissurante (plomb, cadmium, et étain). Cet élément n'influence pas la réaction fer - zinc.

#### *E - 3 - c - 6. Le magnésium*

Comme le cuivre, le magnésium a été ajouté à l'origine pour lutter contre les effets néfastes des impuretés qui causaient la corrosion fissurante, mais cet élément joue aussi un rôle très important de durcisseur de l'alliage dont il améliore la charge de rupture et la dureté. Par ailleurs, aux faibles teneurs, il abaisse le seuil de fragilisation de l'alliage aux basses températures. Enfin, à très forte teneur, le magnésium est susceptible de provoquer de la fragilité à chaud.

#### *E - 3 - c - 7. L'antimoine*

Pour conserver un aspect de fleurage tout en réduisant l'addition de plomb, afin de réduire les inconvénients de corrosion intergranulaire, l'antimoine se pose en élément de substitution du plomb, à des teneurs du même ordre de grandeur que le plomb [Buscarlet, 1987]. Cet élément se comporte d'une manière comparable au plomb, il forme aussi des précipités aux joints de grains et provoque une croissance de taille de grains [Fasoyinu, 1990].

*E - 3 - c - 8. Le manganèse, le nickel*

Ce sont des éléments qui sont ajoutés au bain de zinc pour pallier les influences néfastes d'une forte teneur en Si de l'acier [Foct, 1993]. Ceci est vrai essentiellement dans la galvanisation au trempé.

E - 4. Le skin - pass

*E - 4 - a. But du skin - pass*

Le skin - pass est un procédé de laminage, à chaud ou à froid sous traction, qui consiste à déformer une tôle d'un taux de réduction en épaisseur inférieur à 5%. Quand l'allongement est supérieur à cette valeur, il s'agit alors de l'opération dite de double réduction, qui est un véritable laminage à froid (figure 18). Le skin - pass est présent sur quasiment toutes les lignes de galvanisation. Il est effectué après la galvanisation et le refroidissement de la tôle. Dans notre étude, il s'agit d'un laminage à froid ( $T < 50^{\circ}\text{C}$ ) de l'acier revêtu avec un taux de réduction compris entre 0.5 et 2 %. Un skin - pass supérieur dégrade les caractéristiques mécaniques du substrat.

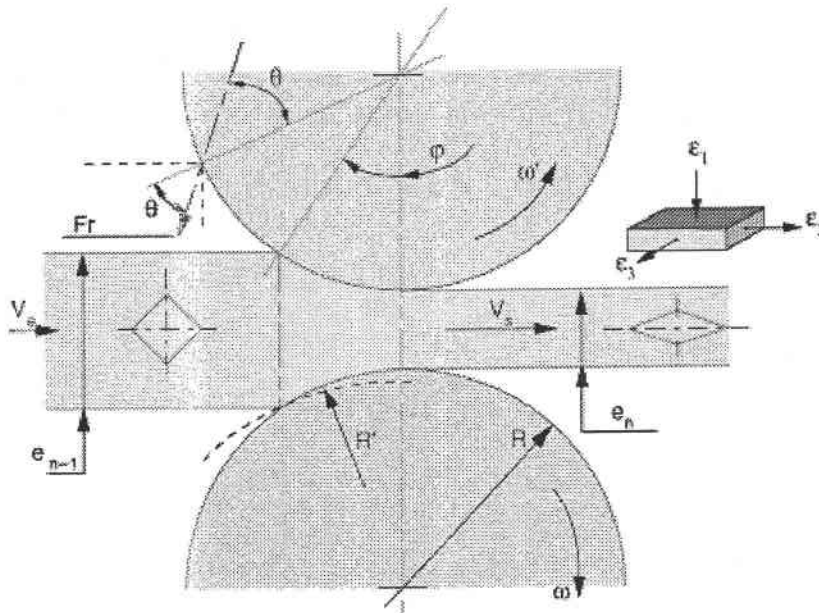


Figure 18 : schéma du laminage qui représente aussi celui du skin - pass dans le cas particulier d'une finition avec  $\Delta h/h$  petit [Le Bon, 1994 cité dans Quantin, 1994]

Jusqu'aux années 1980, l'opération de skin - pass, considérée comme une opération de finition des tôles minces, était mise en œuvre de manière empirique de façon à satisfaire quatre exigences [Bush - Milosevic, 1992] :

- donner une meilleure planéité à la bande,



- supprimer le palier de la courbe de traction de l'acier : afin d'éviter qu'apparaissent des vermiculures lors du formage de la tôle [Jutteau, 1982].
- imprimer une rugosité définie par les utilisateurs,
- permettre une réactivité adéquate de la tôle.

Ces objectifs sont directement liés à la qualité du revêtement. Mais le skin - pass n'a jamais fait l'objet d'une recherche détaillée notamment pour son influence sur l'amélioration de la résistance à la fissuration. Notre étude envisage le skin - pass et plus particulièrement le taux de déformation caractérisant cette opération, comme moyen d'obtenir une optimisation réelle de la résistance à la fissuration.

La diversité des nuances de tôles (aciers à haute limite d'élasticité, aciers sans interstitiels, aciers à très bas carbone, tôles revêtues aptes à l'emboutissage profond) et l'évolution du fer blanc vers une diminution d'épaisseur, se sont accompagnées du besoin d'automatisation de l'opération de skin - pass et de l'obtention de propriétés plus régulières [Houyoux, 1997].

La mise en forme à froid [Montheillet, 1996] signifie une mise en forme à température ambiante, ce qui veut dire que le matériau n'est pas chauffé volontairement, ni avant, ni après l'opération de mise en forme. La déformation plastique peut toutefois engendrer un échauffement considérable par dissipation, sous forme de chaleur, de la plus grande partie de l'énergie mise en jeu. L'accroissement de température peut parfois atteindre une centaine de degrés, notamment dans les procédés de mise en forme à grande vitesse. Il est préférable de se référer au paramètre  $T/T_f$ , appelé température homologue de la déformation,  $T$  désigne la température absolue du matériau et  $T_f$ , la température absolue de fusion commençante, exprimées en Kelvin.

⇒ Lorsque  $T/T_f < 0.3$  : domaine de déformation à froid.

⇒ Lorsque  $T/T_f > 0.5$  : domaine de déformation à chaud.

⇒ Enfin, dans l'intervalle  $0.3 < T/T_f < 0.5$ , on observe une combinaison des deux types de mécanismes. Cette gamme de température, relativement peu utilisée, est celle de la déformation à tiède ou à mi - chaud.

Le tableau 2 reprend les températures correspondant à  $0,3 T_f$  et  $0,5 T_f$  de certains matériaux hexagonaux.

Métal	0.3 T <sub>f</sub>	0.5 T <sub>f</sub>	T <sub>f</sub>
Zn	- 65 °C	73 °C	419 °C
Mg	4 °C	188 °C	650 °C
Ti	309 °C	697 °C	1668 °C
T <sub>f</sub> température de fusion en °C			

Tableau 2 : températures (°C) correspondant aux limites conventionnelles supérieures de la déformation à froid (0.3 T<sub>f</sub>) et inférieures de la déformation à chaud (0.5 T<sub>f</sub>), exprimées en degré celsius, pour quelques matériaux hexagonaux.

Remarque : les expressions 0.3 T<sub>f</sub> et 0.5 T<sub>f</sub> doivent être calculées en Kelvin. Elles peuvent être éventuellement converties ensuite (et pas avant calcul) en degrés Celsius.

#### E - 4 - b. Effet des actionneurs du skin - pass

##### *E - 4 - b - 1. Lubrification*

Le skin - pass peut être effectué avec ou sans lubrification [Fleder, 1996].

Parmi les techniques permettant de maîtriser le frottement, l'adhérence et l'usure entre deux corps, la lubrification est sûrement la plus courante et la plus anciennement pratiquée [Bush - Milosevic, 1998]. Elle consiste à intercaler entre deux corps, un troisième corps de faible cisson (propre à minimiser le frottement) et/ou de contrainte de rupture faible (propre à minimiser l'adhésion).

La présence de lubrifiant dans l'emprise (skin - pass dit humide) va surtout jouer par son effet sur l'allongement et, à allongement constant, sur l'effort de skin - pass. En outre, le lubrifiant dont une partie reste piégée dans l'emprise, au fond des aspérités du cylindre, interdit en général un transfert total de matière et / ou de rugosité des cylindres [Pawelski, 1994 cité dans Bush - Milosevic, 1998].

##### *E - 4 - b - 2. La vitesse de laminage*

L'effet de la vitesse de laminage est assez complexe. La vitesse de laminage modifie la limite d'élasticité du produit laminé par le biais de la vitesse de déformation. Elle modifie aussi le frottement dans l'emprise, notamment dans le cas du skin - pass humide. Les résultats publiés suggèrent néanmoins que l'effet de la vitesse est en définitive faible, voire négligeable [Jutteau, 1982].



*E - 4 - b - 3. Le diamètre des cylindres de laminoirs*

A taux d'allongement équivalent, l'augmentation du diamètre des cylindres de travail améliore le taux de transfert de la rugosité [Biausser, 1987 cité dans Bush - Milosevic, 1992 , Stevenson, 1985]. Il est classique d'attribuer cet effet à l'augmentation concomitante du taux de compression due au laminage, même si la pertinence de cette interprétation est limitée, compte tenu de la complexité de l'état mécanique du métal dans l'emprise. Ce paramètre est également susceptible de modifier la texture de cisaillement du matériau (via le rapport  $l/h$ ) [Kröl, 1985].

*E - 4 - b - 4. La tôle d'acier*

En ce qui concerne la limite d'élasticité, Stevenson (1985) mentionne une augmentation du transfert si la tôle est plus dure. En effet, un acier plus dur nécessite en général un allongement plus grand pour effacer le palier qui est alors plus important. Les résultats disponibles suggèrent que ce paramètre a peu d'effet lorsqu'on exprime le transfert en fonction de l'allongement dans le cas du skin - pass humide.

*E - 4 - b - 5. Epaisseur de la tôle*

Il s'agit du paramètre le plus important car il détermine la longueur de l'arc de contact, l'effort de laminage, donc le rayon déformé. Toutefois, l'influence de l'épaisseur de la tôle est très difficile à étudier. Cependant les résultats publiés suggèrent que le transfert est meilleur, à allongement donné, sur une bande plus mince [Biausser, 1987, Stephenson, 1985, Pankin, 1968].

E - 5. Bilan sur la galvanisation

L'importance de plus en plus grande que prend la galvanisation dans de très nombreux domaines d'utilisation est incontestablement due au fait que la galvanisation est le procédé de traitement de surface offrant le meilleur rapport qualité/prix. Une caractéristique importante de la tôle galvanisée en continu est de résister à la corrosion non seulement sur les faces recouvertes de zinc mais aussi sur les zones où l'acier a été mis à nu (tranches cisillées et griffes, par exemple).

La qualité d'une galvanisation dépend des opérations préliminaires de préparation de surface des tôles d'acier, l'état de surface étant extrêmement important sur la prise de zinc résultant du contact fer - zinc. Elle dépend aussi d'un nombre appréciable de facteurs tels que :

- la température du bain de galvanisation ;
- la mouillabilité de la tôle par le bain liquide ;
- la durée d'immersion ;

- la vitesse de retrait des pièces ;
- la composition du bain de galvanisation ;
- le refroidissement suivant le retrait ;
- la nature de l'acier à galvaniser.

Un certain nombre de paramètres plus physiques ont également une influence non négligeable ; ils sont brièvement examinés au paragraphe suivant.

## F. Autres paramètres influents

---

### F - 1. Energie de surface

La taille des fleurs dépend aussi de la tension de surface des éléments d'addition : elle diminue lorsque la tension de surface des éléments d'alliages présents dans le bain augmente, cf. Tableau 3 paragraphe F2c. Donc, de très grandes fleurs sont obtenues avec des éléments tels que le Bismuth, l'Antimoine et le Plomb (faible tension de surface). En effet, les fleurs se forment par croissance de dendrites à partir d'un germe se trouvant dans le zinc liquide. Comme les éléments d'alliage, qui ont une limite de solubilité dans le zinc solide relativement faible, sont concentrés aux alentours de la pointe de la dendrite, ils diminuent le rayon de courbure à la pointe de la dendrite et augmentent donc sa vitesse de croissance, produisant ainsi de très grands grains. L'orientation des plans de base de ces échantillons varie de 17 à 80° par rapport à la surface de l'échantillon. Ceci est en contradiction avec la direction de croissance du zinc (10.0). Fasoyinu (1990) suppose donc que les éléments d'alliage présents dans le liquide et la croissance dans la couche fine liquide peuvent modifier la direction de croissance des dendrites.

### F - 2. La solidification des dépôts de zinc

#### *F - 2 - a. Introduction*

La structure de solidification d'un revêtement peut varier de manière significative en fonction de la vitesse de refroidissement et de la composition du bain de galvanisation. Klang (1987) a identifié la croissance des dendrites dans la direction  $\langle 11.0 \rangle$  et Wall (1984) l'a supposée dans la direction  $\langle 00.1 \rangle$ . Toutefois, la direction de croissance privilégiée du zinc est la direction  $\langle 10.0 \rangle$  [Cameron, 1967, Klang, 1987, Mei, 1993, Akdeniz, 1994, Maeda, 1996]. En effet, la nature très anisotrope du zinc entraîne lors de la solidification une forte texture de fibre  $[00.1]$ .

### *F - 2 - b. Formation d'une texture*

L'orientation du plan basal par rapport à l'interface solide – liquide détermine la morphologie des alliages de zinc. Hulne (1954) et Audero (1973) (cités dans Akdeniz, 1994) ont montré que, lorsque le plan de base est parallèle à l'interface solide – liquide, des cellules régulières hexagonales se forment, alors que si la croissance a lieu le long d'une direction dans le plan de base, les cellules hexagonales sont beaucoup plus allongées et deviennent des lamelles parallèles au plan de base.

Les structures avec fleurage ou fleurage minimisé (taille de grains entre 1 et 10  $\mu\text{m}$ ) ont toujours une intensité de texture basale constante [Wall, 1984], tandis que pour des petits grains obtenus par le biais du procédé Heurtey (taille de grains 0.1  $\mu\text{m}$ ), la texture basale est plus marquée. La relation supposée entre la taille de grains et l'acuité de texture [Wall, 1984] a été démentie par les résultats de l'étude de plusieurs revêtements de zinc différents. En effet, Klang (1987) propose une explication selon laquelle, la texture basale se forme si la nucléation commence à l'interface Zn / air refroidi et qu'aucune texture ne se forme si la nucléation commence à l'interface Zn / Fe. Strutzenberger (1998) parle d'une nucléation hétérogène à l'interface Zn / Fe, mais ses hypothèses ne peuvent pas expliquer tous les résultats car la germination ne commence pas toujours à une interface. De plus, la solidification du cristal de zinc ne se fait pas toujours à la même vitesse à partir d'une interface [Fasoyinu, 1990]. Une autre théorie proposée par Spittle (1989) postule que l'acuité de la texture est déterminée par le degré de surfusion du film liquide avant la formation de germes cristallins de zinc. En tenant compte de la direction de croissance rapide  $\langle 10.0 \rangle$ , cette théorie propose aussi que l'accroissement du taux de croissance dans  $\langle 10.0 \rangle$  augmente avec la surfusion. Un modèle (Automates Cellulaires [Brown et Spittle, 1990]) fondé sur cette théorie, explique le rôle de la composition du bain et des conditions de procédé sur le développement de la texture. Cette théorie suppose que l'addition de plomb réduit le nombre de germes effectifs [Cameron, 1967] : elle est cependant en contradiction avec les résultats récents de Fasoyinu et Weinberg (1990).

### *F - 2 - c. Phénomène de surfusion*

La mesure de la surfusion, non seulement du bain mais aussi de la couche liquide avant solidification, à différentes vitesses de refroidissement, a montré que celle-ci est inférieure à  $1^\circ\text{C}$  [Fasoyinu, 1990]. Ce résultat a été confirmé par Strutzenberger (1998). La surfusion ne paraît donc pas déterminer directement la formation des fleurs. Ces résultats ont permis à Fasoyinu et Weinberg (1990) de proposer une nouvelle théorie qui explique l'apparition de fleurs. Le diamètre des fleurs ne dépend que des éléments d'alliage présents dans le bain. Il est lié à la tension de surface des éléments d'addition de l'alliage : la taille des fleurs diminue avec l'augmentation de la tension superficielle de vapeur des

éléments d'alliage. Wall et al. (1984) supposent que les fleurs dendritiques se forment à partir d'un germe. Les éléments d'addition de faible énergie d'interface et d'une solubilité très limitée à l'état solide (cas d'addition d'au moins 0.04% en poids de plomb ou de bismuth ou d'antimoine) sont très concentrés à la pointe de la dendrite. Ceci diminue le rayon de courbure au sommet de la dendrite et augmente ainsi la vitesse de croissance dendritique (figure 19). La vitesse élevée de croissance de la branche dendritique primaire produit de grands grains. L'ajout de l'ensemble de ces éléments cadmium, étain, aluminium et manganèse n'ont pas d'influence notable sur la formation de fleurs, que les additions soient ou non simultanées [tableau 3, Fasoyinu, 1990].

Alliages : Co = 0.2 (% poids)	Coefficient de ségrégation estimé ° k	Co / k (% poids)	Tension de surface des éléments d'alliages (Nm <sup>-1</sup> )
Zn - Al	0.2	1	0.860
Zn - Pb	< 0.01	> 20	0.470
Zn - Sb	< 0.01	> 20	0.395
Zn - Bi	< 0.01	> 20	0.375
Zn - Cd	0.05	4	0.59
Zn - Sn	< 0.01	> 20	0.566
Zn - Mg	0.05	4	0.583
Zn	-	-	0.760

Tableau 3 [Fasoyinu, 1990] : coefficients de ségrégation estimés et compositions à l'interface dans les alliages binaires de zinc.

Co : coefficient de ségrégation et Co/k : tension de surface

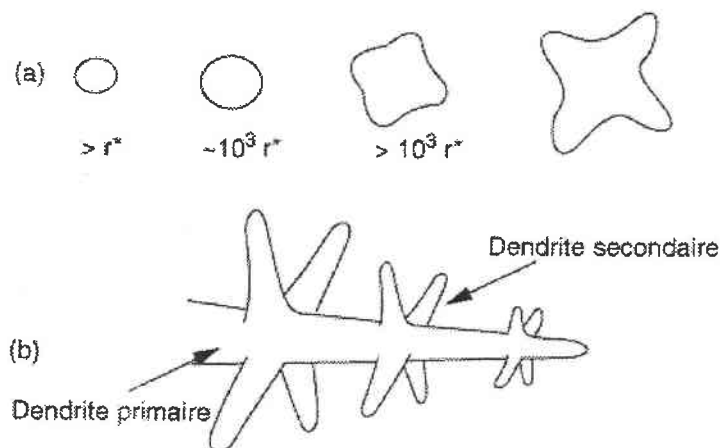


Figure 19 : schéma montrant le développement des dendrites : a) croissances équiaxes, b) croissance colonnaire ;  $r^*$  est la taille critique d'un germe sphérique [Quantin, 1994].

### *F - 2 - d. Influence des éléments d'addition dans le bain de zinc*

Les différentes orientations des fleurs ont été expliquées par le fait que la direction de croissance de la dendrite peut être modifiée par les éléments d'addition dissous dans le bain et par la croissance dans une couche liquide fine. Les branches dendritiques primaires croissent dans les directions  $\langle 10.0 \rangle$  jusqu'à ce qu'elles rencontrent la surface en fusion. Leur direction de croissance change suivant la surface de fusion, en restant dans les plans perpendiculaires à la surface de fusion et contenant la direction  $\langle 10.0 \rangle$ . La vitesse de croissance de la dendrite peut augmenter dans la surface de fusion, contribuant ainsi à la formation de fleurs [Fasoyinu, 1990].

L'addition de plomb influence le processus de nucléation en diminuant la tension de surface du zinc liquide. Ainsi, la présence de plomb rend la germination plus difficile [Kim, 1995]. En d'autres termes, en diminuant la fréquence de nucléation, le plomb entraîne la formation de grands grains.

Une texture de fibre basale, c'est à dire une texture où les axes du zinc sont parallèles à la direction normale à la tôle d'acier, se forme souvent dans les revêtements galvanisés à chaud. Dans les dépôts solidifiés rapidement et avec une faible teneur en impuretés [Klang, 1987, Spittle, 1989], la texture basale est presque parfaite. Toutefois, Klang (1987) a montré lors de l'étude de plusieurs échantillons de bains zinc – aluminium ainsi que dans la plupart des bains de zinc pur, aucune texture particulière n'était mise en évidence.

### F - 3. La rugosité

La rugosité des surfaces est un paramètre important. Celle du substrat influence la texture du revêtement et celle du revêtement joue un rôle important à la mise en forme du produit. Elle intervient également dans l'aspect des pièces après peinture.

La rugosité est définie par le critère Ra, qui est la moyenne arithmétique des hauteurs du profil de rugosité mesurées par le palpage sur une longueur de base. Elle est exprimée en micromètres (ou en microinches (40 microinches valent 1 micromètre)). Sans skin-pass, la rugosité est celle résultant de la solidification normale des cristaux de zinc. Dans le cas des produits skin - passés, la rugosité est donnée par l'impression du gravage de la surface des cylindres du skin - pass sur la bande. Plusieurs gammes de rugosité peuvent être réalisées. Le tableau 4 donne des exemples de gammes visées. Sans mention particulière, les tôles skin - passées sont fournies en fini standard.

FINI	RUGOSITE
Lisse	< à 0,4 $\mu\text{m}$
Standard	De 0,8 à 1,8 $\mu\text{m}$
Forte	> à 1,8 $\mu\text{m}$

Tableau 4 : gammes de rugosités

### III. LES METHODES EXPERIMENTALES

#### A. Introduction

---

Nos travaux concernent l'étude des relations entre les textures, les microstructures et l'aptitude à la déformation et à la mise en forme de divers aciers galvanisés. Nous allons détailler dans un premier temps l'ensemble des techniques opératoires utilisées et dans un second temps, les échantillons analysés. Nous avons fait, pour l'étude de la texture, des mesures par goniométrie de texture, pour l'étude de la microstructure, un polissage mécanique et une observation en microscope optique et les tests d'aptitude à la déformation sont des tests de pliage à 180°.

#### B. Détermination des textures cristallographique

---

##### B - 1. Méthodologie de l'analyse de texture

La plupart des matériaux utilisés technologiquement ont une structure polycristalline. Leurs propriétés dépendent à la fois de la structure de l'agrégat polycristallin, constitué en partie ou en totalité de domaines monocristallins (grains) séparés par des joints de grains et des propriétés des cristaux qui le constituent. La structure de l'agrégat et donc son influence sur les propriétés des matériaux obtenus, dépendent du traitement subi par les matériaux. En raison de l'anisotropie des propriétés cristallines, l'orientation du cristal et tous les paramètres de structure qui en découlent, comme la texture, jouent un rôle prédominant parmi les paramètres caractérisant un matériau polycristallin. La texture et les grandeurs qui y sont reliées constituent donc d'importants paramètres structuraux car ils influencent les propriétés des matériaux et ils évoluent lors du traitement des matériaux.

L'existence d'une texture peut induire des problèmes spécifiques à l'utilisation d'une pièce donnée mais peut également conférer des propriétés intéressantes pour des utilisations particulières. Cet aspect est déjà très utilisé pour la synthèse et la fabrication de certains produits (solidification orientée...). Toutefois, la modification de la texture pour optimiser les propriétés physiques d'une pièce reste un domaine largement inexploré. Ceci est dû en grande partie au fait que les relations quantitatives textures - propriétés n'ont été développées que récemment.



Les premiers développements de la méthodologie d'analyse des textures furent proposés indépendamment par Bunge (1965) et Roe (1965). Ces deux auteurs proposent un développement en série de la fonction de texture et des figures de pôles sur la base des harmoniques sphériques. Ce développement sera le fondement de la méthode harmonique. D'autres méthodes furent introduites, notamment la méthode biaxiale par Williams (1968). Ruer (1976) a développé la méthode vectorielle et enfin, plus récemment, on assiste au développement de méthodes discrètes qui remplacent les fonctions de densité continues par des suites de valeurs numériques discrètes [Matthies, 1979 et Schaeben, 1984].

La façon la plus complète de décrire la texture cristallographique d'un matériau est de définir sa fonction de densité des orientations (Orientation Density Function, ODF) ou fonction de texture. Cette fonction statistique définit la fraction volumique  $dV/V$  du matériau ayant une orientation  $g$  à  $dg$  près, indépendamment de la localisation spatiale des cristallites dans le matériau.

$$dV/V = f(g) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$$

Cette orientation  $g$  peut être exprimée au moyen de diverses coordonnées, notamment les angles d'Euler. Chaque orientation est définie par un triplet d'angles  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ , paramètres de la rotation qui amène le repère d'échantillon en coïncidence avec le repère cristallin, à une translation près.

## B - 2. Les figures de pôles

### *B - 2 - a. Méthodes de diffraction polycristallines*

Les méthodes les plus importantes pour mesurer l'intégrale de l'intensité diffractée sur un grand nombre de cristallites sont les méthodes de diffraction polycristalline. La mesure de figures de pôles à l'aide d'un goniomètre de texture (figure 20), est la méthode la plus courante. Le goniomètre permet de mesurer des intensités diffractées  $I(y)$  correspondant aux densités  $P_h(y)$  de pôles dans chaque direction  $y$  de l'échantillon, en orientant celui-ci par rapport au faisceau incident de rayons X et au détecteur par des rotations appropriées  $(\varphi, \chi)$  (figure 21) qui permettent d'explorer la demi - sphère des pôles (centrosymétrie des figures de pôles expérimentales). La famille de plans  $P_i$  est sélectionnée par l'angle  $2\theta$  entre le faisceau RX incident et le faisceau diffracté, délimité par les fentes du détecteur RX.

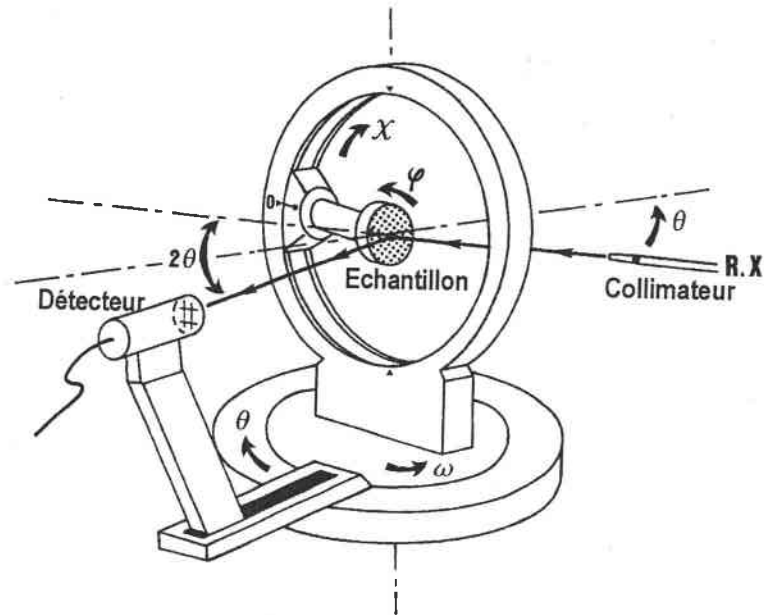


Figure 20 : schéma d'un goniomètre de texture (à 4 cercles)

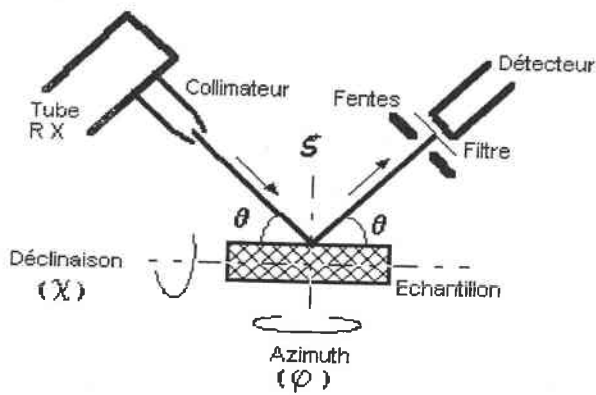
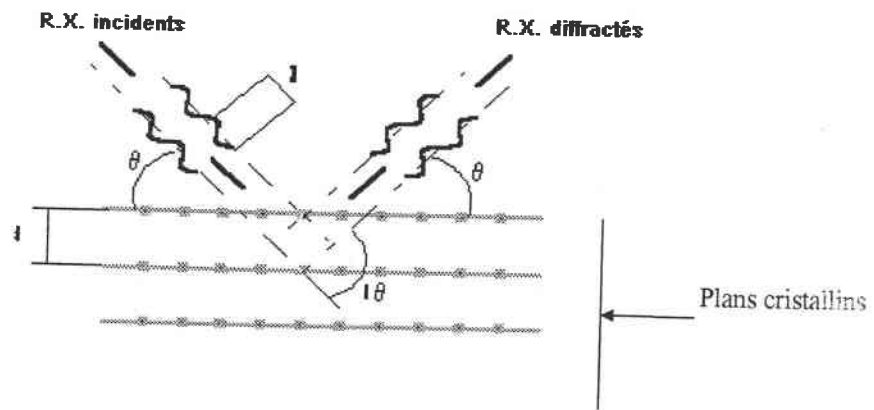


Figure 21 : plan cristallographique diffractant suivant la loi de Bragg, angles de déclinaison  $\chi$  et d'azimut  $\varphi$  de l'échantillon sur le goniomètre

Les tracés de figures de pôles sont des projections stéréographiques des intensités diffractées sur la sphère des pôles (figure 22). Les mesures sont couramment effectuées en réflexion, la partie manquante est obtenue dans les figures de pôles recalculées à partir de l'ODF calculée par l'analyse de texture selon la méthode des figures de pôles incomplètes.

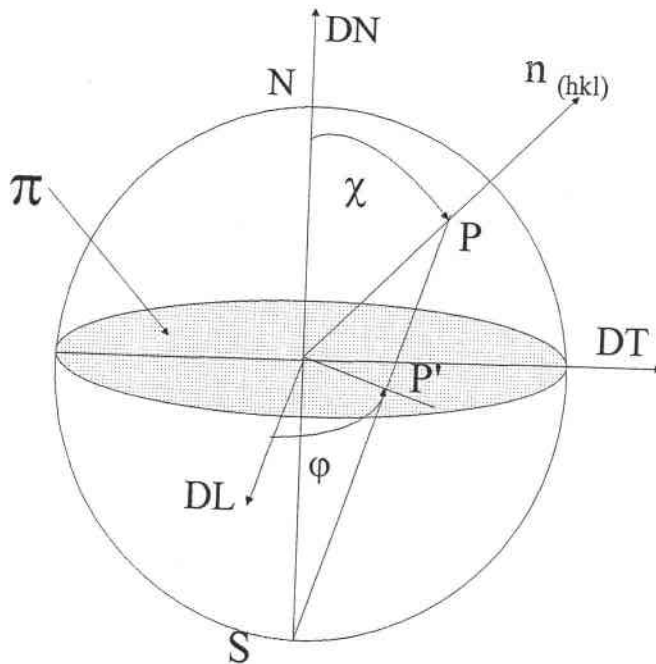


Figure 22 : sphère des pôles et projection stéréographique

Un faisceau parallèle de rayons X contenu dans le plan horizontal est dirigé vers le centre commun à tous les mouvements de rotation du goniomètre. Dans ce même plan horizontal, le détecteur de photons X est positionné dans une direction faisant un angle  $2\theta$  par rapport au faisceau incident de rayons X. La valeur de l'angle  $\theta$  est liée, par la condition de Bragg, à la distance interréticulaires  $d_{hkl}$  des plans qui participent à la diffraction :

$$\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin\theta_{hkl}$$

Ainsi, pour amener successivement tous les plans en position de diffraction, l'échantillon doit subir une première rotation autour de la normale à l'échantillon, caractérisée par l'angle d'azimut  $\varphi$ , et une seconde rotation de déclinaison d'angle  $\chi$ . La déclinaison d'angle  $\chi$  est généralement limitée à  $80^\circ$  car au-delà, le faisceau diffracté s'élargit de sorte que le compteur ne peut recueillir qu'une partie de l'intensité diffractée. Il s'agit du problème de la défocalisation.

A chaque position  $(\varphi, \chi)$ , le compteur détecte une intensité  $I_{hi}(y)$  (exprimée par exemple en nombre de coups par seconde) proportionnelle à la densité de pôles  $P_{hi}(y)$ . Les intensités diffractées correspondant aux pôles  $(hkl)$  peuvent être représentées par des lignes d'iso-intensité sur la sphère des pôles ou sur le cercle équatorial par projection stéréographique. La figure correspondante s'appelle couramment figure de pôles, alors que du point de vue mathématique la figure de pôles représente la densité de  $P_{hi}(y)$  pôles  $hi$  dans la direction d'échantillon  $y$ .

Les valeurs mesurées sont généralement corrigées du bruit de fond et de la défocalisation [Bunge, 1993]. Une correction du volume diffractant ne s'applique pas aux mesures sur les couches de zinc qui sont suffisamment épaisses pour que le faisceau incident soit complètement absorbé par le matériau [Bell, 1957].

Afin d'augmenter la statistique de grains mesurés, l'échantillon est animé d'un mouvement d'oscillation de telle sorte que le faisceau incident balaye un maximum de grains dans chaque direction  $(\beta\phi)$ . Ceci est particulièrement intéressant dans le cas de grains ayant des grandes tailles ( $>$  à  $100\mu\text{m}$ ), mais cette oscillation peut s'avérer insuffisante dans le cas de tailles de grains encore plus importantes, de l'ordre de  $300\mu\text{m}$ . Le nombre de grains irradiés n'est alors pas représentatif de tout l'échantillon et une solution possible consiste alors à faire plusieurs mesures que l'on superposera pour augmenter la population statistique. Cette superposition ne nous permet pas de comparer les intensités sans effectuer une normalisation, mais elle nous donne immédiatement une idée globale de la texture prédominante dans l'échantillon.

Pour un matériau revêtu, l'analyse se complique par la multiplicité des raies de diffraction dont certaines peuvent être proches. Pour éviter leurs chevauchements aux grands angles, la largeur de fente du compteur doit être réduite, ce qui malheureusement accentue l'effet de la défocalisation. Il convient alors d'utiliser une anticathode appropriée de grande longueur d'onde favorisant la séparation des pics.

Le choix de l'anticathode par rapport aux propriétés d'absorption du matériau utilisé s'avère important. Une absorption forte entraînera une fluorescence plus élevée. Pour une analyse sur du zinc, les distances interréticulaires des plans  $(00.2)$  et  $(10.0)$  ont des valeurs relativement proches : respectivement  $2.473$  et  $2.30$  angströms. Il convient donc de prendre une anticathode appropriée de grande longueur d'onde, favorisant ainsi la séparation des pics. L'anticathode choisie est le cobalt, qui présente deux avantages : d'une part séparation des pics de diffraction grâce à la valeur de sa longueur d'onde et d'autre part, limitation du problème de fluorescence grâce à un coefficient d'absorption faible pour le zinc.

Dans certaines situations (par exemple lorsque les tailles de grains sont importantes), il peut s'avérer difficile d'obtenir une bonne analyse par goniométrie de texture aux RX. Les techniques de mesures d'orientations individuelles par EBSD (Electron BackScattering Diffraction) se présentent alors comme des techniques complémentaires des rayons X.

*B - 2 - b Corrections des figures de pôles*

*B - 2 - b - 1. Le bruit de fond*

Lors d'une mesure de figure de pôles, en plus de l'intensité utile à la définition des figures de pôles, des intensités peuvent provenir de réflexions parasites, de la fluorescence du matériau. Ces photons X supplémentaires représentent le bruit de fond [Bunge, 1969, 1982 ; Matthies 1988, Diot, 1996].

Pour ne recevoir que le signal correspondant à la raie de diffraction utilisée pour la figure de pôles, à chaque angle de diffraction et de déclinaison, les valeurs des intensités se situant de part et d'autres du pic de diffraction sont soustraites des intensités relevées sur la figure de pôles. Le bruit de fond est ainsi déduit (figure 23 et 24).

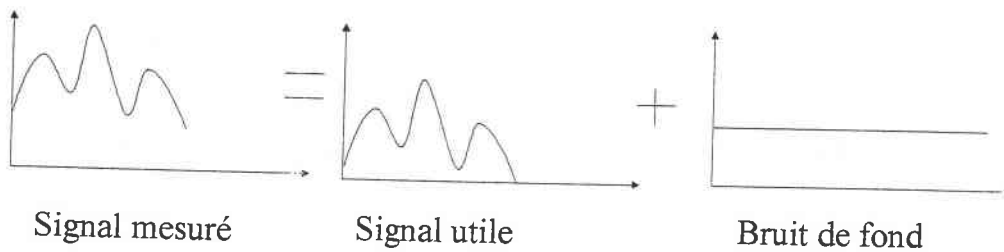


Figure 23 : description du bruit de fond

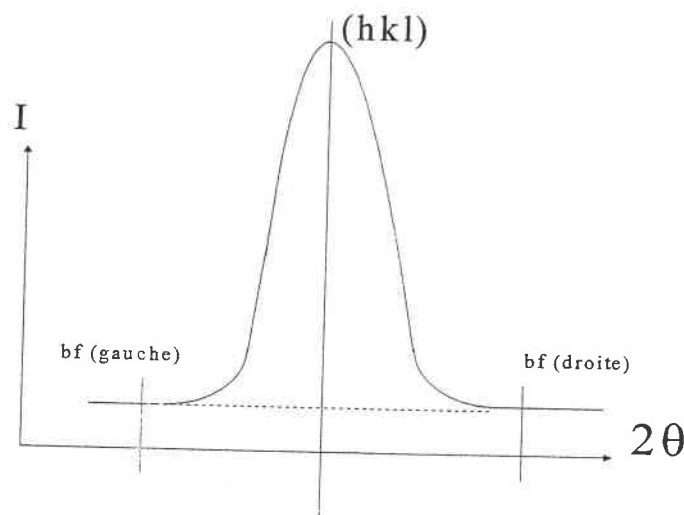


Figure 24 : mesure du bruit de fond

B - 2 - b - 2. La défocalisation

Lors des mesures de figures de pôles au goniomètre de texture, l'échantillon décline de 0 à 80°. Aux angles proches de 80°, l'information recueillie par le détecteur diminue car le faisceau incident de rayons X devient presque rasant. La tache du faisceau incident sur l'échantillon passe de circulaire à elliptique et une grande partie de l'information est perdue (figure 25).

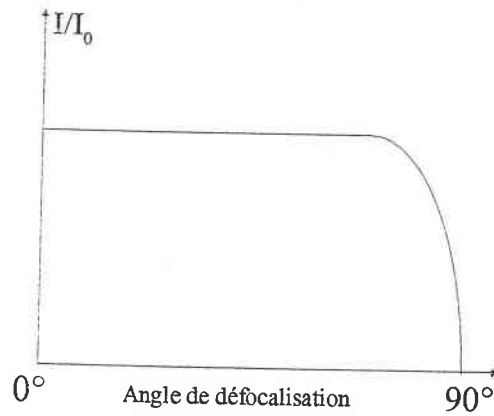


Figure 25 : Effet de la défocalisation

Pour remédier à ce problème, un système de deux jeux de fentes réglables en hauteur et en largeur est installé en amont du détecteur. Le réglage de la largeur de fente (jeu de fentes verticales) permet de sélectionner le pic de diffraction considéré et d'éviter que la diffraction due à des pics voisins ne vienne contribuer à l'intensité recueillie dans le compteur RX (figure 26).

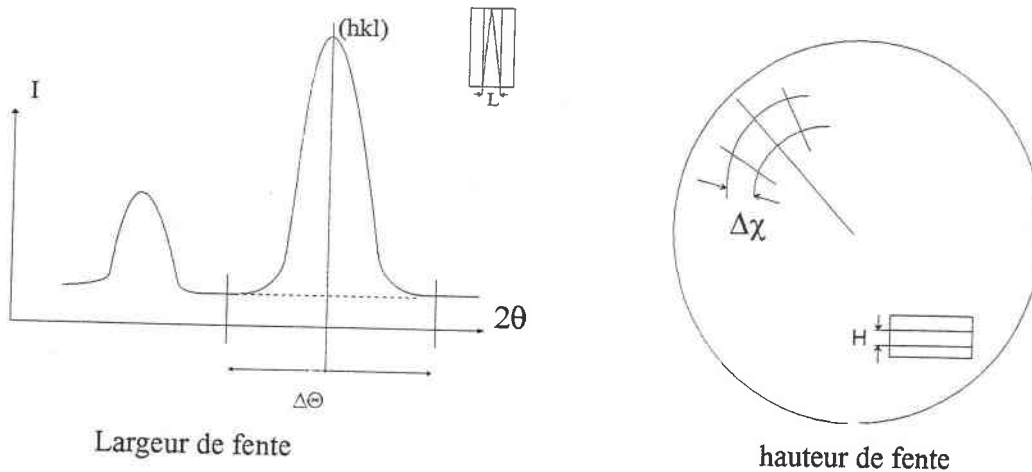


Figure 26 : Rôle de la largeur de fente et de la hauteur de fente

Le calcul de la largeur de fente L s'effectue de la façon suivante :

$$L = 2D \tan \Delta\theta/2$$

avec D la distance échantillon compteur (même unités que L)

et  $\Delta\theta$  : la résolution angulaire en degré

Le réglage de la hauteur de fente (jeu de fentes horizontales) permet de sélectionner l'information venant de la zone délimitée par le pas angulaire de déclinaison  $\Delta\chi$  pour réaliser une partition de la sphère des pôles en couronnes jointives, sans trou ni chevauchement.

Le calcul de la hauteur de fente  $H$  s'effectue de la façon suivante :

$$H = 2D (\sin \theta) \Delta\chi$$

avec  $D$  la distance échantillon - compteur (même unité que  $H$ )

$\Delta\chi$  le pas de déclinaison en radians

et  $\theta$  l'angle de diffraction en radians

### *B - 2 - b - 3. Pseudo - normalisation des figures de pôles*

Lorsqu'il n'est pas possible ou pas nécessaire de faire un calcul précis des ODF, deux méthodes de pseudo - normalisation existent afin de permettre de normer les figure de pôles pour les rendre comparables à d'autres figures de pôles. Les figures de pôles sont donc, en général, présentées avec une correction de bruit de fond et de défocalisation pour une pseudo - normalisation lorsqu'elle ne sont pas suivies d'un calcul d'O.D.F. Pour effectuer une pseudo - normalisation des figures de pôles (00.2), il convient de distinguer deux cas. Soit nous retenons l'hypothèse que l'intensité moyenne dans la partie mesurée est égale à l'intensité moyenne dans la partie non mesurée, soit nous retenons l'hypothèse qu'il n'y a aucune composante dans la partie non mesurée entre  $78,75^\circ$  et  $90^\circ$ , auquel cas, la partie non mesurée est supposée d'intensité nulle. Cette dernière hypothèse peut être vérifiée par le rapprochement d'une autre figure de pôles judicieusement choisie ; dans le cas des métaux hexagonaux la figure de pôles (10.0) peut confirmer s'il y a ou non des composantes sur le bord non mesurable de la figure de pôles (00.2).

## C. Applications, conditions de mesures

---

### C - 1. Figure de pôles

La détermination des figures de pôles a été réalisée par diffraction de rayons X. Les figures de pôles sont mesurées à l'aide d'un goniomètre de texture muni d'une anticathode de cobalt. Il s'agit du goniomètre développé au LETAM, à l'université de Metz [Humbert, 1984].

Le facteur de structure est nul pour la structure hexagonale compacte si  $(h+2k)$  est un multiple de trois et si  $l$  est impair. Pour chaque facteur de structure nul, la raie correspondante ne diffracte pas. Dans notre



étude, nous nous sommes contentés de la mesure de la figure de pôles (00.2) qui représente l'orientation de l'axe  $c$  des cristaux, ce qui est suffisant pour notre étude.

Les paramètres utilisés dans le cadre de notre étude sont résumés dans les tableaux 5 et 6 suivants :

	Valeurs expérimentales
Anticathode de Cobalt : $K\alpha$	0.1791 nm
Intensité	25 mA
Tension	40 kV
Diamètre du collimateur	0.8 mm
Largeur de fenêtre	4 mm
Amplitude de balayage	12 mm
Distance au compteur	250 mm
Pas azimut	5°
Pas de déclinaison	2.5 °
Déclinaison maximale	78.75 °
Temps de comptage	3s

Tableau 5 : valeurs expérimentales

(hk.l)	d[Å]	I / I <sub>1</sub>	$\theta$ [°]	2 $\theta$ [°]
(00.2)	2.473	53	21.23	42.46

Tableau 6 : angle de diffraction du plan (00.2) du zinc pour une anticathode de cobalt d'après la fiche ASTM 4 - 0831

## C - 2. Métallographie

### C - 2 - a. Préparations métallographiques

Afin d'éviter tout risque de charge lors de l'observation au MEB de la surface de l'échantillon, celui-ci ne sera pas enrobé. Par contre, pour l'étude sur la tranche, une résine conductrice sera préférée à la résine classique.

La préparation des échantillons est une étape importante et délicate. Surtout dans le cas du zinc qui est un métal de bas point de fusion recristallisant donc à basse température et qui macle aisément. Il est nécessaire d'éviter tout écrouissage au cours du polissage afin de ne pas induire de changement de texture. Le fait de travailler sur des couches galvanisées pose en plus un problème lié aux couches de faible

épaisseur qui requièrent un polissage très minutieux. L'échantillon est d'abord bien nettoyé à l'acétone, puis poli au papier abrasif 2400, puis au diamant sur feutre à 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  et enfin 1  $\mu\text{m}$ .

#### *C - 2 - b. Attaque chimique*

L'attaque chimique est réalisée avec le réactif de Finkeldey. L'échantillon ne restera que quelques secondes dans la solution afin d'éviter d'attaquer en profondeur et de pouvoir conserver ainsi le bénéfice d'une surface bien polie. Les échantillons seront ensuite abondamment rincés et séchés.

Composition du réactif de Finkeldey :

- 200 g de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$

- 27 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

- 54 ml de  $\text{HNO}_3$

le tout dilué dans un litre d'eau distillée.

#### *C - 2 - c. Observations*

Les micrographies optiques sont réalisées sur un microscope optique type Zeiss - Axiophot, au laboratoire LETAM.

### C - 3. Détermination des propriétés de pliage

Les tests de déformation sont effectués au laboratoire de contrôle de Cockerill - Sambre. Il s'agit de tests de pliage à 180°, fréquemment utilisés dans l'industrie de la galvanisation pour les produits destinés au bâtiment. A température ambiante, ils permettent de déterminer facilement la ductilité du revêtement de zinc dans des conditions critiques de déformation. Il s'agit donc d'un test de contrôle de qualité élémentaire qui ne permet pas une approche quantitative des phénomènes. Il est difficile de déterminer une variation de texture expérimentale au cours d'un tel essai.

Les éprouvettes sont d'abord prépliées puis pliées jusqu'à 180° à l'aide d'une machine de compression (figure 27)

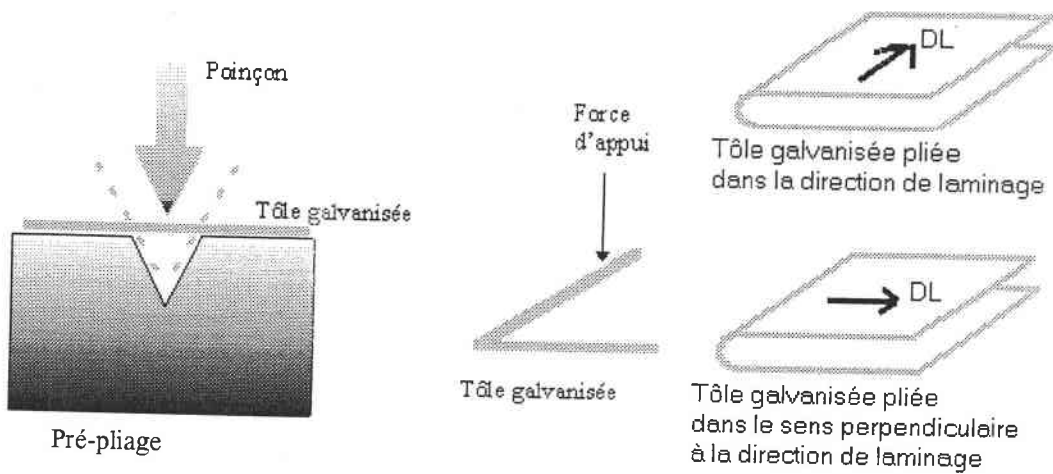


Figure 27 : schéma de pliage

Le diamètre de pliage est déterminé par l'épaisseur de l'acier et du revêtement. Les aciers de faible épaisseur seront plus fortement déformés que les aciers épais. La résistance à la fissuration est estimée par l'opérateur en fonction de la fréquence d'apparition des fissures. L'appréciation est relativement rapide mais reste néanmoins assez subjective. Pour la validité de ce travail, l'évaluation de la résistance à la fissuration est faite sous forme de deux histogrammes (figure 28). L'un des histogrammes représente le nombre de fissures en fonction de leur longueur et l'autre, le nombre de fissures en fonction de leur largeur. Les échelles sont identiques sur chaque histogramme. La longueur totale des fissures est calculée pour chaque échantillon sur une surface de  $5 \text{ mm}^2$ . Cette représentation permet d'introduire un paramètre quantitatif plus représentatif et plus objectif.

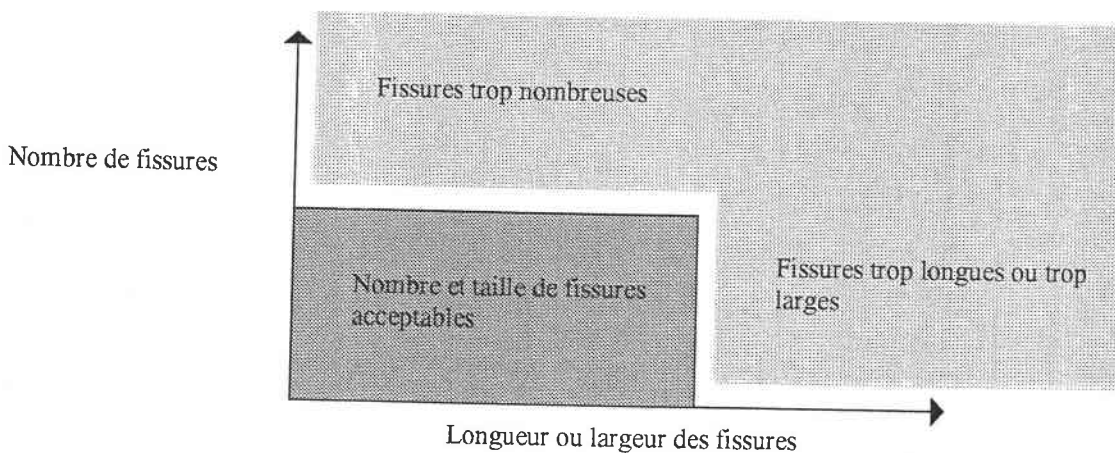


Figure 28 : histogramme de fissuration

## D. Matériaux

---

Les échantillons diffèrent en fonction de plusieurs paramètres et ils peuvent provenir de différentes lignes de galvanisation. Les trois lignes de Cockerill - Sambre ayant fourni des échantillons analysés dans ce travail sont la ligne Galvameuse, la ligne VII de Flémalle et la ligne Eurogal, mise en service en 1997. Le diamètre des cylindres de skin - pass variara suivant les lignes de production. Les propriétés de l'acier revêtu peuvent également différer d'un échantillon à l'autre, selon qu'ils soient skin - passés ou non. En outre, s'ils sont skin - passés, ils peuvent l'être soit avec du lubrifiant soit à sec. Les revêtements, qu'ils soient skin - passés ou non, peuvent être aussi planés ou non. Les échantillons proviennent directement des lignes industrielles (cf. tableau 7).

N° Metz	Numérotation CS	Ligne	Labo. indus.	Code acier	% Al eff.	Epaisseur totale	Epaisseur revêtement	Diamètre cylindre skp	% skp	% Planage	Rugosité revêt. (FM)	Lubrification
<b>C1</b>	97107864	Galvameuse	indus.	Classe 2	0,176	0,74	275	/	non		0,4	
<b>C2</b>	97107864	Galvameuse	indus.	Classe 2	0,176	0,73	275	400	3,00		0,8	
<b>C3</b>	97107865	Galvameuse	indus.	Classe 2	0,176	0,74	275	/	non		0,7	
<b>C4</b>	97107865	Galvameuse	indus.	Classe 2	0,176	0,72	275	400	0,03		0,5	
<b>S3</b>	7970327203/0 13	Ligne 7	indus.	DDQ	0,25	0,64	80	400	1,00		1,45	
<b>S4</b>	7970327203/0 11	Ligne 7	indus.	DDQ	0,25	0,64	80	/	non		0,4	
<b>S5</b>	7970604211	Ligne 7	indus.	Structo 5	0,25	0,75	273	/	non		0,5	
<b>S6</b>	7970604214	Ligne 7	indus.	Structo 5	0,25	0,75	289	400	1,00		0,7	
<b>209</b>	7980825209	Ligne 7	indus.	CQ	0,25	0,43	275	/	non	/	0,15	
<b>210</b>	7980825210	Ligne 7	indus.	CQ	0,25	0,43	275	400	1,08	0,48	1,1	
<b>202</b>	280901202	Eurogal	indus.	DDQ	0,276		10 µm	/	non	0,50	0,3	
<b>203</b>	2980915203	Eurogal	indus.	DDQ	0,28	0,8	10 µm	600	0,75	0,08	1,3	
<b>205</b>	2980915205	Eurogal	indus.	DDQ	0,28	0,8	10 µm	600	0,79	0,08	1,4	
<b>108</b>	2981123108	Eurogal	indus.	DDQ	0,25	0,75	72	600	0,70	0,38	1,3	
<b>205' (206)</b>	2981119205	Eurogal	indus.	DDQ	0,25	0,8	70	600	0,80		1,3	

Tableau 7 : Liste des échantillons étudiés et leurs caractéristique

N° Metz	Numérotation CS	Ligne	Labo. indus.	Code acier	% Al eff.	Epaisseur totale	Epaisseur revêtement	Diamètre cylindre skp	% skp	% Planage	Rugosité revêt. (FM)	Lubrification
<b>S4S1</b>	7970327203/0 13	Ligne 7	Labo.	DDQ	0,25	0,75	80	?	1,00	/	0,25	sec
<b>S4S5</b>	7970327203/0 13	Ligne 7	Labo.	DDQ	0,25	0,75	80	?	5,00	/	0,05	sec
<b>S5S1</b>	7970604211	Ligne 7	Labo.	Structo 5	0,25	0,8	273	?	1,00	/	0,15	sec
<b>S5S5</b>	7970604211	Ligne 7	Labo.	Structo 5	0,25	0,8	273	?	5,00	/	0,2	sec
<b>C1S1</b>	97107864	Galvameuse	Labo.	Classe 2	0,176	0,74	275	?	1,00	/	0,15	sec
<b>C1S5</b>	97107864	Galvameuse	Labo.	Classe 2	0,176	0,74	275	?	5,00	/	0,15	sec
<b>C1H1</b>	97107864	Galvameuse	Labo.	Classe 2	0,176	0,74	275	?	1,00	/	0,3	humide
<b>C1H5</b>	97107864	Galvameuse	Labo.	Classe 2	0,176	0,74	275	?	5,00	/	0,1	humide
<b>C3S1</b>	97107865	Galvameuse	Labo.	Classe 2	0,176	0,74	275	?	1,00	/	0,2	sec
<b>C3S5</b>	97107865	Galvameuse	Labo.	Classe 2	0,176	0,74	275	?	5,00	/	0,2	sec

Tableau 7 : Liste des échantillons étudiés et leurs caractéristique

## IV. Résultats et discussions

### A. Introduction

---

Dans une étude antérieure [Lazik, 1997], plusieurs échantillons industriels ont été analysés afin de déterminer s'il existait une corrélation entre la microstructure des revêtements de zinc et leur comportement en déformation. Cette étude a tout d'abord permis de vérifier l'homogénéité des résultats dans l'épaisseur des revêtements et sur toute la surface de la tôle. Les petites différences existantes ont été attribuées aux fluctuations statistiques d'une production industrielle. Malgré une certaine dispersion des résultats, une corrélation nette entre les textures, les microstructures et certaines propriétés mécaniques des revêtements a été mise en évidence. La compilation de ces résultats montre qu'il existe une texture et une microstructure types, regroupant les caractéristiques optimales pour une bonne résistance à la fissuration. De façon systématique, plus l'intensité de la composante de fibre  $\langle 00.1 \rangle$  des revêtements galvanisés est faible, meilleur sera le comportement en déformation de ces revêtements et meilleure sera leur résistance à la fissuration, à la condition qu'il s'agisse d'une texture de fibre (00.1) et qu'il n'y ait pas de pics de forte intensité dans d'autres directions.

En fait, la résistance à la fissuration a été reliée à la texture et à la taille de domaine, aucune corrélation directe avec la taille de grain n'a été observée. Nous rappelons ici la définition du concept de domaine telle qu'elle a été proposée par Lazik. Un domaine correspond à une zone homogène du point de vue de l'orientation. La taille d'un domaine correspond donc à la distance moyenne entre les deux joints incohérents les plus proches. Dans le cadre de ce travail, un joint est dit incohérent à partir d'une désorientation supérieure à  $15^\circ$ , abstraction faite des joints de coïncidence. Ainsi, lorsque des grains voisins ont une orientation quasiment similaire (joints de faible désorientation), la taille de domaine sera supérieure à la taille de grain. En revanche, s'il y a recristallisation partielle ou inhomogénéité dans un grain, la taille de domaine sera inférieure à la taille de grain puisque dans le grain, il y aura des zones cristallographiquement inhomogènes (nouveaux grains, macles). En fait, la taille du domaine correspond au libre parcours moyen de propagation des fissures.

En faisant varier le procédé de production, il est possible de modifier la microstructure, ainsi que les propriétés mécaniques. Notre étude a pour but de mettre en évidence les paramètres du procédé de production qui influent directement sur la microstructure et de les étudier afin de trouver les optima qui



permettront d'obtenir le meilleur comportement en déformation des aciers galvanisés et notamment la meilleure résistance à la déformation du revêtement.

Dans notre recherche, nous avons analysé l'influence de certains paramètres du procédé de production et plus particulièrement les effets du skin - pass et de la chimie du bain de galvanisation. Pour caractériser l'effet du skin - pass, nous avons introduit non seulement les effets du taux de skin - pass à proprement parler, mais aussi les effets de la lubrification, des diamètres des cylindres de skin - pass, des épaisseurs de tôles et plus particulièrement des épaisseurs des dépôts. De la même façon, pour la chimie du bain nous nous sommes intéressés plus particulièrement à l'influence de la teneur en aluminium. L'étude de la corrélation entre certains paramètres et le comportement à la fissuration des échantillons galvanisés a été entreprise ; nous avons ainsi analysé l'influence de l'épaisseur du revêtement, du diamètre des cylindres de laminoirs, du type de substrat revêtu, de l'utilisation ou non de lubrifiant lors du skin - pass. Pour finaliser et interpréter les résultats de l'étude sur le skin - pass, nous avons modélisé l'influence "théorique" de différents coefficients de frottement sur les caractéristiques (contrainte et déformation) de ce paramètre. Le but de cette étude est la recherche de l'optimum qui permette d'obtenir la meilleure résistance à la fissuration du revêtement.

Notre recherche présente donc deux volets :

- 1 - Comprendre l'effet de ces paramètres en termes de modification de la microstructure, de la texture et des caractéristiques, plus particulièrement la résistance à la fissuration des revêtements de galvanisation.
- 2 - Etendre et généraliser les relations proposées par Lazik entre microstructures, textures et propriétés, notamment mécaniques, de résistance à la fissuration.

## B. La pseudo normalisation

---

Les figures de pôles mesurées au goniomètre sont incomplètes. En effet, elles sont limitées à  $78,75^\circ$  (au lieu de  $90^\circ$ ), angle au-delà duquel la mesure se fait en incidence trop rasante. Nous avons vu au chapitre précédent qu'il convient alors de tracer les figures de pôles recalculées et normées. Toutefois les échantillons mesurés ont des tailles de grains telles que la statistique est insuffisante pour permettre d'obtenir les ODF à partir d'une seule mesure de figures de pôles. Pour éviter de multiplier le nombre de mesures de figures de pôles sur un même échantillon permettant d'obtenir la statistique suffisante aux tracés des O.D.F., nous avons calculé et tracé les fonctions de distribution d'orientations qui donnent la fraction volumique de cristallites possédant une même orientation donnée, pour seulement

quelques échantillons représentatifs. Nous avons pu constater sur ces échantillons que leurs indications confirmaient celles données par l'observation des figures de pôles mesurées {00.2}. Nous avons pris la décision, dans notre étude de ne mesurer que les figures de pôles {00.2}. Nos résultats se basent donc sur l'analyse de ces figures de pôles mesurées, puisqu'elles nous donnent facilement et rapidement accès aux caractéristiques essentielles des textures. Toutefois, les figures de pôles {00.2} présentées au cours de cette étude seront non seulement corrigées du bruit de fond et de la défocalisation, mais aussi pseudo - normalisées.

Afin de pouvoir comparer les résultats de texture de plusieurs échantillons, il est important d'être en mesure de comparer des figures de pôles mesurées sur des échantillons différents. C'est le rôle de la pseudo - normalisation lorsque le calcul des O.D.F n'est pas possible. Nous avons vu précédemment que deux hypothèses pouvaient permettre de faire ces pseudo - normalisations des figures de pôles (00.2). Dans notre étude, aucune de ces deux hypothèses n'est totalement fondée, des composantes de macles se trouvant souvent à des endroits bien précis dans la partie non mesurée, nous ne pouvons donc pas faire l'hypothèse qu'il n'existe pas de composantes entre  $78,75^\circ$  et  $90^\circ$ . En outre, la densité moyenne dans la partie non mesurée n'est pas égale à la densité moyenne de la partie mesurée. Il convient donc de trouver un autre moyen afin d'être certain de pouvoir comparer plusieurs mesures entre elles. Pour enlever toutes ambiguïtés quant aux déterminations de textures d'échantillons pour lesquels les figures de pôles ne peuvent être recalculées et normées dans le cadre d'une analyse tridimensionnelle en termes d'ODF, nous nous sommes basés sur deux figures de pôles. En se basant systématiquement sur les figures de pôles, la (00.1) et la (10.0), il est possible de mettre en évidence l'existence ou non d'une composante d'axe *c* (sur le bord de la figure de pôles, notamment) dans la direction de laminage (texture prismatique). Selon cette existence ou non d'axe *c* sur le bord, il est possible de faire une pseudo normalisation pertinente de la figure de pôles (00.1). Dans ces résultats, les figures de pôles présentées seront pseudo - normalisées avec l'une ou l'autre des hypothèses en fonction de l'observations des figures prismatiques.

La figure 29 présente les figures de pôles des plans de base (00.1) et des plans prismatiques (10.0) d'un même échantillon à trois semaines de différence. Ces figures démontrent qu'il existe bien une reproductibilité des mesures dans le temps, ce qui est logique car le temps n'intervient que dans les mécanismes hors équilibre, non stationnaires dynamiques (recristallisation, changement de phase, etc.). En se basant sur ces figures de pôles pseudo - normalisées pour nos échantillons, nous pouvons comparer les figures de pôles d'échantillons identiques.

DL  
 DN, 00.2

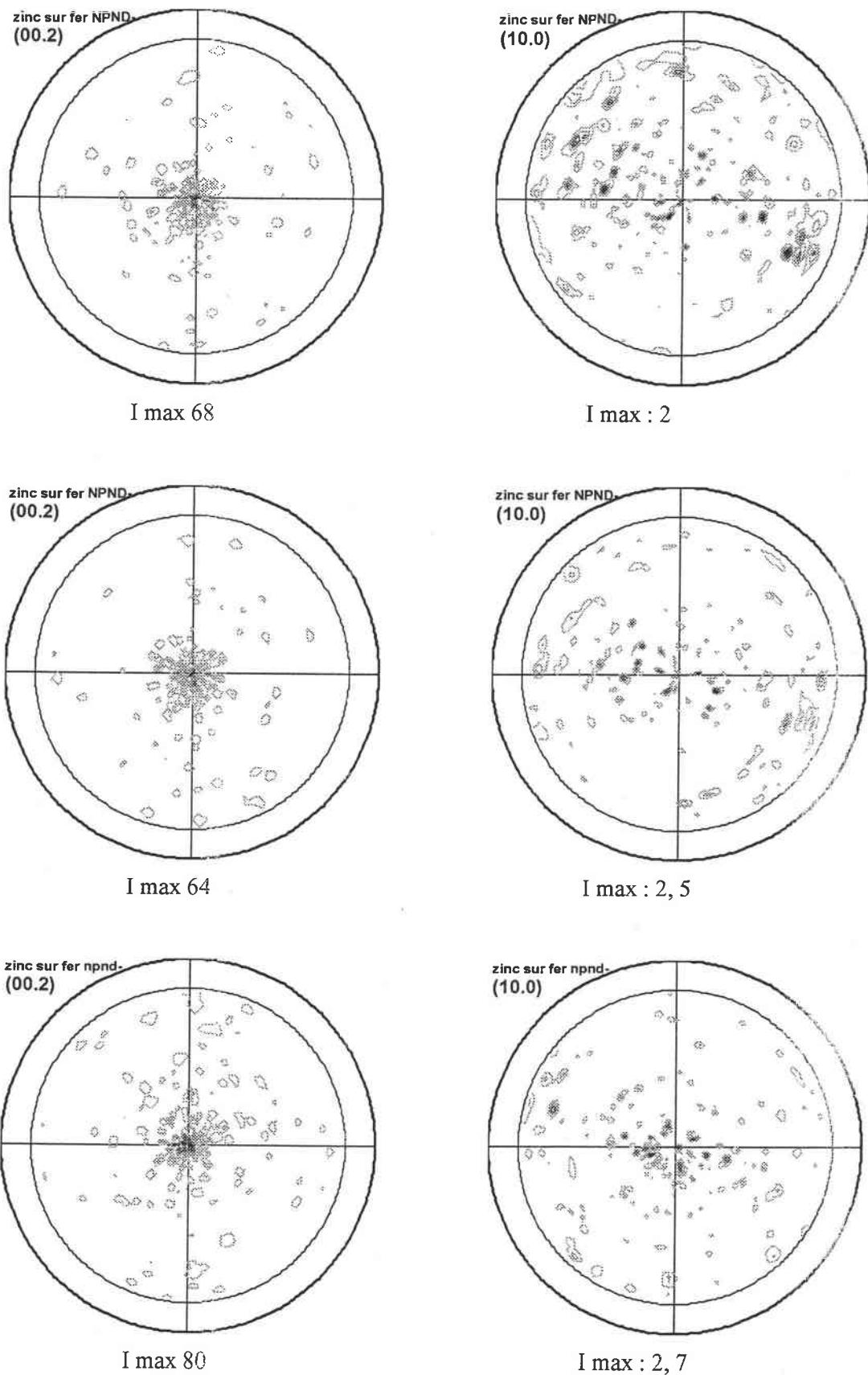


Figure 29 : reproductibilité des mesures de figures de pôles sur trois semaines (1 semaine d'écart entre chaque mesure).

## C. Effet de la chimie du bain

---

Des échantillons provenant de différentes lignes de production et d'un simulateur de galvanisation ont été étudiés. A chaque ligne de production correspond une chimie de bain particulière. Notre analyse systématique de chaque échantillon comprend une étude de texture, de microstructure et d'aptitude à la déformation. Les études faites sur simulateur peuvent refléter des effets statistiques dus aux imperfections et limitations de ces derniers et ne pas être systématiquement reproductibles en industrie. Ils permettent néanmoins d'avoir l'ordre de grandeur des effets.

Les échantillons produits par simulateur et les échantillons industriels seront analysés de la même façon. Dans le cas des échantillons produits par un simulateur, nous n'abordons ni le problème de la reproductibilité des échantillons obtenus par cette technique ni celui de la simulation d'un process industriel par un simulateur (modification d'un paramètre). Ce dernier aspect fait toujours l'objet de précautions et de discussions, même s'il est clair qu'un simulateur permet d'obtenir un ordre de grandeur de l'effet de la modification d'un paramètre (une étude systématique de cet aspect est en cours au LETAM).

Les échantillons industriels en provenance de Galvameuse et Cockerill Sambre (Flémalle) se différencient par la teneur en aluminium du revêtement. Nous ne présenterons pas, dans cette étude, les résultats obtenus pour des échantillons galfan car leurs teneurs en aluminium sont très supérieures à celles des échantillons galvanisés (§ D2d du chapitre II).

Pour mieux cerner l'effet de l'aluminium, nous avons testé plusieurs échantillons galvanisés identiques du point de vue du substrat, ainsi que du point de vue des épaisseurs de substrat et de revêtement. Seule leur teneur en aluminium diffère (tableau 8). De même que pour les échantillons industriels, nous avons étudié l'influence de la teneur en aluminium sur la texture, la microstructure et la fissuration au pliage.

Echantillons et origine		Taux d'aluminium (%)	I max
1	C.S. Flémalle	1.166	13
2	C.S. Flémalle	0.977	14
3	C.S. Flémalle	0.821	21
4	C.S. Flémalle	0.642	28
5	C.S. Flémalle	0.4	28
6	C.S. Flémalle	0.32	33
7	C.S. Flémalle	0,24	20
8	Galvameuse	0,18	32

Tableau 8 : échantillons galvanisés à différents taux d'aluminium

Ces échantillons ne sont pas tous galvanisés sur la même ligne de galvanisation. Nous avons étudié la texture, la microstructure et la résistance à la fissuration (pliage) pour chacun de ces échantillons.

Nous avons comparé des échantillons de même épaisseur de substrat et de dépôt. Les observations portent sur des échantillons non skin – passés puis skin – passés dans des conditions identiques de skin – pass, à savoir : le même taux de skin – pass, le même lubrifiant et le même diamètre des cylindres du laminoir.

### C - 1. Texture

Les échantillons Galvameuse présentent une texture centrale avec des réflexions individuelles réparties dans toute la figure de pôles (figure 30). En général, une seule figure de pôles ne donne pas une bonne statistique en nombre de grains et il est nécessaire de faire des superpositions de plusieurs figures de pôles pour avoir une population statistique représentative. Ces échantillons ne présentent pas de texture marquée.

Les échantillons de C.S. Flémalle présentent une composante majeure centrale de la figure de pôles {00.2} nettement plus marquée (figures 30 et 31). Cette composante majeure peut être caractérisée par la localisation, l'intensité maximale croissante avec l'acuité et la dispersion plus ou moins importante du pic. Toutes les figures de pôles présentent un pic de diffraction en position centrale (axe parallèle à la direction normale à la surface de la tôle) et une dispersion assez faible pratiquement identique pour tous les échantillons. Ces échantillons diffèrent essentiellement par l'intensité

maximale des pics qui augmente de façon monotone avec la diminution de la teneur en aluminium des revêtements.

Les échantillons galvanisés (C.S. Flémalle) présentent une texture  $\{00.1\}$  plus ou moins marquée. Les pics d'intensité majeure se trouvent au centre et autour du centre de la figure de pôles (00.2). L'acuité de ces pics, c'est à dire leur dispersion autour de la normale à la tôle est variable en fonction de la teneur en aluminium. Plus le taux d'aluminium est important et plus la dispersion semble importante.

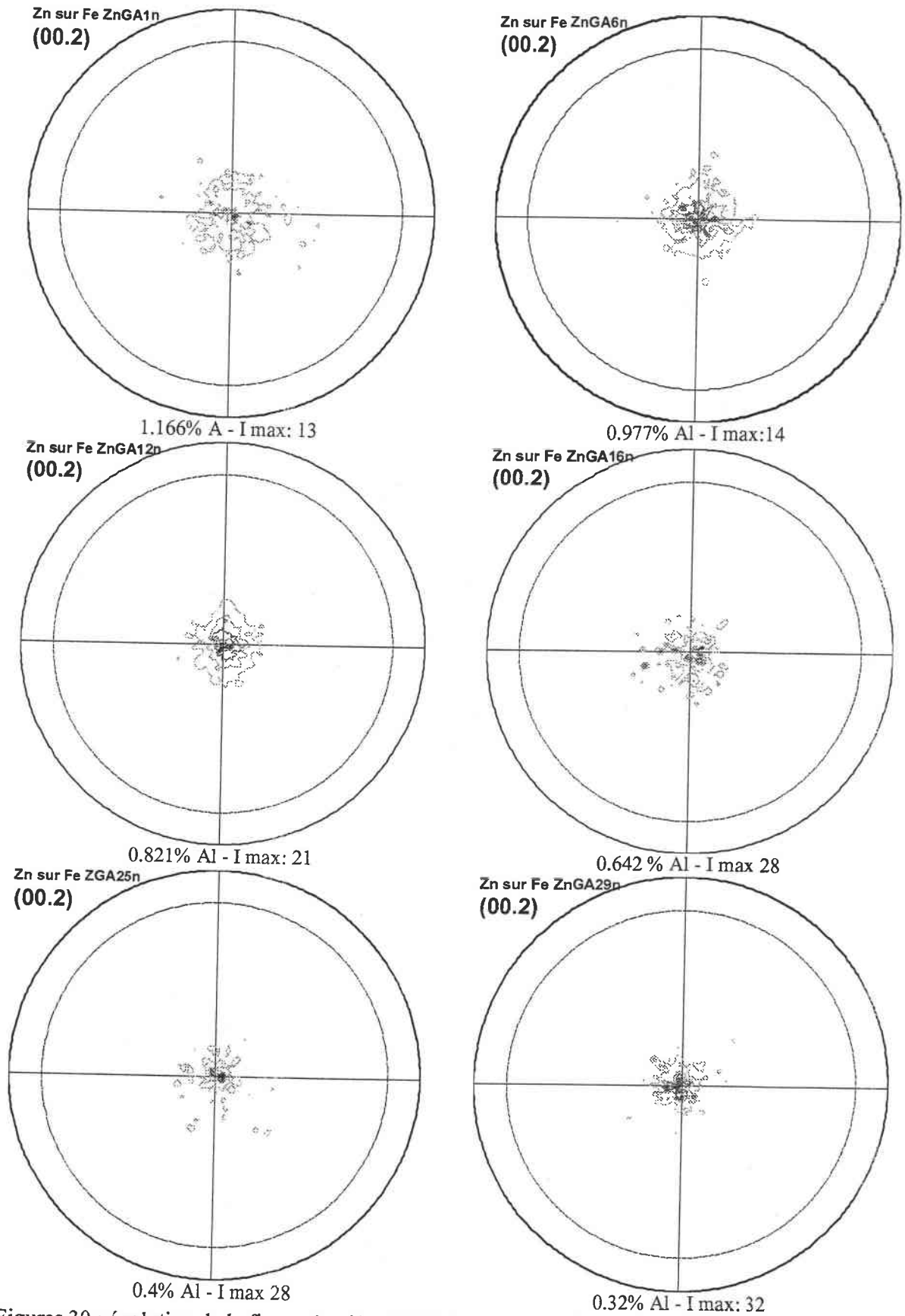
### C - 2. Microstructure

Les échantillons galvanisés présentent le même type de microstructure (figures 32) quelque soit le pourcentage d'aluminium. Toutefois, ils présentent des tailles de grains et des tailles de domaines très différentes. On note notamment que la taille des grains diminue avec l'augmentation du pourcentage d'aluminium. Ainsi, les échantillons galvanisés à Flémalle ont des tailles de grains et de domaines nettement inférieures à celles des échantillons Galvameuse (figure 33). On note aussi que les échantillons Galvameuse présentent un nombre de macles plus important que les échantillons galvanisés à Flémalle.

### C - 3. Fissuration au pliage

Il apparaît clairement qu'avec l'augmentation du taux d'aluminium dans le bain, la résistance à la fissuration augmente (figure 34). Les échantillons Galvameuse présentent de larges fissures relativement profondes, les autres échantillons galvanisés présentent des fissures nombreuses mais moins larges et moins profondes (figures 35).

Il s'avère donc que les revêtements analysés diffèrent de manière importante du point de vue des trois caractéristiques examinées, à savoir texture, microstructure et aptitude à la déformation.

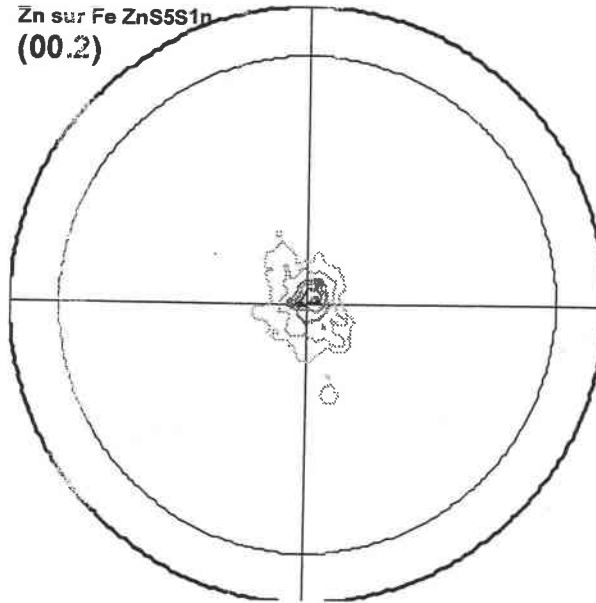


Figures 30 : évolution de la figure de pôles (00.2) des échantillons de C.S. Flémalle en fonction de la teneur en aluminium.



DL  
DT ←  
DN, 00.2

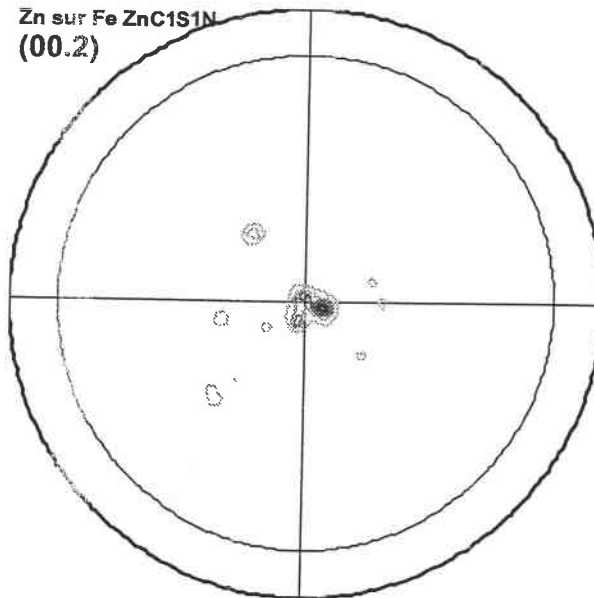
Zn sur Fe ZnS5S1n  
(00.2)



Echantillon 7, Galvanisé « Flémalle » : Al : 0,24%

Intensité de la composante majeure : 27

Zn sur Fe ZnC1S1N  
(00.2)



Echantillon 8, Galvameuse : Al : 0,18%

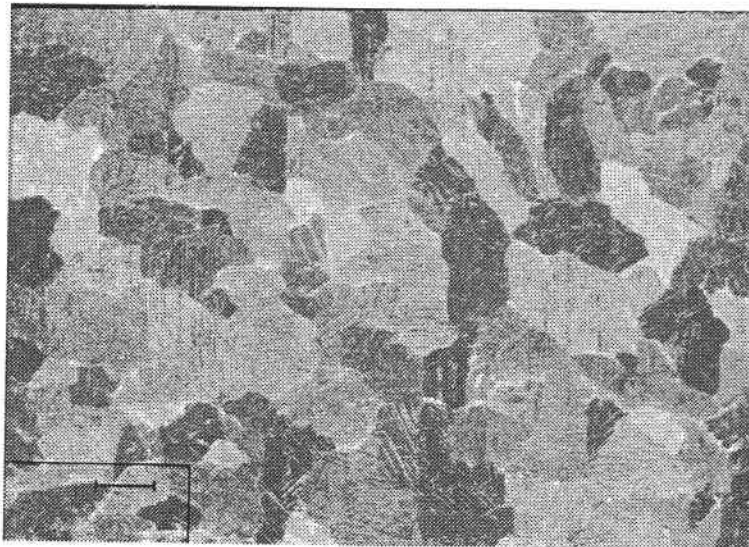
Intensité de la composante majeure : 32

Figure 31 : évolution de la figure de pôles (00.2) en fonction de la teneur en aluminium. Echantillons Galvameuse et C.S. Flémalle



— 200  $\mu\text{m}$

Echantillon 7, 0.18 % d'aluminium (\*50)



— 200  $\mu\text{m}$

Echantillon 6, 0.24 % d'aluminium (\*50)

Figures 32 : microstructure des revêtements dont les teneurs en aluminium diffèrent

% Al	Longueur totale et moyenne des fissures	Histogramme en fonction des longueurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Histogramme en fonction des largeurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Orientation	Photos
0.18 %	10,21 mm sur 5 mm <sup>2</sup>	<p>Nombre de fissures</p> <p>Longueur de fissures</p>	<p>Nombre de fissures</p> <p>Largeur de fissures</p>	2 orientations à 90°	<p>Grossissement * 30</p>
0.3 %	5,37 mm sur 5 mm <sup>2</sup>	<p>Nombre de fissures</p> <p>Longueur de fissures</p>	<p>Nombre de fissures</p> <p>Largeur de fissures</p>	2 orientations à 90°	<p>Grossissement * 50</p>

Figure 33 : comportement en pliage d'échantillons à teneur en aluminium différente, Galvameuse : 0.18 % et Galvanisé "Flémalle" : 0.3 %

#### C - 4. Bilan de l'étude de l'influence des teneurs en aluminium

Notre étude montre que l'aluminium joue un rôle important dans la résistance à la fissuration. En augmentant le taux d'aluminium dans le bain de galvanisation, des changements très nets apparaissent : la taille de grains diminue, l'intensité maximale et donc l'acuité de la composante majeure sur la figure de pôles  $\{00.2\}$  diminuent également (tableau 9).

Toutefois, la différence entre les échantillons Galvameuse à 0.18 % d'aluminium et les échantillons galvanisés à 0.3 % d'aluminium est trop importante pour n'être due qu'à la différence de teneur en aluminium. Il conviendrait donc de tester un échantillon Galvameuse de même teneur en aluminium que les échantillons galvanisés, pour pouvoir séparer l'effet du taux d'aluminium et l'effet de la ligne industrielle.

La teneur en aluminium du bain de zinc est loin d'être insignifiante sur la résistance à la fissuration des échantillons au cours de la déformation. En fait, notre étude montre clairement que la teneur en aluminium dans le bain de zinc est un élément important. En effet, plus la teneur en aluminium dans le bain augmente et plus l'intensité et l'acuité de la composante majeure des figures de pôles diminuent. Ceci confirme deux effets connus de la présence d'aluminium dans le zinc :

- ↳ Augmentation de la température de recristallisation du zinc [Farge, 1966];
- ↳ Augmentation de la déformabilité du zinc par le biais d'une augmentation de la densité de dislocations basales, c'est à dire des dislocations les plus mobiles dans le zinc (systèmes principal de déformation).

Les textures, microstructures et résistances à la fissuration varient en fonction du pourcentage d'aluminium. La texture des revêtements à bas taux d'aluminium (0.18% massique), présente des réflexions individuelles correspondant à la diffraction de chaque grain. En effet, dans ce cas, la statistique des grains n'est pas assez importante pour voir apparaître une texture de fibre. Lorsque ce taux d'aluminium augmente (0.24% massique), les tailles de domaines diminuent. Cet effet se retrouve sur les figures de pôles dont les pics sont alors regroupés au centre de la figure de pôles. Cette configuration se retrouve parfaitement pour les échantillons à forte teneur en aluminium (tableau 9). Il est clair que plus le pourcentage d'aluminium augmente, plus la taille de domaine diminue, plus l'intensité et l'acuité de la composante majeure sur la figure de pôles  $\{00.2\}$  diminuent. Parallèlement, la résistance à la fissuration du revêtement augmente. Les observations en désaccord partiel avec ce résultat sont vraisemblablement liées au substrat. Des variations dans la chimie et dans la texture de

l'acier peuvent engendrer des couches d'inhibition différentes. L'influence du substrat sera rappelée dans le paragraphe consacré aux perspectives. Cette influence devrait, en effet, être analysée de façon plus approfondie.

N° LETAM	Epaisseur déposée (g/m <sup>2</sup> )	Aluminium (%)	Rugosité	Microstructure		Texture		Pliage (résistance à la fissuration)
				Type	Taille (µm)	Style	Intensité	
1	94.4	1.166	1.05	- petits grains - beaucoup de grains recristallisés - peu de macles	100	centrale	13	+++++
2	93.4	0.977	0.6	- petits grains - peu de macles	100	centrale	14	++++
3	92.4	0.886	0.9	- petits grains - peu de macles - quelques grains recristallisés	100	centrale	21	++++
4	92.6	0.821	1.2	- gros grains - quelques macles - petits grains recristallisés	200	centrale	28	+++ fines et longues
5	90.0	0.642	0.9	- gros grains - quelques grains recristallisés - peu de macles	200	centrale	28	+++ larges
6	93.6	0.4	1	- gros grains - quelques grains recristallisés - quelques macles	200	centrale	33	+
7	80	0,24	0,5	- gros grains - quelques macles - petits grains recristallisés	200	centrale	20	+++ fines
8	275	0,18	0,5	- très gros grains - quelques grains recristallisés - quelques macles	400	centrale + autres	32	+ larges et longues

+++++ peu fissuré    ++++ moyennement fissuré    +++ très fissuré    + énormément fissuré

Tableau 9 : caractéristiques des divers échantillons (teneurs en aluminium variables).

## E. Effets du skin - pass

---

Chaque échantillon a été étudié avant et après l'opération de skin - pass. L'étude systématique de chaque échantillon porte sur la texture, la microstructure et l'aptitude à la déformation (pliage). Les échantillons peuvent être skin - passés industriellement ou en laboratoire. Les skin - pass effectués en laboratoire l'ont été avec différents lubrifiants. Nous étudierons plus particulièrement deux cas : à sec (sans lubrification) et avec un lubrifiant humide (croda). Pour les skin - pass, différents diamètres de cylindres de laminoirs ont été utilisés. Nous pourrions comparer des cylindres de laminoir de 400 mm et de 600 mm de diamètre (diamètre de cylindres de laminoirs adoptés sur les lignes de galvanisation de Cockerill - Sambre). L'épaisseur des échantillons et celle des dépôts de zinc peuvent aussi influencer le skin - pass. Nous étudierons en particulier des dépôts de 10  $\mu\text{m}$  et de 20  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, qui sont les épaisseurs de dépôts fréquemment rencontrés dans les échantillons galvanisés de Cockerill - Sambre, respectivement pour les applications en automobile et en bâtiment.

### E - 1 Influence du taux de skin - pass

Le taux de skin - pass réalisé est le taux industriel habituel (1 - 2%). Des échantillons de même nature ont subi des skin - pass de laboratoire de 1% et 5% d'allongement. Il est évident que pour des skin - pass de 5%, les matériaux ne sont plus utilisables au vu de la détérioration des propriétés mécaniques du substrat. Mais nous souhaitons faire ici une étude comparative des effets du taux de skin - pass sur la texture, la microstructure et la résistance à la fissuration.

#### *E - 1 - a. Texture*

D'après la mesure des figures de pôles (00.2), les échantillons avant skin - pass peuvent présenter deux types de texture. Le premier type regroupe la plupart des échantillons ; ces derniers présentent une texture de fibre  $\langle 00.1 \rangle$ . Le pic d'intensité majeure se situe au centre de la figure de pôles. Le second type présente des réflexions individuelles dispersées sur toute la figure de pôles. Ce type de texture est courant pour des échantillons à très gros grains. Dans l'étude de l'influence du skin - pass, nous distinguerons les deux cas de figure.

##### *E - 1 - a - 1. La texture avant skin - pass est une*

##### *texture centrale*

Lorsque le taux de skin - pass augmente, l'intensité de la composante majeure de chaque figure de pôles diminue, de nouvelles composantes apparaissent et la dispersion autour de chaque composante augmente (figure 35). Lorsque le skin - pass est de l'ordre de 1 %, les grains se sont réorientés de façon



à mieux accommoder la déformation. Un tel skin - pass améliore la résistance à la fissuration. Lorsque le skin - pass devient trop important (skin - pass à 5%), la texture évolue vers une texture de laminage à froid, les grains vont avoir tendance à se réorienter tous dans la direction de laminage à froid. Avec un tel skin - pass, l'intensité maximale diminue toujours. Cependant, la création de composantes trop inclinées dans la direction de laminage va entraîner des fissures par clivage.

*E - 1 - a - 2. La texture avant skin - pass possède des pics répartis sur toute la figure de pôles (texture initiale plus aléatoire).*

Chaque pic correspond à la diffraction d'un seul grain, chaque grain se comporte alors comme un monocristal (figure 34). Les pics d'intensité majeure sont distribués de façon plus aléatoire sur une grande partie de la figure de pôles. Sous l'effet du skin - pass, l'intensité des composantes majeures diminue localement, de même que l'acuité, alors que la dispersion autour de ces composantes majeures augmente localement. Un skin - pass de 1% ne change pas la répartition assez aléatoire des pics sur la figure des pôles, mais crée d'autres composantes. Par contre, un skin - pass de l'ordre de 5 % induit la création de composante de laminage à froid, ce qui n'est pas favorable à la résistance à la fissuration.

### *E - 1 - b. Microstructure*

Quels que soient les échantillons et leur microstructure initiale, un skin - pass modifie la microstructure des échantillons de façon reproductible. Il est parfois difficile de caractériser de façon précise la taille de grains ou de domaines des échantillons skin - passés, du fait de l'hétérogénéité des tailles de grains ou de la problématique délimitation des domaines après skin - pass. Néanmoins, la formation de macles de déformation, qui étaient absentes avant le skin - pass et la création de nouveaux grains par recristallisation dynamique sont clairement perceptibles. Les grains initiaux sont subdivisés en fonction de plusieurs paramètres (recristallisation dynamique, maclage) dus au skin - pass. Les tailles de domaines diminuent du fait que les anciens domaines sont subdivisés en plusieurs sous - domaines. La figure 36 illustre la microstructure d'un échantillon avant et après un skin - pass de 1%.

L'effet du skin - pass sur la microstructure se retrouve également sur les textures. En effet, si un skin - pass divise un domaine en sous domaines, la composante de la figure de pôles correspondant à la réflexion des rayons X de ce domaine va également être divisée en plusieurs sous - composantes. Son intensité sera donc plus faible. S'il y a maclage, l'axe de la macle se retrouvera à  $86^\circ$  par rapport à son orientation dans la matrice initiale du grain. La figure de pôles (00.2) n'est que très peu modifiée qualitativement par la recristallisation, dans la mesure où celle-ci se traduit par une rotation de  $30^\circ$  autour de l'axe *c*. Toutefois, il peut y avoir apparition de nouvelles composantes dues aux grains recristallisés sur les autres figures de pôles. De plus, le grain après skin - pass sera perturbé, son

orientation pourra varier légèrement ce qui entraînera une dispersion autour de la composante initiale du grain avant skin - pass.

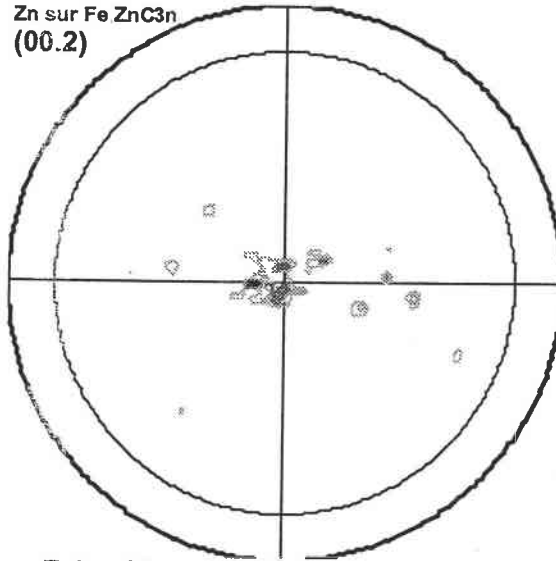
La formation de macles et la création de grains recristallisés a bien sûr une influence directe sur la texture. Les nouvelles composantes sont essentiellement dues aux composantes des nouveaux grains, ainsi qu'aux composantes de maclage. La texture de recristallisation sera observable préférentiellement sur les plans prismatiques, alors que nous mesurons principalement les figures de pôles (00.2) . La dispersion autour de chaque pic initial va augmenter car ce pic correspondait à la diffraction d'un seul grain. Ce grain s'est subdivisé, le pic correspondant est donc moins intense alors que sa dispersion augmente en parallèle.

### *E - I - c. Fissuration au pliage*

Un skin - pass diminue la taille des domaines cohérents et la propagation des fissures est perturbée. La taille et le nombre des fissures seront donc plus petits (figure 37).

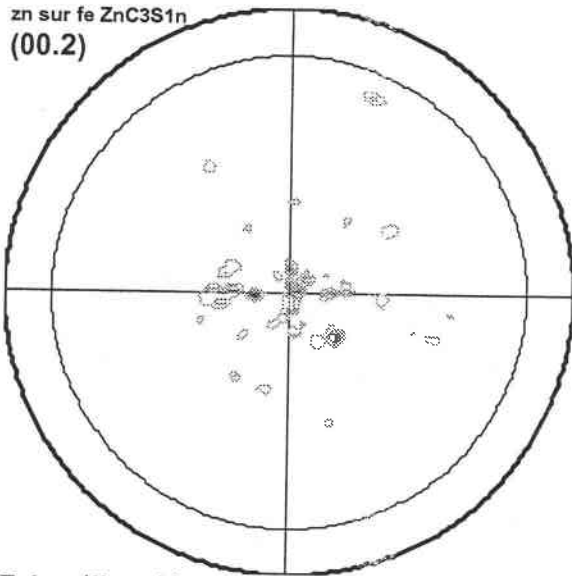
Le skin - pass diminue la taille des fissures au pliage en diminuant la taille de domaine diminue et donc le libre parcours moyen d'une fissure. Il faut toutefois faire attention à l'apparition de composantes de maclage et de composantes de recristallisation. Lorsque le taux de skin - pass est trop important, les orientations de domaines de composantes d'axe *c* trop inclinés par rapport à la normale de l'échantillon, favorisent la fissuration. Il faut définir un skin - pass intermédiaire qui permet de réduire les tailles de domaines et par la même occasion celles des fissures, mais qui ne crée pas trop de nouveaux grains ou zones orientés favorablement pour la formation et / ou la propagation des fissures.

Zn sur Fe ZnC3n  
(00.2)



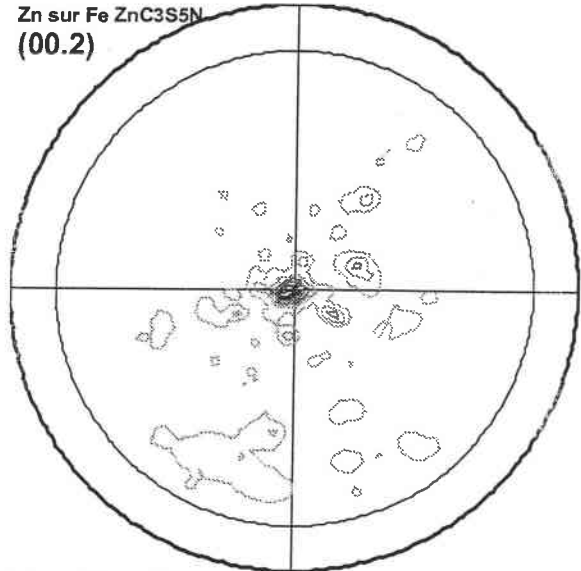
Echantillon non skin - passé, I max = 29

zn sur fe ZnC3S1n  
(00.2)



Echantillon skin - passé à 1%, I max = 19

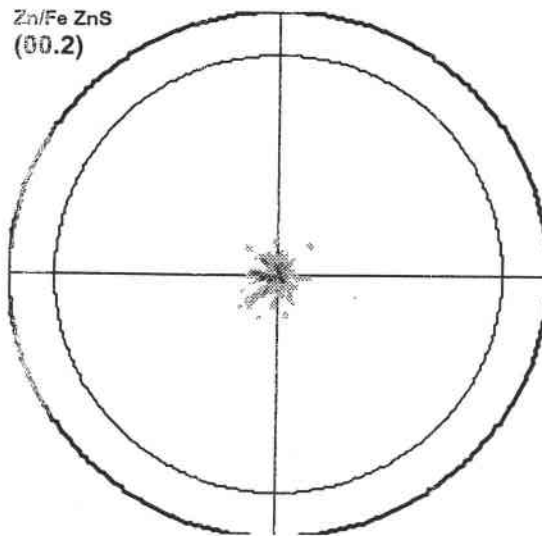
Zn sur Fe ZnC3S5N  
(00.2)



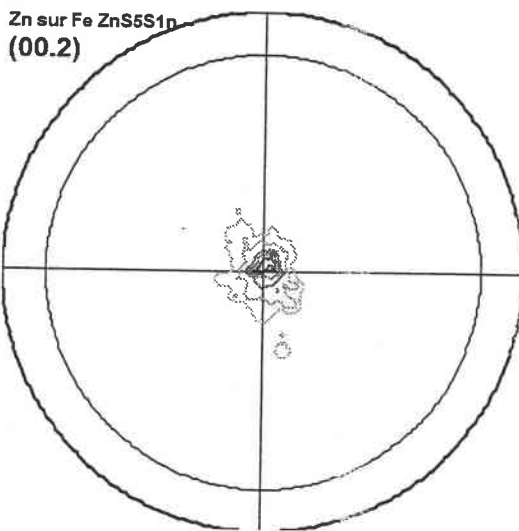
Echantillon skin - passé à 5%, I max = 11

Figure 34 : figures de pôles avant et après skin - pass, d'une texture initialement centrale avec quelques réflexions individuelles

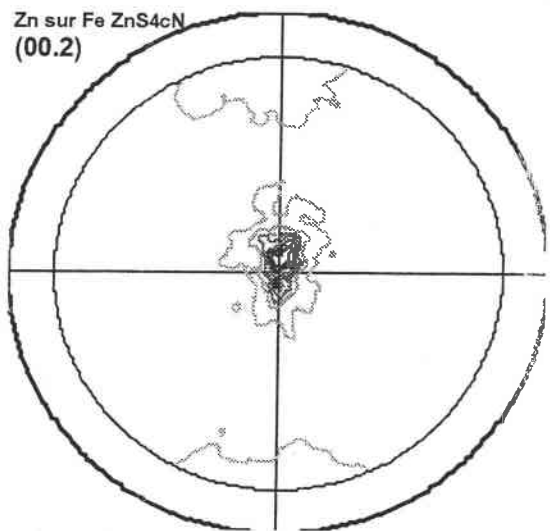
DT  
DN, 00.2



Echantillon non skin - passé, I max = 68

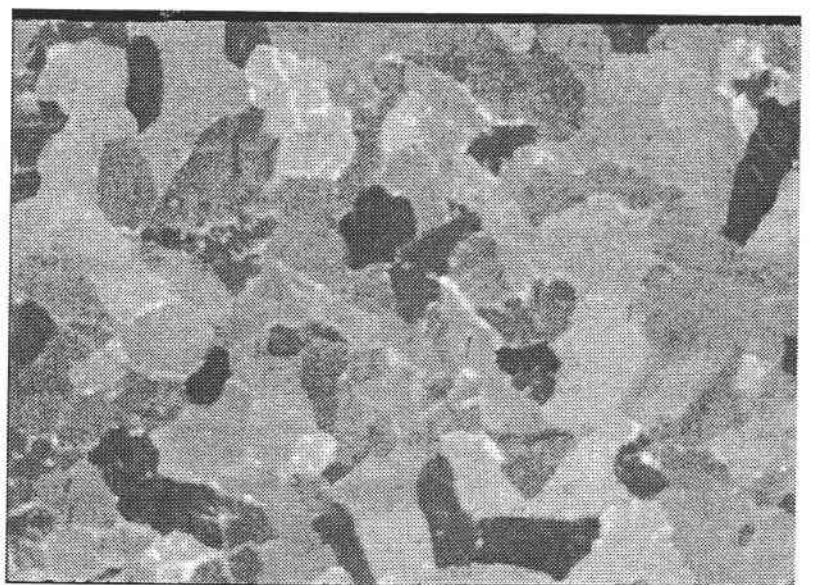


Echantillon skin - passé à 1%, I max = 27



Echantillon skin - passé à 5%, I max = 9

Figure 35 : figures de pôles avant et après skin - pass (1% et 5%) d'une texture initialement plus centrale



200  $\mu\text{m}$

avant skin - pass (\*50)



200  $\mu\text{m}$

après skin - pass de 1 % (\*50)

Figure 36 : microstructure d'un échantillon galvanisé sans skin - pass et avec un skin - pass de 1 %

	Longueur totale et moyenne des fissures	Histogramme en fonction des longueurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Histogramme en fonction des largeurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Orientation	Photos														
Avant skin - pass	10,21 mm sur 5 mm <sup>2</sup>	<table border="1"> <caption>Histogramme des longueurs des fissures (avant)</caption> <thead> <tr> <th>Longueur de fissures (<math>\mu\text{m}</math>)</th> <th>Nombres de fissures</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>300</td> <td>8</td> </tr> <tr> <td>600</td> <td>12</td> </tr> <tr> <td>800</td> <td>5</td> </tr> </tbody> </table>	Longueur de fissures ( $\mu\text{m}$ )	Nombres de fissures	300	8	600	12	800	5	<table border="1"> <caption>Histogramme des largeurs des fissures (avant)</caption> <thead> <tr> <th>Largeur de fissures (<math>\mu\text{m}</math>)</th> <th>Nombres de fissures</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>7</td> <td>12</td> </tr> <tr> <td>15</td> <td>11</td> </tr> </tbody> </table>	Largeur de fissures ( $\mu\text{m}$ )	Nombres de fissures	7	12	15	11	2 orientations à 90°	<p>Grossissement *30</p>
Longueur de fissures ( $\mu\text{m}$ )	Nombres de fissures																		
300	8																		
600	12																		
800	5																		
Largeur de fissures ( $\mu\text{m}$ )	Nombres de fissures																		
7	12																		
15	11																		
Après skin - pass	4.13 mm sur 5 mm <sup>2</sup>	<table border="1"> <caption>Histogramme des longueurs des fissures (après)</caption> <thead> <tr> <th>Longueur de fissures (<math>\mu\text{m}</math>)</th> <th>Nombres de fissures</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>300</td> <td>12</td> </tr> <tr> <td>600</td> <td>1</td> </tr> </tbody> </table>	Longueur de fissures ( $\mu\text{m}$ )	Nombres de fissures	300	12	600	1	<table border="1"> <caption>Histogramme des largeurs des fissures (après)</caption> <thead> <tr> <th>Largeur de fissures (<math>\mu\text{m}</math>)</th> <th>Nombres de fissures</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>7</td> <td>12</td> </tr> <tr> <td>50</td> <td>1</td> </tr> </tbody> </table>	Largeur de fissures ( $\mu\text{m}$ )	Nombres de fissures	7	12	50	1	2 orientations à 45°	<p>Grossissement *30</p>		
Longueur de fissures ( $\mu\text{m}$ )	Nombres de fissures																		
300	12																		
600	1																		
Largeur de fissures ( $\mu\text{m}$ )	Nombres de fissures																		
7	12																		
50	1																		

Figure 37 : comportement en pliage de deux échantillons identiques, l'un skin - passé et l'autre non skin - passé

## E - 2. Influence de l'épaisseur de la tôle et de l'épaisseur du dépôt

Une différence très nette, aussi bien en texture qu'en microstructure et en résistance à la fissuration, est observée pour des échantillons d'épaisseurs de revêtements différentes (10  $\mu\text{m}$  et 20 $\mu\text{m}$ ).

### *E - 2 - a. Texture*

Les échantillons galvanisés dont l'épaisseur de dépôt est de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$  présentent une texture d'axe  $c$  très marquée. Les pics de composantes majeures sont regroupés autour du centre de la figure de pôles (00.2) et leur acuité est très forte, c'est à dire qu'il n'y a pratiquement aucune dispersion autour de chaque pic (figure 38).

Par contre, les échantillons galvanisés dont l'épaisseur de dépôt est de 10  $\mu\text{m}$  ou moins, présentent une texture beaucoup moins marquée. Cette texture est toujours d'axe  $c$ , mais les pics de composantes majeures sont beaucoup moins intenses et il existe une certaine dispersion autour de chaque pic (figure 38), ce qui traduit une certaine désorientation entre les petits grains, résultant d'une vitesse de solidification plus élevée.

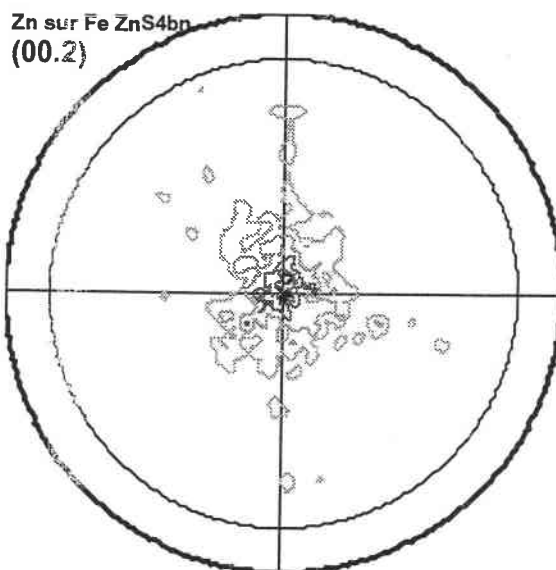
### *E - 2 - b. Microstructure*

Les échantillons galvanisés dont l'épaisseur de dépôt est de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$  possèdent des tailles de grains et des tailles de domaines très largement supérieures à celles des échantillons galvanisés dont l'épaisseur du revêtement est de 10  $\mu\text{m}$ . Les différents échantillons étudiés montrent que plus le dépôt de zinc est épais, plus la taille de grains et des domaines est importante (figure 39), ce qui peut se comprendre par une différence des temps de solidification.

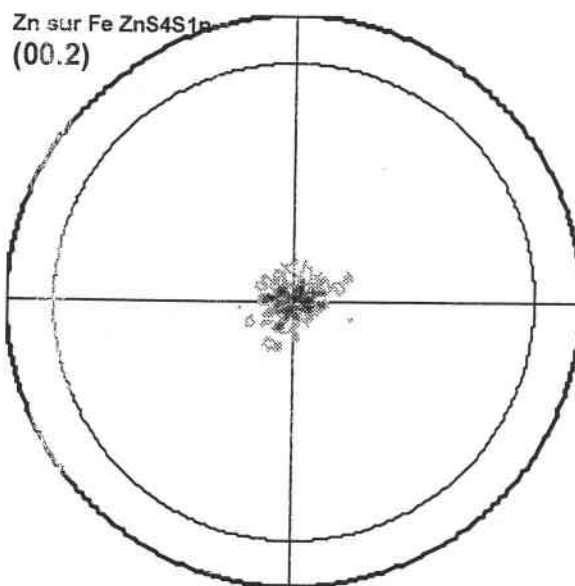
### *E - 2 - c. Fissuration au pliage*

D'après les observations faites dans cette étude, la résistance à la fissuration d'un échantillon galvanisé, skin - passé, ayant une épaisseur de dépôt de 20  $\mu\text{m}$  est inférieure à celle d'un échantillon ayant une épaisseur de dépôt de 10  $\mu\text{m}$  (figure 40). Cette observation confirme l'influence de la texture et de la taille des domaines, paramètres directement liés à l'épaisseur de revêtement, sur la résistance à la fissuration.



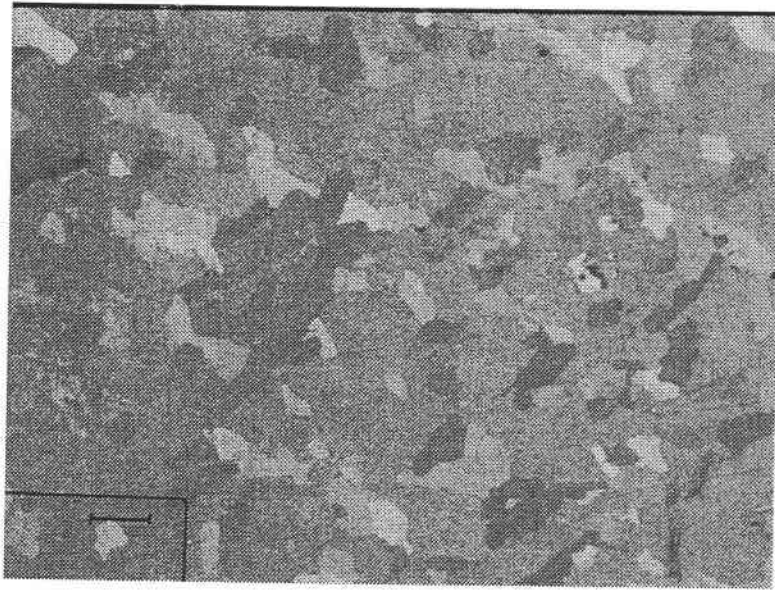


Echantillon non skin - passé, épaisseur de dépôts 10 µm, I max : 20



Echantillon non skin - passé, épaisseur de dépôt 20 µm, I max : 27

Figure 38 : figures de pôles de revêtements d'épaisseurs de dépôts 10 µm et 20 µm.



Epaisseur de revêtement 10 µm (\*50)

----- 200 µm



Epaisseur de revêtement 20 µm (\*50)

----- 200 µm

Figure 39 : microstructure d'échantillons galvanisés avec des épaisseurs de dépôts 10 µm et de 20 µm

	Longueur totale et moyenne des fissures	Histogramme en fonction des longueurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Histogramme en fonction des largeurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Orientation	Photos
10 $\mu\text{m}$	0				 Grossissement *30
20 $\mu\text{m}$	9.2 mm sur 5 mm <sup>2</sup>			2 orientation à 90°	 Grossissement *30

Figure 40 : comportement en pliage d'échantillons de 10 et de 20  $\mu\text{m}$  d'épaisseur de revêtement.

E - 3 Influence du lubrifiant

L'utilisation éventuelle de lubrifiant lors du skin - pass modifie de façon notable les caractéristiques des revêtements. Les différences se retrouvent dans les figures de pôles, les microstructures et donc également dans la résistance à la fissuration.

*E - 3 - a. Texture*

Avec un skin - pass humide (croda), l'effet du skin - pass est accéléré et renforcé. C'est à dire que la texture d'un échantillon skin - passé avec du lubrifiant sera comparable à celle d'un échantillon skin - passé sans lubrifiant dont le taux de skin - pass serait plus élevé (figure 41). La lubrification amplifie l'effet du skin - pass. Notamment, la composante de laminage à froid apparaîtra plus rapidement pour un échantillon skin - passé avec du lubrifiant. Qualitativement, cette observation peut se comprendre par l'influence du lubrifiant sur :

↳ la diminution du coefficient de frottement outil - matière qui permet une déformation plus importante de la surface du galvanisé.

↳ l'accroissement moins important de la température du matériau en raison de l'absorption de calories par le lubrifiant.

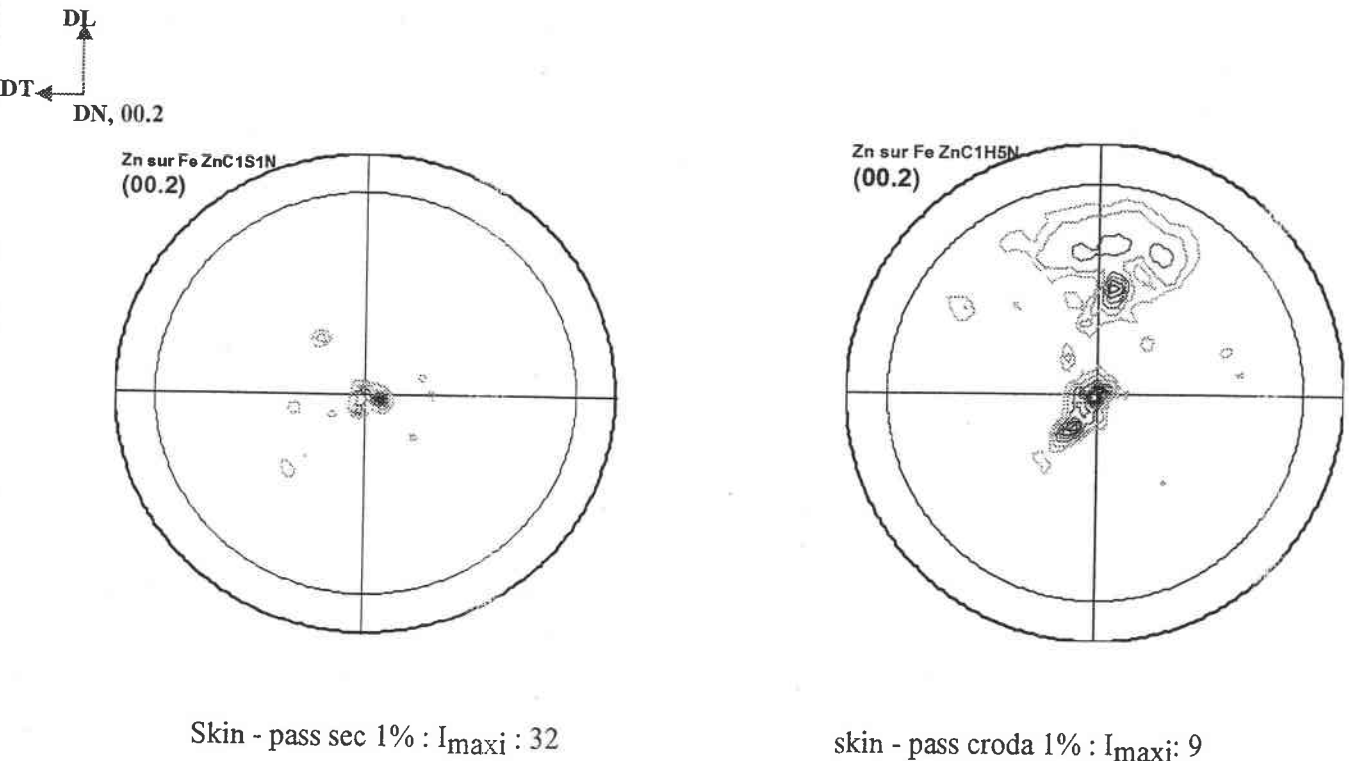


Figure 41 : figures de pôles d'échantillons skin - passés avec lubrifiant et sans lubrifiant, au même taux de réduction de 1%.

*E - 3 - b. Microstructure*

Les observations, pour la microstructure, sont analogues à celles faites pour la texture. Un échantillon skin - passé avec du lubrifiant a les caractéristiques d'un échantillon skin - passé sans lubrification dont le taux de skin - pass serait plus important. Pour un skin - pass avec lubrifiant, les grains recristallisés et les macles apparaîtront à un taux de skin - pass plus faible que si l'échantillon était skin - passé sans lubrifiant (figure 42). Ceci se traduit par des tailles de domaines, à skin - pass identiques plus faibles pour un échantillon skin - passé avec du lubrifiant. De plus, l'utilisation d'un lubrifiant conduit à une plus grande homogénéité de la microstructure du revêtement.

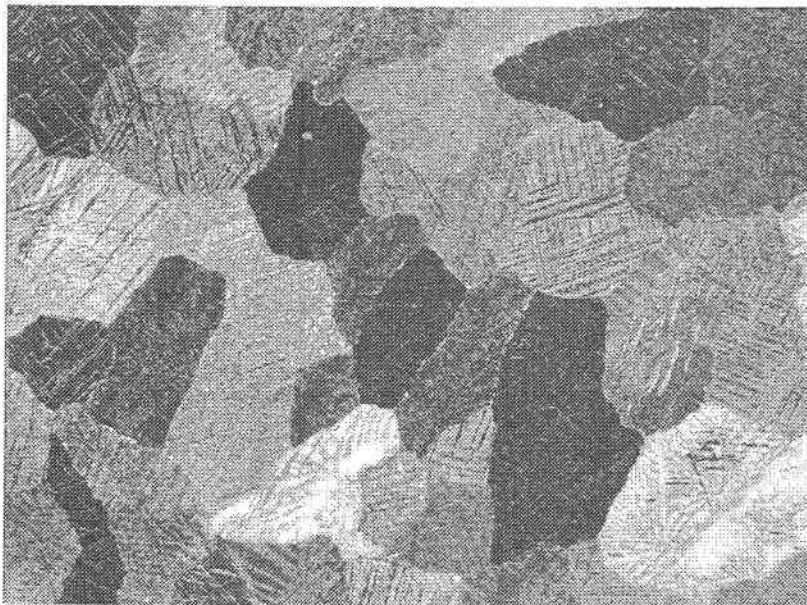
*E - 3 - c. Fissuration au pliage*

Contrairement à la texture et à la microstructure, l'observation des pliages ne permet pas de formuler une constatation systématique. En fait, la lubrification permet d'accélérer les effets du skin - pass : l'apparition des composantes de maclage et de recristallisation se fera pour des taux de skin - pass plus faibles. Il convient, dès lors, d'être prudent car certains domaines se retrouveront très vite dans des zones d'orientations critiques (axe  $c$  se trouvant à  $90^\circ$  par rapport à la direction normale à la surface de l'échantillon). De telles orientations sont critiques dans la mesure où les grains ne peuvent pas accommoder la déformation plastique, ni par glissement, ni par maclage. Ceci permet de comprendre de manière qualitative le fait que la diminution de la taille des domaines ne se traduise pas, dans certains cas, par une augmentation spectaculaire de la résistance à la fissuration. Quoiqu'il en soit, ceci pose la question du taux de skin-pass optimum. Pour pouvoir donner des valeurs quantitatives ou semi - quantitatives, il faudrait observer les effets d'un skin - pass avec et sans lubrification, en faisant des essais pour des taux de skin - pass plus faible dans le cas de skin - pass lubrifié. Les résultats actuellement disponibles nous permettent cependant de dire que le pliage est meilleur pour un skin - pass inférieur à 5 % (figure 43). Avec un skin - pass lubrifié, il vaudrait sans doute mieux être inférieur à 3 %. En tous cas, avec du lubrifiant, le skin - pass maximum limite est inférieur à 5 %. Ceci confirme de manière empirique le bien fondé de la pratique industrielle.



----- 200  $\mu$ m

skin - pass avec lubrifiant (\*50)



----- 200  $\mu$ m

skin - pass sans lubrifiant (\*50)

Figure 42 : microstructures d' échantillons galvanisés l'un skin - passé avec lubrifiant et l'autre sans lubrifiant au même taux de skin - pass de 1%.



Résultats et discussions

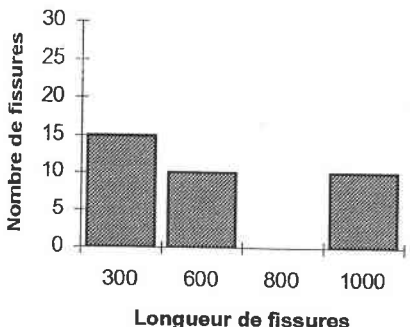
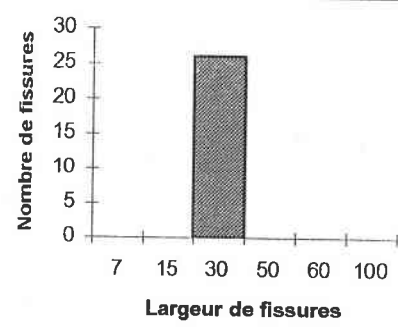
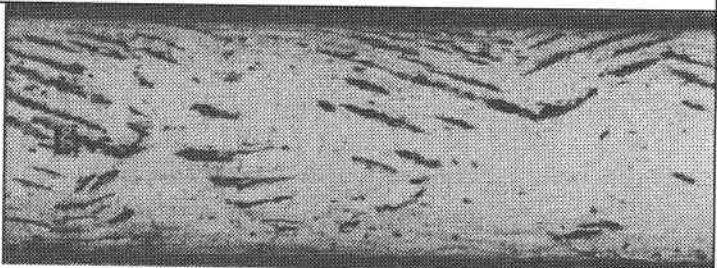
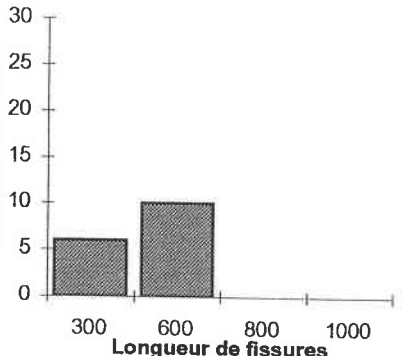
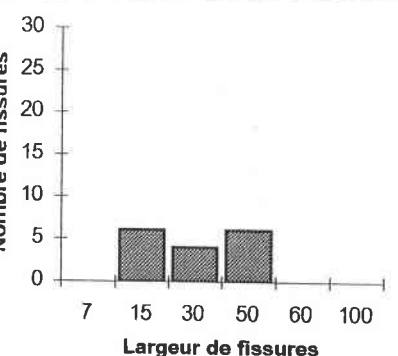
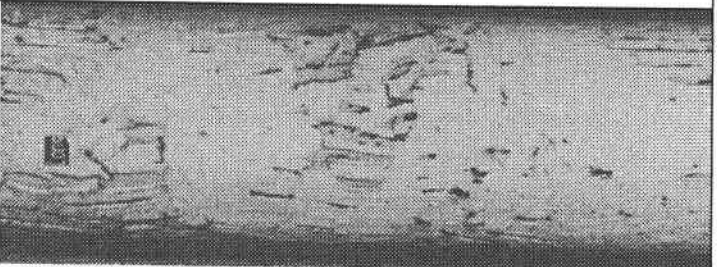
	Longueur totale et moyenne des fissures	Histogramme en fonction des longueurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Histogramme en fonction des largeurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Orientation	Photos
Sans lubrifiant skin - pass 1%	> 10 mm sur 5 mm <sup>2</sup>			2 orientations à 90°	 Grossissement *30
Avec lubrifiant Skin - pass 1%	9 mm sur 5 mm <sup>2</sup>			1 orientation	 Grossissement *30

Figure 43 : comportement en pliage de deux échantillons identiques l'un ayant été skin - passé sans lubrifiant et l'autre avec du lubrifiant



E - 4. Influence du diamètre des cylindres de laminoirs

E - 4 - a. Texture

Aucune influence notable du diamètre des cylindres de laminoirs sur la texture cristallographique n'apparaît (figure 44), du moins dans la gamme des variations de diamètres des cylindres disponibles chez Cockerill Sambre. L'effet du rapport  $l/h$  (très marqué dans les études de laminage des échantillons de zinc massifs) semble négligeable ici puisqu'on n'observe pas de texture de cisaillement, dû à l'effet géométrique. Ceci est vraisemblablement lié aux faibles taux de réduction du skin - pass en comparaison des taux de réduction d'un laminage. On note, tout au plus, une augmentation des intensités maximales pour le plus petit diamètre de cylindres.

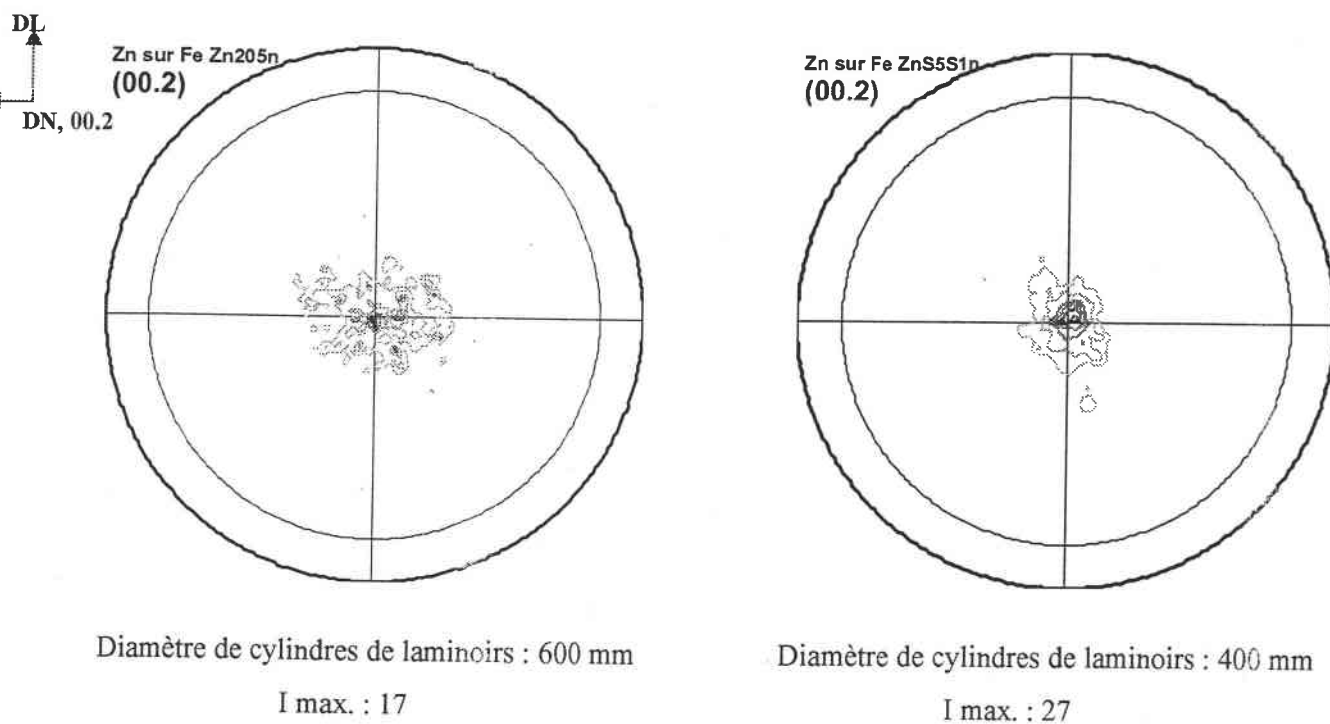


Figure 44 : figures de pôles d'échantillons skin - passés de 2%, avec pour des diamètres de cylindres de laminoirs de 400 mm et pour des diamètres de cylindres de laminoirs de 600 mm

E - 4 - b. Microstructure

La variation de microstructure des échantillons skin - passés en fonction du diamètre des cylindres est plus marquée que celle des textures (figure 45). La recristallisation dynamique est plus importante après le skin-pass réalisé en utilisant les cylindres de plus grand diamètre. Ceci se retrouve dans des études portant sur d'autres matériaux où une augmentation de la recristallisation entraîne une légère diminution des intensités

des composantes majeures sur les figures de pôles (00.1). Dans le cas des échantillons skin - passés avec des cylindres de plus petit diamètre, les grains sont moins recristallisés, les tailles de domaines sont plus importantes et le maillage apparaît vraisemblablement ensuite, lors du bobinage.

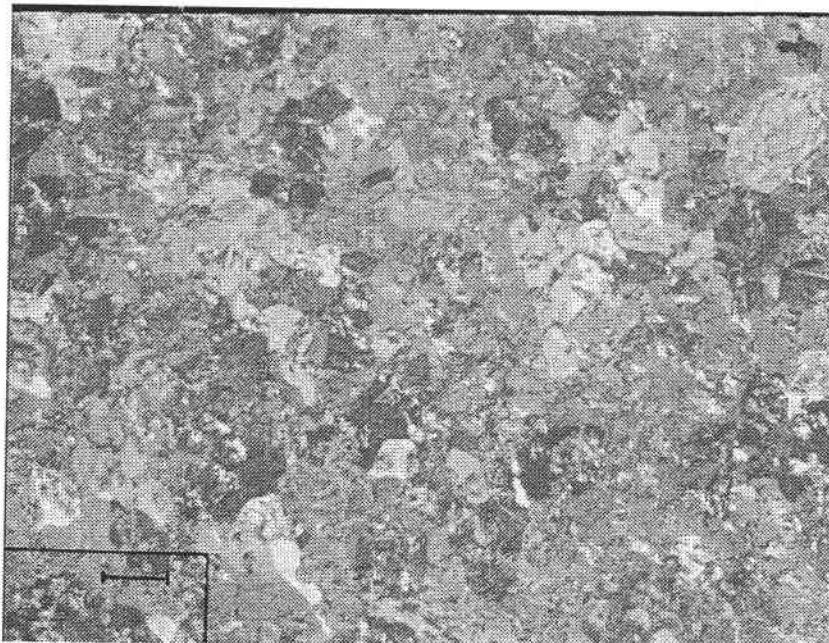
### *E - 4 - c. Fissuration au pliage*

De même que pour les microstructures, des différences notables de tailles de fissures et de nombres de fissures apparaissent entre des échantillons skin - passés avec des diamètres de cylindres de laminoirs différents (figure 46). La résistance à la fissuration est améliorée, à taux de skin - pass identique, avec les cylindres de diamètres plus grands qui conduisent à une recristallisation plus importante et donc à des intensités maximales et des tailles de domaines réduites.



Diamètre de cylindre de laminoirs de 400 mm

200  $\mu$ m



Diamètre de cylindre de laminoirs de 600 mm

200  $\mu$ m

Figure 45 : microstructures d'échantillons galvanisés, skin - passés avec des diamètres de cylindres de laminoirs de 600 mm et de 400 mm

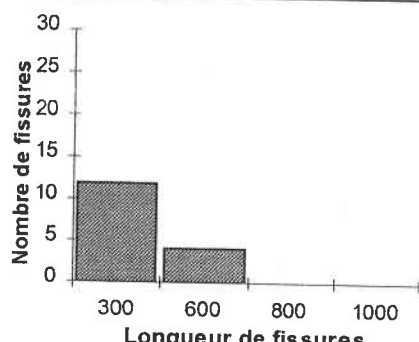
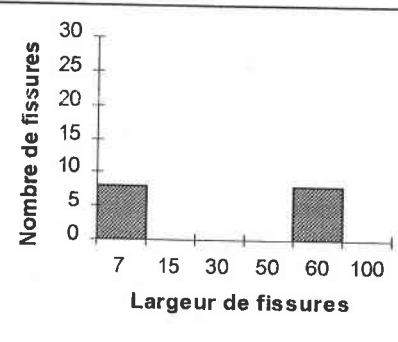
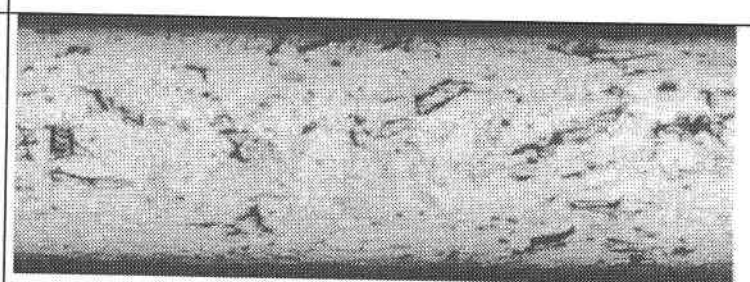
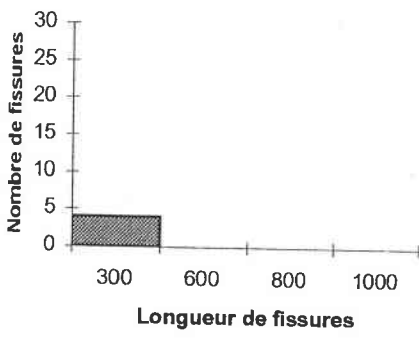
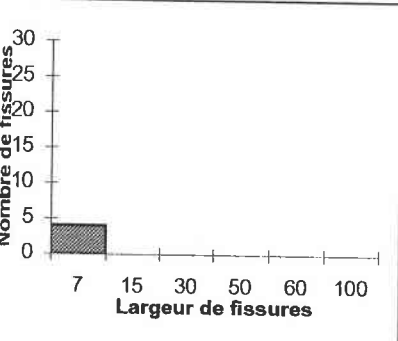
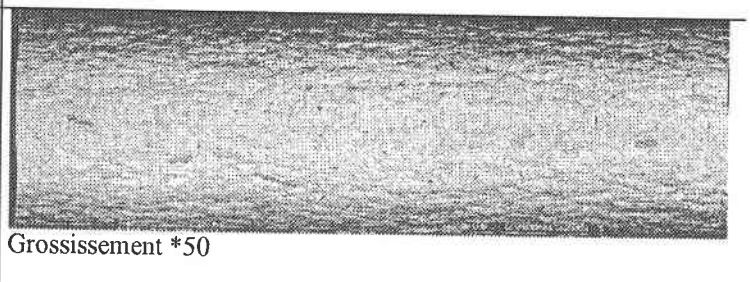
	Longueur totale et moyenne des fissures	Histogramme en fonction des longueurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Histogramme en fonction des largeurs des fissures ( $\mu\text{m}$ )	Orientation	Photos
400 mm	8,5 mm sur 5 mm <sup>2</sup>			2 orientations à 90°	 Grossissement *30
600 mm	1,86 mm sur 5 mm <sup>2</sup>			2 orientations à 45°	 Grossissement *50

Figure 46 : comportement en pliage de deux échantillons skin - passés avec des diamètres de cylindres de laminoirs différents.  
 Un cylindre de diamètre 400 mm et un de 600 mm

E - 5. Interprétation de l'influence du skin - pass par modélisation

*E - 5 - a. Généralités*

*E - 5 - a - 1. Présentation du modèle de laminage choisi*

Parmi les différents modèles de laminage possibles nous avons choisi, pour cette première approche, la méthode des lignes de courant [Guiavarc'h, 1999].

Ce modèle a d'abord été développé dans le cas d'un matériau incompressible (fluide ou solide) [Hoysan et Steiff, 1992 cités dans Guiavarc'h, 1999]. Il a ensuite été étendu aux matériaux élasto-plastiques présentant un écrouissage [Counhaye et Chefneux, 1998].

Le principe de calcul est d'intégrer les lois élasto-plastiques et les équations d'équilibre le long des lignes de courant, en découplant les dérivées dans les différentes directions par le biais de l'introduction d'inconnues supplémentaires. La compatibilité avec les inconnues de base est obtenue en ajustant de manière itérative la forme des lignes de courant et la distribution des contraintes de cisaillement à travers l'épaisseur de l'échantillon.

Le procédé donne des solutions stationnaires comparables à celles obtenues par la méthode des éléments finis, mais il présente l'avantage de temps d'exécution nettement plus courts.

La méthode permet en outre une formulation simple et naturelle des conditions limites (frottement + contact). Enfin, cette méthode permet de conserver un contact avec la physique du problème.

*E - 5 - a - 2. Extension au cas des aciers revêtus*

Pour étendre ce modèle au cas des aciers revêtus, nous avons adapté le modèle développé pour un matériau homogène, en imposant les propriétés mécaniques du zinc sur les lignes de courant extérieures. En adoptant une progression géométrique des écarts entre les lignes de courant consécutives, nous avons ramené l'épaisseur occupée par les deux dernières lignes de courant à l'ordre de grandeur de l'épaisseur de la couche de zinc : environ 17  $\mu\text{m}$  (figure 47). Le principal problème de cette extension de modèle est que l'on ne gère pas rigoureusement l'interface fer - zinc par l'imposition de conditions aux limites à cette interface. Cette dernière est toutefois contrainte par les conditions de continuité et par l'interaction entre les lignes de courant de l'acier et celles du zinc. Il est également malaisé d'obtenir exactement l'épaisseur voulue du revêtement au moyen de la loi de progression

géométrique des écarts entre les lignes de courant consécutives. Malgré ces limitations, ce modèle simplifié donne des résultats intéressants pour l'approche et la compréhension de l'influence du skin - pass sur la texture cristallographique du revêtement.

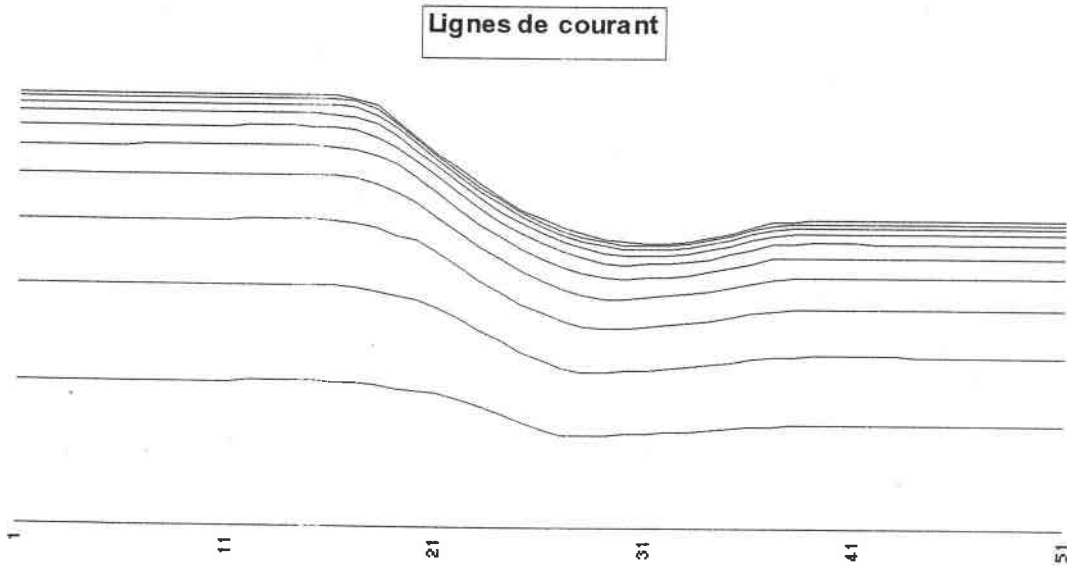


Figure 47 : progression géométrique de l'écart entre les lignes de courant.

La figure 48 représente le système d'axes utilisé par le modèle.

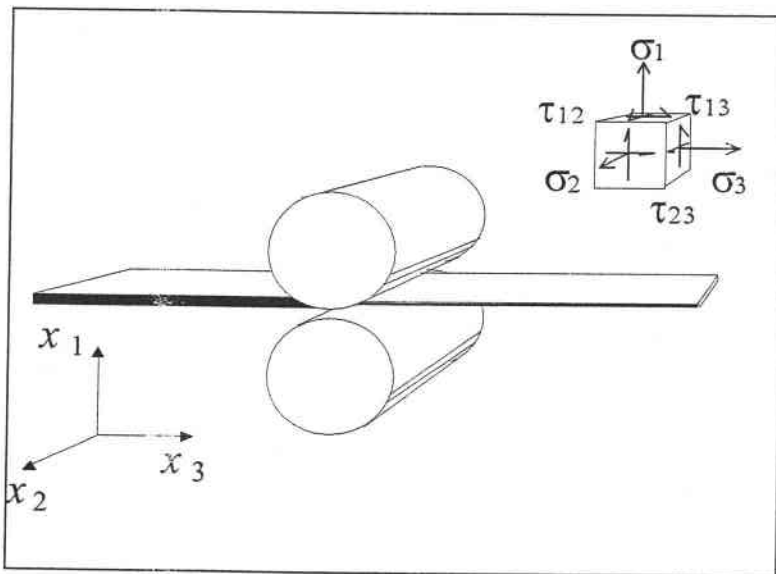


Figure 48 : géométrie de laminage.

### *E - 5 - b. Application à notre étude*

Tenant compte des résultats décrits par ailleurs [Counhaye, 1998, Guiavarc'h, 1999], nous avons, dans le cadre de ce travail, effectué une série d'essais numériques en faisant varier le coefficient de frottement. Ceci permet de se faire une première idée de l'effet de la lubrification sur l'évolution des caractéristiques des aciers galvanisés lors du skin - pass.

#### *E - 5 - b - 1. Observations et interprétations des résultats de modélisation*

Nous avons réalisé une série d'essais numériques avec un coefficient de frottement  $\mu$  variant de 0,05 à 0,25, l'ensemble des autres paramètres étant maintenu constant. Dans ce travail, nous ne présenterons que les cas extrêmes 0,05 et 0,25. Les figures sont présentées en deux dimensions (figures 49,50,51) ; elles permettent de bien mettre en évidence les effets du frottement. Les cas intermédiaires évoluent selon la même logique. Sur chaque figure, la première ligne de courant (à coeur) est tracée en bleu et la dernière ligne de courant (à la surface) est tracée en rouge.

La réduction du coefficient de frottement n'entraîne pas une diminution importante des contraintes  $\sigma_1$ . Par contre, les contraintes  $\sigma_2$  et surtout  $\sigma_3$  augmentent quand le coefficient de frottement  $\mu$  augmente (figure 49). Ainsi, dans l'emprise, le zinc subit une contrainte de compression due au skin - pass deux fois plus importante, dans la direction de laminage, pour  $\mu = 0,25$  par rapport à celle calculée pour  $\mu = 0,05$ . Ce résultat se comprend quand on tient compte du fait que la principale composante des efforts de frottement se trouve dans la direction  $X_3$ . Sur cette même figure, on remarque à la sortie de l'emprise, l'existence de contraintes résiduelles dans la tôle suivant  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$  et non suivant  $\sigma_1$ . Ces contraintes résiduelles maintiennent le zinc en compression car il est plus ductile que l'acier et il aura tendance à s'écouler plus facilement suivant  $X_3$ .

Ceci explique également la différence que l'on peut observer dans le cas de la contrainte de cisaillement  $\tau_{13}$  (figure 50) : on remarque une diminution de cette contrainte avec celle du coefficient de frottement. Ceci montre bien qu'une partie de la contrainte de cisaillement résulte des efforts de frottement, l'autre partie du cisaillement provenant de la géométrie de l'écoulement.

Avant l'entrée dans l'emprise du laminoir du skin - pass, les conditions limites à la surface de la tôle ont des valeurs nulles mais il existe une composante de frottement dans l'épaisseur (figure 50). A l'entrée même de l'emprise, le cisaillement compense le frottement, lorsque le coefficient de frottement augmente, la différence entre cisaillement et frottement est moins importante. Le pic du



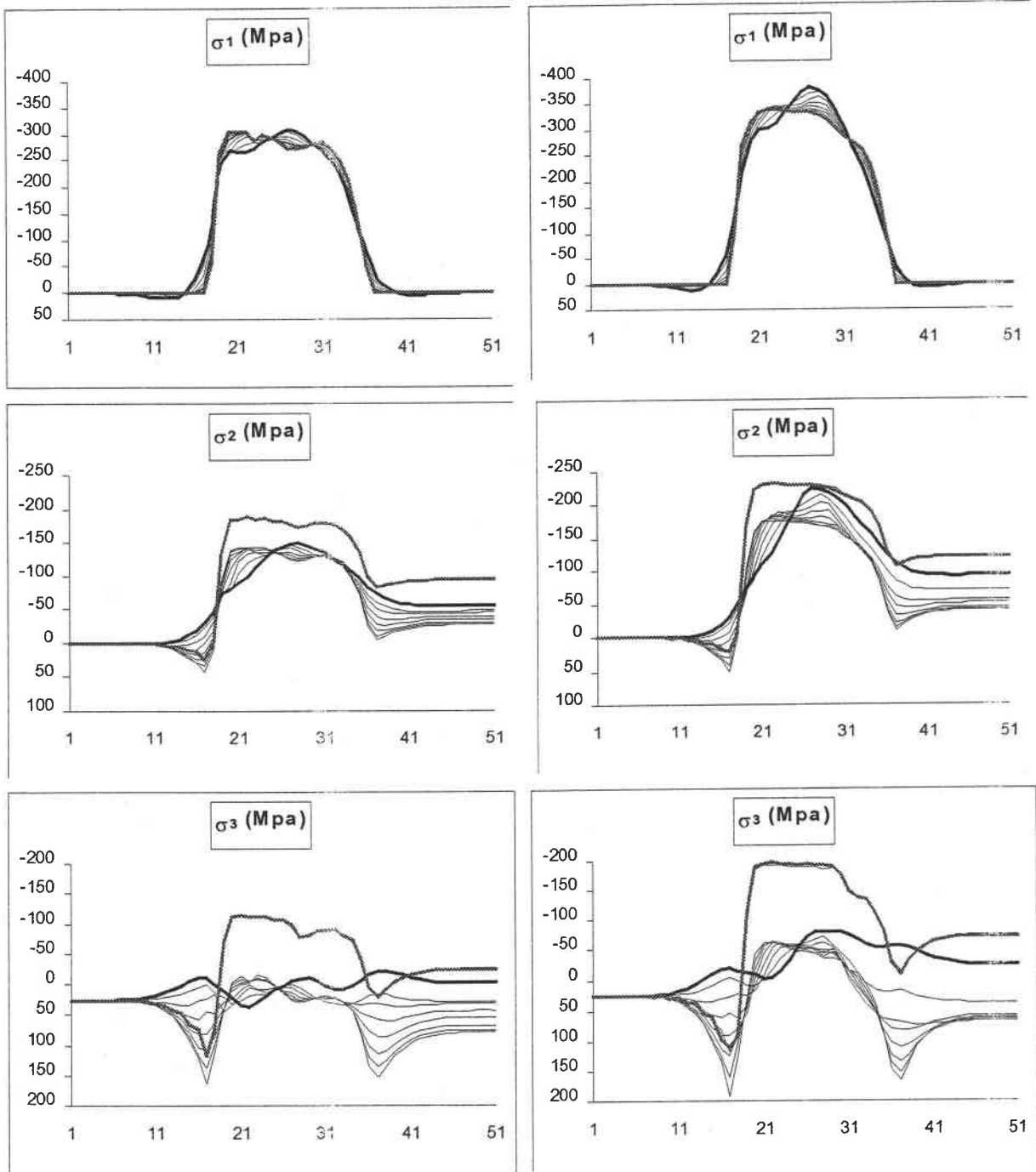
cisaillement augmente lorsque le frottement diminue (figure 50). La compensation parfaite frottement/cisaillement n'apparaît pas, le cisaillement l'emporte toujours à l'entrée de l'emprise. On note que  $\tau_{13}$  est nettement plus important dans l'emprise : d'abord positivement jusqu'au point neutre puis négativement. Pour un coefficient de frottement  $\mu = 0,05$ , les courbes sont beaucoup plus marquées. Après la sortie de l'emprise, on retrouve comme à l'entrée une compression dans l'épaisseur et aucune contrainte à la surface.

En ce qui concerne les déformations, la seule différence notable entre les deux valeurs extrêmes du coefficient de frottement s'observe, comme on pouvait s'y attendre, pour les déformations en cisaillement  $\varepsilon_{13}$  (figure 51). Celles-ci deviennent pratiquement dix fois plus importantes quand on augmente le coefficient de frottement de 0,05 à 0,25.

Si l'on s'intéresse à l'influence du taux de réduction, paramètre jouant un rôle important dans le cadre de la résistance à la fissuration, l'effet visible de l'augmentation du taux de réduction est l'augmentation de manière assez homogène des contraintes et des déformations (figure 52 et 53).

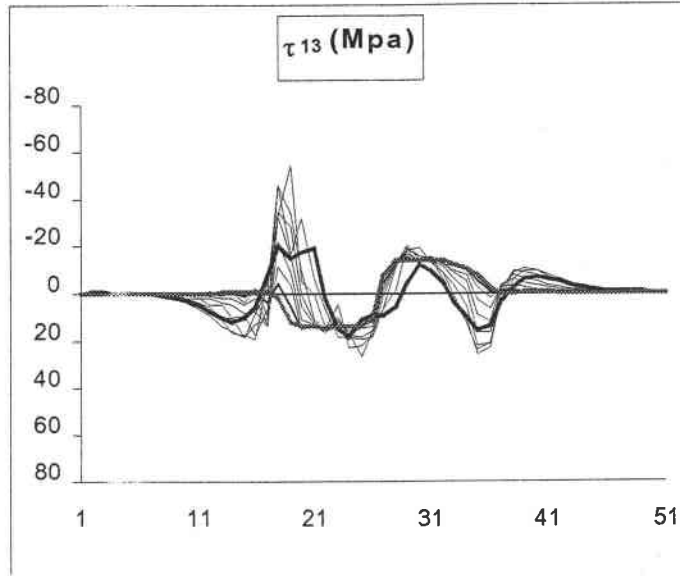
Le taux de réduction ne joue donc pas sur une composante particulière des contraintes et des déformations. Un autre effet notable est également observé : diminution, lors de l'augmentation du taux de skin - pass, de la différence entre la réduction du zinc et de l'acier. Ceci pourrait s'expliquer par l'importance réduite de la déformation élastique quand le taux de déformation augmente.

La figure 52 montre aussi clairement qu'à la surface nous ne trouvons pas un point neutre mais un palier neutre, ce palier augmente lorsque le coefficient de frottement augmente.

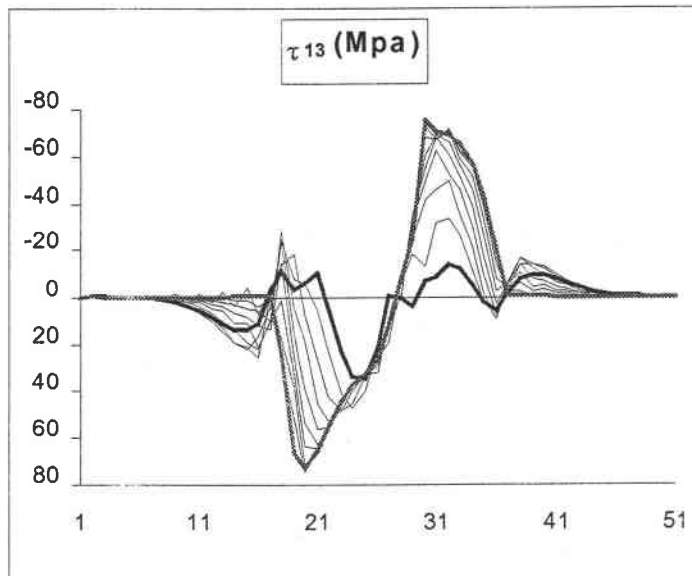


$\sigma_1, \sigma_2$  et  $\sigma_3$  pour un coefficient de frottement  $\mu = 0,05$        $\sigma_1, \sigma_2$  et  $\sigma_3$  pour un coefficient de frottement  $\mu = 0,25$

Figure 49 : différences des contraintes  $\sigma_1, \sigma_2$  et  $\sigma_3$  en fonction du coefficient de frottement  $\mu$ .

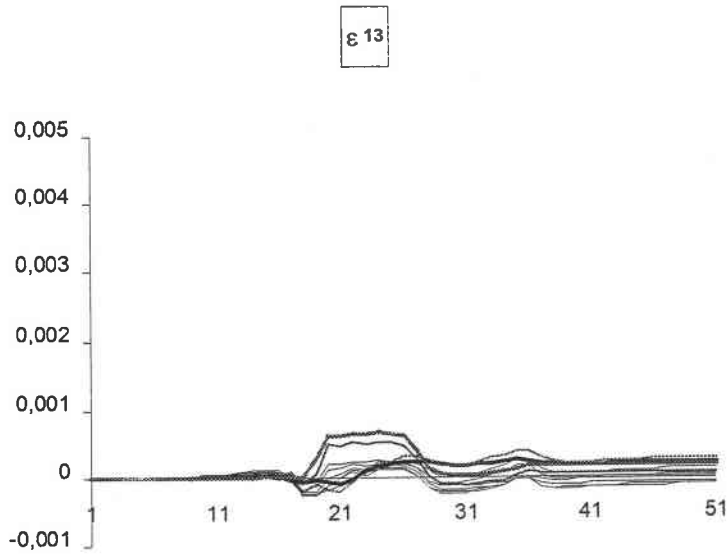


$\tau_{13}$  pour un coefficient de frottement  $\mu = 0,05$

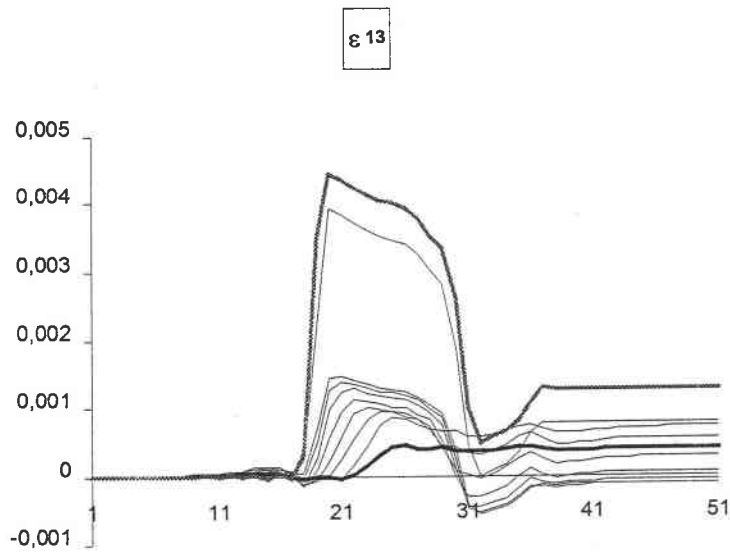


$\tau_{13}$  pour un coefficient de frottement  $\mu = 0,25$

Figure 50 : cisaillement  $\tau_{13}$  pour des coefficients de frottement  $\mu$  de 0,05 et 0,25



$\varepsilon_{13}$  pour un coefficient de frottement  $\mu = 0,05$



$\varepsilon_{13}$  pour un coefficient de frottement  $\mu = 0,25$

Figure 51 : déformation  $\varepsilon_{13}$  pour des coefficients de frottement  $\mu$  de 0,05 et 0,25

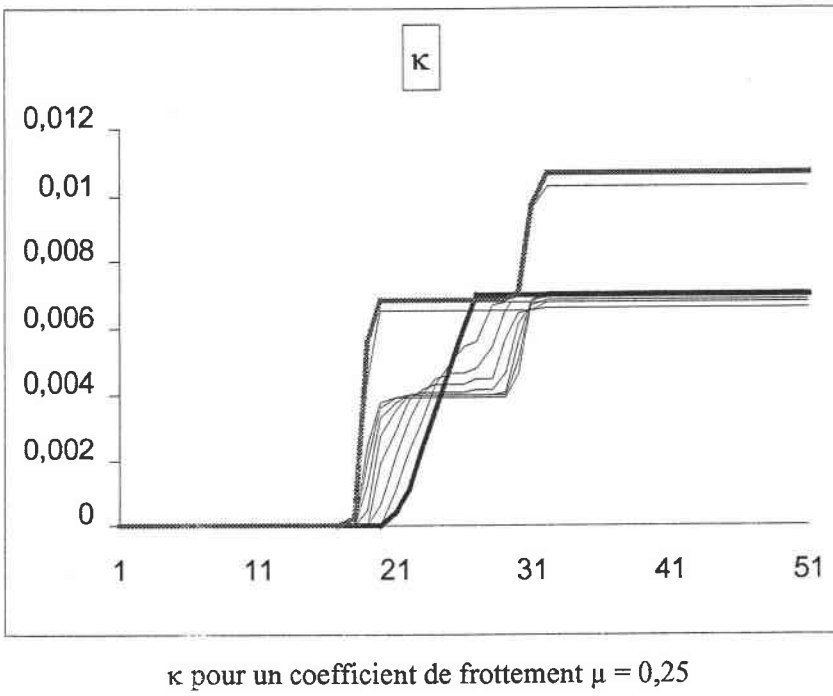
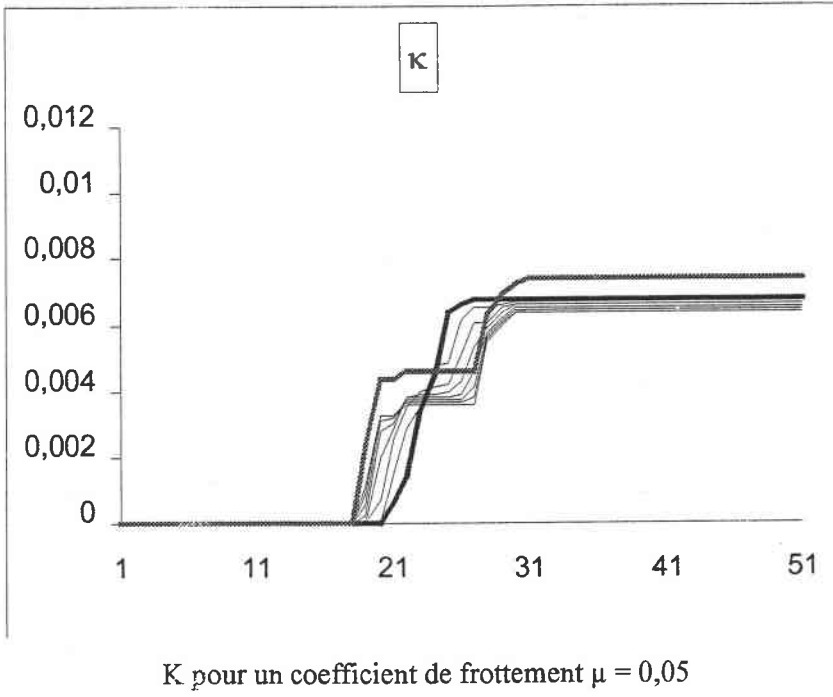
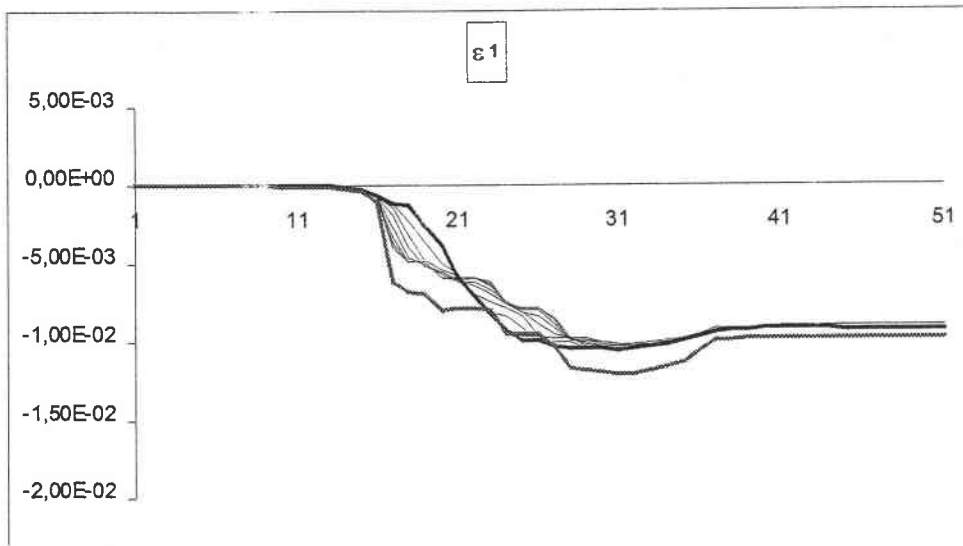
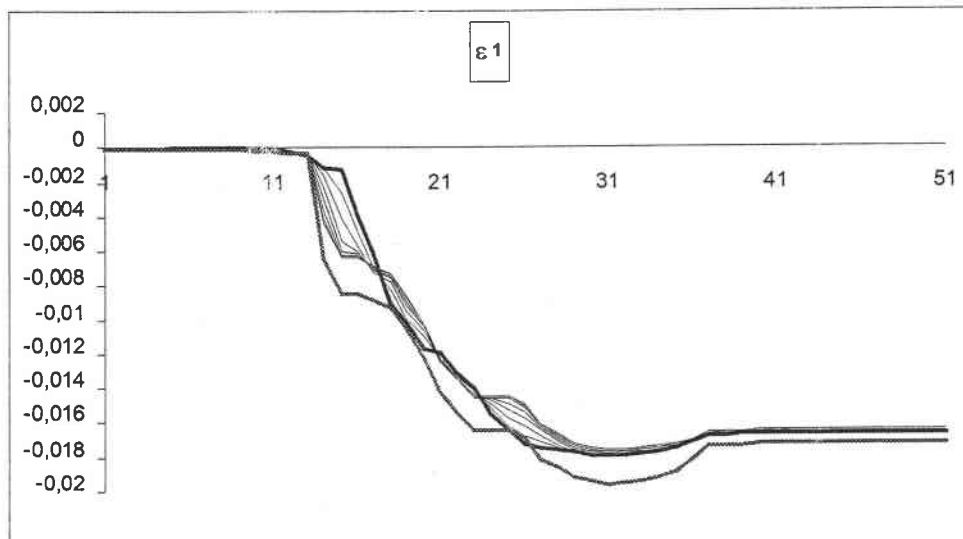


Figure 52 : déformation plastique  $\kappa$  pour des coefficients de frottement  $\mu$  de 0,05 et 0,25



Taux de réduction 0,9%



Taux de réduction 1,3%

Figure 53 : influence du taux de réduction

Il a été montré [B.J. Duggan et al, 1954] que les deux effets (cisaillement de friction et cisaillement géométrique) peuvent être combinés dans les tenseurs de gradient de déplacement caractérisant la déformation à l'entrée et à la sortie de l'emprise de laminage, soit, si nous définissons les coefficients  $\gamma_f$  respectivement  $\gamma_g$  comme les rapports entre les cisaillements  $\epsilon_{31}$  respectivement  $\epsilon_{13}$  et la réduction  $\epsilon_{11}$  du laminage, nous pouvons écrire les gradients de déplacement  $E_i$  à l'entrée et  $E_0$  à la sortie de l'emprise des cylindres de laminoir :

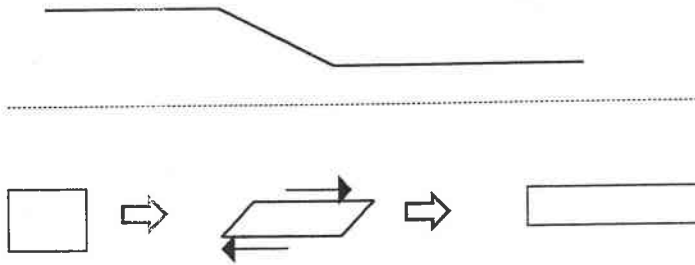


Figure 54 : cisaillement  $\epsilon_{31}$  induit par le frottement

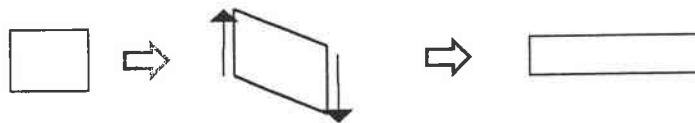


Figure 55 : cisaillement  $\epsilon_{13}$  imposé par la géométrie du laminage

$$E_i = \begin{bmatrix} -1/2 & 0 & -\gamma_g \\ 0 & 0 & 0 \\ \gamma_f & 0 & 1/2 \end{bmatrix} \epsilon_{11} \text{ à l'entrée}$$

$$E_0 = \begin{bmatrix} -1/2 & 0 & \gamma_g \\ 0 & 0 & 0 \\ -\gamma_f & 0 & 1/2 \end{bmatrix} \epsilon_{11} \text{ à la sortie}$$

Nous définirons ces rapports  $\gamma_f$  et  $\gamma_g$  comme étant respectivement les coefficients de frottement et de cisaillement.

La modélisation de la déformation, subie par le matériau durant le laminage, est réalisée par une itération de pas d'amplitude constante.

Les résultats de l'application de ce modèle, résumés aux figures 51 à 55 montrent que :

- l'utilisation d'un coefficient de cisaillement  $\gamma_g$  élevé conduit à une texture d'axe c intense.



- l'utilisation d'un coefficient de friction  $\mu_f$  élevé incline les axes  $c$  par rapport à la normale au substrat (plan DN, -DL).

Si l'on compare les résultats de cette première approche de modélisation avec les résultats expérimentaux, on peut conclure que le coefficient de cisaillement  $\tau_g$  a une importance prédominante, puisque la composante principale de texture reste centrale après skin - pass.

Si on néglige les effets du frottement, le modèle fondé sur l'analyse des lignes de courant montre que :

- les contraintes  $\sigma_3$  et  $\sigma_2$  sont plus élevées dans le zinc que dans l'acier ;
- l'écoulement du zinc selon la direction de laminage est plus grand que celui de l'acier. Ceci vient du fait que la ductilité du revêtement de zinc est supérieure à celle de l'acier ;
- le lien métallurgique entre le zinc et l'acier est réalisé par l'intermédiaire des contraintes de compression selon  $X_1$  et  $X_3$  (DN et DL). La persistance de telles contraintes de compression résiduelles rend compte de l'amélioration de la résistance à la fissuration.

Toutefois, le frottement est un paramètre dont il faut tenir compte : il est responsable de l'élargissement plus ou moins grand du pic de diffraction et par conséquent, de l'apparition d'une composante de texture, certes faible, non centrale.

Ce modèle simplifié de skin - pass confirme d'une part que la couche de zinc subit lors du skin - pass une déformation plastique supérieure à celle de l'acier et d'autre part que le zinc subit dans les directions  $X_1$ ,  $X_3$  ainsi qu'en cisaillement  $\tau_{13}$ , des contraintes beaucoup plus fortes que celles subies par l'acier (figure 54). Ceci explique sans doute, du moins partiellement, l'importance des effets du skin - pass pour des taux de déformation globaux qui restent somme toute assez faibles.

#### *E - 5 - b - 2. Existence de relations entre ces résultats et les effets bénéfiques du skin - pass ?*

En ce qui concerne la microstructure, la déformation plastique importante du zinc, couplée à une augmentation de température dans l'emprise (que l'on peut estimer par simulation [Habraken, 1978] et que l'on sait non négligeable) conduit à une recristallisation dynamique à grains fins (parfois locale). Il en résulte notamment une diminution des possibilités de maclage (grains fins) et donc une diminution de la possibilité de fissuration intragranulaire. Cette recristallisation dynamique conduit également à la réduction de la taille des domaines et donc de la tendance à la fissuration intergranulaire.

En ce qui concerne la texture, l'état de développement du modèle ne permet d'énoncer, au stade actuel, que des hypothèses assez générales, d'autant plus que ce modèle ne prend pas en compte l'interaction entre la rugosité du revêtement et la rugosité des cylindres de skin - pass. Néanmoins, on a vu (figures 51) que la compression  $\sigma_3$  et l'allongement  $\epsilon_{13}$  varient de manière nette avec le coefficient de frottement  $\mu$ . Ceci permet de comprendre un étalement du pic de diffraction dans la direction de laminage DL. En effet, un cristal métallique se déforme plastiquement par glissement préférentiel sur le système cristallographique pour lequel la contrainte de cisaillement résolue est la plus élevée (calculée avec le facteur de Schmid), et en tous cas, supérieure à la contrainte critique (CRSS) du système de déformation considéré. Dans le cas du zinc, le glissement sur le système basal est au moins 30 fois plus facile que sur tout autre système (rapport des CRSS). La contrainte requise pour la déformation plastique du zinc sera donc contrôlée essentiellement par la contrainte de cisaillement résolue sur le système basal. Il est cependant clair que l'accommodation aux joints de grains (et/ou de domaines) sera essentielle pour la résistance à la fissuration. Si la taille de grains est importante, les empilements de dislocations ayant contribué à la déformation plastique, sont importants. La contrainte développée en tête d'empilement, dans le voisinage du joint de grains est importante. Si les grains sont faiblement désorientés, cette contrainte importante permet d'activer (dans le grain ou domaine voisin) le glissement basal et éventuellement, le glissement pyramidal de seconde espèce (dont la contrainte critique résolue est plus élevée que celle du système basal). La déformation, par glissement cristallographique, se poursuit jusqu'à ce que les plans de base soient parallèles au substrat (après skin - pass, la composante de texture marquée est d'axe c). La déformation ultérieure ne peut plus être que du maillage et / ou du clivage. Si les grains sont fortement désorientés, cette propagation de déformation à travers les joints ne se fait pas. Des micro - fissures apparaissent aux joints de grains et de macles et les processus de fissuration inter et intragranulaire sont initiés. Ce raisonnement classique sur l'influence de la désorientation des grains peut être étendu aux domaines (zones cohérentes du point de vue de la structure et de l'orientation cristalline).

### E.6. Conclusions sur les effets du skin - pass

Notre étude a montré que plusieurs paramètres du skin - pass modifient la texture et la microstructure des revêtements de zinc ; en particulier le taux de skin - pass (jusqu'à une certaine limite) et la lubrification qui amplifie l'effet du skin - pass. En réalité, ce n'est pas seulement le taux de skin - pass qu'il faut maîtriser, mais il faut en fait apprécier le « taux de déformation ». En effet, c'est ce taux de déformation locale qui va entraîner les modifications de microstructure et de texture. Quand le taux de déformation locale augmente, la microstructure du grain est perturbée (sous - réseau de dislocations, sous - joints de grains, macles...) et de nouveaux petits grains apparaissent. L'intensité de texture

diminue et de nouvelles composantes se forment, ce qui est favorable à la résistance à la fissuration lors du pliage. En revanche, quand le taux de déformation devient trop important, les grains recristallisés sont trop gros (ce qui peut conduire à un maclage et/ou au développement d'une texture à froid lors du bobinage après skin - pass), la microstructure devient trop perturbée et l'acuité de la texture augmente à nouveau, ce qui risque d'entraîner une détérioration de la résistance à la fissuration. Or, ce qui détermine le taux de déformation locale, c'est non seulement le taux de skin - pass, mais aussi les épaisseurs relatives du substrat et du revêtement, la rugosité, le diamètre des cylindres et la température lors de la déformation.

L'épaisseur de dépôt joue un rôle important. De toute évidence, un dépôt plus épais entraîne, lors de la solidification, une croissance plus rapide des grains orientés dans la direction de croissance privilégiée. Ces grains seront assez gros et le revêtement sera caractérisé par une forte texture  $\langle 00.1 \rangle$ . En se fondant sur ces résultats de texture et de microstructure et sur les concepts que nous avons développés dans cette étude, nous comprenons que la résistance à la fissuration des échantillons possédant un dépôt plus épais, est inférieure à celle des échantillons ayant des dépôts moins épais. Lorsque les grains sont de grande taille et la texture fortement marquée (cas des échantillons de dépôts plus épais), la résistance à la fissuration est plus mauvaise. Après un skin-pass, une légère amélioration apparaît systématiquement, quelle que soit l'épaisseur de dépôt. Toutefois, pour un dépôt plus épais, la résistance à la fissuration sera toujours inférieure à celle d'un dépôt moins épais. Ceci, vraisemblablement, parce que les grains fragmentés sont d'autant plus grands que les grains initiaux sont grands (donc que le dépôt est plus épais). Ce résultat rejoint celui de Willis, 1995, pour qui la fissuration augmente avec l'augmentation de l'épaisseur de dépôt.

Quelles que soient la texture, la microstructure et la résistance à la fissuration d'un échantillon avant skin - pass, ce dernier entraîne des modifications de ces trois caractéristiques, notamment une diminution de la fissuration.

Même si l'intensité de la composante majeure des diverses figures de pôles peut varier de manière importante avant skin - pass, selon la provenance de l'échantillon et les paramètres du procédé (vitesse de ligne, localisation de la solidification, composition chimique ..), l'intensité de cette composante majeure diminue après un skin - pass. En outre, plus le taux de déformation est important, dans certaines limites, plus l'intensité et l'acuité du pic diminuent. De plus, après un skin - pass, de nouvelles composantes peuvent apparaître sur la figure de pôles, avec des orientations éventuellement différentes, parfois caractéristiques du laminage à froid. Elles peuvent apparaître autour de la

composante d'intensité majeure située au centre de la figure de pôles ou sur le bord de la figure de pôles, c'est à dire à environ  $90^\circ$  du centre de la figure, traduisant l'activation du maillage. Par ailleurs, lorsque le taux de skin - pass augmente, la microstructure du grain change. Elle devient plus perturbée (sous - réseaux de dislocations, sous - joints de grains, macles...) et de nouveaux petits grains apparaissent (recristallisation dynamique). La résistance à la fissuration est également influencée par le skin - pass. En effet, d'après les tests de pliage, nous observons systématiquement une amélioration de la résistance à la fissuration, liée à la diminution de la taille des domaines.

Ces trois observations sont cohérentes. Les nouveaux grains recristallisés sont caractérisés par une taille de grains diminuée par rapport à celle des grains primaires. Ceci se traduit sur la figure de pôles, par l'apparition de nouvelles composantes de texture proches des anciennes car les grains recristallisés sont désorientés par une rotation de  $30^\circ$  autour de l'axe c, ce qui modifie peu les pics de la figure de pôles (00.2) du plan basal. De même, le maillage va créer de nouvelles composantes situées sur la figure de pôles à  $86^\circ$  des composantes de la matrice. En outre, l'intensité de la composante majeure sera diminuée. Cette formation de nouveaux grains, macles et sous - grains, diminue la taille des domaines et donc le libre parcours moyen des fissures. Cette diminution de la taille de domaine entraînera alors une diminution des possibilités d'initiation et de propagation des fissures.

Mais il faut toutefois rester prudent pour fixer le taux de skin - pass optimum. En effet, lorsque le taux de skin - pass devient trop important, la taille des grains recristallisés augmente et devient trop grande, la microstructure trop perturbée et l'acuité de la texture trop prononcée. Le taux de skin - pass détermine donc directement les microstructures, mais nos résultats montrent clairement que d'autres paramètres entrent en ligne de compte et que leurs effets ne sont pas négligeables. Parmi ces facteurs citons l'épaisseur de dépôt, l'épaisseur et la chimie du substrat, la présence ou non de lubrifiant pendant l'opération de skin - pass, le diamètre des cylindres de laminoirs. D'autres paramètres tels que la rugosité des cylindres de skin - pass et la température de skin - pass n'ont pas été abordés dans notre étude bien qu'ils puissent se révéler tout aussi importants. L'ensemble de ces paramètres influe sur le taux de déformation locale de la tôle et c'est ce taux, plutôt que le seul taux de skin - pass proprement dit, qu'il sera important de maîtriser et, si possible, de modéliser.

Notre étude a mis en évidence un taux de déformation limite à ne pas dépasser. Au-delà de ce taux, le phénomène est inversé, c'est à dire que plus le taux de déformation est important, plus l'intensité de la composante majeure augmente. En effet, l'augmentation du taux de déformation tend à amener la texture vers une texture d'axe c de plus en plus marquée. A partir d'un certain taux de skin - pass, tous

les grains vont donc tendre vers cette orientation qui est défavorable pour la résistance à la fissuration. En effet, les grains ayant tous la même orientation, nous nous retrouvons avec des microstructures qui présentent notamment des tailles de domaines trop importantes. Ce taux limite de skin - pass à ne pas dépasser est, d'après nos résultats, 5%.

## Conclusion

Pour mener à bien l'étude de l'optimisation de la résistance à la fissuration des revêtements de zinc, nous nous sommes intéressés à deux étapes de la galvanisation. Dans un premier temps, nous avons modifié les teneurs en éléments d'alliage du bain de zinc. Notre étude a porté tout particulièrement sur l'effet de la teneur en aluminium. Dans un second temps, nous avons étudié un paramètre de post-traitement mécanique : l'effet de différents taux de skin - pass appliqués à la tôle après galvanisation. Nous avons dégagé une corrélation expérimentale entre la texture, la microstructure et la résistance à la fissuration des tôles galvanisées.

Le plomb est un élément longtemps utilisé dans les bains de galvanisation. Le "fleurage" qu'il génère sur les tôles revêtues était un critère de qualité reconnu pour des utilisations de tôles galvanisées dans le bâtiment. Pourtant, cet élément est très néfaste en ce qui concerne la fissuration des revêtements après déformation. L'aluminium se trouve en teneurs différentes suivant les lignes de galvanisation industrielles étudiées : 0.18 % d'aluminium sur la ligne "Galvameuse", 0.3 % d'aluminium sur la ligne "Galvanisé Flémalle". En comparant les résultats des fissurations après pliage d'échantillons provenant des deux lignes, il apparaît que le revêtement qui présente le taux de fissuration le plus important est celui produit sur la ligne dont le bain de zinc possède le plus faible pourcentage d'aluminium (0.18% d'aluminium). Après un pliage, les échantillons "Galvameuse" ont toujours des fissures plus larges et plus profondes que les échantillons "Galvanisés Flémalle". Les résultats de fissuration sont différents d'une ligne à l'autre mais les microstructures et les textures diffèrent aussi. En fait, les échantillons provenant de la ligne "Galvameuse" ont des tailles de domaine supérieures aux autres échantillons. Ces revêtements possèdent une texture qui n'est pas exclusivement une texture centrale. Les axes des différents domaines sont plus ou moins inclinés par rapport à la direction normale de l'échantillon. Des réflexions individuelles sont réparties sur les figures de pôles. Les domaines les plus inclinés auront donc tendance à cliver et à s'ouvrir sous une contrainte. Et comme ce sont, de surcroît, des domaines de grandes tailles, les fissures créées peuvent aisément se propager sans rencontrer d'obstacle sur toute la longueur du domaine. Les joints de grains ne sont pas des barrières efficaces dans ce cas, puisqu'il s'agit de joints cohérents de faible désorientation. Inversement, pour les échantillons dont les tailles de domaines sont plus petites, le libre parcours moyen des fissures est limité. Les fissures ne se propagent donc pas, même si localement un grain peut être orienté défavorablement. En fait, les fissures intragranulaires vont dépendre de l'orientation du grain par rapport aux axes des sollicitations locales et les fissures intergranulaires vont dépendre de la taille de domaine et de la désorientation entre grains voisins (joints de grains cohérents ou non).



La dernière partie de notre étude nous a permis de mettre en évidence que, quelle que soit la composition du bain de zinc et le nombre de fissures, le skin - pass améliore la résistance à la fissuration lors de déformation ultérieures au skin - pass. Cette observation s'explique aisément car un skin - pass réduit les tailles de domaines en créant des macles et des grains recristallisés. Plus les tailles de ces zones cristallographiquement cohérentes seront faibles et moins les fissures pourront se propager. Cependant la texture globale d'un échantillon n'est pas fondamentalement modifiée par le skin - pass si ce dernier n'est pas trop important (limité à environ 5 %) et des fissures sont toujours présentes, c'est sur leur propagation que le skin - pass va agir.

Un skin - pass entraîne systématiquement un étalement des pics sur la figure de pôles, quelle que soit la texture initiale des échantillons. Il se traduit donc par une diminution des intensités maximales des composantes majeures des figures de pôles et une augmentation de la dispersion autour de ces mêmes composantes majeures (ou encore diminution de l'acuité des pics et donc création de dislocations). Les orientations cristallographiques des domaines d'un échantillon skin - passé seront aptes à accommoder par glissement ou maclage la déformation lors de l'essai de pliage. Du point de vue des microstructures, après un skin - pass, les tailles de domaines diminuent de par la présence de macles et des grains recristallisés induits lors du skin - pass. Avec l'augmentation du taux de skin - pass, la résistance à la fissuration augmente dans un premier temps. Néanmoins, à partir d'un certain taux de déformation, non seulement certaines caractéristiques mécaniques importantes des aciers sont détériorées, mais la texture évolue vers une texture de laminage d'axe  $c$  avec une composante à froid importante (axe  $c$  tendant vers la direction de laminage) qui favorise l'apparition et la propagation des fissures. Le taux de skin - pass optimal se situe entre 1 et 2 % d'allongement de la tôle (cas du skin - pass avec lubrifiant).

Il faut noter que le taux de skin - pass global (le taux de réduction imposé à l'ensemble substrat plus revêtement) est limité, mais que le paramètre important à prendre en compte est en fait le taux de déformation de la couche de galvanisation elle - même. Lors de l'étude systématique de l'effet du skin - pass, il faut également prendre en compte l'épaisseur du substrat, la charge de dépôt, le diamètre et la rugosité des cylindres de laminoirs, la température et la rugosité de la tôle.

L'utilisation d'un lubrifiant augmente l'effet du skin - pass. Un skin - pass avec lubrifiant diminue la friction par rapport au skin - pass à sec. Il en résultera une texture moins marquée jusqu'à ce que le taux de déformation par skin - pass devienne trop important et qu'il se forme alors une composante de laminage à froid, défavorable pour la déformation ultérieure de la tôle galvanisée, notamment au



pliage. La modélisation du skin - pass, même s'il s'agit dans le cadre de ce travail, à finalité industrielle, d'une modélisation élémentaire, confirme de manière nette le rôle du coefficient de frottement dans l'obtention d'une texture déterminée après skin - pass.

Plus le taux de déformation par skin - pass est important, plus la microstructure du revêtement sera perturbée par des macles et des grains recristallisés. Les tailles de domaines diminuent toujours avec l'augmentation du skin - pass. Un taux de skin - pass de 1% n'est, toutefois, pas toujours suffisant pour réduire la taille de grains de manière significative.

L'étude que nous avons menée a donc permis de mieux comprendre la propagation de fissures lors de la déformation par test de pliage après galvanisation (avec et sans skin - pass). Cette étude a mis en évidence deux paramètres ajustables (le pourcentage d'aluminium et le taux de skin - pass) qui permettent d'améliorer la résistance à la fissuration des tôles galvanisées puis déformées même si le pourcentage d'aluminium est un paramètre sur lequel les variations sont relativement faibles. Cette étude ouvre également de nombreuses perspectives, que nous présenterons dans le chapitre suivant.

## Perspectives

Cette étude a apporté de nombreux résultats : les deux pistes étudiées, influence de la teneur en aluminium dans le bain de zinc et influence du skin - pass, peuvent être utilisées pour optimiser la résistance à la fissuration des revêtements de zinc, que ce soit pour l'industrie du bâtiment (20  $\mu\text{m}$ ) ou l'industrie automobile (10  $\mu\text{m}$ ). Toutefois, cette étude nous a aussi ouvert d'autres perspectives qui peuvent être importantes dans le cadre général de l'amélioration des produits galvanisés.

### A Test de déformation

---

Il conviendra, ultérieurement, de définir un essai de déformation permettant de caractériser un revêtement en fonction de son utilisation finale. Il est en effet évident, d'un point de vue pratique, que les déformations subies par le revêtement de zinc dans les applications en bâtiment et en automobile sont très différentes. La déformation par pliage, utilisée dans les essais de cette recherche, concernait l'industrie du bâtiment. Des essais d'emboutissage à fond plat, du type Marciniak, paraissent plus appropriés pour des applications automobiles.

### B. Etude des textures

---

Des études précédentes ont mis en évidence le rôle néfaste du plomb et notre étude a présenté le rôle favorable de l'aluminium. Dans de nombreux cas rencontrés dans ces recherches, les textures présentent des figures de pôles relatives aux plans de base assez caractéristiques qui ne permettent pas le calcul d'ODF. Il serait donc intéressant, pour quantifier de manière plus mathématique les figures de pôles, d'une part, de calculer exactement les angles de déclinaison des réflexions individuelle mesurées dans les échantillons au plomb et autres échantillons dont les tailles de grains sont trop importantes pour assurer une statistique suffisantes de mesures, et d'autre part, de calculer les dispersions exactes autour de chacune de ces réflexions. Ces calculs sont présentés dans le chapitre méthode expérimentale mais nous n'avons pas eu la possibilité, faute de temps, de les mettre en application dans cette étude.

### C. Etude de microstructure

---

Nos résultats montrent que la microstructure, et plus particulièrement la taille de domaine, influence de façon considérable la résistance à la fissuration des échantillons lors d'une déformation par pliage. Plusieurs paramètres peuvent influencer cette taille de domaine.

### C - 1. Influence du skin - pass

Le skin - pass agit directement sur la taille de domaine soit en créant des grains et sous - grains recristallisés, soit en introduisant des macles, ....

Les effets du skin -pass sont liés à diverses causes : diamètres des cylindres de laminoirs, présence ou non de lubrifiant lors du skin - pass, épaisseur du revêtement, rugosité des cylindres de skin -pass (transfert de rugosité du cylindre au produit). Les essais de laboratoire réalisés, dans le cadre de cette recherche, ont systématiquement fait appel à des cylindres de laminoirs lisses alors que les cylindres des laminoirs de skin - pass des lignes de galvanisation sont toujours grenillés. Il est clair que nos résultats doivent être complétés.

Il est primordial, pour les utilisations en automobile que des essais de laboratoire soient réalisés avec des cylindres non seulement rugueux mais de rugosités différentes. Ces essais seront réalisés avec différents types de lubrification afin de pouvoir, d'une part, être comparés aux mesures faites lors de notre étude, et d'autre part, de permettre par l'intermédiaire d'une modélisation du type Taylor de faire la part des cisaillements géométriques et de friction dans l'obtention de la texture résultant du skin - pass.

L'analyse de l'ensemble de ces paramètres devrait permettre le calcul des tenseurs de déformation locale. En prenant en compte les énergies mécaniques et thermiques, ceci conduirait à la compréhension des effets du skin - pass sur l'évolution de la microstructure et de la texture. Ceci permettrait, in fine, la définition des gammes de valeurs pour chacun de ces paramètres, permettant d'optimiser le process et donc la qualité du produit.

### C - 2. Influence de la rugosité du substrat

En parallèle à cette étude, plusieurs études récentes [Bettinger, 1999] tendent à montrer que la rugosité du substrat à une influence directe sur la taille des domaines des revêtements de zinc.

La rugosité du substrat n'a pas été prise en compte dans notre étude. Toutefois le nombre d'échantillons est tel que de nombreux substrats différents apparaissent dans notre étude. Il serait intéressant de reprendre ces résultats en se concentrant exclusivement sur l'optique de l'influence de la nature du substrat et de sa rugosité afin de confirmer ou d'infirmer voire systématiser les résultats des études d'autres chercheurs.

### C - 3. Charge de zinc

L'épaisseur des revêtements semble, au vu des résultats de notre étude, être un élément important ; il serait intéressant d'approfondir l'étude de ce paramètre particulier.

### C - 4. Vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement est un paramètre primordial en ce qui concerne la taille de grains et de domaines. Une maîtrise de ce paramètre permettrait un affinement de la taille de domaine et nous permettrait peut - être d'avoir le contrôle d'un paramètre important sur la résistance à la fissuration. Pour qu'une étude sur la vitesse de refroidissement soit vraiment efficace, il faudrait toutefois, dans un premier temps, pouvoir quantifier la vitesse de refroidissement sur une ligne de galvanisation.

- Akdeniz 1994 : Akdeniz M., Wood J. (1994), The effects of impurity elements on the preferred orientation during melt spinning of dilute Zn-alloys, *Materials Science Forum*, 157-162, pp. 1351 - 1356
- Audero, 1973 : Audero M.A., Biloni H. (1973), *J. Cryst. Growth*, vol. 18, p. 257
- ASM, 1992 : ASM Handbook (1992), Alloy Phase Diagrams, Ed. H. Baker, Volume 3
- Bablik, 1950 : Bablik H. (1950), Hot - Dip Galvanizing, 3<sup>rd</sup> Edition, Spon. Ltd., London, p. 204
- Baril, 1999 : Baril E., L'Espérance G. (1999), Studies of the morphology of the Al - rich interfacial layer formed during the hot-dip galvanizing of steel sheet, *Metallurgical and materials transactions A*, Vol 30A, pp. 681-695
- Bastin, 1976 : Bastin Guillaume F., van Loo Frans J.J., Rieck Gerard D. (1976), On the texture in the (Fe-Zn) layer formed during hot dip galvanizing, *Z. Metallkunde*, pp. 694-698
- Bell, 1957 : Bell R. L., Cahn R. W. (1957), The dynamics of twinning and the interrelation of slip and twinning in zinc crystals, *Proc. Roy. Soc.*, vol A, 239, pp. 494-521
- Bettinger, 1999 : Bettinger D., Cecotti M., Dulcy c. (1999), La rugosité de l'acier : un paramètre important pour la taille des fleurs en galvanisation, Rapport interne de l'IRSID
- Biausser, 1987 : Biausser H. (1987), Transfert de rugosité au skin - pass, Rapport IRSID RE 1379
- Boas, 1930 : Boas W., Schmid E. (1930), *Z. Physik*, vol. 61, p. 767
- Borzillo, 1969 : Borzillo A.R., Hahn W.C. (1969), *Trans. ASM*, vol. 62, p. 729
- Brown, 1990 : Brown, S. G. R., Spittle J. A. (1990), *Cast. Metals*, Vol 3, p. 18
- Bunge, 1965 : Bunge H. J. (1965), *Z. Metallkunde*, 56, p.872
- Bunge, 1969 : Bunge H.J. (1969), *Mathematische Methoden der Texturanalyse*, Akademie - verlag, Berlin
- Bunge, 1982 : Bunge H.J., Esling C. (1982), *Quantitative texture analysis*, ed. DGM, Oberursel
- Buscarlet, 1987 : Buscarlet E. (1987), Galvanisation et aluminage en continu, *Techniques de l'Ingénieur*, M 1 525, pp. 1-15
- Busch-Milosevic, 1992 : Busch-Milosevic M.L., Boivin P., Onno F., Grumbach M. (1992), Modelling the temper rolling process for automating temper-roller mill, *La revue de Métallurgie - CIT*, pp. 381-387
- Busch-Milosevic, 1998 : Busch-Milosevic M.L., Biausser H., Fouratier A., Fournel B., Grumbach M. (1998), Evolution récente du skin-pass des tôles minces, *La revue de Métallurgie - CIT*, pp. 939-953

- Cameron, 1967 : Cameron D.I., Harvey G.J. (1967), Solidification and Spangle of galvanized coatings, Zinc Development Association, pp. 86-97
- Caillet, 1992 : Caillet D. (1992), Contribution à l'étude des textures des dépôts électrolytiques de zinc et de leur influence sur le comportement mécanique, Thèse de Doctorat, université de Metz, pp. 22-24
- Chang, 1990 : Chang S. (1990), Characterization and development of Zn - Fe alloyed coating layer, Zinc based steel coating systems, Metallurgy and Performance, G. Krauss and D. K. Matlock ed., TMS, Warrendale, PA, pp. 319 - 330
- Chalmers, 1983 : Chalmers B. (1983), Introduction à la solidification des métaux, Croissance des cristaux dans les métaux purs, Métallurgie physique, pp. 21-25
- Claus, 1995 : Claus G., Dilewijns J., Storms H., Scheers J., De Cooman B.S. (1995), Microstructure and deformation properties of galvanized coatings on Ti-IF steels, La revue de Métallurgie - CIT, pp. 805-812
- Counhaye, 1998 : Counhaye C., Chefneux L. (1998), Application des lois de comportement élasto - plastique discrétisées au skin-pass et au laminage, La revue de Métallurgie - CIT, pp.929-938
- Craig, 1956 : Craig G.B., Chalmers B. (1956), The effects of grain boundaries on the plastic deformation of zinc crystals, pp. 38-47
- De Cooman,1998 : De Cooman B. (1998), Coated sheet steel an overview of the current products and their performance, pp. 287-310
- Deits, 1990 : Deits S. H., Matlock D. K. (1990), Formability of coated sheet steels : An analysis of surface damage mechanisms. Zinc Based Steel Coating Systems, Metallurgy and Performance, G. Krauss and D. K. Matlock ed., TMS, Warrendale, PA, pp. 297-318
- Diot, 1996 : Diot M. (1996), Etude des Modifications de composition d'alliages de Zinc Cuivre Titane, Conséquences sur l'aptitude au formage, Thèse d'Etat de l'Université de Metz, France
- Drewien, 1990 : Drewien C.A., Ackland D., Marder A.R. (1990), rapid heat treatment of EZA coatings, In Zinc Based Steel Coating Systems, Metallurgy and Performance, G. Krauss and D. K. Matlock ed., TMS, Warrendale, PA, pp. 31-42

- Dreulle, 1985 : Dreulle N., Frappa A., Limare A., Piessen P., Sokolowski R. (1985), Influence de l'aluminium dans la protection par le zinc de l'acier contre la corrosion atmosphérique, *Matériaux et techniques*, Vol. 73, n°2-3, pp. 77-83
- Fahrenheit, 1930 : Fahrenheit W., Schmid E. (1930), *Z. Physik.*, 64, pp. 845-855
- Farge, 1966 : Farge J.C.T., Williams W.M. (1966), The recrystallization behaviour of zinc alloys containing magnesium, cadmium, copper, silver, lead and iron, *Canadian Metallurgical Quarterly*, Vol 5, n°4, pp. 265-272
- Fasoyinu, 1990 : Fasoyinu F.A., Weinberg F. (1990), Spangle formation in galvanized sheet steel coatings, *Metallurgical transactions B*, 21B, pp. 549-558
- Felder, 1996: Felder E. (1996), Lubrification des surfaces lors de la mise en forme , *Techniques de l'Ingénieur*, M 597 a, pp. 01-32
- Foct, 1993 : Foct J., Iost A., Perrot P. (1993), The morphology of zinc coating. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, Marder A. R. ed., The minerals, Metals & Materials Society, pp. 1-9
- Foct, 1993 : Foct J., Iost A., Reumont G. (1993), Mechanical behaviour of zinc coating. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, Marder A. R. ed., TMS, Warrendale, PA, pp. 21 - 30
- Gaignard, 1998 : Gaignard S., Lazik S., Lietzau J., Wégria J., Dubois M., Philippe M. J., Esling C. (1998), Texture and microstructure control in zinc coated steel sheets. Effect on formability of the coatings, TMS Chicago
- Ghuman, 1973 : Ghuman A.R.P. (1973), Goldstein J.J., *Metall. Trans.*, vol. 2, p. 2903
- Gilman, 1956 : Gilman (1956), *Trans. Amer. Inst. Min. (Metall.) Engrs*, vol. 206, p. 998
- Guiavarc'h, 1999 : Guiavarc'h M. (1999), Rapport de DEA Matériaux Mécanique Structure et Procédés, Skin - pass des aciers galvanisés : étude d'aspects de métallurgie et de modélisation. Université de Metz.
- Gupta, 1984 : Gupta I., Cline R.S., Patil R.S. (1984), Effect of Iron-Zinc alloy layer on the mechanical properties and formability of hot-dip galvanized steels. S.A.E. Technical Paper n° 840284
- Guttman, 1994 : Guttman M. (1994), Diffusive phase transformations in hot-dip galvanizing, *Materials Sciences Forum*, pp. 155-156
- Habraken, 1978 : Habraken L. (1978), *Le zinc et ses applications, métallurgie XVIII*, pp 81-86



- Haughton, 1953 : Haughton M. A.(1953), Proc. 2<sup>nd</sup> Int. Conf. On hot dip galvanizing, Düsseldorf, ed. By zinc development assoc., Oxford, p. 59
- He, 1993 : He M.Y., Heredia F.E., Wissuchek D.J., Shaw M.C., Evans A.G. (1993), The mechanics of crack growth in layered materials, Acta Metallurgica, Vol. 41, n°4, pp. 1223-1228
- Heurtaux, 1986 : Heurtaux J. (1986), Fabrication de la tôle, Galvano-organo-traitements de surface, 566, pp. 347-349
- Hisamatsu, 1989 : Hisamatsu Y. (1989), Science and Technology of Zinc and Zinc Alloy Coated Steel Sheet, Galvatech, Tokyo, Japan, pp. 3
- Horstmann, 1978 : Horstmann D. (1978), Reactions between iron and molten zinc, Zinc Development Assoc.
- Houyoux, 1997 : Houyoux Ch., Wouters P., Defourmy J., Bouquegneau D., Renaud Y., Orban A. (1997), Modélisation du skin-pass, La revue de Métallurgie - CIT, pp. 907-914
- Hoysan, 1992 : Hoysan S.F., Steif P.S. (1992), A streamline-based method for analysing steady state metal forming process, Int. J. Of Mech. Sc., vol 34, n° 3, pp. 211-221
- Humbert, 1984 : Humbert M., Laruelle C., Heizmann J. J. (1984), Réalisation et nouvelles possibilités offertes par un goniomètre de texture pilote par ordinateur, Mémoires et études scientifiques, Revue de métallurgie, pp. 29-36
- Idris, 1988 : Idris J., Shah R.H., Spittle J.A., Jones R.D. (1988), Cracking in deformed coated strip, 2nd Int zinc coated sheet conf., pp. SC3/1-SC3/9
- Jaffrey, 1980 : Jaffrey D., Browne J.D., Howard T.J. (1980), The cracking of zinc spangles on hot-dipped galvanized steel, Metallurgical transactions B, 11B, pp. 631-635
- Johnson, 1968 : Johnson L., Ashby M.F. (1968), Acta Met. 16, P. 219
- Jordan 1997 : Jordan C.E., Marder A.R. (1997), Fe - Zn phase formation in interstitial - free steels hot - dip galvanized at 450 °C, Journal of materials science n°32, pp. 5593-5602
- Jutteau, 1982 : Jutteau C., Grumbach M., Le Bon A., Prudhomme M. (1982), Etude du skin-pass. Applications industrielles, La revue de Métallurgie - CIT, pp. 991-1004
- Klang, 1987 : Klang H., Kiusallaas R. (1987), Solidification aspects of zinc layer on continuously hot-dipped galvanized steel strip, 3rd Int conf. solidification processing, pp. 361-363

- Kim, 1995 : Kim J., Chung J. (1995), Corrosion Behavior of Continuous Hot - Dip Galvanized Coating on Hot Rolled Strip, Galvatech, Chicago, p. 135
- Kröl, 1985 : Kröl, J., Major B., The influence of the geometry of rolling on the formation of texture inhomogeneity, Matériaux et Techniques, 1985, pp. E55-E62
- Kubaschewski, 1986 : Kubaschewski O. (1986), Binary Alloy Phase Diagrams, Editor - in - chief : Massalski T. B., American Society for Metals, p. 1128
- Lazik, 1995 : Lazik S., Esling C., Wégria J. (1995), Cracking in zinc layers on continuous galvanized sheets : a review, Textures and Microstructures, vol. 23, pp. 131-147
- Lazik, 1997 : Lazik S. (1997), Etude microstructurale des revêtements de zinc, Thèse de l'Université de Metz
- Le Bon, 1994 : Le Bon A., Hug P. (1994), Le livre de l'acier, chap. 59, pp. 1282-1325
- Lèbre, 1978 : Lèbre R. (1978), Propriétés des alliages de zinc, Techniques de l'ingénieur, M 460, pp. 03-13
- Lee, 1991 : Lee C.S. and Duggan B.J. (1991), Metallurgical Transactions A, A simple theory for the development of inhomogeneous rolling textures, volume 22A, pp.2637-2643
- Lietzau, 1996 : Lietzau, J. (1996), Contribution à l'étude de la fissuration des revêtements de zinc lors de la déformation. Rapport de stage, LETAM, Univ. Metz
- Lin, 1997 : Lin K-L., Chue C-H., Kou B. C. (1997), Deformation and corrosion of hot dip galvanized coatings, Materials Chemistry and Physics 50, pp. 82-87
- Lin, 1993 : Lin K-L., Ho J.K., Jong C.S., Lee J.T. (1993), Growth behavior and corrosion resistance of 5% Al-Zn coating, Corrosion Science, Vol. 49, n°9, pp. 759-762
- Maeda, 1996 : Maeda C., Shimomura J., Fujisawa H., Konishi M. (1996), The Structure and Deformation Behavior of hot - dip galvanized coatings, Scripta Materialia, vol 35, n°3, pp. 333-338
- Makimatilla, 1984 : Makimatilla S., Ranta-Eskola A. (1984), Behavior of galvanized coatings during forming. Proc. of 13<sup>th</sup> Bienn. Congr. of the IDDRG, Melbourne, Australia, pp. 293-304
- Marder, 1990 : Marder A.R. (1990), Microstructural characterisation of zinc coatings, Zinc-based steel coating systems : metallurgy and performance, pp. 55-82
- Mataigne, 1994 : Mataigne J. M. (1994), Le livre de l'acier, Hot-dip metallizing, chapitre 26, p. 603-626

- Matthies, 1979 : Matthies S. (1979), - Phys. Status Solidi(b) 92, 135  
- On the basis element of and practical experience with WIMV algorithm.
- Matthies, 1988 : Matthies S. (1988), An O.D.F. reproduction method with conditionnal ghost correction, ed. Kallend & Gottstein, ICOTOM 8, the Metallurgical Society
- Mei, 1993 : Mei Z., J.W. Morris (1993), Cracking of textured zinc coating during forming process, The physical Metallurgy of zinc coated steel, pp. 11-20
- Montheillet, 1996 : Montheillet F. (1996), Métallurgie en mise en forme, Techniques de l'Ingénieur, M 600, Vol. M3I, p. 7.78
- Nishimoto, 1986 : Nishimoto A., Inagaki J., Nakacka K. (1986), Effects of surface microstructure and chemical compositions of steels on formation of Fe - Zn compounds during continuous galvanising, Transactions ISIJ, vol. 26, pp. 807-813
- Pankin, 1968 : Pankin W., Kranenberg H. (1968), Untersuchungen über die Walzenrauheit und deren Übertragung auf das Belch beim Nachwalzen, Stahl und Eisen, pp. 484-491
- Partridge, 1965 : Partridge P.G. (1965), Cyclic twinning in fatigued close-packed hexagonal metals Philosophical magazine, 12, pp. 1043-1054
- Partridge, 1967 : Partridge, P.G. (1967), The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals. Metallurgical Reviews, Review 118, pp. 169-194
- Pawelski, 1994 : Pawelski O., Rasp W., Zwick W., Nettelbeck H. J., Steinhoff K. (1994), The influence of different work - roll texturing systems on the development of surface structure on the temper rolling process of sheet used in the automotive industry, Journal of material processing technology, vol. 45, pp. 215-222
- Price, 1963 : Price P. B. (1963), Direct observations of glide, climb and twinning in hexagonal metal crystals, Electron microscopy and strength of crystals, Interscience publishers, New York and London, p. 41
- Quantin, 1994 : Quantin (1994), Le livre de l'acier, chap.49, Les aciers revêtus, p. 1059
- Rangarajan, 1989 : Rangarajan V., Giallourakis N.M., Matlock D.K., Krauss G. (1989), The effect of texture and microstructure on deformation of zinc coatings, J. materials shaping technology, Vol 6 n°4, pp. 217-227.
- Rangarajan, 1990 : Rangarajan V., Matlock D.K., Krauss G. (1990), The effects of coating properties on the frictional response of zinc-coated shet steels, Zinc-based steel coating systems : metallurgy and performance, pp. 263-281.

- Rangarajan, 1990 : Rangarajan V., Natalie C.A., Matlock D.K., Krauss G. (1990), Deformation behavior of hot-dip galvanized coatings in complex sheet metal forming, *J. Mater. Shaping Technol.*, Vol 8, pp. 101-105.
- Roe, 1965 : Roe R. J. (1965), Description of cristallite orientation in polycrystalline materials. III. General solution to pole figure inversion, *Journal of Applied Physics*, vol 36, pp. 2024-2030
- Ruer, 1976 : Ruer D. (1976), Méthode vectorielle d'analyse de la texture, Thèse de l'Université de Metz
- Schaeben, 1984 : Schaeben H. (1984), Mathematical modelling of the O.D.F. by the vector method of quantitative texture analysis, *Phys. Stat. Sol. (b)*, 123, pp. 425-434
- Shaffer, 1990 : Shaffer S.J., Morris J.W., Wenk H.R. (1990), Textural characterization and its applications on zinc electrogalvanized steels, *Zinc Based Steel Coating Systems, Metallurgy and Performance*, G. Krauss and D. K. Matlock ed., TMS, Warrendale, PA, pp.387-389
- Sjoukes, 1978 : Sjoukes F. (1978), Sherardizing, *Finishing Industries*, Vol. 2, n°4, pp. 26-29
- Spittle, 1989 : Spittle J. A., Brown S. G. R. (1989), *Acta Metall.*, vol 37, p. 1803
- Spittle, 1989 : Spittle J. A., Brown S. G. R. (1989), Texture development in hot dip coatings on galvanized sheet steel, 2<sup>nd</sup> Int. Zinc Coated Sheet Conf., Rome, Zinc Development Association, London, S4K, pp. 1-9
- Stevenson, 1985 : Stevenson R. (1985), Formability of galvanized steels - revisited, S.A.E. Technical Paper series No 850276, pp. 1-15
- Strutzenberger, 1998 : Strutzenberger J., Faderl J. (1998), Solidification and spangle formation of hot - dip galvanized zinc coatings, *Met. Trans.*, 29A, pp.631 - 646
- Townsend, 1986 : Townsend, H.E., Allegra, L., Dutton, R.J., Kriner, S.A. (1986), Hot-dip coated sheet steels - A review, *Coated sheet steels, Materials Performance*, Vol. 25 n°8, pp. 36-46
- Townsend, 1991 : Townsend H.E. (1991), Coated steel sheets for corrosion-resistant automobiles, *Materials performance*, vol. 30, n°10, pp. 60-65
- Urednicek, 1973 : Urednicek M., Kirkaldy J.S. (1973), *Z. Metallk.*, vol. 64, p. 899
- Von Mises, 1928 : Von Mises R. (1928), *Z. angew. Math. u. Mech.*, vol. 8, p. : 161
- Wall, 1984 : Wall N.J., Spittle J.A., Jones R.D. (1984), The deformation characteristics of zinc coatings on hot-dip galvanized mild steel strip, 14th Int. Conf. Hot-dip galvanized

- Warnecke, 1990 : Warnecke W., Bode R., Kothe R., Meyer L. (1990), Metallurgy and Performance, Zinc-based steel coating systems : metallurgy and performance, G. Krauss and D.K. Matlock ed. The Minerals, Metals and Materials Society, Modern Hot - Dip Coated Sheet Steel - Processing. Coating Characteristics and Fabricating Properties, pp. 3-17
- Wégria, 1984 : Wégria J. (1984), Etude de la plasticité des alliages zinc cuivre titane, Application à l'amélioration de leur aptitude au pliage, Thèse n°634, Université des Sciences et Techniques de Lille, France
- Wenzloff, 1993 : Wenzloff G.J., Van Tyne C.J., Matlock D.K. (1993), The importance of microstructure and properties on the formability of electrogalvanized sheet steels, The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel, Marder A. R. ed., TMS, Warrendale, PA, pp. 275-291
- Williams, 1968 : Williams R.O. (1968), Trans. Met. Soc. Ai., 242, p. 105
- Willis, 1995 : Willis D.J., De Liseo A. (1995), A.intergranular corrosion in continuously galvanized steel, Galvatech 95 Conf. Proceed., pp. 145-153
- Yoo, 1967 : Yoo M. H., Wei C.T. (1967), Slip modes of hexagonal-close-packed metals, Journal of Applied Physics, 38, pp. 4317-4322