

50376  
1997  
156

144975

50376  
1997  
156

THESE

198 776

présentée à  
**L'UNIVERSITE**  
**DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE**  
Ecole Doctorale Sciences de la Matière et du Rayonnement  
UFR de Physique

Pour obtenir le titre de

**DOCTEUR**  
Spécialité Sciences des Matériaux

par

**Olivier BOUSSAC**

ingénieur diplômé  
de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille



**DETERMINATION D'UN CRITERE DE RESISTANCE A LA  
FATIGUE POUR DES ACIERS GALVANISES A CHAUD**

Soutenue le 20 mai 1997 devant la commission d'examen

**G. BERANGER**

Professeur à l'UTC Compiègne, Rapporteur

**G. METAUER**

Professeur à l'EEIGMM, Rapporteur

**J. FOCT**

Professeur à l'Université de Lille I, Directeur du travail

**J.B. VOGT**

Professeur à l'ENSCL, Co-Directeur du travail

**M. BLANC**

Ingénieur PSA, Examineur

**F. MAZERON**

Ingénieur PSA, Examineur

*A mes parents,*

*à mes grand-mères.*

## Remerciements

Malgré le caractère personnel que suppose un travail de thèse, il serait incorrect de ma part d'oublier de mentionner dans ce document la collaboration, les conseils, le soutien et les encouragements que beaucoup ont bien voulu m'accorder au cours de ces trois années de recherche. Avant d'aborder le fond de la discussion, ces premières pages de remerciements leur sont consacrés.

Je commence tout d'abord par adresser mes remerciements aux membres de la commission d'examen qui ont jugé ce qui fut préalablement un projet de thèse.

Ainsi, j'exprime ma gratitude à Messieurs Béranger et Métauer qui ont accepté d'être les rapporteurs de ce travail. Leur intérêt pour l'étude et leurs propos riches d'enseignements ont permis d'élargir le champ de la réflexion.

Mes remerciements vont également à Monsieur J. Foct qui a accepté d'être le président de ce jury et le directeur de cette thèse. Je lui suis gré de m'avoir accueilli dans son laboratoire.

Je tiens ensuite à remercier très chaleureusement Jean-Bernard Vogt, le co-directeur de la thèse, pour l'encadrement qu'il m'a offert durant cette recherche. Sa disponibilité, sa motivation et sa sollicitude ont constitué un soutien scientifique et humain essentiel à l'aboutissement de ce projet.

J'adresse également de très sincères remerciements à Michel Blanc, ingénieur à PSA, qui, bien qu'ayant pris la responsabilité du service au cours de l'étude, s'est investi de manière très importante. Ses nombreux conseils et ses remarques (excessivement) pertinentes ont fortement contribué à la rédaction de ce manuscrit.

Pour en terminer avec les membres du jury, j'exprime toute ma gratitude à Fabienne Mazon, ingénieur à PSA et initiatrice de ce projet, qui m'a fait partager sa pugnacité, son enthousiasme et sa sincérité. Elle m'a également associé pleinement aux activités du service en me considérant comme un membre de l'équipe à part entière. Je lui en suis très reconnaissant.

Cette thèse est le fruit d'une collaboration, dans le cadre d'une convention Cifre, entre le laboratoire de métallurgie physique de Lille et le groupe PSA Peugeot Citroën, et plus précisément la Direction Matériaux et Technologie (MXT) de la Direction des Études et Techniques Automobiles (DETA).

Malgré l'éloignement géographique, l'ensemble du laboratoire de métallurgie physique de Lille m'a toujours accueilli de façon agréable et sympathique, n'hésitant jamais à m'épauler, que ce soit scientifiquement ou administrativement. Je tiens donc à remercier toute l'équipe du laboratoire, en particulier, Annie Olivier, Alexandre Legris, Thierry Gloriant, Olivier Mauriot et Guy Reumont.

Je tiens à remercier cordialement, pour leur accueil dans le groupe PSA, Monsieur G. Lozach, Directeur de MXT, Monsieur R. Chuimert, Chef de département Moteurs et Mécanique, ainsi que Monsieur M. Barthole, Chef de service des revêtements métalliques pendant les deux premières années de la thèse.

Au cours de ces trois années, j'ai pu apprécier les qualités professionnelle et humaine de toutes les personnes qui constituent (ou ont constitué) l'équipe des revêtements métalliques par voie humide, et qui m'ont, sans cesse, soutenu.

Je commencerai par le pilier de cette équipe, Jean Le Beuzit, à qui je témoigne une très profonde reconnaissance. Outre son expérience, ses connaissances du métier et son aide intarissable sans lesquelles ce travail aurait eu toutes les difficultés à aboutir, je retiendrais avant tout son soutien permanent, sa jovialité et son extrême gentillesse qui ont été tout aussi appréciables.

J'adresse ensuite un merci tout particulier à Marie-joëlle Charrat pour son enthousiasme débordant, ses encouragements perpétuels, et son oreille attentive, sans oublier Nathalie Prudhomme et Guy Schwartzentbart pour leur aide efficace et sympathique.

Je tiens également à remercier très sincèrement Monsieur André Bignonnet, ingénieur à Direction de la Recherche de PSA, pour sa disponibilité et son aide précieuse. Nos diverses discussions et ses conseils d'expert dans le domaine de la fatigue ont assurément contribué à la réalisation de ce travail.

J'adresse mes chaleureux remerciements à Messieurs Passilly, Sudre et Parlier, de l'ONERA Châtillon, qui m'ont très aimablement accueilli dans leur laboratoire pour effectuer les expériences de micro-indentation instrumentée. Sans leurs compétences et leur cordialité, je n'aurais pas été en mesure d'évaluer les modules d'Young des constituants du revêtement de galvanisation.

Il serait coupable de laisser dans l'ombre tous ceux qui, à PSA, ont participé activement à ce travail. Au risque d'en oublier, je remercie très cordialement pour leur aide et leur collaboration les équipes de DETA/MXT Vélizy de microscopie électronique (Mesdames Capelle et Ferreira, Messieurs Ménétrier, Vimard, Neret, et Letendre), de caractérisation en fatigue (Messieurs Sainton et Brognez), d'analyses de contraintes (Messieurs Geffroy, Thomas, Sorbier et Da Rocha), du contrôle non destructif (Messieurs Roy et Hivet) et l'équipe de DMEI/CEI/EVM/Fon de Vélizy (Messieurs Pineau, Antic et Gomes). Un grand merci également aux services « tôles » et « assemblage » de DETA/MXT, sans oublier le service usinage. La gentillesse et l'amabilité de chacun ont rendu ces trois années très agréables.

Et enfin, mes remerciements sont dédiés à tous ceux qui m'ont apporté leur soutien et leurs encouragements hors du contexte professionnel. Merci à tous mes amis, en particulier ceux qui, m'ayant précédé (de près ou de loin) dans cette tâche accaparante, m'ont fait partager leur précieuse expérience. Un immense merci à toute ma famille; et pour finir, un énorme merci à Claire, ma femme, et à Emeline, ma fille, que j'ai bien souvent abandonnées, à mon grand regret.

A tous, merci pour cette expérience très enrichissante qui comptera pour moi.

INTRODUCTION	5
--------------	---

*Chapitre 1*

**LE REVETEMENT DE GALVANISATION AU TREMPE**

<b>1.1 METALLURGIE DU REVETEMENT</b>	<b>11</b>
1.1.1. Un revêtement stratifié issu d'un mécanisme diffusif	11
1.1.2. Une réaction métastable	13
1.1.3. La galvanisation dans notre étude	14
<b>1.2 PROPRIETES MECANIQUES DU REVETEMENT</b>	<b>16</b>
1.2.1 Dureté et ténacité	16
1.2.2. Modules d'Young	17
1.2.2.1. Introduction à la microindentation instrumentée	17
1.2.2.2. Méthodes expérimentales	20
1.2.2.3. Résultats	21
1.2.3. La couche de zinc éta	26
1.2.3.1. Caractéristiques métallurgiques	26
1.2.3.2. Propriétés mécaniques	30
1.2.4. Les contraintes résiduelles	34
1.2.4.1. Calcul élastique	36
1.2.4.2. Relaxation des contraintes par fissuration	39
1.2.4.3. Application à la galvanisation	42
<b>1.3. CONCLUSION DU PREMIER CHAPITRE</b>	<b>47</b>
<b>1.4. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU PREMIER CHAPITRE</b>	<b>49</b>

*Chapitre 2*

**TENUE EN FATIGUE D'UNE TOLE GALVANISEE**

<b>2.1. BIBLIOGRAPHIE</b>	<b>54</b>
2.1.1. Influence de l'épaisseur de galvanisation	54
2.1.2. Influence du substrat	55
<b>2.2. STRATEGIE EXPERIMENTALE</b>	<b>56</b>
2.2.1. Fatigue et dispersion	56
2.2.1.1. Représentation des essais de fatigue	56
2.2.1.2. Dispersion des résultats	57
2.2.2. Critère d'évaluation	58
2.2.3. Démarche expérimentale	60

## Table des matières

---

<b>2.3. METHODES EXPERIMENTALES</b>	<b>61</b>
<b>2.3.1. Matériaux</b>	<b>61</b>
2.3.1.1. La tôle d'acier	61
2.3.1.2. Les revêtements de galvanisation	63
<b>2.3.2. Essais de fatigue</b>	<b>64</b>
2.3.2.1. Flexion	65
2.3.2.2. Traction compression	68
<b>2.4. RESULTATS ET DISCUSSION DES ESSAIS</b>	<b>69</b>
<b>2.4.1. Traction compression</b>	<b>69</b>
2.4.1.1. Tôle non revêtue	70
2.4.1.2. Tôles galvanisées	71
<b>2.4.2. Flexion</b>	<b>72</b>
2.4.2.1. Tôle non revêtue	72
2.4.2.2. Tôles galvanisées	74
<b>2.4.3. Discussion des essais de fatigue</b>	<b>75</b>
2.4.3.1. Influence du niveau de chargement du revêtement	76
2.4.3.2. Comparaison entre les deux modes de sollicitation	77
2.4.3.3. Tenue en fatigue et épaisseurs de galvanisation	79
2.4.3.4. Comparaison avec la littérature	83
<b>2.5. CONCLUSION DU SECOND CHAPITRE</b>	<b>84</b>
<b>2.6. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU SECOND CHAPITRE</b>	<b>86</b>

### Chapitre 3

#### CARACTERISATION DE L'ENDOMMAGEMENT EN SOLLICITATION CYCLIQUE

<b>3.1. ORIGINE DE L'ENDOMMAGEMENT</b>	<b>88</b>
<b>3.1.1. Le substrat non revêtu</b>	<b>88</b>
3.1.1.1. Endommagement en fatigue du fer $\alpha$	88
3.1.1.2. Endommagement en fatigue de la tôle E335D	91
<b>3.1.2. Le substrat galvanisé</b>	<b>97</b>
<b>3.1.3. Fatigue, interfaces et revêtements</b>	<b>101</b>
<b>3.1.4. Conclusion</b>	<b>103</b>
<b>3.2. LE REVETEMENT DE GALVANISATION</b>	<b>104</b>
<b>3.2.1. Détermination de l'endommagement</b>	<b>106</b>
<b>3.2.2. Amorçage dans les phases du revêtement</b>	<b>108</b>
3.2.2.1. Phase zêta	108
3.2.2.2. Phase éta	110
3.2.2.3. Phase delta	114

## Table des matières

---

<b>3.2.3. Amorçage dans le substrat</b>	115
<b>3.2.4. Histoire du dommage</b>	119
3.2.4.1. Fissures de type z	120
3.2.4.2. Fissures de type e	120
3.2.4.3. Fissuration critique	120
<b>3.3. CONCLUSION DU CHAPITRE 3</b>	130
<hr/>	
<b>3.4. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 3</b>	132
<hr/>	

### Chapitre 4

#### ANALYSE DE LA RESISTANCE A LA FATIGUE D'ACIERS GALVANISES

<b>4.1. MECANIQUE DE LA FISSURATION EN FATIGUE</b>	137
<hr/>	
<b>4.1.1. Généralités</b>	137
<b>4.1.2. Les fissures courtes</b>	140
<b>4.2. APPLICATION A LA GALVANISATION</b>	146
<hr/>	
<b>4.2.1. Mise en pratique du diagramme de Kitagawa</b>	146
4.2.1.1. Modèle du défaut équivalent	146
4.2.1.2. Discussion	151
4.2.1.3. Solution en élasticité non linéaire	155
4.2.1.4. Conclusion	162
4.2.1.5. Bibliographie	163
<b>4.2.2. Implications</b>	164
4.2.2.1. Influence de l'épaisseur de revêtement	166
4.2.2.2. Influence de la nature du substrat	166
4.2.2.3. Influence des contraintes résiduelles	167
<b>4.3. VALIDATION EXPERIMENTALE</b>	170
<hr/>	
<b>4.3.1. Objectifs et méthodologie</b>	171
<b>4.3.2. Domaine contrôlé par le substrat</b>	172
<b>4.3.3. Domaine contrôlé par <math>\Delta K_{th}</math></b>	172
<b>4.3.4. Résultats</b>	173
<b>4.4. EVALUATION DU MODELE</b>	176
<hr/>	
<b>4.4.1. Incertitudes de mesure</b>	176
<b>4.4.2. Elargissement à d'autres revêtements</b>	181
<b>4.5 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 4</b>	183
<hr/>	
<b>CONCLUSION GENERALE</b>	185

# INTRODUCTION

La galvanisation au trempé est un traitement de surface qui confère aux aciers une excellente protection contre la corrosion. En effet, ce revêtement constitue autant une barrière physique, grâce à une épaisseur de plusieurs dizaines de micromètres, qu'une barrière chimique, du fait de la différence de potentiel électrochimique qui sépare le fer du zinc ( $E^{\circ}_{Zn}/E^{\circ}_{Fe}$ ). Le procédé par trempé dans le métal liquide permet également de protéger les corps creux, les soudures et les jonctions de tôles qui constituent généralement des zones difficiles à revêtir.

A ce titre, le procédé de galvanisation est bien adapté aux assemblages mécano-soudés destinés aux pièces de sécurité automobiles (liaisons au sol, berceaux moteurs...) qui sont particulièrement sujets, au niveau du soubassement du véhicule, aux agressions continues du milieu environnant (intempéries, gravillonnage). Dans le groupe PSA, certaines pièces galvanisées à chaud sont d'ailleurs montées en série sur plusieurs véhicules.

Si ces pièces sont soumises à des exigences de tenue à la corrosion, elles sont également soumises à des chargements mécaniques. De fait, elles doivent présenter de bonnes propriétés mécaniques afin de résister aux différentes sollicitations définies par le cahier des charges fonctionnel. Parmi ces sollicitations, la tenue en fatigue est bien entendue considérée. La tenue des pièces est étalonnée en fonction de leur résistance à une sollicitation cyclique donnée pendant une durée déterminée (généralement fixée à  $10^6$  cycles).

Plusieurs expériences ont démontré que la galvanisation peut modifier les conditions de résistance d'une pièce mécano-soudée (rigidification, diminution des concentrations de contraintes aux points de soudure), et par là, d'en améliorer la résistance à la fatigue.



Cependant, cette tendance n'est pas systématique. En effet, dans le cadre d'un développement particulier, on a constaté que le comportement en fatigue d'une pièce était détérioré de façon significative en présence du revêtement de galvanisation. Afin de vérifier l'origine de cette dégradation, des éprouvettes de flexion ont été sollicitées en fatigue après galvanisation au trempé. Ces essais ont confirmé qu'il peut se produire une diminution de la résistance à la fatigue par rapport au métal nu, diminution située entre 10% et 25% selon la nuance de la tôle pour les conditions de galvanisation testées.

Sans connaissance précise de l'influence de la galvanisation au trempé sur le comportement en fatigue de l'acier, le concepteur peut difficilement retenir ce procédé pour protéger les pièces de sécurité mécano-soudées, même s'il se prive d'avantages reconnus, tant sur le plan de la corrosion que sur le plan mécanique.

L'objet du travail développé dans ce document est donc de comprendre les mécanismes d'endommagement par fatigue d'un acier en présence du revêtement de galvanisation, pour parvenir à un critère simple décrivant la résistance à la fatigue de ce matériau revêtu. L'étude se concentre sur les produits plats constitutifs des pièces automobiles mécano-soudées.

Le premier chapitre est une présentation du revêtement de galvanisation au trempé. Dans un premier temps, la métallurgie du revêtement est abordée en décrivant brièvement les principaux paramètres du procédé susceptibles d'avoir une influence sur sa morphologie. Les conditions d'élaboration des revêtements qui servent de support à cette étude sont aussi clairement définies. Dans un deuxième temps, on s'intéresse aux caractéristiques mécaniques propres au revêtement.

Le deuxième chapitre décrit les essais de fatigue qui évaluent de manière globale l'effet de la galvanisation sur le comportement d'une tôle soumise à une sollicitation cyclique. La discussion porte essentiellement sur l'influence de l'épaisseur du revêtement.

Le troisième chapitre présente l'analyse microstructurale de l'endommagement par fatigue du substrat et du revêtement. Cette démarche, qualitative et quantitative, permet de préciser les mécanismes responsables de la dégradation de la tenue en fatigue de la tôle.

Enfin, à partir des deux approches globale et microstructurale, un critère de résistance à la fatigue est établi dans le dernier chapitre. Une représentation graphique de ce critère permet alors d'évaluer simplement l'effet de l'épaisseur du revêtement et l'influence de la nature du substrat sur la résistance à la fatigue.

# LE REVETEMENT

## DE GALVANISATION AU TREMPE

Ce premier chapitre présente les caractéristiques du revêtement de galvanisation au trempé avant l'application d'une sollicitation mécanique extérieure.

La galvanisation au trempé, telle qu'elle est pratiquée communément dans l'industrie, conduit à l'élaboration d'un revêtement épais multicouche, obtenu par immersion d'un substrat ferreux dans un bain de zinc en fusion. La figure (1.1) permet de visualiser la morphologie du revêtement selon une coupe transverse.

La géométrie des structures automobiles concernées par ce traitement impose généralement une durée d'immersion de 3 à 5 minutes. Ces temps de traitement conduisent à des épaisseurs de revêtements variant entre 50 et 100  $\mu\text{m}$ .

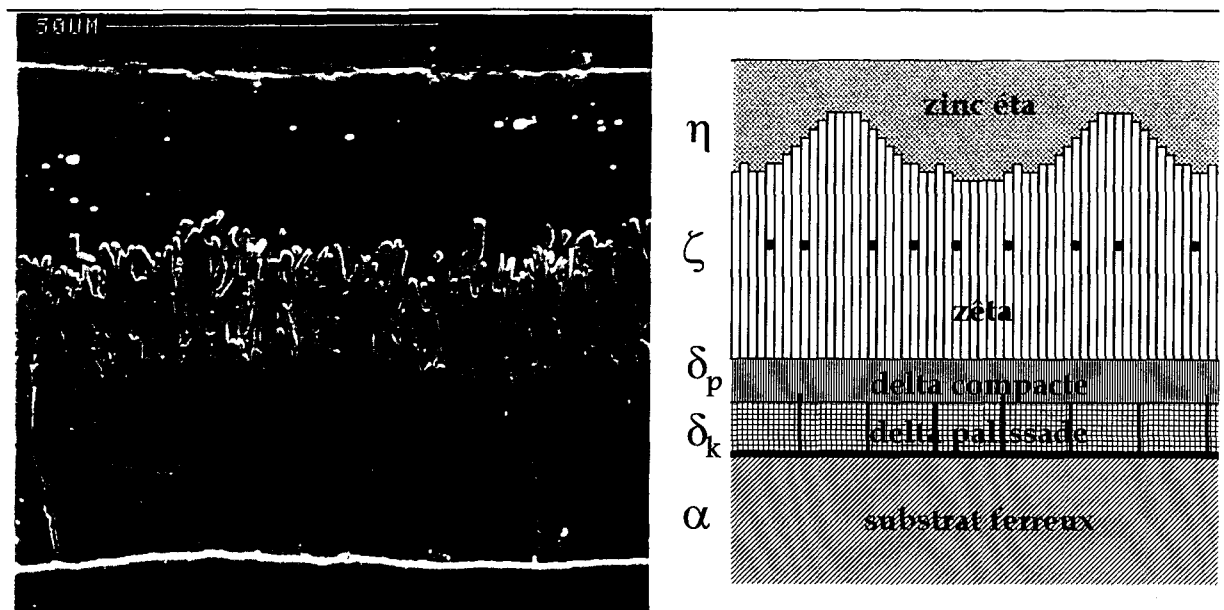


figure (1.1) : Le revêtement de galvanisation au trempé.

*The hot-dip galvanizing coating.*

L'annexe (I) fournit le synoptique du procédé de galvanisation au trempé tel qu'il est appliqué dans l'industrie. Il est important de ne pas faire l'amalgame entre ce procédé de traitement « à façon » et le procédé de galvanisation en continu qui est très implanté dans le secteur automobile (pièces de carrosserie du véhicule). Les caractéristiques qui les distinguent sont donc également spécifiées dans cette annexe.

La figure (1.1) présente la structure du revêtement de galvanisation tel qu'il est élaboré en immergeant pendant 4 minutes un acier doux de faible teneur en silicium dans un bain de zinc pur porté à une température de 450°C.

Une fluctuation de l'un de ces paramètres est susceptible d'engendrer une modification importante de la microstructure du revêtement, et notamment de son épaisseur. Il nous a donc paru judicieux de présenter brièvement les mécanismes de réaction qui se manifestent lors du processus de galvanisation au trempé. L'étude du comportement en fatigue d'un acier galvanisé peut paraître a priori très ambitieux si l'on considère que l'appellation « acier galvanisé » ne limite pas l'analyse au seul revêtement qui est présenté sur la figure (1.1). Les conditions d'élaboration des revêtements testés lors de cette étude sont alors définies et justifiées.

La détermination des caractéristiques métallurgiques et mécaniques des différentes couches susceptibles de composer le revêtement de galvanisation constitue une étape essentielle du cheminement qui mène à la compréhension des mécanismes d'endommagement par fatigue d'un acier galvanisé. Des travaux réalisés antérieurement au laboratoire de métallurgie physique de Lille ont permis de mesurer la dureté des composés intermétalliques du revêtement et d'estimer la ténacité de la phase la plus fragile. Ces résultats sont tout d'abord présentés. Les modules d'Young de ces composés n'étaient pas jusqu'à présent accessibles dans la littérature. Des mesures par microindentation instrumentée fournissent une estimation de ces modules d'Young. Nous focalisons ensuite notre propos sur les caractéristiques de la phase  $\epsilon$  qui se distingue à certains égards du zinc laminé. Enfin, nous traiterons des contraintes résiduelles qui apparaissent à la sortie du bain lors du refroidissement de la pièce galvanisée.

## 1.1. METALLURGIE DU REVETEMENT

### 1.1.1. Un revêtement stratifié issu d'un mécanisme diffusionnel

La morphologie du revêtement est directement liée à la métallurgie du système fer-zinc et donc au diagramme d'équilibre présenté sur la figure (1.2). La partie du diagramme décrivant les solutions riches en zinc mentionne l'existence de quatre composés intermétalliques stables  $\Gamma_1$ ,  $\Gamma_2$ ,  $\delta_1$  et  $\zeta$  (de teneurs en fer décroissantes). Le tableau (I.1) indique les caractéristiques cristallographiques de ces phases.

Lorsqu'un substrat ferreux «  $\alpha$  » est plongé dans le bain de zinc fondu, la diffusion du fer vers le zinc, et du zinc vers le fer, engendre un gradient de concentration en fer à la surface du substrat. Ainsi, en accord avec le diagramme, la galvanisation du fer à une température voisine de 450°C aboutit à l'élaboration d'un revêtement présentant une structure stratifiée constituée par l'ensemble des composés intermétalliques fer-zinc décrits précédemment.

Phases	composition at% Zn	Structures	paramètres de maille (nm)
$\Gamma_1$	68-74	cubique centré (cI52)	a=0.898
$\Gamma_2$	78,6-81	cubique faces centrées (cF408)	a=1.796
$\delta_1$	86,5-92	hexagonal compacte (hP555)	a=1.28 c=5.7
$\zeta$	92,5-94	monoclinique (mC28)	a=1.365 b=0.761 c=0.51 $\beta=128^\circ44$
$\eta$	100	hexagonale compacte (hP2)	a=0.266 c=0.495

**tableau (I.1) :** Caractéristiques des phases du système Fe-Zn [3]

*Phases characteristics of the Fe-Zn system [3]*

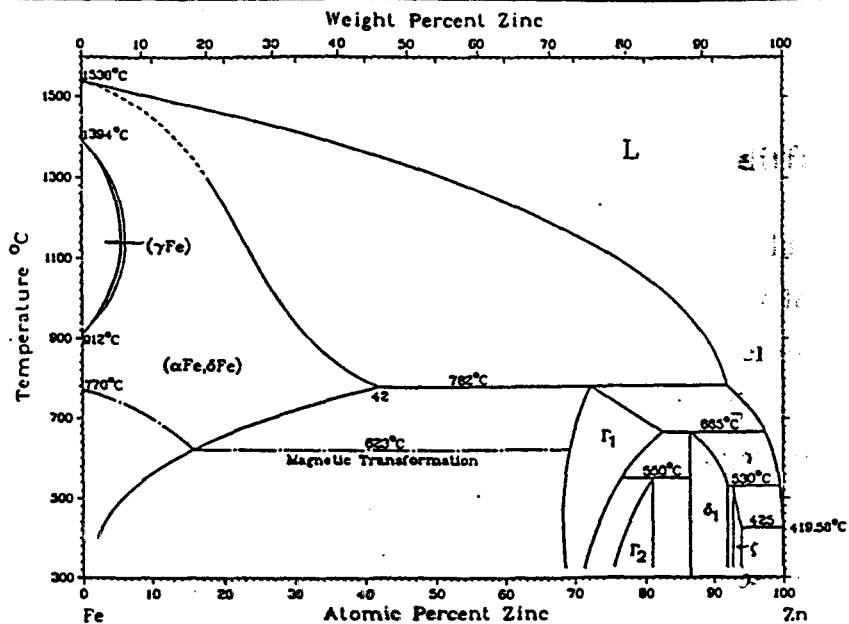


figure (1.2) : Diagramme de phase binaire Fe-Zn. D'après [1]  
*Binary phase diagram Fe-Zn. After [1]*

Le revêtement présenté sur la figure (1.1) est issu de la trempe, pendant une durée de 4 minutes, d'un acier doux dans un bain de zinc saturé en fer et porté à une température de 450°C. Nous distinguons principalement deux composés intermétalliques, «  $\delta_1$  » et «  $\zeta$  », encadrés par le substrat «  $\alpha$  » et une couche de zinc «  $\eta$  » consécutive à la solidification du métal liquide entraîné lors de l'émergence.

- ✓ La phase zêta «  $\zeta$  », dont la composition se situe entre 92,5 et 94 at%, présente une structure colonnaire qui est orientée perpendiculairement à la surface du substrat. L'épaisseur de cette phase n'est pas régulière. De nombreuses excroissances sont fréquemment rencontrées dans l'ensemble du revêtement.
- ✓ La phase delta «  $\delta_1$  », plus riche en fer (86,6 à 92,14 at%), bien que de structure cristallographique unique, apparaît sous deux morphologies distinctes; d'une part delta palissade «  $\delta_p$  », correspond à la région supérieure de la phase  $\delta_1$ , limitrophe au composé  $\zeta$  et d'autre part, proche du substrat, delta compacte «  $\delta_k$  ».
- ✓ Les deux phases les plus riches en fer,  $\Gamma_1$ ,  $\Gamma_2$ , donc les plus proches du substrat, ne sont pas assez épaisses pour être observées distinctement.

Dans ces conditions de galvanisation, la cinétique de croissance de ces composés obéit à une loi parabolique [2-3] propre à une diffusion à l'état solide. Foct et al. [4] ont alors développé un modèle qui permet d'expliquer ce comportement.

D'après le diagramme binaire, le zinc liquide en surface du substrat est en équilibre avec le composé  $\zeta$ . Cette condition est favorable à la germination et la croissance de cette phase à proximité du substrat. Cette hypothèse est confirmée par des arguments cristallographique et thermodynamique. La diffusion du fer vers le zinc conduit ensuite à un enrichissement de la teneur en fer du composé  $\zeta$  jusqu'à ce que les conditions d'apparition de  $\delta_1$  soient remplies. La phase  $\Gamma$  ne peut pas croître : la vitesse de formation côté substrat est contrebalancée par la vitesse de dissolution du côté de la phase  $\delta_1$ .

### 1.1.2. Une réaction métastable

L'épaisseur du revêtement est en partie gouvernée par la vitesse de remontée du substrat qui gère la quantité de zinc liquide entraîné lors de la sortie de la pièce du bain. Mais, les composés intermétalliques du revêtement se forment par un mécanisme diffusionnel. L'épaisseur est donc principalement imposée par la cinétique de croissance des composés intermétalliques, et par conséquent, par le temps d'immersion de la pièce dans le bain. Toutefois, la réaction de galvanisation, obéissant à des critères thermodynamique et cinétique, présente un caractère métastable. Il en résulte que cette réaction est relativement sensible à de fines variations de certains paramètres expérimentaux [5].

La cinétique de croissance peut parfois être perturbée. C'est le cas lorsque l'on traite certains aciers présentant une composition chimique particulière ou que l'on travaille à des températures supérieures à 450°C.

Le traitement d'aciers à fortes teneurs en silicium conduit ainsi à d'importantes surépaisseurs de revêtement. Ce phénomène, mis à jour à maintes reprises dans la littérature [6-9], est bien connu sous le terme d'effet Sandelin. Cette réactivité exacerbée varie en fonction du pourcentage de silicium dans le substrat. Elle atteint une valeur maximale pour des compositions voisines de 0,07% en poids (% mas.), c'est le pic de Sandelin. On relève une tendance similaire pour le phosphore [5,10], mais à un degré moindre.

L'augmentation de la réactivité s'explique par une modification de la cinétique de croissance qui évolue d'une loi parabolique (diffusion à l'état solide) vers une loi linéaire (diffusion à l'état liquide). Cela se traduit par une croissance accélérée du composé «  $\zeta$  ».

Pour faire face à ce comportement, qui peut notamment être à l'origine de problèmes d'adhérence, certains éléments d'alliage peuvent être ajoutés dans le bain. L'aluminium et le nickel ont déjà fait l'objet de nombreux travaux [8,11-13] et constituent d'ailleurs un choix que bon nombre d'industriels de la galvanisation ont retenu pour s'affranchir du phénomène de Sandelin. Plus récemment, des études ont montré que le manganèse [14], et même le titane [15] pouvaient également remplir cette tâche. On pourra se référer au modèle proposé par Foct et al. [4] pour comprendre comment un élément du substrat peut perturber les réactions mises en jeu lors de la galvanisation.

### 1.1.3. La galvanisation dans notre étude

Les conditions de température, de composition chimique du bain et du substrat, de même que la durée d'immersion sont donc autant de facteurs qui agissent sur les mécanismes d'élaboration des différentes couches.

Les pièces de sécurité automobiles constituent souvent un assemblage de produits d'origine très diverses. Ainsi, on relève couramment, sur une même pièce, des produits plats et des produits longs, ayant subi un laminage à froid ou à chaud, ou encore un étirage. Des pièces forgées peuvent également participer à l'assemblage. Cette variété de technique de fabrication se traduit naturellement par une diversité importante des compositions chimiques des matériaux.

Cette diversité se retrouve également au niveau de la composition des bains de galvanisation. La galvanisation industrielle utilise en effet des bains de zinc pur (Zinc classique), mais aussi des bains faiblement alliés tel que le Technigalva (0.06 ou 0.09 %mas. de nickel) ou le Polygalva (0.05 %mas. d'aluminium) qui permettent d'atténuer les surépaisseurs inhérentes aux teneurs en silicium et phosphore de certains substrats.



Remarque : certaines options se démarquent des conditions de traitement les plus courantes. Ainsi, plusieurs galvanisateurs, principalement allemands, effectuent le traitement à une température proche de 550°C. Cette technique, appelée galvanisation à haute température, n'introduit pas de nouveaux composés intermétalliques mais génère un revêtement dont l'épaisseur est fournie majoritairement par la phase delta [16], conformément au diagramme d'équilibre fer-zinc. D'autres voies de recherche permettent également d'envisager un enrichissement significatif du bain en éléments d'alliage, notamment en aluminium. La structure du revêtement est alors complètement modifiée. Elle laisse apparaître de nouveaux composés intermétalliques résultant des équilibres décrits par le diagramme ternaire.

Il n'est pas envisageable d'étudier le comportement en fatigue de chaque configuration de galvanisation (nature du substrat et composition du bain). Pourtant, avant d'aller plus loin dans l'analyse, on doit considérer que chaque composé du revêtement est susceptible de prendre part aux mécanismes d'endommagement.

Or, la galvanisation d'un acier hyposandelin (de composition en silicium inférieure à 0,07% en poids), dans un bain de zinc pur porté à 450°C, permet d'élaborer l'ensemble des composés intermétalliques indiqués par le diagramme binaire. Cette configuration de galvanisation sera donc celle que nous retiendrons pour étudier l'endommagement par fatigue. Des variations d'épaisseurs, globales et relatives, pourront alors être envisagées en agissant sur le temps d'immersion, et/ou sur la vitesse de remontée du substrat.

## 1.2. PROPRIETES MECANIQUES DU REVETEMENT

Le revêtement de galvanisation est un arrangement très hétérogène de plusieurs composés intermétalliques qui présentent des propriétés mécaniques très différentes. Avant de s'intéresser au comportement en fatigue d'un acier galvanisé, il convient de rappeler, ou de caractériser lorsque cela est nécessaire, les propriétés mécaniques des différents constituants du revêtement.

### 1.2.1. Dureté et ténacité

Iost et al. [17] ont mesuré les duretés de l'ensemble des constituants du revêtement par microindentation. Ces résultats sont détaillés dans le tableau (I.2).

Il apparaît clairement que les composés intermétalliques présentent des duretés bien supérieures à celles des deux éléments de base qui les constituent. Une étude spécifiquement dédiée à la phase delta n'a pas pu mettre en évidence une variation sensible des mesures de dureté avec la vitesse de refroidissement ou la direction de prélèvement des échantillons.

Phases		Duretés Vickers (25 gf)
fer alpha	$\alpha$	100
gamma 1	$\Gamma_1$	326
gamma 2	$\Gamma_2$	555
delta compacte	$\delta_k$	400
delta palissade	$\delta_p$	320
zêta	$\zeta$	150
éta	$\eta$	52

**tableau (I.2) :** Duretés Vickers des différents composés du revêtement de galvanisation. D'après [17]

*Vickers micorhardness of the different compounds of the galvanizing coating. After [17]*

Cette technique de microindentation Vickers a été également utilisée pour estimer la ténacité des matériaux fragiles par Iost et Foct [18]. Si la phase delta présente une dureté élevée, elle est également fragile. Une analyse de la fissuration engendrée par les indentations (basée sur une discussion de nombreux modèles disponibles dans la bibliographie) a permis de proposer une valeur de ténacité  $K_{IC}^{\delta}$  pour la phase delta de l'ordre de  $3 \text{ MPa}\sqrt{m}$ . Cette valeur de ténacité est équivalente à celles mesurées sur les céramiques.

## 1.2.2. Modules d'Young

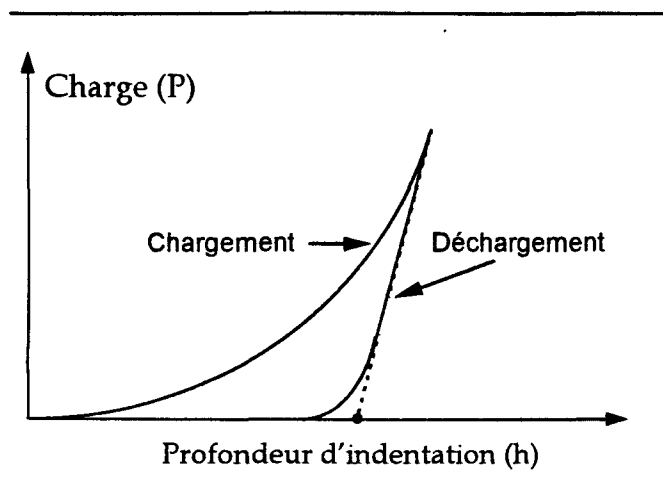
### 1.2.2.1. Introduction à la microindentation instrumentée

Les caractères stratifié et fissuré du revêtement de galvanisation n'autorisent pas l'accès aux modules d'Young au moyen de techniques habituellement envisagées dans le cas de matériaux de faibles dimensions (ultrasons).

L'indentation *instrumentée* est un moyen d'essai qui permet d'atteindre cette caractéristique. Le principe consiste à mesurer en continu la résistance « P » à la pénétration d'un indenteur dans le matériau étudié, en fonction de la profondeur de pénétration « h ». La modélisation des courbes charge/déplacement expérimentales, décrites sur la figure (I.4), suppose un comportement élastoplastique du matériau considéré. Cette méthode est surtout pratiquée pour caractériser des céramiques dont les propriétés mécaniques répondent parfaitement aux critères de validation du modèle employé. La détermination par indentation des modules de ces matériaux cadre généralement bien avec celle obtenue à l'échelle macroscopique [19].

La faible ténacité et la dureté élevée du composé  $\delta$  ont permis d'envisager pour cette phase une fragilité voisine de celle des céramiques. L'hypothèse selon laquelle les composés intermétalliques auraient un comportement élastoplastique cautionnant l'utilisation de l'indentation instrumentée s'avère donc raisonnable. Sur cette base, une campagne de mesures a donc été entreprise sur la machine de microindentation du groupe «céramiques» de l'ONERA Châtillon.

Le descriptif du moyen d'essai et le principe physique sur lequel repose le développement de cette technique [20-22] sont décrits dans l'annexe (II).



**figure (1.3) :** Courbe d'indentation  
*Indentation loading curve*

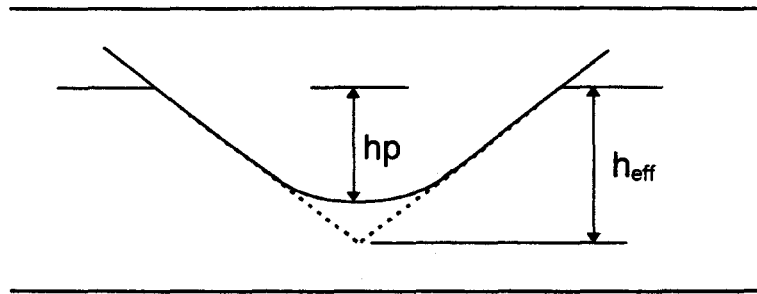
La détermination du module réduit  $E/(1-\nu^2)$  est obtenue en analysant la courbe d'indentation de la figure (1.3). D'après la modélisation [22], la compliance mesurée pendant les premiers instants de la période de déchargement est directement liée au module effectif  $E^*$  du système sollicité :

$$\frac{dh}{dP} = f\left(\frac{1}{\beta k E^* h_{eff}}\right) \quad (1.1)$$

$$\text{avec } \frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_o^2}{E_o} + \frac{1-\nu^2}{E}$$

Les paramètres élastiques  $E_o$  et  $\nu_o$  sont liés à l'indenteur alors que  $E$  et  $\nu$  définissent le matériau étudié.  $\beta$  et  $k$  sont des constantes qui sont déterminées par la forme de la pointe d'indentation, tandis que  $h_{eff}$  exprime la profondeur effective de pénétration.

La notion de profondeur effective de pénétration est définie par Nix [20]. Ce paramètre, schématisé sur la figure (1.4), est une grandeur expérimentale qui introduit dans le modèle l'effet de l'érouissage «  $\delta h$  » de la pointe Vickers. On distingue ainsi la profondeur plastique réelle «  $h_p$  » et la profondeur effective «  $h_{eff}$  ». Cette profondeur effective correspond en fait à la profondeur à laquelle pénétrerait une pointe parfaite pour créer une aire de contact indenteur-matériau équivalente à celle produite par le diamant expérimental.



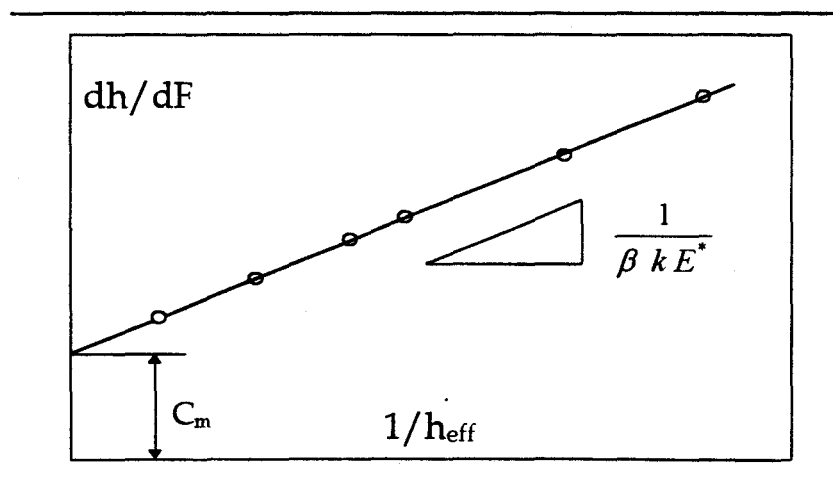
**figure (1.4) :** Definition de la profondeur effective et de la profondeur plastique de pénétration.

*Definition of the effective and plastic penetration depths*

Le terme  $(dh/dP)$  rend compte de la somme des compliances du matériau sollicité et de la machine  $C_m$ . Pour intégrer ce paramètre dans l'analyse, Nix préfère écrire la relation (1) en terme de complaisance :

$$\frac{dh}{dP} = C_m + \frac{1}{\beta k E^* h_{eff}} \quad (1.2)$$

Cette expression permet donc d'exprimer les modules d'élasticité réduits du diamant et du matériau testé en fonction de la pente de déchargement, de la profondeur de pénétration et des caractéristiques géométriques de l'indenteur.



**figure (1.5) :** Représentation schématique de la complaisance élastique en fonction de l'inverse de la profondeur effective de pénétration. D'après [20]

*Schematic plot of the elastic compliance as a fonction of the reciprocal of the effective depth of indentation. After [20]*

Après détermination des constantes géométriques de la pointe Vickers par étalonnage sur un matériau dont le module est connu macroscopiquement, les différentes valeurs de compliance élastique  $dh/dF$  sont positionnées sur un graphique en fonction de l'inverse de la profondeur effective définie précédemment (figure 1.5). La pente de la droite ainsi obtenue permet de remonter à la valeur de module réduit recherché tandis que l'ordonnée à l'origine fournit la compliance de la machine.

### 1.2.2.2. Méthodes expérimentales

Si la technique de microindentation permet de travailler sur des matériaux dont le volume est relativement réduit, il faut cependant tester les composés intermétalliques sur des épaisseurs au moins supérieures à une quinzaine de microns. Dans ce cas, l'indenteur pénètre dans le matériau étudié à une distance suffisamment grande d'une interface pour que la mesure soit affranchie de la contribution mécanique du matériau voisin.

Afin d'obtenir des épaisseurs de couche importantes, les matériaux étudiés ne correspondent pas à un traitement de galvanisation représentatif de celui utilisé pour les pièces automobiles. Toutefois, l'ensemble des phases observées ont des caractéristiques métallurgiques et cristallographiques semblables à celles répertoriées sur un revêtement classique. Les essais d'indentation ont été réalisés sur des coupes transverses dont la surface a été polie jusqu'à une rugosité de 1  $\mu\text{m}$ .

Le revêtement qui a servi de support à cette investigation a été élaboré en galvanisant pendant une durée de vingt minutes une plaque d'acier dans un bain de zinc classique porté à une température de 450°C. La microstructure résultant de ce traitement a rendu possible la sollicitation des composés zêta et delta, sous ses formes palissade et compacte. Conjointement, une autre plaque a subi une galvanisation dans les mêmes conditions opératoires mais avec un temps d'immersion plus court. La vitesse de remontée de la plaque hors du bain est alors augmentée de façon à obtenir une épaisseur de zinc éta suffisante pour réaliser les indentations sur une coupe transverse.

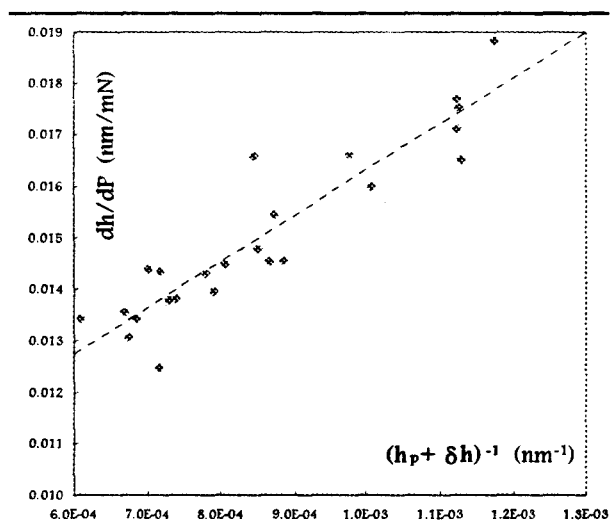
Chaque phase a fait l'objet d'une dizaine d'essais. Pour chaque empreinte, un cyclage charge/décharge a été répété à plusieurs reprises sur un intervalle de charge

donné [23]. Cette démarche a pour but d'acquiescer sur une même empreinte, des mesures de modules à différents niveaux de sollicitation et d'augmenter ainsi la qualité de l'échantillonnage sur lequel la régression linéaire est opérée.

Pour l'ensemble des matériaux, l'ensemble des acquisitions qui ont été intégrées pour effectuer les régressions linéaires est issu d'essais d'indentation accomplis à des niveaux de sollicitations compris entre 10 et 25 grammes. Cet intervalle de chargement a été fixé afin d'exclure des mesures tout niveau de sollicitation pour lequel une fissuration importante du matériau pourrait être occasionnée. De plus, cette base de travail se rapproche des conditions opératoires qui ont permis de mesurer les duretés du tableau (I.2).

### 1.2.2.3. Résultats

Dans un premier temps, nous avons cherché à valider la technique de mesure en réalisant une série de sollicitations sur le substrat dont les caractéristiques élastiques peuvent être déterminées par l'intermédiaire d'un essai macroscopique. Le tracé expérimental des compliances mesurées en fonction de l'inverse de la profondeur de pénétration dans le substrat est reporté sur la figure (1.6).



**figure (1.6)**

Compliance élastique en fonction de l'inverse de la profondeur effective de pénétration dans le substrat.

*Elastic compliance as a fonction of the reciprocal of the effective indentation depth in the substrate.*

A partir de la pente issue de la régression et des paramètres d'ajustement associés à la pointe d'indentation qui a été utilisée, la relation (1.2) affecte au substrat la valeur de module d'Young réduit suivante :

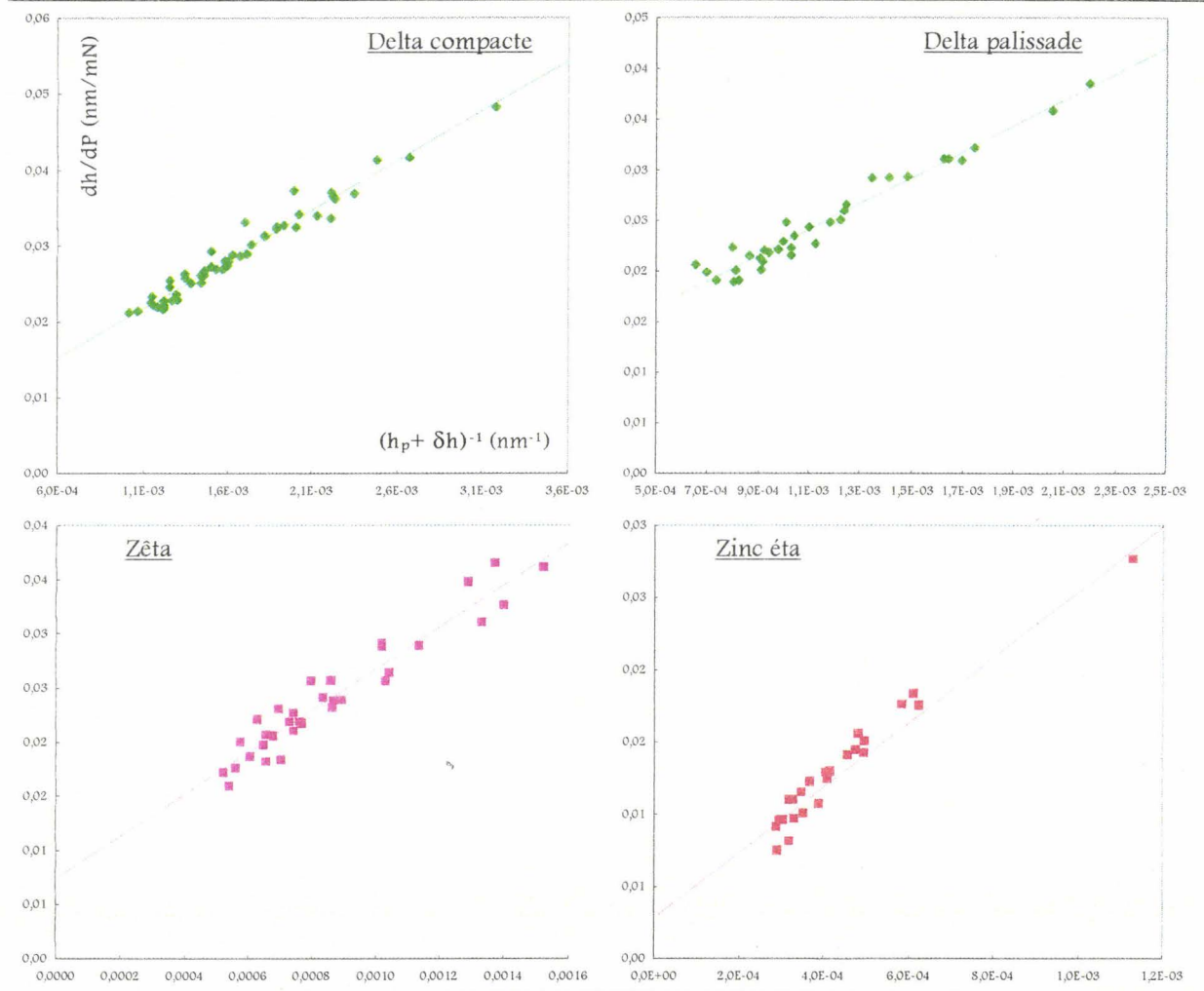
$$E'_{\text{acier}} = 209 \text{ GPa}$$

Ce résultat est tout à fait proche de la valeur de module d'Young qui est mesurée pour ce type d'acier au moyen d'un essai mécanique macroscopique. Une démarche similaire est alors appliquée pour les quatre constituants du revêtement de galvanisation. Mais avant de considérer les composés intermétalliques et malgré la qualité de ce résultat, nous devons discuter des limites de cette technique de microindentation instrumentée lorsqu'elle s'applique au revêtement de galvanisation.

Comme décrit dans l'annexe (II), la modélisation qui est utilisée pour traduire physiquement les courbes d'indentation est issue de l'analyse du comportement d'un monocristal. Or, la métallurgie des différents composés intervenant dans le revêtement et la taille des empreintes impliquent que la sollicitation concerne des matériaux polycristallins. Il est donc probable que le champ de contrainte décrit par la modélisation peut ne pas être tout à fait représentatif du comportement de ces polycristaux vis à vis de l'indentation. Cependant, cette remarque s'applique aussi au substrat. Compte tenu du résultat proposé, nous pouvons admettre que l'extension de la modélisation à l'analyse d'un polycristal aboutit à un résultat satisfaisant.

Les liaisons atomiques qui fondent la structure d'un matériau conditionnent la valeur de son module d'Young. Ainsi, la valeur du module d'élasticité est susceptible de varier avec la direction de sollicitation par rapport à l'orientation du réseau cristallin. Pour chaque matériau, les modules d'Young sont calculés à partir de plusieurs indentations. La répétition des indentations dans plusieurs régions de l'échantillon permet de moyenniser les effets d'anisotropie liés à l'orientation cristallographique. Par ailleurs, ces sollicitations sont effectuées alors que les échantillons sont préparés suivant une coupe transverse. On admet donc que les modules d'Young qui sont obtenus pour ces deux composés correspondent aux propriétés élastiques que présentent les matériaux dans une direction parallèle à la surface du substrat, c'est-à-dire la direction de sollicitation extérieure qui est appliquée lors des essais de fatigue.





**figure (1.7) :** Compliance élastique en fonction de l'inverse de la profondeur effective de pénétration dans les composés du revêtement de galvanisation delta compacte - delta palissade - zêta - zinc éta

*Elastic compliance as a fonction of the inverse of the effective depth of indentation delta compacte - delta palissade - zeta - eta*

Les sollicitations par indentation sont donc menées sur les phases delta compacte, delta palissade, zêta et sur le zinc pur éta. Les courbes représentant les compliances en fonction de l'inverse de la profondeur de pénétration sont rassemblées sur la figure (1.7).

Pour chacun des quatre matériaux étudiés, les courbes de la figure (1.7) sont tracées à partir d'une trentaine d'indentations. On remarque que la dispersion des résultats permet d'envisager, aux erreurs systématiques près, une mesure statistiquement satisfaisante.

Le calcul des pentes par régression linéaire conduit à l'estimation des modules rassemblés dans le tableau (I.3).

Phases	Delta compacte	Delta palissade	Zêta	Zinc éta
$\frac{E}{(1-\nu^2)}$ (GPa)	138 ± 14	135 ± 14	87 ± 9	74 ± 8

**tableau (I.3) :** Mesures par microindentation instrumentée des modules d'Young réduits des composés du revêtement de galvanisation.

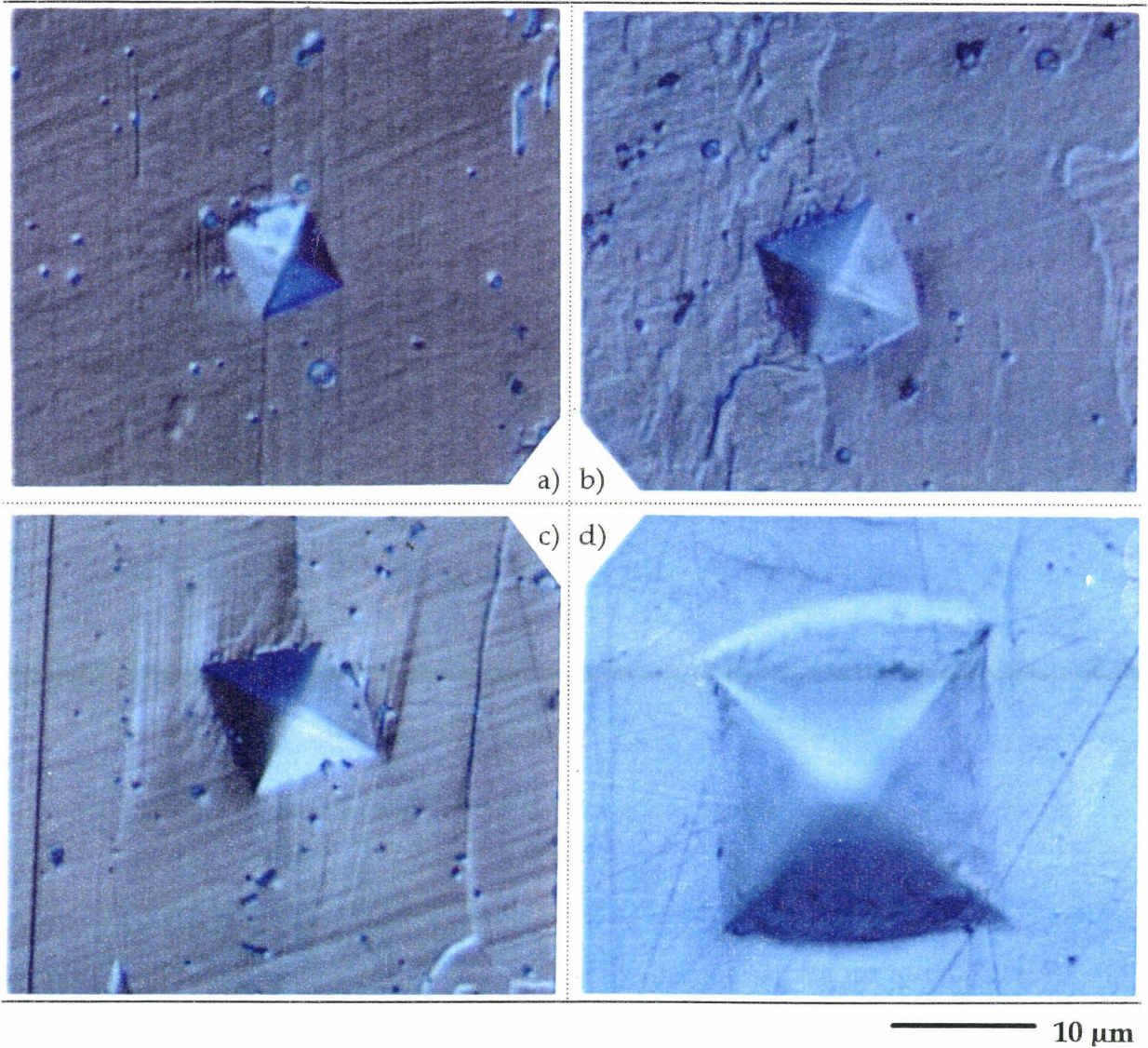
*Young modulus of the compounds of the galvanizing coating mesured by microindentation unloading experiments.*

Il n'est pas possible de discuter les valeurs des modules d'Young réduits des composés intermétalliques. En revanche, la valeur déterminée pour le zinc éta s'accorde bien avec les chiffres qui sont proposés dans la littérature [24,25].

Indiquons que les modules des composés intermétalliques estimés par la technique de microindentation instrumentée se situent dans une région bornée par les valeurs des deux éléments de base qui les constituent.

Par ailleurs, il est intéressant de souligner que les duretés mesurées (après examen des empreintes) coïncident avec celles énoncées dans la littérature et reportées précédemment dans le tableau (I.2). Le profil des empreintes est d'ailleurs détaillé sur la figure (1.8). Les indentations ont été réalisées de façon à ce que la sollicitation reste inférieure à 15 grammes sur la phase delta compacte et 25 grammes sur les autres phases. Un chargement au delà de 15 grammes pour la phase delta compacte occasionne en effet une fissuration qui ne permet pas d'appliquer la modélisation. Cette observation reflète un comportement mécanique différent entre les deux formes du composé  $\delta$ . La forme palissade du composé intermétallique  $\delta$  semble ainsi supporter des niveaux de contraintes plus élevés.

La figure (1.8) permet également de mettre en évidence la forte anisotropie du composé  $\zeta$ , illustré par le caractère asymétrique de l'empreinte.



**figure (1.8) :** Empreintes d'indentation observées sur les phases du revêtement de galvanisation

(a) delta compacte (b) delta palissade (c) zêta (d) zinc pur éta

*Indentation imprints observed on the galvanizing coating phases*

*(a) delta compacte (b) delta palissade (c) zeta (d) pur zinc eta*

### 1.2.3. La couche de zinc éta

Entreprendre une étude complète de la couche éta peut paraître excessif, puisque, des composés qui constituent le revêtement, le zinc est le matériau pour lequel nous disposons du plus grand nombre d'informations dans la littérature. Cependant, le zinc pur en surface du revêtement de galvanisation présente plusieurs particularités qu'il nous a paru intéressant, dans le cadre de cette étude, d'esquisser rapidement.

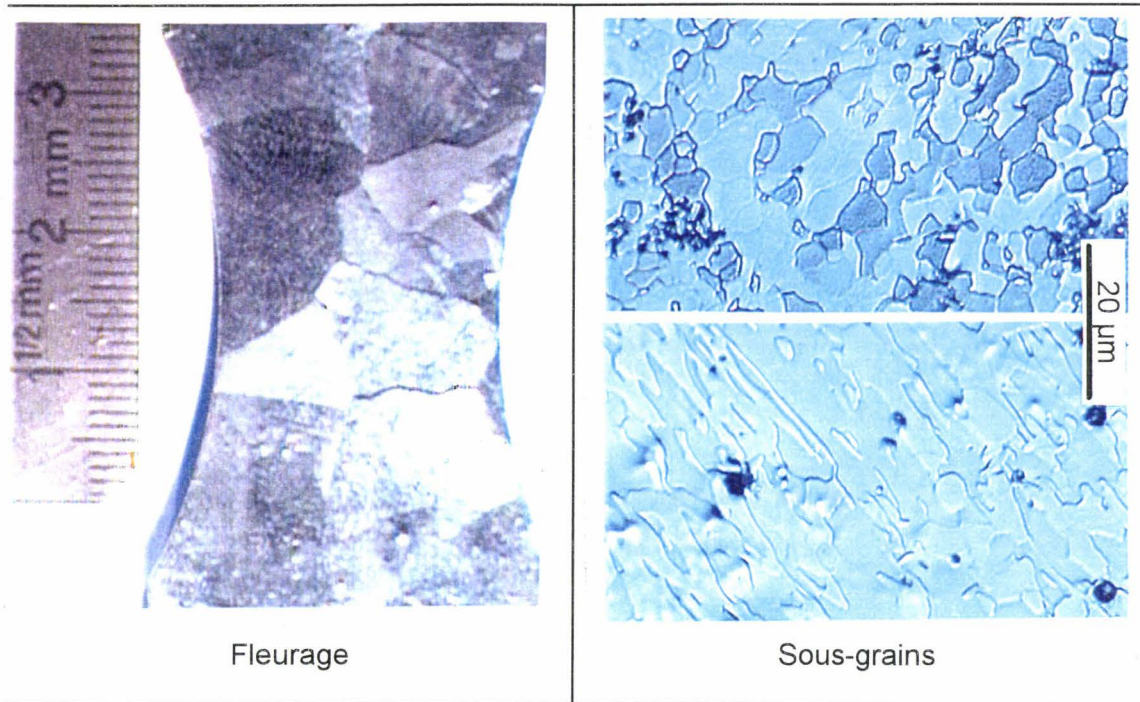
Le bain de galvanisation inclus de nombreux éléments d'alliage (§ 1.1). La présence de ces éléments, même en très faible teneur, peut perturber les mécanismes de solidification. Ainsi, la structure de la couche de zinc pur peut différer légèrement d'un procédé de galvanisation à un autre. Pour cette raison, nous n'essayons pas ici de fournir une description exhaustive de cette phase qui exigerait un travail de recherche à part entière. Il s'agit uniquement de mettre en relief certaines particularités susceptibles d'expliquer certains mécanismes d'endommagement par fatigue.

Cette présentation de la couche éta s'articule en distinguant d'une part les caractéristiques métallurgiques, et d'autre part, les propriétés mécaniques.

#### 1.2.3.1. Caractéristiques métallurgiques

La structure de la couche éta est directement liée aux conditions de solidification en sortie du bain de galvanisation. La faible quantité de zinc éta en surface du revêtement et les paramètres d'élaboration inhérents aux contraintes industrielles imposent une vitesse de solidification extrêmement rapide. Ce refroidissement brutal est à l'origine d'une structure assez complexe détaillée sur la figure (1.9).

A l'échelle macroscopique, la phase éta se présente sous la forme de gros grains, appelés « fleurs », dont la taille peut atteindre le centimètre. Cette structure donne à la surface du revêtement un aspect « fleuré » caractéristique. On distingue facilement cette apparence à la surface des nombreuses pièces galvanisées qui bordent régulièrement les routes (barrières, glissières, poteaux...).

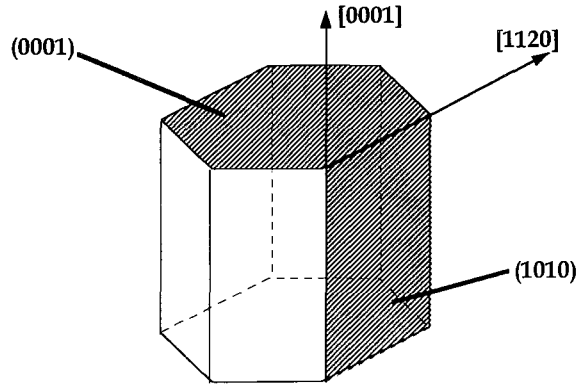


**figure (1.9)** : Structure macroscopique (fleurage) et microscopique de la couche de zinc éta en surface du revêtement de galvanisation.

*Macroscopic (spangle) and microscopic structures of the zinc layer on the galvanizing coating surface.*

Chacune des fleurs (constituant le fleurage) présente une sous-structure granulaire très fine. Ces sous-grains ont en effet une taille inférieure à  $10\ \mu\text{m}$ . La microstructure est révélée par un polissage mécanique suivi d'une attaque chimique au réactif de Finkeldey [26].

Une observation de la surface du revêtement en lumière polarisée indique que chaque fleur est constituée de sous-grains de même orientation cristallographique. La littérature ne permet pas d'accéder aux caractéristiques métallurgiques et cristallographiques du fleurage dans le cas de la galvanisation au trempé. En revanche, le sujet est abordé par quelques publications pour le revêtement de galvanisation en continu. Pour illustrer ces propos, la figure (1.10) présente le réseau hexagonal du zinc en indiquant les principaux plans et directions qui sont cités.



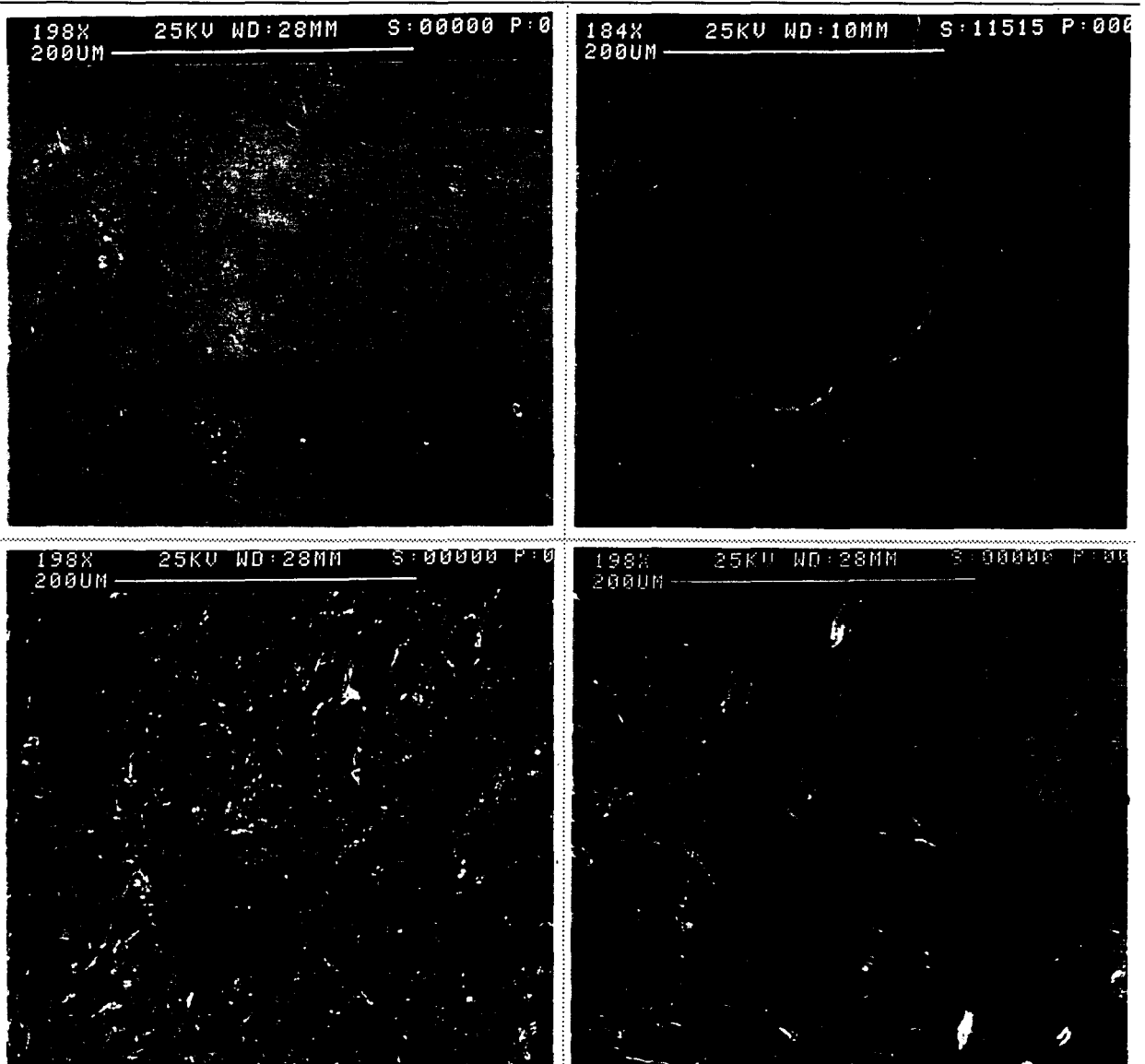
**figure (1.10) :** Réseau hexagonale du zinc  
*The hexagonal cell of zinc.*

Kiusalaas et al. [27] distinguent des grains à structure dendritique aux côtés d'autres grains, de surface lisse, sans dendrite. Si le bain de galvanisation dont est issue l'élaboration contient de l'aluminium, la structure dendritique est visible sous deux morphologies : une structure pour laquelle les dendrites convergent toutes vers le point central, et une autre pour laquelle les dendrites présentent une texture cellulaire.

Wall et al. [28] intègrent également ces structures dans leur classification. Cependant, ils spécifient quatre types de fleurs en les qualifiant de : lisses, ridées suivant une ou deux directions orthogonales, plumeuses et à fossettes. Chaque catégorie de fleur correspond à des arrangements différents entre des régions « brillantes » et d'autres « glacées ». Cette nomenclature pour le moins imagée souligne la difficulté de caractériser précisément le fleurage.

En ce qui concerne les orientations cristallographiques, Kiusalaas et al. [27] remarquent que les fleurs dont l'aspect de surface est lisse tendent à développer une forte texture. Les cristaux de zinc sont alors orientés avec leur plan basal (0001) parallèle à la surface du substrat. Ce résultat est confirmé par Wall et al. [28] qui soulignent par ailleurs une croissance préférentielle des dendrites dans la direction [1010]. Le plan (1010) est presque parfaitement parallèle à la surface du substrat, les directions de croissance des dendrites deviennent [1120] et [0001]. Parallèlement, Kiusalaas et al. ont repéré des régions ne présentant aucune texture.

Les fleurs du revêtement de galvanisation au trempé se distinguent également par leur état de surface. Si l'on exclut les considérations de qualité de surface liée à la présence de cendres ou d'autres défauts, deux principaux états de surface caractérisent les fleurs. Soit la fleur a une surface lisse, soit le zinc se présente sous forme de cellules allongées dont la taille est totalement différente de celle des sous-grains. Les sous-grains de ces fleurs sont par ailleurs allongés et orientés dans une direction parallèle à celle des cellules. La figure (1.11) permet de visualiser ces différents états de surface de la couche éta.



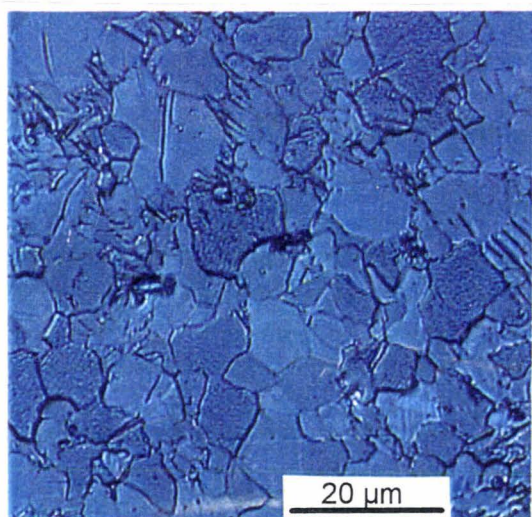
**figure (1.11) :** Etats de surface de la couche de zinc du revêtement de galvanisation.

*Some surface state of the zinc layer of the galvanizing coating*

### 1.2.3.2. Propriétés mécaniques

Le comportement mécanique du zinc à l'état massif a fait l'objet de nombreuses études il y a plusieurs années [30]. Mais, l'essentiel de ces résultats concerne le zinc ayant subi une opération de laminage. La plupart des caractéristiques relatives au zinc qui sont fournies dans la littérature sont en effet majoritairement issues de produits laminés. Or, nous avons souligné précédemment que le zinc du revêtement de galvanisation présente une métallurgie particulière (fleurage grossier et sous-grains très fins). Quelques essais sont alors proposés pour indiquer expérimentalement les différences qui existent entre le produit laminé et le zinc d'un revêtement de galvanisation.

Nous avons cherché à élaborer des éprouvettes de faibles épaisseurs en zinc dont la structure se rapproche au maximum de celle observée sur le revêtement de galvanisation. La géométrie de l'éprouvette (Webi) est décrite au chapitre 2. Cette géométrie, principalement conçue pour la flexion, permet de fabriquer, à partir d'une seule empreinte, des éprouvettes que l'on peut tractionner en sollicitation monotone et solliciter en fatigue en flexion. Ces éprouvettes ont pu être confectionnées en coulant dans une coquille métallique le métal d'un bain de zinc classique porté à 450°C. La figure (1.12) montre une micrographie optique qui révèle la microstructure de ces éprouvettes. Il s'agit de présenter une étude exhaustive du comportement mécanique de ce matériau. La technique d'élaboration ne permet pas d'assurer une « santé matière » parfaite (absence de défauts de fonderie).



**figure (1.12)**

Microstructure des éprouvettes de zinc.

*Microstructure of the zinc specimens.*



Des essais de traction monotone ont été effectués sur ces éprouvettes en vue de déterminer l'allongement et la charge à rupture. Les essais ont été réalisés sur une machine mécanique Zwick d'une capacité de 10 tonnes à une vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Le tableau (I.4) indique les résultats expérimentaux et les compare aux caractéristiques du zinc pur (99,99 %) sollicité en traction dans le sens travers du laminage [24].

essais	1	2	3	4	laminé [24]
A %	4.0	4.3	6.3	5.5	40-60
Rm (MPa)	50	53	74	60	150

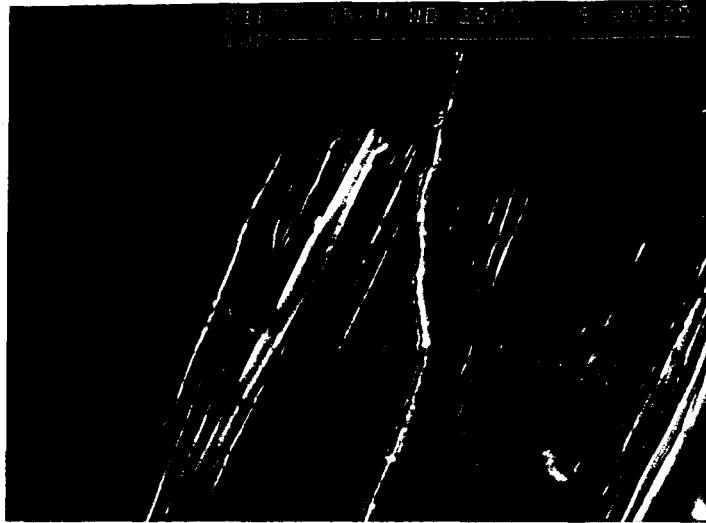
**tableau (I.4) :** Charges et allongements à rupture des éprouvettes de zinc. Comparaison avec un produit laminé.

*Elongation and yield strength of casted specimen. Comparaison with a laminated product.*

Le nombre réduit d'éprouvettes testées ne permet pas d'analyser la dispersion qui est observée sur les résultats des essais de traction. L'analyse métallurgique des éprouvettes ne permet pas de dire qu'un défaut de fonderie est à l'origine des ruptures. Ces essais ont uniquement pour objet de marquer les différences qui existent entre le zinc assimilé à la couche éta et le zinc laminé texturé :

- ✗ La charge à rupture est très inférieure à celle du produit laminé.
- ✗ Le zinc éta ne manifeste pas un domaine de plasticité important. La rupture d'une éprouvette de coulée ne laisse apparaître aucune striction.
- ✗ Le faciès de rupture présente un caractère fragile.

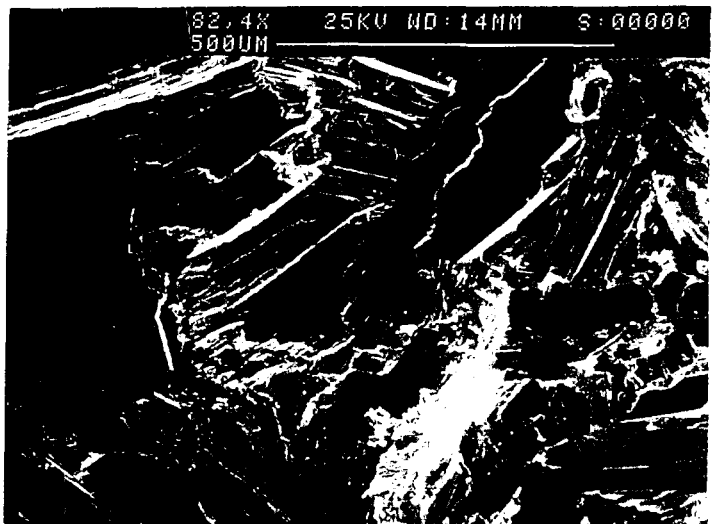
A



B



C



**figure (1.13) :** Observations d'une éprouvette de zinc rompue par fatigue en flexion alternée.

*Observation on a zinc specimen failed in bending fatigue.*

Parallèlement à ces essais de traction monotone, une éprouvette de zinc est sollicitée par fatigue en flexion alternée (le principe de l'essai de fatigue est décrit au chapitre 2). Le chargement est effectué de façon à imposer en début de cyclage une contrainte en surface de l'éprouvette de 50 MPa. L'éprouvette, préalablement polie en surface, a rompu après environ 200000 cycles. La figure (1.13) permet de visualiser les trois principaux résultats de cet essai :

A Des reliefs de fatigue (monts et vallées) sont visibles à la surface de l'éprouvette. Certaines fissures empruntent ces reliefs qui sont différemment orientés selon les régions observées.

B Une macle de fatigue est mise en évidence sur le faciès de rupture de l'éprouvette.

C Le faciès de rupture est très marqué par la cristallographie du matériau. On distingue en effet des zones fragiles -1- (clivage) et des zones qui correspondent à la propagation d'une fissure par fatigue -2- .

Ces observations montrent que le comportement mécanique du zinc éta est sensiblement influencé par les effets de texture. La structure hexagonale confère à ce matériau une forte anisotropie. Malgré une plasticité réduite en chargement monotone, les irrégularités géométriques observées en surface de l'éprouvette révèle des déformations plastiques cycliques.

### 1.2.4. Les contraintes résiduelles

Le revêtement de galvanisation est élaboré à une température au moins égale à 450°C. Les coefficients de dilatation thermique du revêtement et du substrat sont à l'origine de contraintes résiduelles thermiques  $\sigma_{th}$  qui se développent au cours du refroidissement à la température ambiante.

Lorsqu'un matériau subit une variation de température  $\Delta T$ , il se déforme proportionnellement à son coefficient de dilatation thermique  $\alpha$  tel que :

$$\varepsilon = \alpha \Delta T = \alpha (T_{finale} - T_{initiale}) \quad (1.1)$$

Quand la variation de température concerne un film mince adhérent à un substrat, les deux matériaux se déforment différemment si leurs coefficients de dilatation thermique ne sont pas égaux. Cependant, ces deux matériaux sont solidaires. Si l'épaisseur du revêtement est très faible devant celle du substrat, la déformation totale est alors imposée par le substrat. Ainsi, le revêtement est contraint à se déformer plus, ou moins, par rapport à la déformation qu'il subirait en l'absence du substrat. Selon la variation de température et les valeurs relatives des coefficients de dilatation thermiques des deux matériaux, le film est soit en traction, soit en compression [30] :

$$\sigma_{th} = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_{film} (\alpha_{substrat} - \alpha_{film}) \Delta T \quad (1.2)$$

Dans le cas de la galvanisation, les coefficients de dilatation thermique des matériaux qui composent le revêtement diffèrent d'un facteur deux avec celui du fer, comme le montre le tableau (I.5). Lors du refroidissement, le revêtement devrait donc se déformer deux fois plus que le fer. Le revêtement de galvanisation est alors en tension.

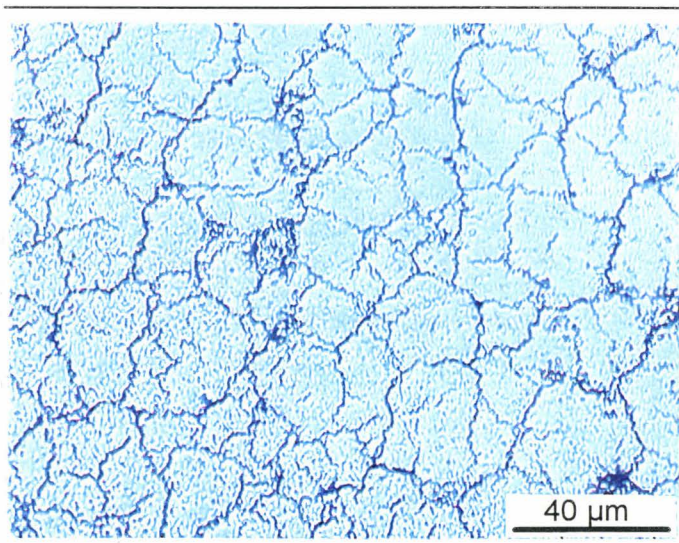
Iost et Foct [18] ont mis en évidence l'existence de ces contraintes de façon macroscopique. Une plaque de fer d'une épaisseur de 200  $\mu\text{m}$  est galvanisée sur une seule face de manière à obtenir une épaisseur de revêtement de 200  $\mu\text{m}$ . Lors du refroidissement, le bi-lame ainsi formé se courbe avec la face concave du côté du revêtement. Un polissage successif des différentes couches du revêtement leur permet de montrer que l'essentiel des contraintes résiduelles est localisé dans la phase delta. Ce résultat est en accord avec les mesures de modules d'Young.

matériaux	fer $\alpha$	delta $\delta$	zêta $\zeta$	éta $\eta$
coefficients de dilatation thermique ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )	$11,3 \cdot 10^{-6}$	$21,8 \cdot 10^{-6}$	$23,1 \cdot 10^{-6}$	$25,6 \cdot 10^{-6}$

**tableau (I.5) :** Coefficients de dilatation thermique  $\alpha$  des différents constituants du revêtement de galvanisation et du fer. D'après [31]

*Thermal expansion coefficient of the different compounds of the galvanizing coating and of the iron. After [31]*

Dans une configuration de galvanisation plus traditionnelle, l'épaisseur du substrat n'autorise pas ce fléchissement. Les contraintes résiduelles thermiques du revêtement sont alors relaxées par la fissuration de la couche delta (sa faible ténacité permet d'expliquer sa faible plasticité). Le développement de ces fissures lors du refroidissement se détecte facilement par émission acoustique (pour une épaisseur de revêtement très importante, le signal est même audible à l'oreille). La fissuration consiste en un réseau très dense qui peut se mettre en évidence, soit par une coupe transverse, ou mieux, après un polissage du revêtement sur un plan parallèle à la surface du substrat comme le montre la figure (1.14). La phase delta peut être assimilée à un assemblage de petits pavés qui adhèrent parfaitement au substrat.



**figure (1.13)**

Réseau de fissures de la phase delta issu des contraintes résiduelles thermiques.

*Crack network in the delta phase issued from the thermal residual stress.*

La détermination par microindentation instrumentée des modules d'Young des différents constituants du revêtement permet d'envisager l'évaluation des contraintes résiduelles thermiques qui subsistent dans la phase delta. Cette évaluation s'articule en deux étapes :

- ① Un calcul en élasticité estime dans un premier temps le niveau de contrainte élastique purement théorique qui règnerait dans chaque phase du revêtement si aucune fissuration n'était observée.
- ② Dans un deuxième temps, la fissuration de la couche delta est prise en compte. On admet qu'une redistribution de la contrainte normale s'accompagne d'un chargement de l'interface par cisaillement.

A partir de ce raisonnement, nous sommes en mesure de proposer une distribution de la contrainte au coeur de chaque pavé de la phase delta en fonction de la densité de fissures (taille des pavés).

#### 1.2.4.1. Calcul élastique

La relation (1.2) ne peut pas s'appliquer au revêtement de galvanisation dont la structure se compose d'une superposition de couches présentant des caractéristiques élastiques différentes.

Afin de considérer cette particularité, nous avons appliqué le calcul développé par Kroupa et al. [32] permettant de décrire l'évolution des contraintes thermiques générées dans un système multicouche supposé élastique.

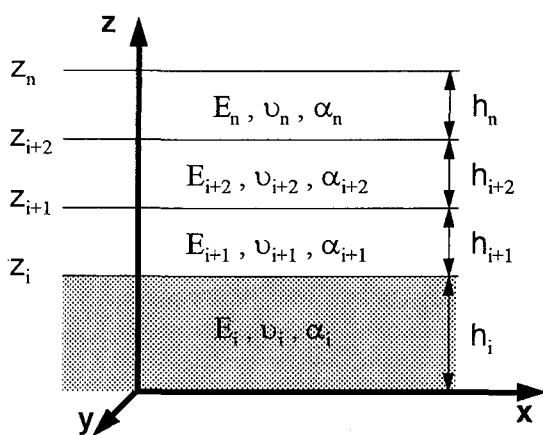


figure (1.14)

Plaque infinie suivant x et y composées de n couches isotropes et élastiques.

*Infinite plate parallel to the xy plane constituted of n isotropic elastic layers.*

Le calcul considère une plaque infinie suivant les directions  $x$  et  $y$  composée de  $n$  couches isotropes et élastiques (figure 1.14). On se place dans l'hypothèse des contraintes planes suivant le plan  $xy$ .

Les contraintes biaxiales ( $\sigma_{xx}(z) = \sigma_{yy}(z) = \sigma_{th}(z)$ ) sont alors supposées évoluer linéairement au sein d'une même couche. Ainsi, l'évolution des contraintes dans l'épaisseur  $h_i$  de la couche  $i$  s'exprime par la relation suivante :

$$\sigma_{th}(z) = Y_i \cdot (Az + B - \alpha_i \Delta T) \quad z_i < z < z_{i+1} \quad (1.3)$$

avec  $h_i = z_{i+1} - z_i$

L'influence des paramètres mécaniques du système, tels que les modules d'Young, les épaisseurs et les coefficients de dilatation thermique des couches, sont intégrés dans l'expression des contraintes par l'intermédiaire des constantes  $A$  et  $B$  :

$$A = (F \cdot M - S \cdot N) / (F \cdot I - S^2)$$

$$B = (I \cdot N - S \cdot M) / (F \cdot I - S^2)$$

avec

(1.4)

$$F = \sum_{i=0}^n E_i h_i, \quad S = \frac{1}{2} \cdot \sum_{i=0}^n E_i (z_{i+1}^2 - z_i^2), \quad I = \frac{1}{3} \cdot \sum_{i=0}^n E_i (z_{i+1}^3 - z_i^3)$$

$$N = \sum_{i=0}^n (\alpha_i \Delta T) E_i h_i, \quad M = \frac{1}{2} \cdot \sum_{i=0}^n (\alpha_i \Delta T) E_i (z_{i+1}^2 - z_i^2)$$

Lorsque l'empilement des couches n'est pas symétrique, les contraintes générées dans les différentes couches du système sont susceptibles de provoquer une courbure plus ou moins importante selon les épaisseurs des couches. C'est le cas pour la plaque mince d'acier galvanisée sur une seule face [18]. Cette courbure  $\rho$  est proportionnelle, au signe près, à l'inverse de la constante  $A$ .

$$\rho = -\frac{1}{A} \quad (1.5)$$

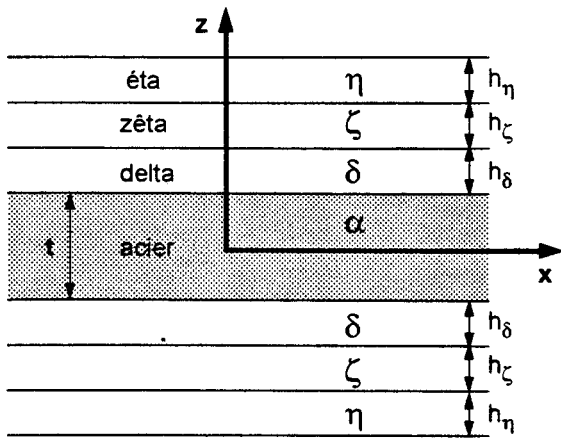


figure (1.15)

Représentation schématique du substrat galvanisé servant de support à l'application du calcul élastique de Kroupa et al. [32].

*Schematic representation of the galvanized substrate on which the elastic calculation of Kroupa [32] is applied.*

Appliquons ce calcul à un substrat d'épaisseur  $t$  revêtu de part et d'autre par un revêtement de galvanisation composé des phases delta, zêta et éta (figure 1.15). On cherche à déterminer le niveau de contrainte élastique qui serait atteint dans chaque couche du revêtement au cours du refroidissement de  $450^{\circ}\text{C}$  à  $25^{\circ}\text{C}$  si aucune fissure n'était créée. On admet que les modules d'Young des matériaux sont constants dans le domaine de température qui nous intéresse. De plus, le revêtement est assimilé à une superposition de couches homogènes et isotropes séparées entre elles par des interfaces planes.

Le système défini sur la figure (1.15) présente une symétrie. L'expression des contraintes (1.3) se simplifie et devient pour chaque couche  $k$  du revêtement :

$$\sigma_k = E_k \Delta T \frac{[(\alpha_\alpha - \alpha_k) E_\alpha (t/2) + (\alpha_\delta - \alpha_k) E_\delta h_\delta + (\alpha_\zeta - \alpha_k) E_\zeta h_\zeta + (\alpha_\eta - \alpha_k) E_\eta h_\eta]}{E_\alpha (t/2) + E_\delta h_\delta + E_\zeta h_\zeta + E_\eta h_\eta} \quad (1.5)$$

On peut remarquer que la relation (1.5) est équivalente à la relation (1.3) si l'on considère un substrat très épais et un revêtement mono-couche très mince.

Le calcul est effectué pour deux revêtements de galvanisation correspondant à l'immersion dans un bain de zinc classique porté à  $450^{\circ}\text{C}$  d'une plaque d'acier hyposandelin de 1,42 mm d'épaisseur pendant 4 minutes (G1) et 10 minutes (G2). Les résultats numériques sont indiqués dans le tableau (I.6).



		substrat $\alpha$	delta $\delta$	zêta $\zeta$	éta $\eta$
G1	épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	1420	12	28	35
	contrainte $\sigma_{th}$ (MPa)	-53	567	404	540
G2	épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	1420	30	70	10
	contrainte $\sigma_{th}$ (MPa)	-70	557	398	542

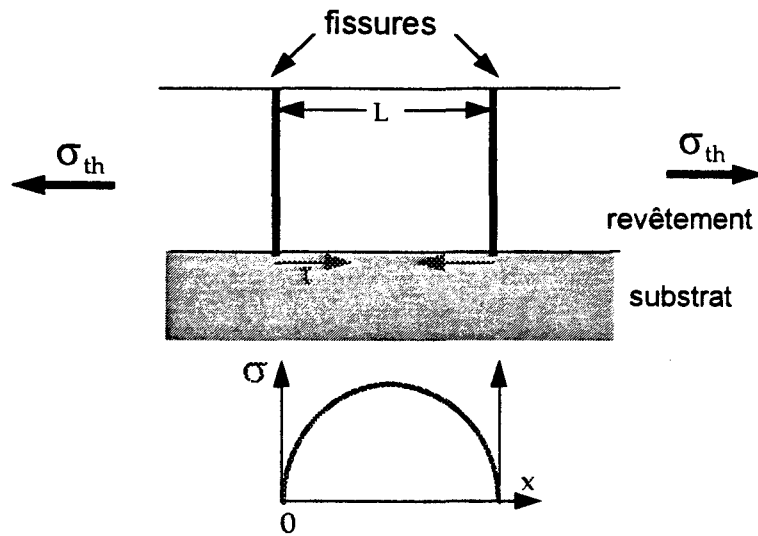
**tableau (I.6) :** Application numérique du calcul pour deux épaisseurs différentes du revêtement de galvanisation.

*Numerical application of the elastic calculation for two different thickness of the galvanizing coating.*

L'hypothèse élastique conduit à l'estimation de niveaux de contraintes extrêmement élevés dans les différentes phases des revêtements. Ces résultats ne sont évidemment pas surprenants puisque la fissuration de la phase delta n'autorise pas cette approche élastique. Cependant, cette approche est nécessaire pour évaluer le niveau de contrainte qui siège au sein de la phase delta en tenant compte de la formation du réseau de fissures.

#### 1.2.4.2. Relaxation des contraintes par fissuration

La déformation d'un film mince fragile déposé sur un substrat ductile peut conduire à la formation de fissures perpendiculaires à l'interface. La présence de ces fissures provoque une redistribution des contraintes dans le film. Les nouvelles surfaces libres que constituent les lèvres de la fissure sont libérées de toute contrainte normale à leur plan. L'équilibre du système peut être rétabli par le développement de contraintes de cisaillement le long de l'interface. La contrainte normale est maximale au centre du pavé créé par deux fissures adjacentes. Ce raisonnement est issu des travaux réalisés par Aveston et al. [33] sur l'endommagement des composites renforcés par des fibres. Plusieurs approches ont été proposées à partir de ce modèle de retard au cisaillement pour tenter de formuler la redistribution des contraintes dans le film tel qu'elle est schématisée sur la figure (1.16).



**figure (1.16) :** Représentation schématique dans un espace bi-dimensionnel de la redistribution de la contrainte normale dans un film mince fissuré d'épaisseur  $h$ .  
Modèle du retard au cisaillement.

*Schematic representation in an two dimensionnall area of the normal stress repartition in a cracked thin film of thickness  $h$ . Shear-lag model.*

Agrawal et Raj [34] suggèrent une répartition sinusoïdale des contraintes de cisaillement en fonction de la distance «  $x$  » à la fissure.

Hu et Evans [35] penchent pour une contrainte de cisaillement constante sur une longueur  $l$  gouvernée par la limite d'élasticité  $\sigma_y$  du substrat :

$$\tau l = \frac{\sigma_y l}{\sqrt{3}} = \sigma h \quad (1.6)$$

Une solution linéaire est également proposée par Tien et Davidson [36]. La contrainte  $\tau$  peut atteindre une valeur maximale qui est fonction de l'épaisseur du film, de la contrainte normale moyenne  $\sigma_c^{moy.}$  et de l'espacement  $L$  entre les fissures:

$$\tau_{max.} = \frac{4h}{L} \sigma_c^{moy.} \quad (1.7)$$

Strawbridge et Evans [30] reportent une expression du cisaillement qui se démarque de cette approche linéaire:

$$\tau = \sigma_c^{\text{moy}} \cdot h \beta \left( \frac{\text{sh}\left(-\beta \left(x - \frac{L}{2}\right)\right)}{\text{ch}\left(\beta \frac{L}{2}\right)} \right) \quad (1.8)$$

Swanson [37] formule la redistribution des contraintes occasionnée par la fissuration en réseau de la matrice d'un composite stratifié, renforcé par des fibres, soumis à un chargement extérieur. Il propose une expression de la contrainte normale  $\sigma$  suivant la distance  $x$  entre deux fissures dans la matrice en fonction de la distance  $L$  séparant deux fissures et de la contrainte  $\sigma_{th}$  calculée selon une hypothèse élastique. L'auteur considère un équilibre mécanique moyen dans l'épaisseur des couches (matrice et fibre).

$$\sigma(x) = \sigma_{th} \left( \text{th} \left( \beta \frac{L}{2} \right) \text{sh}(\beta x) - \text{ch}(\beta x) + 1 \right)$$

$$\text{avec } \beta^2 = \frac{G_m}{h} \left\{ \frac{2(1 - \nu_m^2)}{h E_m} + \frac{2(1 - \nu_f^2)}{t E_f} \right\} \quad (1.9)$$

$G_m$ :	module de cisaillement du film ( $G_c = \frac{E_c}{2(1 + \nu)}$ )
$E_m$ et $E_f$ :	modules d'Young de la matrice et de la fibre
$\nu_m$ et $\nu_f$ :	coefficients de Poisson de la matrice et de la fibre
$h$ et $t$ :	les épaisseurs de la matrice et de la fibre

Le développement de la fissuration en réseau peut donc s'expliquer puisque la relaxation des contraintes engendrée par la création d'une fissure ne se produit qu'au voisinage de celle-ci, sur une longueur finie. Lorsque les conditions sont réunies pour permettre ce chargement de l'interface, la densité de fissures croît jusqu'à atteindre un maximum. Strawbridge et Evans [30] soulignent par ailleurs que l'espacement entre les fissures doit être du même ordre de grandeur que l'épaisseur du film.

### 1.2.4.3. Application à la galvanisation

Nous cherchons maintenant à évaluer la répartition de la contrainte normale au sein d'un pavé de la phase delta. Pour cela, on adapte le calcul de Swanson [37]. Silverian et O'Neil [38] ont effectué cette démarche en appliquant le calcul au cas d'un film mince élaboré à haute température qui fissure lors du refroidissement à température ambiante. Le film fissuré est alors identifié à la matrice, la fibre étant assimilé au substrat.

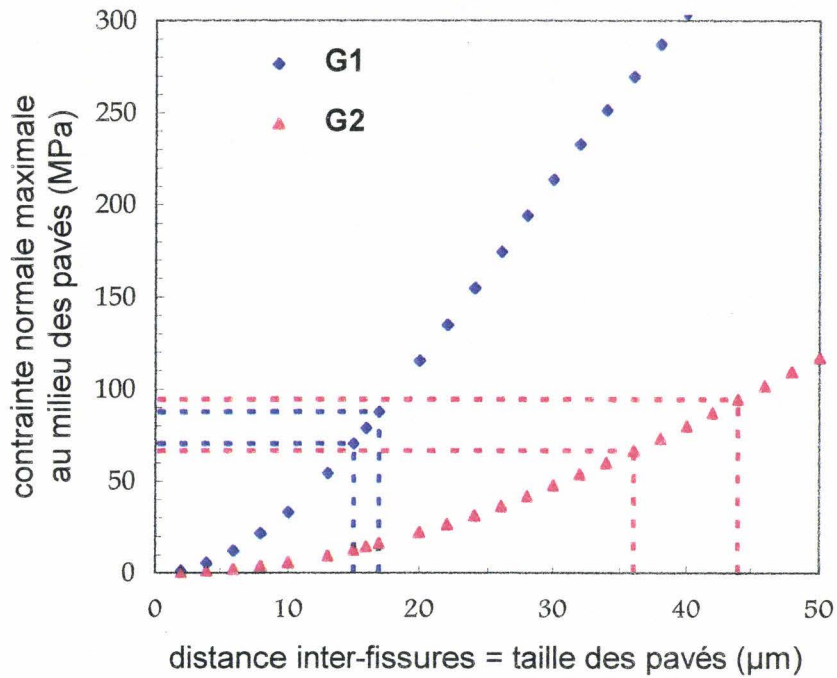
Le modèle de Swanson traite de la fissuration d'une couche mince homogène engendré par une sollicitation mécanique extérieure. Or, le revêtement de galvanisation ne répond pas à ce critère. C'est pourquoi, l'application de ce modèle doit s'accompagner d'un certain nombre d'hypothèses simplificatrices.

La fissuration se développe essentiellement dans la phase delta, et plus précisément au sein de la forme compacte du composé intermétallique. On suppose donc que la fissuration de cette phase est suffisante pour relaxer l'état de contrainte de l'ensemble du revêtement [39]. Ainsi, nous intégrons dans cette analyse uniquement le composé delta. Dans la relation (1.9), la matrice est associée à la phase delta tandis que la fibre correspond au substrat.

Compte tenu des épaisseurs des deux matériaux considérés ( $t \gg h_\delta$ ) et de la symétrie du système, les moments de flexion induits dans cette poutre sandwich sont négligés. L'équilibre mécanique tient compte uniquement des contraintes moyennes normales dans l'épaisseur des couches et des contraintes de cisaillement à l'interface.

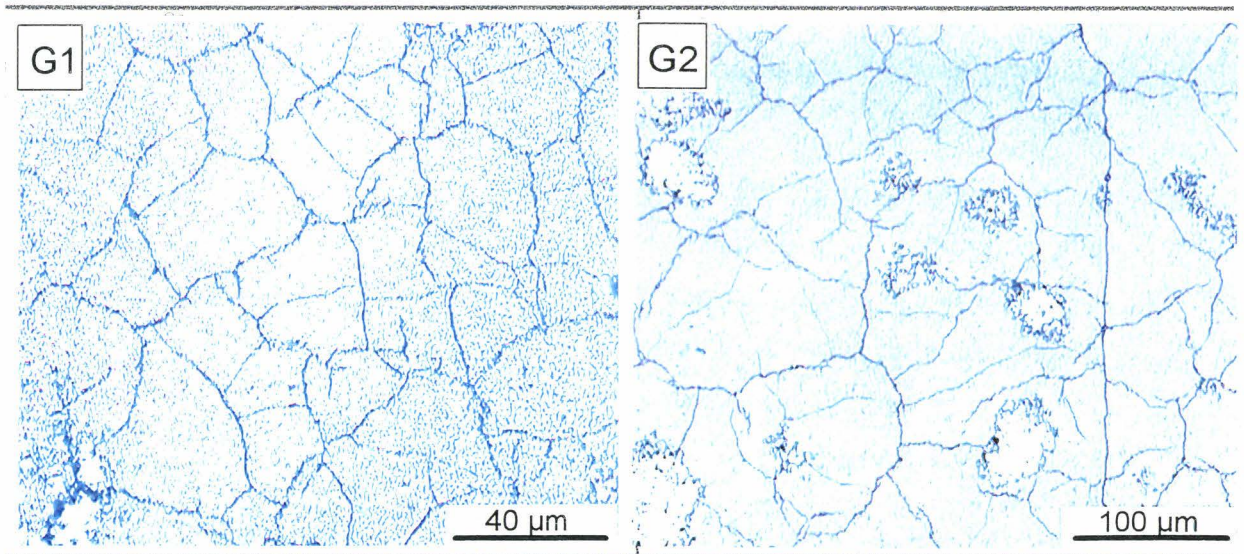
Ce modèle a recours à la contrainte élastique qui serait atteinte en l'absence des fissures. Le terme  $\sigma_{th}$  correspond donc à la contrainte estimée à partir du calcul élastique de Kroupa et al. [32] qui est décrit précédemment. Pour déterminer cette contrainte, nous gardons les résultats indiqués dans le tableau (I.6) qui sont obtenus en considérant l'ensemble des composés du revêtement.

La limite de cette démarche réside dans le fait que l'application stricte du modèle de Swanson revient à considérer les contraintes thermiques résiduelles comme uniaxiales. Nous nous contenterons ici de cette approche simplifiée. La fissuration est identifiée à deux réseaux orthogonaux de fissures rectilignes [39]. On ne considère qu'une seule direction du plan xy, soit un seul des réseaux. Celui-ci se caractérise alors par une densité de fissures linéaire ( $\text{mm}^{-1}$ ).



**figure (1.17) :** Evolution de la contrainte maximale au centre des pavés de la phase delta des revêtements G1 & G2 en fonction de la taille des pavés. Détermination de la contrainte à partir des densités de fissures mesurées expérimentalement.

*Theoretical evolution of the maximal stress in the delta phase of the G1 & G2 coatings as a function of the block size. Determination of the normal stress from the experimental measurement of the crack density.*



**figure (1.18) :** Micrographie des réseaux de fissures dans la phase delta.

*Micrography of the cracks arrays in the delta phase layer.*

La relation (1.9) fournit l'évolution du niveau de contrainte moyen dans l'épaisseur de la phase delta en fonction de la distance  $x$  à la fissure. L'application numérique est réalisée pour les deux configurations de revêtement G1 et G2 en posant une valeur de 0,3 pour les coefficients de Poisson des matériaux.

La figure (1.17) représente le niveau de contrainte normale maximale  $\sigma_{\delta}$  au centre des pavés de la phase delta en fonction de la distance  $x$  séparant deux fissures (équivalent à la taille des pavés).

L'épaisseur du revêtement a peu d'effet sur l'estimation du niveau de contrainte lorsque l'on se place dans l'hypothèse élastique. En considérant le modèle du retard au cisaillement, on remarque sur la figure (1.17) que l'épaisseur de la couche delta influence fortement la nature du résultat. Pour un niveau de contrainte maximal donné, la taille des pavés est d'autant plus petite (densité de fissures d'autant plus grande) que l'épaisseur du revêtement est faible.

Ce résultat est confirmé expérimentalement. Un polissage successif des deux revêtements G1 et G2 selon un plan perpendiculaire à la surface du substrat a permis de mesurer les densités de fissures dans la phase delta, après attaque chimique par une solution de nital à 4% (éthanol - HNO<sub>3</sub> 4% vol). La figure (1.18) permet de visualiser le réseau de fissure de la couche delta dans les deux revêtements. Le revêtement G1 présente une distance  $L$  entre les fissures évaluée à environ 16  $\mu\text{m}$ . La taille des pavés atteint environ 40  $\mu\text{m}$  pour le revêtement G2 plus épais. On remarque que ces valeurs sont du même ordre de grandeur que l'épaisseur de la couche.

A partir des courbes théoriques de la figure (1.17) et des mesures expérimentales de la distance moyenne séparant deux fissures, il est alors possible d'évaluer la contrainte normale maximale  $\sigma_{\delta}$  qui subsiste au coeur des pavés. Pour intégrer la dispersion expérimentale, la méthode est appliquée en considérant un intervalle de 15 à 17 micromètres pour le revêtement G1 et de 36 à 44 micromètres pour le revêtement G2.

Le niveau de contrainte maximale  $\sigma_{\delta}$  déterminée par cette méthode est identique pour les deux revêtements. Il se situe entre 70 et 90 MPa. Ce résultat suggère que le composé delta ne peut pas résister à une contrainte de traction estimée entre 70 et 90 MPa, quelque soit l'épaisseur de la couche.

Intéressons nous désormais à l'évolution de la contrainte de cisaillement  $\tau(x)$  à l'interface avec le substrat qui dépend également, selon ce modèle, de la distance  $x$  à la fissure. Les conditions d'équilibre du système impliquent :

$$h_\delta \frac{\partial \sigma_\delta}{\partial x} + \tau(x) = 0$$

et

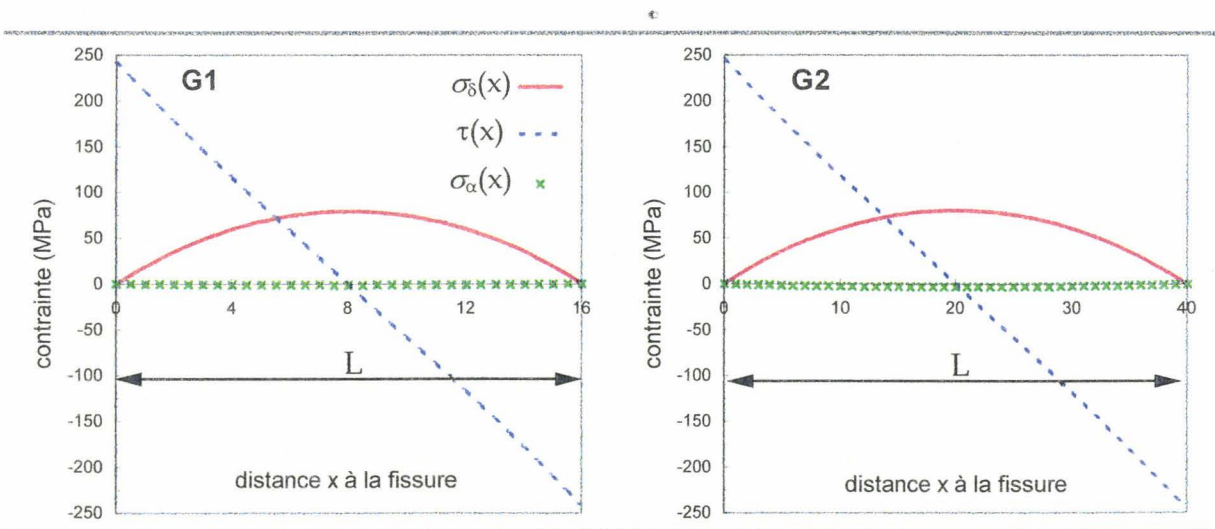
$$t \frac{\partial \sigma_\alpha}{\partial x} + \tau(x) = 0$$

(1.10)

Des deux relations (1.9) et (1.10), on déduit l'évolution pour les deux revêtements de galvanisation G1 et G2 :

- ☞ de la contrainte moyenne  $\sigma_\delta(x)$  dans l'épaisseur de la couche delta
- ☞ de la contrainte de cisaillement  $\tau(x)$  le long de l'interface
- ☞ de la contrainte moyenne  $\sigma_\alpha(x)$  dans l'épaisseur du substrat

La figure (1.19) représente graphiquement de ces trois contraintes en fonction de la distance  $x$  par rapport à une fissure de la couche delta.



**figure (1.19) :** Répartition de la contrainte de cisaillement à l'interface et des contraintes moyennes dans les pavés de la phase delta et dans le substrat pour les deux revêtements de galvanisation G1 et G2.

*Evolution of the shear stress on the interface and of the average normal stress in the blocks of the delta phase and in the substrate for the two galvanizing coatings G1 and G2.*

La contrainte de cisaillement le long de l'interface est maximale à l'extrémité des pavés. Ce cisaillement maximal est identique pour les deux revêtements.

Les contraintes résiduelles moyennes de compression qui sont évaluées dans l'épaisseur du substrat sont très faibles (moins de 3 MPa pour G2). Elles pourront être négligées lors de la mise en charge des éprouvettes galvanisées soumises aux essais de fatigue.

La moyenne  $\overline{\sigma_\delta}$  de la contrainte normale dans les pavés de la phase delta est donnée par la relation suivante :

$$\overline{\sigma_\delta} = \frac{1}{h_\delta} \int_0^L \sigma_\delta(x) dx \quad (1.11)$$

Pour les deux revêtements G1 et G2, cette moyenne de la contrainte est évaluée à environ 30 MPa.

Il est important de rappeler que cette démarche ne donne qu'une estimation des contraintes moyennes dans les épaisseurs des matériaux. Nous ne sommes pas en mesure de calculer l'état de contrainte local dans les premiers grains du substrat, et notamment à l'extrémité des fissures de la phase delta.



### 1.3. CONCLUSION DU PREMIER CHAPITRE

La galvanisation au trempé d'un substrat ferreux est une technique de traitement de surface simple de mise oeuvre. Ce procédé conduit à l'élaboration d'un revêtement stratifié dont la microstructure et la métallurgie complexes déterminent les mécanismes d'endommagement par fatigue qui sont décrits ultérieurement.

Cette structure stratifiée, issue d'un mécanisme diffusionnel, adhère fortement au substrat. Elle est constituée de composés intermétalliques fer-zinc présentant chacun leurs spécificités :

**éta  $\eta$**  : composée essentiellement de zinc pur (**50 Hv**); elle correspond à la solidification de la couche de zinc liquide qui est emporté par cisaillement à la sortie de la pièce du bain. La surface de cette couche (donc du revêtement) apparait sous la forme d'une structure à gros grains, le **fleurage**, constitués chacun de sous-grains très fins (< 10  $\mu\text{m}$ ) de même orientation cristallographique. Ce matériau présente une **plasticité réduite** et une résistance mécanique plus faible que le zinc laminé. Soumis à une sollicitation cyclique, le zinc éta rompt par **clivage** ou par formation en surface d'irrégularités géométriques.

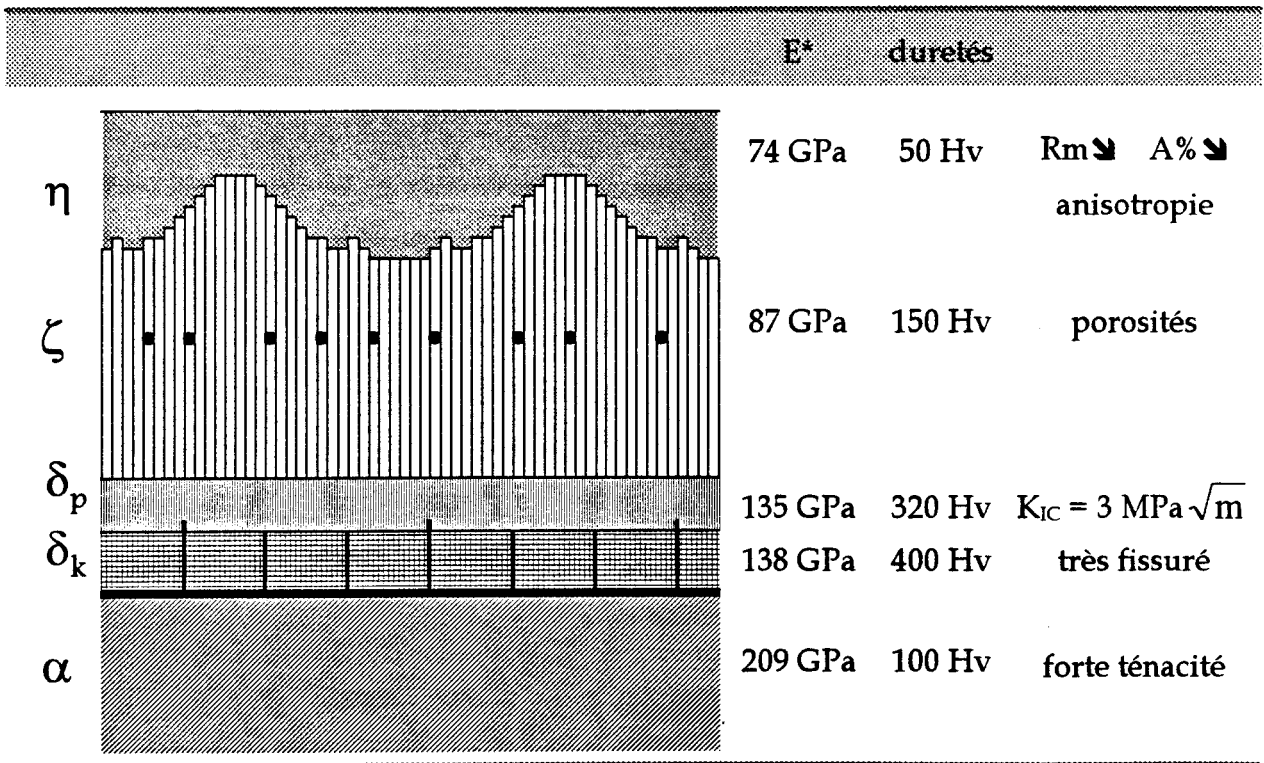
**zêta  $\zeta$**  : de structure collonnaire orientée perpendiculairement à la surface du substrat, ce composé intermétallique présente une épaisseur très irrégulière. De **nombreuses porosités** y sont observées. Sa dureté reste peu élevée (**150 Hv**).

**delta  $\delta$**  : elle apparait sous deux morphologies différentes (compacte et palissade). C'est le composé intermétallique le plus dur des trois principales couches du revêtement (entre **300 et 400 Hv**). Avec une **ténacité de 3 MPam<sup>1/2</sup>**, cette phase manifeste un **caractère fragile** très marqué. Des contraintes thermiques résiduelles qui sont engendrés lors du refroidissement sont à l'origine d'un **réseau de fissures très dense**. La phase delta peut être assimilée à un assemblage de petits pavés très adhérents au substrat dont la taille est d'autant plus petite que l'épaisseur de la couche est faible. On estime à environ **30 MPa en moyenne le niveau de contrainte résiduelle** qui subsiste dans chaque pavé.

L'épaisseur du composé intermétallique **gamma**  $\Gamma$  est trop faible pour que nous en tenions compte dans l'analyse du comportement mécanique du revêtement.

Les modules d'Young des différents constituants du revêtement de galvanisation ont été déterminés par microindentation instrumentée.

La figure (1.20) permet de visualiser l'ensemble de ces résultats sur une représentation schématique du revêtement de galvanisation tel qu'il est obtenu en immergeant un acier hyposandelin (faible teneur en silicium) dans un bain de zinc classique porté à une température de 450°C. Il s'agit du revêtement qui sert de support à l'analyse du comportement en fatigue d'une tôle galvanisée.



**Figure (1.20) :** Représentation schématique du revêtement de galvanisation au trempé issu de l'immersion d'un acier hyposandelin dans un bain de zinc classique porté à 450°C.

*Schematic representation of the hot-dip galvanizing coating issued of the immersion of a hyposandelin steel in a classic zinc bath at 450°C.*

## 1.4. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE DU CHAPITRE 1

- [1] **O. Kubaschewski**, Springer Verlag, New-York, 1982.
- [2] **D. Horstmann**, Intergalva, Madrid, 1976, pp 19-26.
- [3] **M. Bretez**, Rôle du silicium et de l'aluminium dans la réaction fer-zinc. Application à la galvanisation des aciers, Thèse, Lille, 1986.
- [4] **J. Foct, G. Reumont, P. Perrot**, Interpretation of the role of silicon on the galvanizing reaction based on kinetics, morphology and thermodynamics, Scripta Metall. & Mat., 28, 1993, pp 1195-1200.
- [5] **M. Gutmann**, Diffusive phase transformations in hot dip galvanizing, rapport IRSID MS RE 93-314, 1993.
- [6] **R. W. Sandelin**, Wire and wire products, 11, 1940, pp 655-676.
- [7] **J. Pelerin, J. Hoffmann, V. Leroy**, Metall., 35 (9), 1981, p 870.
- [8] **H. Guttman, P. Niessen**, Reactivity of silicon steels in hot-dip galvanizing, Canadian Metall. Quaterly, 11, N°4, 1972.
- [9] **K. A. Lichti, P. Niessen**, The effect of silicon on the reactions between iron and zeta, Z. Metall., 78, 1987, pp 58-62.
- [10] **A. Ferrier**, Répartition du phosphore dans les composés FE-Zn formés à 400°C, conséquence de cette répartition pour la galvanisation à chaud de l'acier, Mémoires et études scientifiques, Revue de Métall., mai 1980.
- [11] **B.D. Notowidjojo, A.L. Wingrove, N.F. Kennon**, The effect of nickel additions in galvanizing of silicon containing steels, Materials Forum, 13, 1989, p 153.
- [12] **J. Foct, G. Reumont, J.Y. Dauphin, P. Perrot**, The role of nickel on the galvanizing reaction, Proceeding Galvatech, Tokyo, 1989.
- [13] **J.Y. Dauphin, P. Perrot, G. Reumont, J.C. Tissier, A. Limare**, Facteurs thermodynamiques et cinétiques déterminant la morphologie des phases et interphases dans les réactions Fe-Zn-Si-Al, Contrat ID-MAT, 87A0325, Nov 1988.
- [14] **G. Reumont, G. Dupont, J. Foct, P. Perrot**, Influence d'additions de Mn dans les bains de galvanisation sur la morphologie, la cinétique et la thermodynamique des revêtements, Revue de métallurgie, CIT, Vol 93, pp 1681-1690, 1993.
- [15] **T. Gloriant**, Influence du titane sur les mécanismes de galvanisation d'aciers : les systèmes ternaire Fe-Zn-Ti et quaternaire Fe-Zn-Ti-Ni à 450°C, Thèse, Lille, 1995.

- [16] **P.R. Chidambaram, V. Rangarajan, W.J. van Ooij**, Characterization of high temperature hot dip galvanized coatings, *Surf. & Coatings Technology*, 46, 1991, pp 245-253.
- [17] **A. Iost, J. Aryani-Bouffette, J. Foct**, Microdureté de composés intermétalliques : application aux couches de galvanisation, *Mémoires et Etudes scientifiques, Revue de métallurgie*, Nov 1992.
- [18] **A. Iost, J. Foct**, Toughness and residual stresses in galvanizing coatings, *J. of Mat. Sc. Letters*, 12, 1993, pp 1340-1343.
- [19] **M. Parlier, B. Passilly, O. Sudre**, Caractérisation micromécanique des composites à matrice céramique à l'aide de la technique de microindentation instrumentée, AGARD, 76th meeting of the structures and materials panel, Antalya (Turkey), April 1993.
- [20] **W. Nix, M. Doerner**, A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments, *J. Mater. Res.*, 7, pp 601-609, 1986.
- [21] **K. Zeng, E. Söderlung, A.E. Giannakopoulos, D.J. Rowcliffe**, Controlled indentation : a general approach to determine mechanical properties of brittle materials, *Acta Mater.*, 44, N°3, 1996, pp 1127-1141.
- [22] **J.L. Loubet, J.M. Georges, G. Meille**, Vickers indentation curves of elastoplastic materials, *Microindentation techniques in materials science and engineering*, Blau/Lawn ed. ASTM STP 889.
- [23] **J.L. Lagrange, B. Passilly, M. Parlier, P. Colomban**, Détermination des propriétés mécaniques locales des constituants de composites céramique-céramique, CR 8<sup>ème</sup> journées nationales sur les composites, Palaiseau, 1992.
- [24] *Smithells metals reference book*. 6th edition. Eric A. Brandes. Butterworths.
- [25] *Metals handbook*, vol 2, 10th edition, ASM International.
- [26] *Atlas métallographique du zinc et des alliages du zinc*, éd. Centre de recherches métallurgiques, Liège.
- [27] **R. Kiusalaas, G. Engberg, H. Klang, E. Schedin, L. Schön**, Control of texture and formation of intermetallic phases in continuously hot-dip galvanized coatings, *Proc. of the Int. Conf. on Zinc & Zinc alloy coated steel sheet*, GALVATECH, 1989, Tokyo.
- [28] **N.J. Wall, J.A. Spittle, R.D. Jones**, The crystallography of the spangle of hot dipped galvanized coatings on mild steel strip, *Proc. of the Int. Conf. on Zinc & Zinc alloy coated steel sheet*, GALVATECH, 1985, Munich.
- [29] **J. Wegria**, Etude de la plasticité des alliages zinc cuivre titane. Application à l'amélioration de leur aptitude au pliage, Thèse, Lille, 1984.
- [30] **A. Strawbridge, H.E. Evans**, Mechanical failure of thin brittle coatings, *Eng. Faillure Analysis*, 2, N°2, 1995, pp 85-103.

- [31] **J. Aryani-Bouffette**, Comportement mécanique des aciers galvanisés, Thèse, Lille, 1992.
- [32] **F. Kroupa, Z. Knesl, J. Valach**, Residual stresses in graded thick coatings, Acta Techn., CSAV, 38, 1993, pp 29-74.
- [33] **J. Aveston, G.A. Cooper, A. Kelly**, The properties of fiber composites, IPC Sci. Technol. Press, 1971, p15.
- [34] **D.C. Agrawal, R. Raj**, Measurement of the ultimate shear strength of a metal-ceramic interface, Acta metall., 37, N°4, 1989, pp 1265-1270.
- [35] **M.S. HU, A.G. Evans**, The cracking and decohesion of thin films on ductile substrates, Acta metall., 37, N°3, 1989, pp 917-925.
- [36] **J.K. Tien, J.M. Davidson**, Stress effects and oxidation of metals, ed. by J.V. Cathcart, Metall. Society of AIME, New York, 1975, p200.
- [37] **S.R. Swanson**, On the mechanics of microcracking in fiber composite laminates under combined stress, J. of Eng. Mater. & Techno., 111, april, 1989, p145.
- [38] **J.H. Selverian, D. O'Neil**, Strength and toughness measurement of thin brittle coatings on substrates. Part I, Thin Solid Films, 235, 1993, pp 120-128.
- [39] **J. Foct**, Relaxation of stresses by cracks in intermetallic coatings : application to galvanizing, Scripta Met. et Mat., 28, pp 127-132, 1993.

## TENUE EN FATIGUE

### D'UNE TÔLE GALVANISÉE

L'objet de ce chapitre est d'évaluer expérimentalement l'influence de la galvanisation à chaud au trempé sur la tenue en fatigue d'une tôle d'acier automobile. La démarche vise essentiellement à mettre en évidence l'effet de l'épaisseur du revêtement.

En premier lieu, une synthèse bibliographique permet de passer en revue les quelques travaux qui ont été publiés sur la tenue en fatigue d'un acier galvanisé, sans restriction aux produits plats. L'effet de l'épaisseur de revêtement, mais aussi l'influence de la nature du substrat sont évoqués.

La compréhension et l'analyse des mécanismes d'endommagement qui se développent en présence du revêtement de galvanisation s'appuient en grande partie sur des résultats expérimentaux. Afin de mieux comprendre les choix qui ont été faits dans cette recherche, la stratégie globale de l'étude est tout d'abord précisée.

Ce chapitre s'intéresse particulièrement aux résultats d'essais de fatigue réalisés sur de la tôle galvanisée. Les moyens et les conditions opératoires des sollicitations sont décrits après une présentation du matériau de base et des différents revêtements de galvanisation étudiés.

Enfin, les résultats macroscopiques des essais de fatigue sont présentés et discutés. L'analyse souligne les effets du mode de chargement. Elle permet principalement de se positionner par rapport aux propos contradictoires qui sont fournis par la littérature en ce qui concerne l'effet de l'épaisseur de galvanisation.

## 2.1. BIBLIOGRAPHIE

Peu d'études publiées dans la littérature traitent de l'influence de la galvanisation au trempé sur le comportement en fatigue d'un acier. Toutes s'accordent à dire que le revêtement peut occasionner une diminution des propriétés de fatigue du substrat. Certaines se focalisent sur l'influence de l'épaisseur de revêtement alors que d'autres se préoccupent de la nature du substrat.

Kari [1] s'intéresse au comportement en fatigue de barres d'acier utilisées dans les bétons armés. Il met en évidence une diminution de 25% de la limite de fatigue à  $2.10^6$  cycles d'un acier laminé à froid revêtu de plus de 100  $\mu\text{m}$  de galvanisation.

Larsson et Westerlund [2] testent en fatigue un acier hypersandelin de 300 MPa de limite d'élasticité. La galvanisation engendre une réduction de 25% de la limite de fatigue. Après grenailage de la surface de l'acier avant traitement, la dégradation subsiste mais elle n'est que de 15%.

### **2.1.1. Influence de l'épaisseur de galvanisation**

Bergengren et Melander [3] étudient la tenue en fatigue d'une tôle à haute résistance ( $R_m = 600$  MPa) en fonction de l'épaisseur de galvanisation (80, 145 et 225  $\mu\text{m}$ ). Les trois configurations sont testées en flexion alternée ( $R = -1$ ) à 260 MPa alors que la limite d'endurance du substrat nu est de 270 MPa (le revêtement est considéré dans le calcul de la contrainte appliquée au substrat). La rupture est d'autant plus rapide que l'épaisseur de galvanisation est importante.

En contradiction avec cette conclusion, Nilsson, Engberg et Trogen [4] n'établissent pas de corrélation entre la chute en fatigue de plusieurs aciers au silicium galvanisés et les épaisseurs de revêtement (traction ondulée  $R=0$ ). Leur raisonnement se fonde sur l'évolution d'un facteur de réduction de résistance  $K_f$  qui exprime la dégradation de la limite de fatigue  $\sigma_D$  à  $10^6$  cycles des tôles galvanisées par rapport à celle du métal nu (sans revêtement). Cette approche ne permet pas non plus de mettre en évidence une quelconque influence de l'épaisseur de chaque composé intermétallique du revêtement. Le revêtement n'est pas considéré dans le calcul de la contrainte appliquée au substrat.

En adoptant une démarche similaire à celle de Nilsson et al., Browne et al. [5] se prononcent également pour la neutralité de l'épaisseur du revêtement vis à vis du comportement en fatigue de tôles galvanisées.

### 2.1.2. Influence du substrat

Nilsson et al. [4] étudient l'influence de la teneur en silicium sur la tenue en fatigue de plusieurs aciers laminés à chaud ayant subi un traitement de galvanisation au trempé. Les sollicitations cycliques sont réalisées en traction avec un rapport de charge nul. Aucune diminution de la limite d'endurance n'est relevée pour les aciers présentant les plus basses caractéristiques mécaniques. A l'inverse, pour les aciers plus résistants, la détérioration par rapport au matériau non revêtu peut atteindre 35%. Les auteurs citent en outre un rapport suédois [6] qui confirme leurs résultats. Cependant, un revêtement de zinc électrolytique (épaisseur non communiquée) n'affecte pas la tenue en fatigue d'un acier à haute résistance.

Browne, Gregory et Harper [5] ont étudié également l'influence de la galvanisation sur la tenue en fatigue de plusieurs aciers dont la teneur en poids en silicium varie de 0,02% à 0,42%. Dans tous les cas, la galvanisation réduit la tenue en fatigue. Les limites d'endurance diminuent de 12% à 40% par rapport au métal de base. Cette dégradation ne peut pas être reliée au taux de silicium. En revanche, une corrélation est proposée entre la diminution de la tenue en fatigue et la charge ultime du substrat. L'influence de la galvanisation se manifeste d'autant plus que l'acier est résistant. Cependant, les limites d'endurance sont presque identiques pour l'ensemble des aciers revêtus. La chute en fatigue peut être amoindrie en introduisant des contraintes de compression dans le substrat.

Des assemblages soudés par points ont également été sollicités dans le cadre de ces travaux. Leur tenue en fatigue n'est pas affectée par la présence du revêtement de galvanisation.

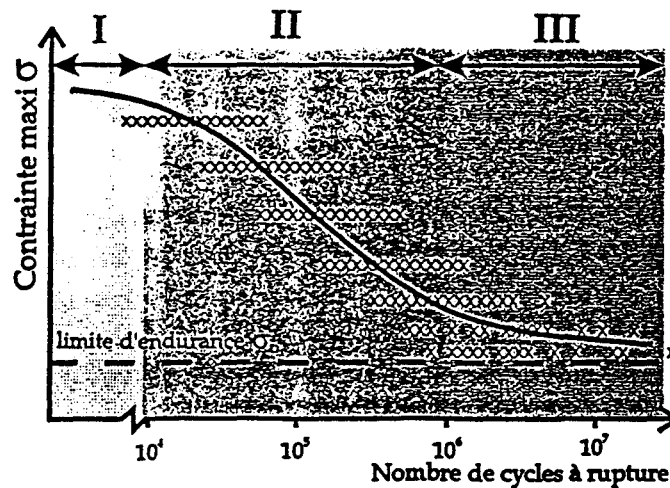


## 2.2. STRATEGIE EXPERIMENTALE

### 2.2.1. Fatigue et dispersion

#### 2.2.1.1. Représentations des essais de fatigue

Les essais de fatigue consistent à caractériser le comportement d'un matériau soumis à une sollicitation périodique. Dans cette étude, nous nous intéresserons uniquement aux essais d'endurance qui déterminent la résistance à la rupture selon le niveau de chargement appliqué. Généralement, ces essais sont reportés sur un diagramme d'endurance (courbe S-N) représentant le nombre de cycles à rupture  $N_r$ , sur une échelle logarithmique, en fonction de la contrainte cyclique maximale appliquée ou de l'amplitude de contrainte  $\Delta\sigma$  (figure 2.1).



**figure (2.1) :** Diagramme d'endurance. Contrainte cyclique maximale en fonction du nombre de cycles à rupture (en échelle logarithmique). D'après [7]

*Endurance (S-N) curve giving the maximum cyclic stress versus the number of cycles to failure. After [7]*

Sur ce diagramme, il est possible de tracer une courbe, dite de Wöhler, qui rend compte du comportement en fatigue du matériau pour un chargement donné.

La courbe de Wöhler révèle trois domaines de fatigue:

I un domaine de **fatigue oligocyclique** qui définit les plus faibles durées de vie. Le matériau étant sollicité au delà de la limite d'élasticité macroscopique.

II un domaine d'**endurance limitée** pour lequel les niveaux de chargement  $\sigma$  engendrent systématiquement la rupture du matériau. Les durées de vie sont généralement comprises entre  $10^5$  et  $10^7$  cycles (bien que ce critère n'évoque pas une réalité physique). De nombreux modèles expriment la relation entre  $Nr$  et  $\sigma$ . Parmi eux, nous retiendrons celui proposé par Wöhler qui assimile la courbe à une droite :

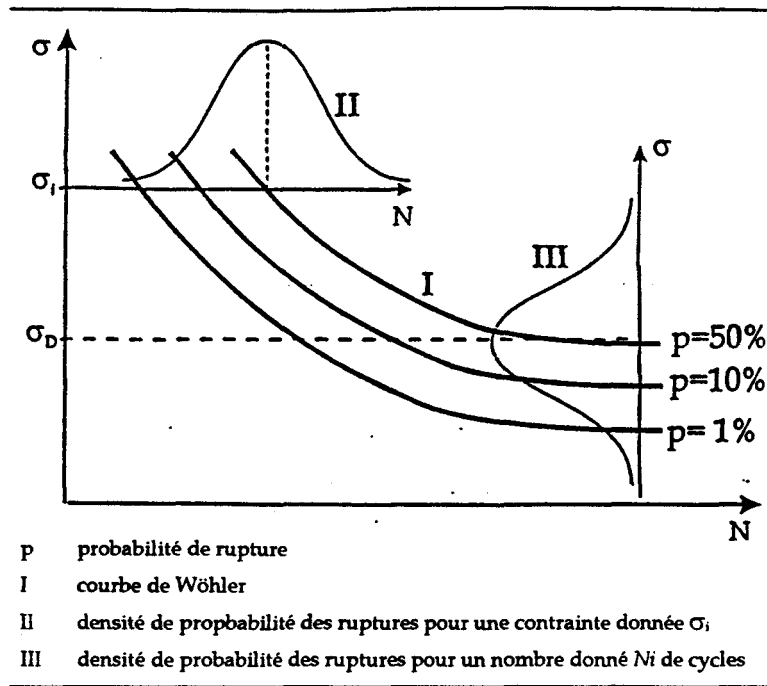
$$\ln(Nr) = a - b \cdot \sigma \quad (2.1)$$

III un domaine d'**endurance illimitée** pour lequel les faibles niveaux de contrainte ne permettent pas de provoquer la rupture. Pour certains matériaux, la courbe possède une branche asymptotique qui définit une limite d'endurance ou limite de fatigue  $\sigma_D$ . C'est le cas des aciers ferritiques sollicités à l'air et à température ambiante. La transition entre le domaine d'endurance limitée et le domaine d'endurance illimitée se matérialise généralement sur la courbe par l'existence d'un coude, localisé vers  $3 \cdot 10^6$  cycles. A des niveaux de sollicitation inférieurs à la limite d'endurance, la probabilité de non rupture du matériau est alors très élevée.

#### 2.2.1.2. Dispersion des résultats

La non rupture du matériau au voisinage de la limite d'endurance est évoquée en terme de probabilité car les résultats de fatigue sont très largement dispersés. Le phénomène peut être attribué soit à la métallurgie du matériau (inclusions, hétérogénéité de structure...), soit à la nature des éprouvettes (états de surface, dimensions...) ou encore aux imperfections des conditions expérimentales (mise en place et mise en charge, environnement...) [7].

La distribution statistique des résultats des essais de fatigue impose que la courbe de Wöhler soit en fait définie sous forme de courbes d'équiprobabilité de rupture. La répartition des durées de vie suit une loi log-normale tandis que celle des contraintes suit une loi normale (figure 2.2).



**figure (2.2) :** Courbes d'équiprobabilité de rupture pour un nombre de cycles donné ou pour une contrainte donnée. D'après [8]

*Curve of equiprobability of failure for a given number of cycles or for a given stress. After [8]*

La détermination de la limite d'endurance s'effectue donc par traitement statistique des résultats sur la base d'un nombre d'essais important, notamment dans le domaine des très grandes durées de vie ( $10^7/10^8$  cycles). La valeur ainsi estimée définit une probabilité de non rupture associée à un écart type de la dispersion en contrainte.

### 2.2.2. Critère d'évaluation

La stratégie expérimentale devait répondre aux trois problématiques suivantes :

① La littérature met unanimement en évidence l'effet de la nature de l'acier sur le niveau de dégradation observé en fatigue lorsque ce matériau est galvanisé. En revanche, le rôle de l'épaisseur, du revêtement ou des composés intermétalliques, n'est pas clairement défini. Le premier objectif des expérimentations était donc de préciser l'influence de ce paramètre.

② Mais, interpréter l'effet qu'exerce la galvanisation sur la tenue en fatigue d'un acier exige également de comprendre les mécanismes d'endommagement qui sont développés à l'échelle microscopique du fait de la présence du revêtement. Le suivi de l'endommagement du substrat et du matériau au cours de la durée de vie s'avère donc nécessaire.

③ Enfin, l'ensemble des essais doit permettre de converger vers la modélisation du comportement d'une structure galvanisée quelles que soient la nature de l'acier et la morphologie du revêtement.

La réalisation de ces objectifs réclame la mise en oeuvre d'un nombre considérable d'essais de fatigue. Compte tenu des variations statistiques des résultats (§ 2.2.1.2), le tracé rigoureux de la courbe de Wöhler d'un matériau nécessite la sollicitation d'au moins une cinquantaine d'éprouvettes, dont une grande partie à des durées de vie pouvant atteindre  $10^7$  cycles. D'un point de vue pratique, ce travail devient matériellement très difficile à exécuter lorsqu'il s'agit de déterminer l'effet de plusieurs épaisseurs de galvanisation sur un substrat (point ①), puis sur d'autres nuances d'acier (point ③). A l'inverse, la caractérisation des mécanismes d'endommagement (point ②) n'est envisageable qu'à des niveaux de chargement qui ne génèrent pas de très longues durées de vie.

La démarche expérimentale qui a été adoptée pour cette étude offre en fait un compromis des différentes exigences que requiert la résolution de ces trois questions.

Les comportements en fatigue des différentes configurations de tôles galvanisées sont évalués à partir de la détermination d'une limite de fatigue conventionnelle à  $10^6$  cycles,  $\sigma_D(10^6)$ . Ce domaine de durée de vie considéré correspond à la région de la courbe de Wöhler vers laquelle la courbe présente le décrochement qui manifeste le domaine de l'endurance illimitée.  $\sigma_D(10^6)$  est alors accessible en effectuant un ajustement des résultats des essais de fatigue selon le modèle de Wöhler (équation 2.1). Eu regard à la nature du matériau sollicité, cette valeur constitue une estimation relativement proche de la limite d'endurance. Dans le cadre de cette étude, elle est donc choisie comme critère d'évaluation du comportement en fatigue. Bien que cette limite de fatigue ne soit qu'une valeur approchée, nous vérifierons plus tard (§ 4.2.1) que cette méthode de caractérisation

est suffisante pour modéliser l'influence de la galvanisation sur la tenue en fatigue d'un acier. De surcroît, le dimensionnement de nombreuses pièces automobiles s'effectue également à partir de ce critère (à un facteur de sécurité près).

### 2.2.3. Démarche expérimentale

La détermination d'un critère d'évaluation permet de réduire le nombre d'essais dans le domaine de l'endurance illimitée. Malgré tout, l'estimation des limites de fatigue à  $10^6$  cycles et le suivi systématique de l'endommagement au cours de la durée de vie n'étaient toujours pas envisageables dans la mesure où la nuance d'acier et l'épaisseur de galvanisation constituent deux variables indépendantes.

Pour atteindre un nombre d'essais qui soit compatible avec les conditions d'exploitation des résultats, les expérimentations se sont scindées en deux phases :

**A** Dans un premier temps, les essais de fatigue n'ont impliqué qu'une seule nuance d'acier. La tôle, galvanisée ou non, est sollicitée selon deux modes de chargement (traction compression et flexion plane). L'épaisseur du revêtement de galvanisation constitue la principale variable. Les résultats de chaque configuration sont alors reportés sur un diagramme d'endurance et les limites de fatigue à  $10^6$  cycles sont déterminées selon la méthode décrite précédemment. Cette première campagne fournit un support de travail suffisant pour atteindre les deux premiers objectifs (① évaluation macroscopique de l'influence de l'épaisseur de galvanisation et ② caractérisation des micromécanismes d'endommagement). La méthodologie et l'analyse des essais mécaniques sont décrites dans ce chapitre.

**B** Dans un deuxième temps, une seconde campagne d'essais est engagée pour valider expérimentalement les arguments qui permettent d'expliquer globalement l'influence de la galvanisation sur le comportement en fatigue d'un acier. Ces expérimentations, décrites au chapitre 4, permettent d'aborder l'influence de la nature du substrat en étudiant une autre nuance d'acier.

## 2.3. METHODES EXPERIMENTALES

### 2.3.1. Matériaux

#### 2.3.1.1. La tôle d'acier

L'acier choisi pour la première campagne d'essais est un produit plat laminé à froid d'une épaisseur de 1,42 mm. Cette tôle à structure ferritique est une production Sollac fournie sous la nomenclature E335D. L'ensemble des éprouvettes ont été découpées dans le même lot de tôle. La composition chimique ainsi que les caractéristiques mécaniques en sollicitation monotone sont respectivement regroupées dans les tableaux (2.1) et (2.2). La taille de grain de l'acier est proche de 10  $\mu\text{m}$ . La figure (2.3) présente une micrographie optique de la surface de la tôle après polissage jusqu'à une granulométrie de 1 $\mu\text{m}$  et une attaque chimique au Nital.

E335D	C	Si	Mn	S	P	Ni	Cu	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	V
%mas.	0.07	0.008	0.43	0.005	0.01	0.02	0.008	0.01	0.001	0.036	0.001	0.057	0.001

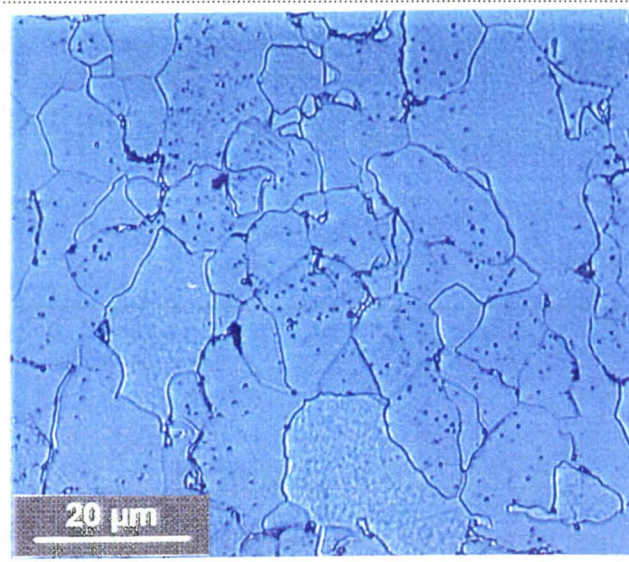
**tableau (2.1)** : Composition chimique de la tôle E335D (en pourcentages massiques)

*Steel sheets chemical compositions (in weight pourcents)*

acier	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
E335D	331	439	28.7

**tableau (2.2)** : Caractéristiques mécaniques de la tôles E335D, limite d'élasticité (Re), charge ultime (Rm) et allongement à rupture (A%).

*Steel sheet mechanical characteristics, yield strength (Re), ultimate tensile strength (Rm) and elongation (A%).*



**figure (2.3)** : Micrographie optique de la surface de la tôle E335D après polissage mécanique et attaque chimique.

*E335D steel sheet surface micrography after mechanical polishing and chemical pickling.*

La variété de nuances d'acier qui prennent part aux structures mécano-soudées destinées à la réalisation de pièces mécaniques automobile est très étendue. Le choix du substrat s'est porté sur la tôle E335D principalement pour deux raisons.

Premièrement, les caractéristiques mécaniques de la tôle E335D classent ce matériau parmi les plus résistants des produits plats participant aux structures mécano-soudées des pièces mécaniques. Or, d'après la bibliographie, la diminution de la tenue en fatigue d'une tôle galvanisée est d'autant plus importante que la charge à rupture du substrat est élevée. Ainsi, l'utilisation de cet acier s'avérait avantageuse dans le cadre de ce travail puisqu'elle amplifie les phénomènes au maximum. Elle offre alors un champ d'action très étendu pour faire évoluer les variables des essais (niveaux de chargement, épaisseurs de revêtement).

Deuxièmement, ces tôles à hautes caractéristiques (pour le secteur automobile) sont de plus en plus intégrées dans la conception des nouvelles structures.

remarque : la galvanisation ne modifie ni la contrainte à rupture ni l'allongement à rupture de l'acier. Seule la limite d'élasticité augmente de façon significative (entre 25% et 30%).

### 2.3.1.2. Les revêtements de galvanisation

Les revêtements de galvanisation ont été effectués par immersion de l'acier dans un bain de zinc classique, saturé en fer, porté à une température de 450°C. Ces traitements ont été élaborés dans un creuset de laboratoire d'une capacité d'environ 10 kg. Le tableau (2.3) indique la composition chimique du bain de zinc.

	Fe	Pb	Cd	Cu	Sn	Al
%mas.	0.32	0.04	0.001	0.001	0.003	0.01

**tableau (2.3) :** Composition chimique du bain de galvanisation (en pourcentages massiques).

*Galvanizing bath chemical composition (in weight percents).*

	temps d'immersion (mn)	vitesse de remontée (cm/s)	épaisseur delta ( $\mu\text{m}$ )	épaisseur zèta ( $\mu\text{m}$ )	épaisseur totale ( $\mu\text{m}$ )
f1	0.5	3	2	25±3	58 ±8
f2	1	3	4	30±7	65 ±4
f3	5	1.5	14 ± 2	35 ± 10	80 ±4
f4	14	1.5	pal 14 +comp 12	60 ± 10	102 ±5
t1	1	3	3 ± 1	28 ± 5	60 ±4
t2	4	1.5	14 ± 2	33 ± 7	76 ±4
t3	10	1.5	pal (12 ± 4) comp (8 ± 2)	55 ± 5	100 ±4

**tableau (2.4) :** Conditions d'élaboration et caractéristiques morphologiques des revêtements de galvanisation.

*Elaboration conditions and morphology properties of the galvanizing coatings.*



L'opération de galvanisation a été réalisée après la gamme de préparation de surface classique. La tôle est dégraissée dans une solution alcaline (NaOH 80 g/l) enrichie d'un dégraissant chimique (Atotech WSA4836 80g/l) porté à une température de 70°C. Les éprouvettes sont ensuite décapées à température ambiante dans une solution d'acide chlorhydrique (50% vol.) contenant un inhibiteur de corrosion (hexaméthylènetétramine 4 wt%). Ces deux étapes sont suivies d'un rinçage. La tôle est alors immergée pendant 3 minutes dans une solution de chlorure de zinc et chlorure d'ammonium à une température de 70°C. Cette opération de fluxage permet d'une part de traiter une surface non corrodée et d'autre part de favoriser l'attaque de l'acier par le zinc fondu dans les premiers instants de l'immersion. Après séchage à l'étuve pendant 10 minutes à 100°C, les éprouvettes sont prêtes à être galvanisées.

Des variations du temps d'immersion et de la vitesse de remontée ont permis de faire évoluer l'épaisseur totale de galvanisation ainsi que les épaisseurs relatives des différentes couches du revêtement. Le tableau (2.4) indique les conditions d'élaboration et les épaisseurs de chaque revêtement testé dans cette première série d'essais. L'épaisseur totale est donnée à plus ou moins un écart-type. L'annexe (III) présente les micrographies optiques de ces revêtements obtenus sur la tôle E335D.

Les nomenclatures « f » et « t » font référence au mode de sollicitation, respectivement en flexion et en traction compression.

### 2.3.2. Essais de fatigue

L'ensemble des éprouvettes ont été usinées de façon à solliciter l'acier selon le sens travers de la direction principale de laminage. Le traitement de galvanisation est réalisé après l'usinage.

remarque : L'analyse précise de l'état de contrainte local en surface des éprouvettes n'a pas été effectuée. Dans le cas de la flexion, la géométrie des éprouvettes, le mode de sollicitation et le principe de fonctionnement de la machine ne permettent pas d'accéder de façon triviale à cette donnée. En outre, dans le cas de la tôle galvanisée, la présence du revêtement augmente le degré de difficulté (contraintes résiduelles, fissuration, interfaces). Pour ces raisons, nous choisirons volontairement une approche simplifiée en ne définissant pas complètement l'état de contrainte locale. On considérera uniquement que le chargement macroscopique appliqué au matériau génère une contrainte uniaxiale maximale orientée dans la direction de sollicitation.

### 2.3.2.1. Flexion

Les essais de flexion ont été réalisés sur des machines mécaniques Schenck PW0 (flexion alternée). Les descriptifs des machines et des éprouvettes « Webi » sont reportés en annexe (IVa). La fréquence d'oscillation du chargement est de 25 Hz. Un moment de flexion est appliqué à l'éprouvette en début d'essai par le biais d'une flèche générée à l'aide d'un excentrique. Le réglage est constant pendant la durée de l'essai. Le matériau est alors sollicité à déplacement imposé.

Le principe de la machine et la géométrie de l'éprouvette sont tels que la contrainte maximale est obtenue dans la partie centrale de l'éprouvette (figure 2.5). Le calcul de cette contrainte en surface d'une éprouvette non revêtue s'effectue en fonction du moment d'inertie ( $I$ ) relatif à cette section (soit  $bh^3/12$ ), du moment de flexion appliqué ( $M$ ) et de la distance ( $v$ ) entre la surface et la fibre neutre (soit la demi épaisseur de tôle).

$$\sigma = \frac{M}{I} \cdot v \quad (2.1)$$

Un abaque permet de déterminer le réglage de la machine en fonction du moment de flexion désiré. Le constructeur rapporte une erreur inférieure à 1%. L'effort et la déformation appliqués ne sont pas accessibles.

Le critère de fin d'essai est déterminé par le biais d'un interrupteur qui suit qualitativement l'évolution de la raideur de l'éprouvette. Le réglage est imposé de façon à arrêter l'essai lorsqu'une fissure se propage sur environ la moitié de la section de l'éprouvette.

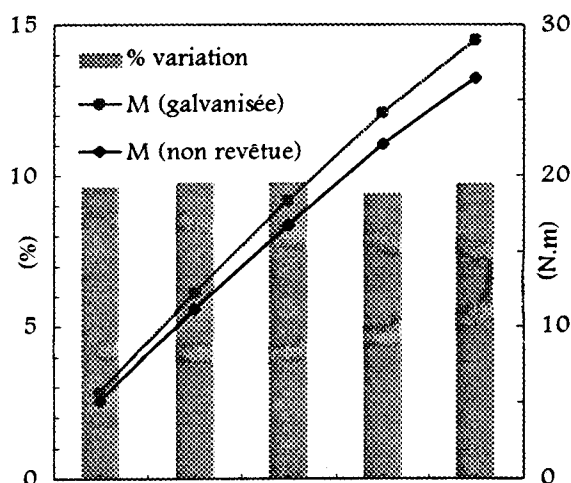
Dans le cas d'une éprouvette galvanisée, on doit tenir compte du revêtement dans l'expression de la contrainte en surface du substrat. En effet, le revêtement participe au moment d'inertie de l'éprouvette. Malgré la présence du réseau de fissure initial dans delta, l'interface diffuse autorise un transfert de charge du substrat au revêtement. On le vérifie facilement en comparant les moments de flexion d'une tôle non revêtue et d'une tôle galvanisée pour un même réglage d'excentrique (flèche constante). L'éprouvette nue est positionnée sur la machine. Un moment de flexion est appliqué. Sans changer le réglage de l'excentrique, l'éprouvette est démontée et remplacée par une éprouvette galvanisée. Ce même niveau de déplacement génère un nouveau moment de flexion. Ayant pris soin de

décaper les têtes de l'éprouvette galvanisée, on peut considérer que le rayon de courbure au centre de l'éprouvette est commun aux deux configurations (nue et revêtue). Or, ce rayon de courbure  $R$  dépend de la raideur du matériau ( $E$ ) mais surtout du rapport du moment d'inertie de la section sollicitée et du moment de flexion (il définit le niveau de déformation  $\varepsilon$  en fonction de la distance  $z$  à la fibre neutre) :

$$R = \frac{EI}{M} = -\frac{z}{\varepsilon} \quad (2.2)$$

Cette expression ne tient pas compte de la géométrie particulière des éprouvettes. Cependant, elle donne un résultat suffisant en regard d'une part des difficultés que fournit la nature complexe du revêtement (multimatériau, fissuration inhomogène) et d'autre part des approximations qui sont de ce fait formulées.

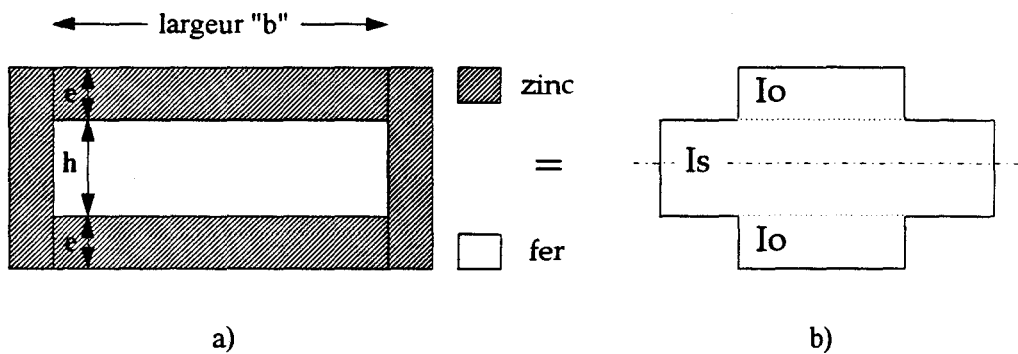
La variation du moment de flexion traduit donc une évolution du moment d'inertie occasionnée par la présence du revêtement. L'expérience décrite précédemment est renouvelée plusieurs fois pour différents niveaux de déformations dans le cas d'un revêtement de  $125 \mu\text{m}$ . Cette démarche permet de déterminer quantitativement l'influence du revêtement. La figure (2.4) représente, pour plusieurs réglages d'excentrique, les amplitudes des moments de flexion  $M$  mesurés pour l'éprouvette non revêtue et pour l'éprouvette galvanisée. Les variations observées systématiquement pour chaque niveau de déformation sont indiquées en pourcentage par rapport au moment de flexion relevé sur la tôle nue. Quel que soit le niveau de déformation imposé à l'éprouvette, la présence de ce revêtement se manifeste par une augmentation d'environ 10% du moment de flexion. On en déduit que le moment d'inertie évolue de manière similaire.



**figure (2.4) :** Variations du moment de flexion entre des éprouvettes non revêtue et galvanisée pour des niveaux de déformation identiques.

*Bending moment variation between uncoated and galvanised specimens for the same strain level*

Le calcul théorique du moment d'inertie de la tôle galvanisée n'est pas trivial. Le caractère multicouche du revêtement et surtout la fissuration dense du composé intermétallique delta alimentent la difficulté du problème. En revanche, plusieurs approximations peuvent être proposées par soucis de simplification. L'objectif est de convertir l'éprouvette galvanisée (poutre sandwich) en une poutre homogène de section équivalente.



**figure (2.5) :** Schéma de la section d'une éprouvette galvanisée. Conversion en une section homogène pour le calcul du moment d'inertie

*Representation of the galvanised specimen section. Conversion into an homogeneous section for the inert moment calculation.*

L'épaisseur stratifiée du revêtement de galvanisation peut être assimilée à une couche homogène dont le module d'Young est celui du zinc éta (§ 1.2.2). La présence de fissures diminue la raideur apparente d'un matériau. Ce phénomène a été décrit dans le cas de la fissuration de la matrice d'un composite organique stratifié [9]. La raideur de la couche delta est donc certainement plus faible que le module d'Young du composé intermétallique. De plus, le module d'Young de la couche zêta est assez proche de celui du zinc éta. Les effets de texture de la couche éta et d'anisotropie de la maille cristalline du zinc sont alors négligés.

Cette simplification permet donc de considérer la plus petite section de l'éprouvette galvanisée selon le schéma de la figure (2.5a). Le module d'Young du revêtement étant plus faible que celui du substrat, l'aire de la couche de zinc équivaut du point de vue de la flexion à une surface d'acier plus petite. En fixant l'épaisseur de revêtement constante, le raisonnement revient à considérer une section

homogène schématisée sur la figure (2.5b). Le moment d'inertie de cette section par rapport à la fibre neutre peut donc s'écrire :

$$I_g = I_s + 2 I_o \quad (2.3)$$

avec (selon les notations de la figure 2.5)

$$I_s = \frac{bh^3}{12} \quad \text{et} \quad I_o = \left(\frac{h+e}{2}\right)^2 b_o e \quad \text{avec} \quad b_o = b \frac{E_{\acute{e}ta}}{E_{acier}} \quad (2.4)$$

Dans le cas du revêtement de 125  $\mu\text{m}$ , le terme  $2(I_o)$  représente à peu près 11,5% du moment d'inertie  $I_s$  du substrat. Ce résultat théorique est relativement proche de la variation mesurée expérimentalement. Compte tenu des nombreuses approximations et de la précision de mesure, la démarche peut être considérée comme acceptable.

### 2.3.2.2. Traction compression

Une machine de fatigue hydraulique Schenck d'une capacité de 40 kN a permis de réaliser les sollicitations en traction compression uniaxiales. Les essais se sont déroulés à effort contrôlé à une fréquence de 25 Hz.

Les chargements imposés correspondent à un rapport de contrainte  $R$  d'une valeur de -1. Afin d'éviter le flambage de l'éprouvette pendant la compression, un montage est installé autour de l'éprouvette. Deux géométries d'éprouvettes ont été utilisées. L'annexe (IVb) décrit les éprouvettes et le montage anti-flambage. La fin de l'essai est déterminée par la mesure d'une variation de déformation des mors supérieure à 1%.

Comme pour la flexion, le calcul de la contrainte appliquée à la tôle galvanisée tient compte de la présence du revêtement. On considère que le revêtement et le substrat sont sollicités en parallèle. Dans la section d'une éprouvette galvanisée, l'effort appliqué  $F$  est alors réparti entre la section du substrat  $S_s$  (composante  $F_s$ ) et la section totale de revêtement  $S_z$  (composante  $F_z$ ) tel que :

$$F = F_z + F_s = F_s \left( 1 + \frac{S_z E_{\acute{e}ta}}{S_s E_{acier}} \right) \quad (2.5)$$

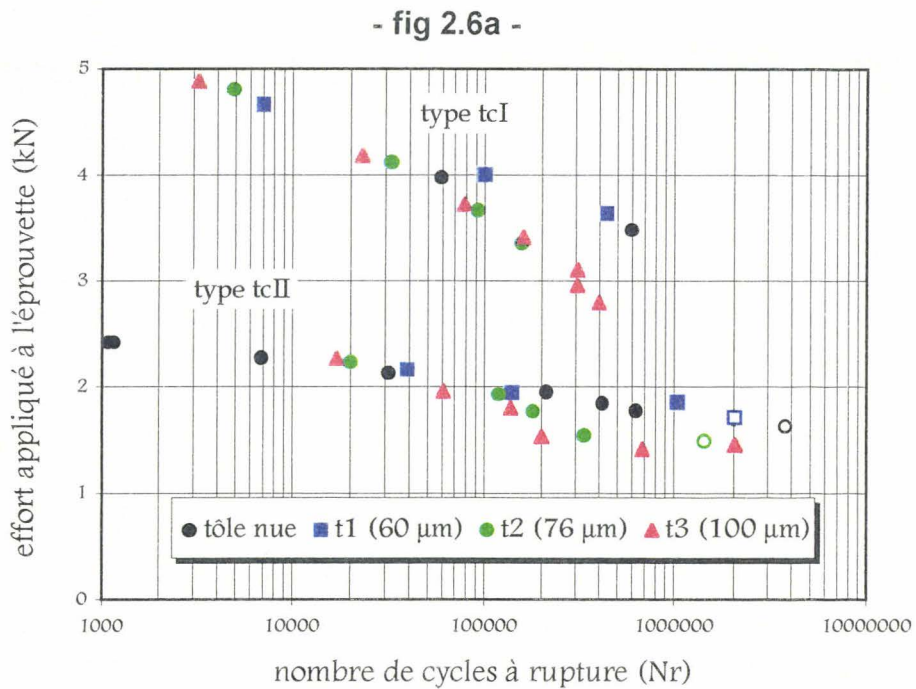
L'effort est appliqué aux éprouvettes de manière à ce que la contrainte  $\sigma$  imposée au substrat soit telle que  $\sigma = F_s/S_s$ .

## 2.4. RESULTATS & DISCUSSION DES ESSAIS

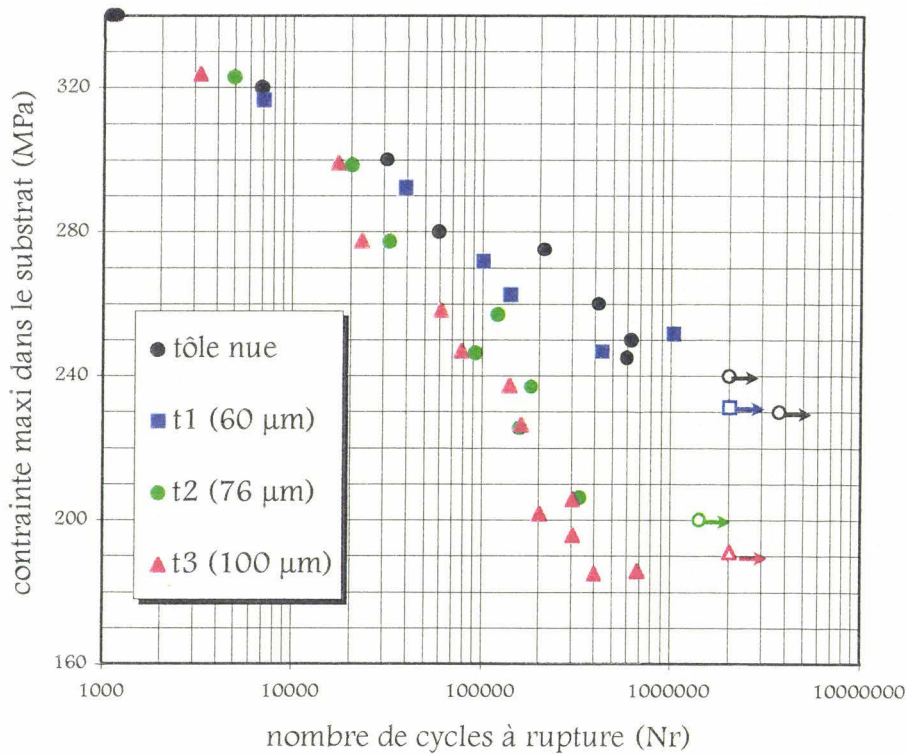
### 2.4.1. Traction compression

Les résultats des essais de traction compression sont représentés sur la figure (2.6). Les durées de vies  $N_r$  sont représentées d'une part en fonction de l'effort  $F$  maximal appliqué (fig. 2.6a) et d'autre part en fonction du niveau de contrainte maximal appliqué au substrat (fig. 2.6b).

Les résultats obtenus pour les deux géométries d'éprouvettes sont cohérents. Les ruptures sont générées systématiquement dans la partie utile des éprouvettes, sans flambage.



- fig 2.6b -



**figure (2.6) :** Résultats des essais de fatigue en traction compression de la tôle E335D non revêtue (●) et galvanisée. Représentation des durées de vie en fonction a) de l'effort appliqué aux éprouvettes et b) du niveau de contrainte au sein du substrat. (les flèches indiquent une non rupture)

*Tension compression fatigue tests results of the E335D steel sheet, uncoated (●) and galvanised. Representation of a) the effort applied to the specimens and b) the stress level in the substrate as a function of the number of cycles to failure. (an arrow indicates a non failure)*

### 2.4.1.1. Tôle non revêtue

Dans un premier temps, l'analyse de la figure (2.6) se concentre sur le comportement de la tôle nue. L'ajustement selon le modèle de Wöhler (équation 2.1) donne une valeur de la limite de fatigue à  $10^6$  cycles,  $\sigma_D(10^6)$  proche de 240 MPa.

Plusieurs auteurs proposent une estimation de la limite d'endurance sur la base des caractéristiques en traction du matériau. L'expression (2.2) établie par Lieurade [8] fournit à partir de la charge ultime ( $R_m$ ) et de l'allongement à rupture ( $A$  en %) une valeur très proche de 240 MPa.

$$\sigma_D = 0,41 R_m \text{ (MPa)} + 2 A \text{ (\%)} \quad (2.2)$$

Cette estimation permet de justifier le choix du critère d'évaluation de la tenue en fatigue pour ce chargement. Le palier d'endurance (asymptote horizontale) est certainement atteint pour des durées de vie proches de  $10^6$  cycles.

#### 2.4.1.2. Tôles galvanisées (fig 2.6)

##### Galvanisation t1 (60 µm)

Le comportement de la tôle revêtue de 60 µm d'épaisseur est semblable à celui observé sur la tôle nue (sans revêtement). L'ajustement estime la limite de fatigue à  $10^6$  cycles au voisinage de 240 MPa.

##### Galvanisation t2 (76 µm)

Le revêtement de 76 µm d'épaisseur provoque une diminution de la tenue en fatigue de la tôle. L'ajustement est effectué en écartant le chargement à  $\pm 206$  MPa qui correspond vraisemblablement à un point bas de la densité de probabilité des ruptures à ce niveau de contrainte (figure 2.2). La limite de fatigue est alors évaluée à près de 200 MPa bien que l'estimation soit particulièrement approximative dans ce cas.

##### Galvanisation t3 (100 µm)

L'ajustement du tracé est réalisé en considérant d'une part la non rupture au bout de  $2 \cdot 10^6$  cycles pour une sollicitation de  $\pm 200$  MPa, et d'autre part la rupture au bout de 400000 cycles à  $\pm 200$  MPa comme un point bas de la densité de probabilité des ruptures. On estime que le coude marquant le début de l'asymptote de la courbe se situe vers  $10^6$  cycles. La tenue en fatigue du revêtement de 100 µm d'épaisseur est la plus faible et se situe vers 185 MPa.

Ces résultats sont en accord, du moins en partie, avec ce qui est écrit dans la littérature. Le revêtement de galvanisation peut affecter la tenue en fatigue d'une tôle. En revanche, contrairement à certaines conclusions de la littérature, les estimations des limites de fatigue à  $10^6$  cycles indiquent que la diminution est d'autant plus importante que l'épaisseur de revêtement est élevée.



## 2.4.2. Flexion

Les résultats des essais de flexion sont regroupées sur la figure (2.7). Les durées de vies  $N_r$  sont représentées d'une part en fonction du moment de flexion maximal appliqué (2.7a) et d'autre part en fonction du niveau de contrainte maximal calculé en surface du substrat (2.7b). Comme la machine exerce une sollicitation à déformation imposée, ces valeurs correspondent aux niveaux de contraintes qui sont appliqués en début d'essai, avant endommagement du substrat.

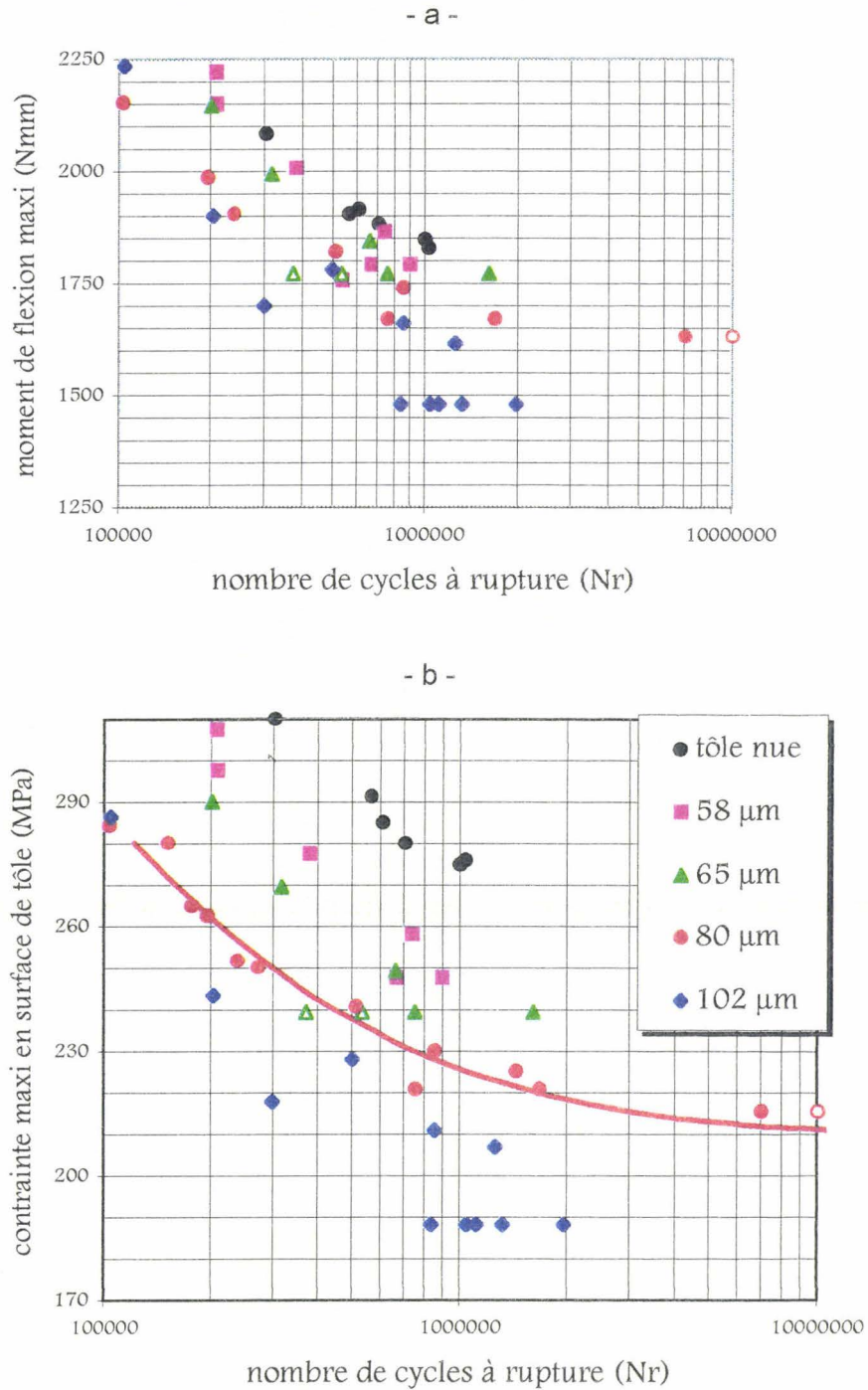
Certaines éprouvettes sont sollicitées en l'état de sortie du bain de galvanisation. Le revêtement recouvre alors entièrement la tôle, y compris sur les chants de l'éprouvette. Une rectification des angles vifs des chants est effectuée pour éliminer les surépaisseurs de zinc engendrées lors de l'élaboration (cette opération se réalise avec une lime fine puis du papier abrasif 600). D'autres éprouvettes sont destinées à subir des essais interrompus (chapitre 3). Les chants des éprouvettes sont alors polis mécaniquement jusqu'à une granulométrie de 1  $\mu\text{m}$ .

### 2.4.2.1. Tôle non revêtue

L'ajustement des résultats des essais sur la tôle nue aboutit à une estimation de la limite de fatigue à  $10^6$  cycles proche de 270 MPa.

Pour cette nuance d'acier, l'expérience montre que la limite de fatigue  $\sigma_D(10^6)$  observée en flexion plane alternée est une fonction de la charge ultime en traction ( $\sigma_D/R_m = 0,61$ ). D'après ce rapport, la contrainte à rupture de la tôle E335D sollicitée (figure 2.4) impute une valeur de 270 MPa à  $\sigma_D(10^6)$ .

Ceci permet de vérifier, également pour ce mode de chargement, la pertinence du critère d'évaluation de la limite de fatigue. La différence qui se manifeste entre les estimations des deux modes de chargement est abordée au cours de la discussion de l'ensemble des résultats de fatigue (§ 2.4.3).



**figure (2.7) :** Résultats des essais de fatigue en flexion de la tôle E335D non revêtue (●) et galvanisée (f1 ■, f2 ▲, f3 ●, f4 ◆). Diagramme d'endurance en fonction a) des moments de flexion maxi et b) du niveau de contrainte maxi en surface du substrat.

*Bending fatigue tests results of the E335D steels sheet, uncoated (●) and galvanized (f1 ■, f2 ▲, f3 ●, f4 ◆). S-N curves as a function of a) the bending moments and b) the stress level on the substrate surface.*

### 2.4.2.2. Tôles galvanisées

#### Galvanisation f3 (80 µm)

L'analyse des résultats des tôles galvanisées est entamée avec ce revêtement car le nombre d'essais réalisés pour cette configuration autorise le tracé de la courbe de Wöhler par un traitement statistique. L'ajustement est réalisé au moyen du logiciel Esope selon le modèle établi par Bastenaire [8] :

$$N = \frac{A \cdot \exp((\sigma_e - \sigma) / B)^C}{(\sigma - \sigma_e)} \quad (2.3)$$

Les essais de fatigue intégrés dans le calcul donnent un ajustement statistiquement satisfaisant qui assigne aux constantes les valeurs suivantes :

$$A = 19767150 \quad B = 84.87 \quad C = 1$$

La limite d'endurance est ainsi évaluée à 209 MPa avec un écart-type résiduel en contrainte de 5 MPa. L'équation de la courbe permet également de déterminer la limite de fatigue à  $10^6$  cycles,  $\sigma_D(10^6) = 225$  MPa.

A titre de comparaison,  $\sigma_D(10^6)$  est également estimée à partir de l'ajustement logarithmique (équation 2.1) des essais de fatigue dont la durée de vie n'excède pas le million de cycles. Cette approche situe  $\sigma_D(10^6)$  près de 220 MPa. Ce résultat permet donc de considérer que la méthode d'évaluation retenue pour cette étude est également satisfaisante pour le chargement en flexion.

#### Galvanisation f1 (58 µm)

Le meilleur ajustement des essais de fatigue relatifs à ce revêtement situe la limite de fatigue  $\sigma_D(10^6)$  entre 245 et 250 MPa.

#### Galvanisation f2 (65 µm)

Quatre essais ont été réalisés à un chargement de 239 MPa. L'ajustement est effectué en écartant l'éprouvette dont la durée de vie est la plus faible. Compte tenu de la répartition de quatre durées de vie, on peut considérer que cet essai correspond à un point bas de la densité de probabilité des ruptures. La limite de fatigue à  $10^6$  cycles est ainsi estimée entre 235 et 240 MPa.

Galvanisation f4 (102 µm)

Pour ce revêtement, le plus épais, le nombre d'éprouvettes pour lesquelles les durées de vie sont supérieures au million de cycles est suffisant pour intégrer ces essais dans l'ajustement. La limite de fatigue est alors comprise entre 190 et 195 MPa.

Comme en traction compression, la galvanisation altère la tenue en fatigue de la tôle. La dégradation est de nouveau plus conséquente lorsque l'épaisseur de revêtement est importante.

Ce phénomène n'est pas un artifice introduit par une estimation erronée du niveau de chargement appliqué (prise en compte du revêtement dans le calcul de la contrainte en surface du substrat). En effet, le phénomène se manifeste sur la figure (2.7a) alors qu'elle représente la durée de vie en fonction du moment de flexion appliqué. Cette représentation évalue les effets de la galvanisation en considérant un paramètre purement expérimental.

### 2.4.3. Discussion des essais de fatigue

Le tableau (2.6) regroupe l'ensemble des limites de fatigue à  $10^6$  cycles estimées pour les deux modes de chargement selon un modèle d'ajustement logarithmique décrit par l'équation (2.1).

	Flexion				Traction compression		
$\sigma_D(10^6)$ E335D ②	270 MPa				240 MPa		
galvanisation	f1	f2	f3	f4	t1	t2	t3
épaisseur (µm)	58	65	80	102	60	76	100
$\sigma_D(10^6)$ (MPa)	245-250	235-240	220	190-195	240	200	185

**tableau (2.6)** : Estimation des limites de fatigue de la tôle nue et des tôles galvanisées pour les deux modes de chargement.

*Fatigue strength estimations of the base metal and the galvanised steel sheets for the two loading modes.*

### 2.4.3.1. Influence du niveau de chargement du revêtement

Evaluons de façon simple le niveau de sollicitation du revêtement de galvanisation en fonction du chargement imposé au substrat. Le revêtement est assimilé à une couche homogène de zinc éta non fissurée comme il est représenté sur la figure (2.5).

Le niveau de contrainte appliqué en flexion en surface du revêtement est imposé par le niveau de déformation mais aussi par l'épaisseur de galvanisation (distance à la fibre neutre). D'après les expressions (2.1) et (2.2), la contrainte  $\sigma_{\text{éta}}$  en surface du revêtement est reliée à l'épaisseur de galvanisation  $e$  et la contrainte  $\sigma_{\text{fer}}$  en surface du substrat par la relation (2.6) :

$$\sigma_{\text{éta}} = \sigma_{\text{fer}} \left( \frac{E_{\text{éta}}}{E_{\text{fer}}} \right) \frac{\left( \frac{h}{2} + e \right)}{\frac{h}{2}} \quad (2.6)$$

En traction compression, le revêtement et le substrat subissent la même déformation totale. Comme le suggère l'expression (2.5), les contraintes associées à cette déformation sont alors différentes, dans la proportion du rapport des modules d'Young du zinc et du fer (chargement en parallèle) :

$$\sigma_{\text{éta}} = \sigma_{\text{fer}} \left( \frac{E_{\text{éta}}}{E_{\text{fer}}} \right) \quad (2.7)$$

Ces deux expressions de la contrainte en surface du revêtement permettent d'envisager l'effet du niveau de sollicitation du revêtement sur la tenue en fatigue de la tôle galvanisée.

En effet, la diminution de la tenue en fatigue est d'autant plus importante en traction compression que l'épaisseur de galvanisation est importante. Or, la relation (2.7) indique que le niveau de sollicitation du revêtement est indépendant de son épaisseur.

De plus, pour un niveau de contrainte donnée en surface du substrat, le revêtement sera plus sollicité en flexion qu'en traction compression (à hauteur de 14% dans le cas d'un revêtement de 100  $\mu\text{m}$  d'épaisseur). Néanmoins, cet écart ne se retrouve pas complètement au niveau des limites de fatigue.

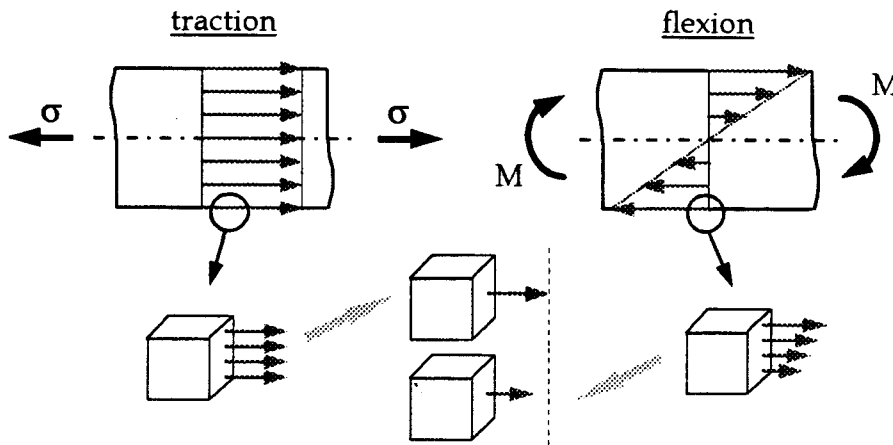
Ces résultats suggèrent que la tenue en fatigue de la tôle galvanisée est en partie gérée par les propriétés de fatigue intrinsèques au substrat. Cette hypothèse est d'ailleurs cohérente avec les conclusions de la littérature qui soulignent l'influence des caractéristiques mécaniques du substrat sur la chute en fatigue.

L'étude de la fissuration du revêtement (§ 3.2.4.3) permettra de confirmer que le niveau de contrainte auquel est soumis le revêtement agit sur le comportement en fatigue de ce dernier (densité de fissuration) mais qu'il ne pèse pas sur la limite d'endurance de la tôle galvanisée.

#### *2.4.3.2. Comparaison entre les deux modes de sollicitation*

La sollicitation en traction compression constitue un mode de chargement plus sévère que la flexion plane alternée. Généralement, les mécanismes d'amorçage de l'endommagement en fatigue se manifestent en surface du matériau [10]. Cette hypothèse est confirmée par l'analyse métallurgique des éprouvettes décrite au chapitre 3. Or, la sollicitation de l'élément de volume en surface du matériau au sein duquel se développent ces mécanismes d'endommagement n'est pas tout à fait identique dans les deux modes de chargement. Pour illustrer ce propos, considérons la figure (2.8) qui représente de façon schématique la distribution des contraintes dans un petit élément de volume (quelques grains) en surface du matériau en flexion et en traction compression. Dans le cadre de cette étude, nous avons posé que la contrainte principale uniaxiale était suffisante pour décrire les phénomènes. Les deux chargements sont donc supposés imposer une contrainte principale uniaxiale identique en peau d'éprouvette.

En traction, la sollicitation est considérée comme uniforme dans la section de l'éprouvette. La contrainte principale uniaxiale auquel est soumis l'élément de volume est égale à la contrainte appliquée en peau d'éprouvette. En flexion, le mode de chargement génère un gradient de contrainte dans la demi épaisseur de l'éprouvette. Comme l'épaisseur de la tôle est fine, ce gradient est important, même dans le petit élément de volume que nous considérons. La contrainte principale à laquelle est soumis ce volume ne correspond plus tout à fait à la contrainte appliquée en surface, mais s'assimile à une contrainte moyenne un peu plus faible.



**figure (2.8) :** Représentation simplifiée du niveau moyen de la contrainte principale uniaxiale dans un élément de volume en surface d'une éprouvette de traction et d'une éprouvette de flexion.

*Simplified representation of the average uniaxial stress level in an elementary volume in a tension specimen and in a bending specimen.*

En conséquence, la limite d'endurance déterminée en flexion est généralement légèrement supérieure à celle observée en traction compression pour un même rapport de charge et une fréquence de sollicitation identique.

Concernant les limites de fatigue conventionnelles relatives à un nombre de cycles donné, l'écart s'accroît entre les deux chargements. L'origine de cette différence peut encore s'expliquer par l'effet du gradient de contrainte sur la propagation de la fissure conduisant à la rupture.

Ainsi, la limite de fatigue à  $10^6$  cycles de la tôle E335D est estimée à 245 MPa dans le cas de la traction compression alors qu'elle atteint 270 MPa en flexion, soit un écart d'environ 13%.

Maintenant, si l'on considère la tôle galvanisée, la différence observée entre les deux chargements est beaucoup moins marquée. Prenons pour exemple les revêtements présentant sensiblement les mêmes épaisseurs, à savoir  $t_1$  et  $f_1$  d'une part ( $60 \mu\text{m}$ ),  $t_3$  et  $f_4$  d'autre part ( $100 \mu\text{m}$ ). L'écart entre les limites de fatigue à  $10^6$  cycles estimées dans les deux modes de sollicitation est inférieur à 5% pour les deux épaisseurs de galvanisation (tableau 2.6). D'après ce qui a été dit précédemment (§ 2.4.3.1), nous admettons que cette différence est bien la manifestation du gradient de contrainte généré en flexion. L'ensemble des limites de fatigue  $\sigma_D (10^6)$  est donc réajusté sur la base de ce critère : l'effet du gradient en flexion majore de 5% les

limites de fatigue dans le cas de la tôle galvanisée. Le tableau (2.7) présente les limites de fatigue  $\sigma_D(10^6)$  en flexion après réajustement, au côté des limites de fatigue estimées en traction compression.

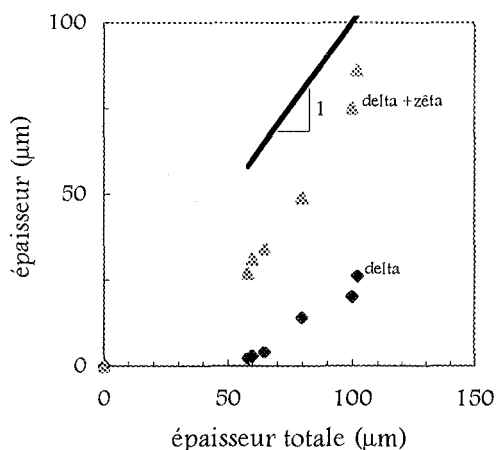
galvanisation	Flexion				Traction compression		
	f1	f2	f3	f4	t1	t2	t3
épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	58	65	80	102	60	76	100
$\sigma_D(10^6)$ (MPa)	233-238	223-228	209	185-190	240	200	185

**tableau (2.7) :** Limites de fatigue à  $10^6$  cycles obtenues en traction compression et en flexion après réajustement.

*Fatigue strength at  $10^6$  cycles in tension compression and in bending after adjusting.*

### 2.4.3.3. Tenue en fatigue et épaisseurs de galvanisation

La figure (2.9) représente  $\sigma_D(10^6)$  en fonction des épaisseurs moyennes de la couche delta (2.9a), de la couche zêta (2.9b), des composés intermétalliques delta et zêta (2.9c) et de la totalité du revêtement (2.9d). La corrélation entre l'épaisseur totale de galvanisation et les épaisseurs de la couche delta d'une part et des couches d'intermétalliques d'autres part est considérée sur la figure (2.10).

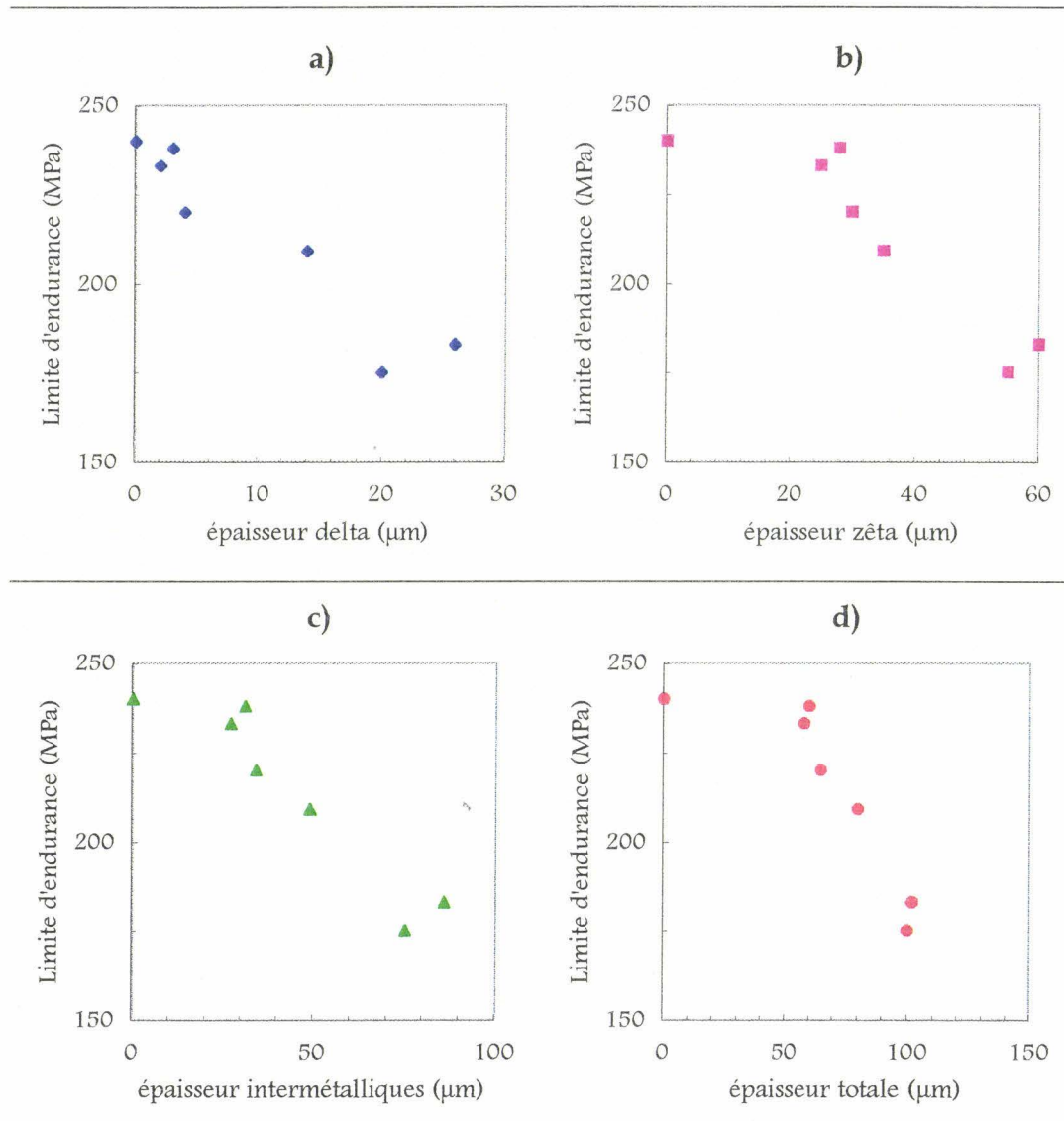


**figure (2.10) :**

Corrélation entre l'épaisseur totale du revêtement et les épaisseurs de la couche delta et de la totalité des composés intermétalliques.

*Correlation between the whole coating thickness and the thickness of the delta layer and the intermetallic compounds.*





**figure (2.9) :** Evolution de la limite de fatigue de la tôle galvanisée en fonction des épaisseurs a) de la couche delta, b) de la couche zêta, c) des couches des composés intermétalliques fer-zinc et d) de la totalité du revêtement.

*Galvanised sheet steel fatigue strength as a function of the thickness of a) the delta layer, b) the zeta layer, c) the intermetallic compounds and d) the whole coating.*

La diminution de la limite de fatigue de la tôle galvanisée est proportionnelle à un paramètre morphologique du revêtement, à savoir l'épaisseur (d'un composé intermétallique, de l'ensemble de ces composés ou encore l'épaisseur de la totalité du revêtement).

La figure (2.10) révèle que ces trois paramètres ne sont, en fait, pas indépendants. A ce stade de l'étude, les résultats de fatigue ne permettent donc pas

d'attribuer la responsabilité de l'abaissement de la tenue en fatigue à l'un d'entre eux. Quatre hypothèses peuvent alors être avancées :

①  $\sigma_e = \text{fct}(\text{épaisseur de la couche delta})$

La limite d'endurance de la tôle galvanisée diminue à partir du moment où le revêtement de galvanisation présente une couche de composé delta.

②  $\sigma_e = \text{fct}(\text{épaisseur de la couche zêta})$

La limite d'endurance ne diminue pas de façon significative tant que l'épaisseur de la couche zêta ne dépasse pas environ 20  $\mu\text{m}$ .

③  $\sigma_e = \text{fct}(\text{épaisseur des couches delta+zêta})$

La limite d'endurance ne diminue pas de façon significative tant que l'épaisseur des composés intermétalliques ne dépasse pas environ 30  $\mu\text{m}$ .

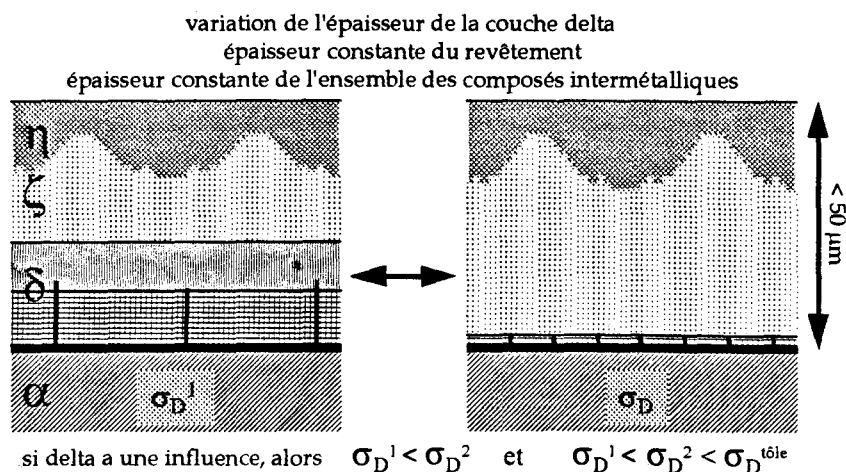
④  $\sigma_e = \text{fct}(\text{épaisseur de la totalité du revêtement})$

La limite d'endurance ne diminue pas tant que l'épaisseur de galvanisation ne dépasse pas environ 50  $\mu\text{m}$ .

Pour déterminer lequel de ces paramètres gouverne effectivement la tenue en fatigue de la tôle galvanisée, deux orientations peuvent être envisagées, (A) en faisant évoluer la morphologie du revêtement, (B) en caractérisant les mécanismes d'endommagement.

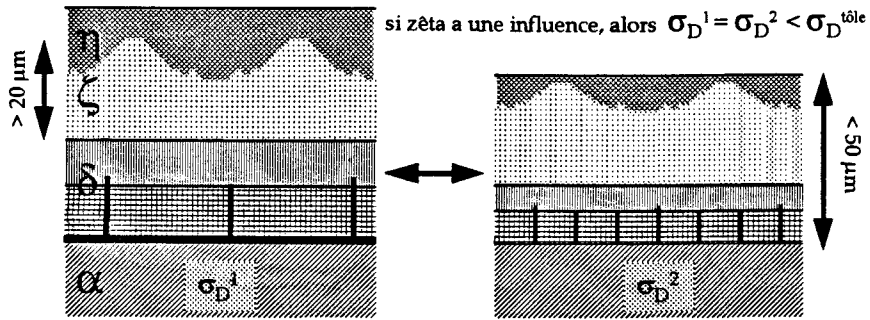
(A) faire évoluer la morphologie du revêtement

① **Influence de la couche delta**

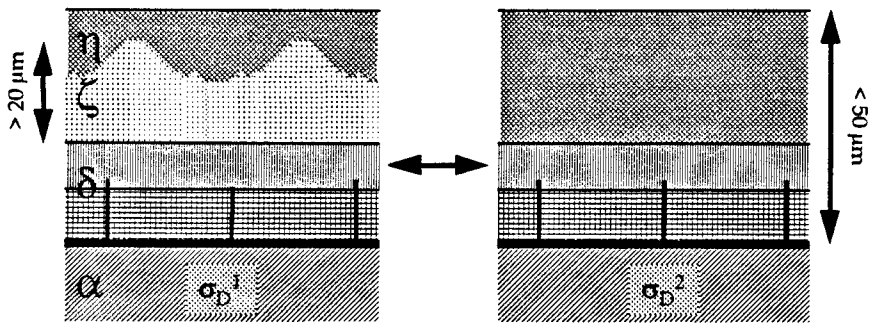


### ② Influence de la couche zêta

variation de l'épaisseur totale et de la couche delta - épaisseur de zêta constante

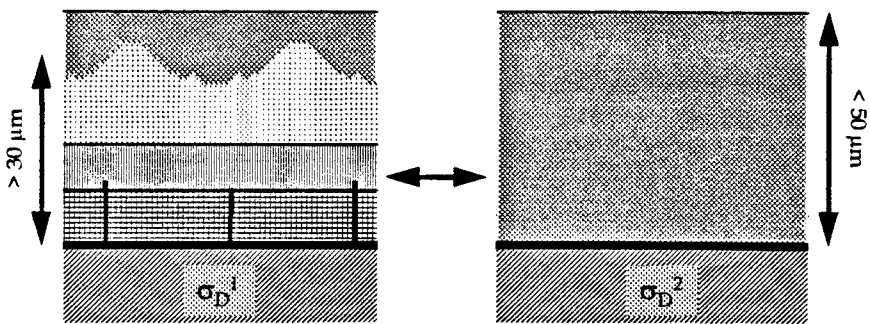


variation de l'épaisseur de la couche zêta  
épaisseur totale et épaisseur de delta constantes



### ③ Influence des intermétalliques

revêtement sans composé intermétallique - épaisseur totale constante.



Si la limite de fatigue d'un revêtement sans intermétallique, d'une épaisseur supérieure à 50  $\mu\text{m}$ , est inférieure à la limite de fatigue de la tôle nue, les points ①, ②, et ③ sont à écarter. Dans ce cas, seule l'épaisseur totale du revêtement influencerait majoritairement le comportement en fatigue de la tôle galvanisée.

La mise en oeuvre des points A① et A② est impossible à réaliser sans changer de substrat, ni modifier de manière trop importante les conditions d'élaboration du revêtement (et notamment la température du bain dont l'élévation pourrait faire évoluer les caractéristiques de la tôle dans le cas d'une immersion à haute température pendant une durée prolongée).

**(B) caractériser les mécanismes d'endommagement**

Au moyen d'examens métallurgiques des éprouvettes de fatigue, déterminer les mécanismes microstructuraux qui provoquent la rupture précoce de la tôle. Préciser les sites d'amorçage et les conditions de propagation de l'endommagement au sein du revêtement et dans le substrat.

**2.4.3.4. *Comparaison avec la littérature***

La dégradation de la tenue en fatigue d'un acier galvanisé est proportionnelle à l'épaisseur du revêtement. Ce résultat rejoint les conclusions de Bergengren et Melander [3] mais est en contradiction avec celles de Browne et al. [5].

La démarche exposée dans ce document se rapproche davantage de celle employée par Bergengren et Melander. Les essais de fatigue concernent un substrat galvanisé dont l'épaisseur de revêtement varie. L'influence de l'épaisseur est alors évaluée en effectuant une comparaison des durées de vie des différentes configurations de galvanisation sur un même substrat. Dans les travaux de Browne et al., l'étude du comportement en fatigue de tôles galvanisées est abordée directement en testant plusieurs aciers. Cependant, l'influence de l'épaisseur ne peut pas être évaluée clairement puisque chaque substrat est sollicité avec une épaisseur de galvanisation qui lui est propre. Or, les propriétés mécaniques du substrat semblent avoir une influence sur le comportement en fatigue du produit galvanisé. Le nombre d'essais présentés n'est donc pas suffisant pour conclure clairement sur l'effet de l'épaisseur de revêtement sur la tenue en fatigue de la tôle.

## 2.5. CONCLUSION DU SECOND CHAPITRE

Les essais de fatigue en flexion et en traction compression pratiqués sur la nuance d'acier E335D confirment que **la galvanisation peut affecter le comportement en fatigue d'une tôle**. L'influence de l'épaisseur de galvanisation est clairement mise en évidence. Contrairement à certaines conclusions de la littérature, **la dégradation de la tenue en fatigue est d'autant plus importante que l'épaisseur de revêtement est importante**.

En revanche, la présence du revêtement n'est pas une condition suffisante pour occasionner une diminution de la tenue en fatigue de la tôle. En effet, revêtue de 60  $\mu\text{m}$ , la tôle présente un comportement en traction compression cyclique qui est très proche de celui observé en l'absence de galvanisation.

L'épaisseur totale de galvanisation ne constitue pas l'unique caractéristique du revêtement qui présente une corrélation avec la tenue en fatigue de la tôle. La dégradation de la limite de fatigue est également proportionnelle à l'épaisseur de la couche delta, de la couche zêta, et de l'ensemble de ces deux composés intermétalliques. Or, compte tenu des conditions de galvanisation pratiquées pour le traitement des éprouvettes, tous ces paramètres ne sont pas indépendants. Il n'est donc pas possible de se prononcer à la seule observation des diagrammes d'endurance.

Bien qu'une seule nuance d'acier ait été sollicitée, la dégradation manifestée en traction compression laisse envisager que le comportement de la tôle galvanisée est régi en partie par une ou plusieurs caractéristique(s) mécanique(s) intrinsèque(s) au substrat. En effet, pour les niveaux de contrainte qui ont été appliqués et les épaisseurs considérées, le comportement de la tôle galvanisée est indépendant du niveau de sollicitation du revêtement.

Ainsi, à ce stade de l'étude, plusieurs questions restent en suspens :

- ① Quel est le paramètre structural du revêtement qui dicte le comportement en fatigue du substrat ?
- ② Pour quelle raison le revêtement peut-il affecter la tenue en fatigue de la tôle ?
- ③ Dans quelle mesure la nature du substrat conditionne-t-elle l'influence de galvanisation ?

Une série d'essais de fatigue permettrait de répondre au premier point en agissant sur la morphologie du revêtement, c'est-à-dire les épaisseurs relatives entre les différentes phases du revêtement. Cependant, cette voie ne semble pas être judicieuse. En effet, la mise en oeuvre de cette stratégie n'est pas envisageable d'un point de vue pratique. Plusieurs essais (A① et A②, § 2.4.3.3) requièrent la participation de revêtements dont l'élaboration est impossible à réaliser sans changer de substrat, ni modifier de manière trop importante les conditions opératoires (notamment la température du bain de zinc dont l'élévation est susceptible d'altérer les caractéristiques de la tôle).

En fait, la caractérisation des mécanismes d'endommagement qui se développent en présence du revêtement est une approche plus intéressante. Bien que longue et délicate à entreprendre, cette démarche offre l'avantage de répondre conjointement aux deux premières questions, d'une part en déterminant les sites d'amorçage de la fissuration, et d'autre part en précisant de quelle manière ce dommage se propage. La présentation de ce travail (dont le support expérimental se compose d'un nombre important d'essais présentés dans ce chapitre) et les conclusions qui en découlent constituent la substance du chapitre 3.

L'influence du substrat n'est alors abordé qu'au chapitre 4. Il s'agit de modéliser d'une façon générale l'influence de la galvanisation sur la tenue en fatigue d'un acier galvanisé en s'appuyant sur l'ensemble des résultats expérimentaux.

## 2.6. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **A. Kari**, Investigations on the improvement of corrosion resistance and strength of ribbed reinforcing steel bars in concrete, especially when subject to fatigue loading, Technical research centre of Finland, Thèse, 1980.
- [2] **B. Larsson, R. Westerlund**, *Met Constr*, Feb 1975, pp 92-97.
- [3] **Y. Bergengren, A. Melander**, An experimental and theoretical study of the fatigue properties of hot-dip galvanized high strength sheet steel, *Int. J. Fatigue*, 14, N°3, 1992, pp 154-162.
- [4] **T. Nilsson, G. Engberg, H. Trogen**, Fatigue properties of hot-dip galvanized steels, *Scand. J. Metall.*, 18, 1989, pp 166-175.
- [5] **R.S Browne, E.N. Gregory, S. Harper**, The effect of galvanizing on the fatigue strengths of steels and welded joints, *Proced. Seminary on galvanizing of silicon containing steels*, Liège, 1975.
- [6] **M. Hedman**, IM-2007 (D 566 Jernkontoret), Swed Inst Met Res, Stockholm 1985 (en suédois).
- [7] **C. Bathias, J.P. Bailon**, *La fatigue des matériaux et des structures*, Ed. Maloine S.A. Paris et Presses de l'université de Montréal, 1980.
- [8] **H-P. Lieurade**, *La pratique des essais de fatigue, Méthodes expérimentales et analyse des résultats*, pyc edition Paris, 1982.
- [9] **S.R. Swanson**, On the mechanics of microcracking in fiber composite laminates under combined stress, *J. of Eng. Mater. & Techno.*, 111, april, 1989, p145.
- [10] **D. François, A. Pinot, A. Zaoui**, *Comportement mécanique des matériaux, viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact*, ed. Hermès, Paris, 1993.

## CARACTERISATION DE L'ENDOMMAGEMENT EN SOLLICITATION CYCLIQUE

L'objet de ce chapitre est de caractériser les mécanismes d'endommagement qui permettent à un revêtement de galvanisation de quelques dizaines de microns d'altérer le comportement en fatigue d'une tôle en acier.

Il s'agit donc ici de présenter le résultat des examens métallurgiques menés sur les éprouvettes de fatigue (galvanisées ou non). Une méthode d'investigation tenant compte des spécificités du revêtement de galvanisation a été établie. Le revêtement de galvanisation au trempé présente une morphologie complexe (1.1). L'implication de plusieurs matériaux et la diversité des structures nous obligent à étudier le revêtement selon plusieurs champs d'observation. Les examens ont été effectués selon des coupes transverses et des plans perpendiculaires à la surface du substrat, avant et après la rupture. De nombreuses informations ont pu être obtenues en observant l'endommagement à plusieurs échelles : de la taille de grain (substrat ou revêtement) jusqu'à la surface complète de l'éprouvette.

Dans la première partie de ce chapitre, l'analyse de la fissuration en surface de la tôle, galvanisée ou non, confirme que l'origine de l'endommagement se situe dans le revêtement.

La deuxième partie décrit l'évolution qualitative et quantitative de l'endommagement du revêtement au cours de la sollicitation cyclique.

Cette démarche permet de préciser les paramètres mécaniques et structuraux qui déterminent la résistance à la fatigue d'une tôle galvanisée.



## **3.1. ORIGINE DE L'ENDOMMAGEMENT**

L'amorçage de l'endommagement d'un matériau soumis à une sollicitation cyclique se produit généralement en surface. Pour cette raison, l'endommagement en surface du substrat est étudié en parallèle sur la tôle nue et sur la tôle galvanisée. La quantification de la fissuration permet de souligner une différence de comportement entre les deux systèmes.

A la fin de ce paragraphe, nous mettons en relief, par le biais d'une synthèse bibliographique, certaines caractéristiques mécaniques qui gèrent le comportement en fatigue d'un matériau revêtu.

### **3.1.1. Le substrat non revêtu**

En premier lieu, nous entamons une présentation des principaux mécanismes qui aboutissent à la rupture par fatigue du fer  $\alpha$ . Ces différents propos issus de la littérature permettent alors d'argumenter les observations de l'endommagement relevées sur la tôle non revêtue.

#### ***3.1.1.1. Endommagement en fatigue du fer $\alpha$***

L'endommagement en fatigue d'un matériau métallique (de structure cubique centré comme le fer, ou encore cubique face centré) résulte d'une localisation de la déformation plastique. Dans le cas d'un matériau à structure cubique faces centrées (CFC) à haute énergie de faute d'empilement, ce phénomène se manifeste sous la forme de bandes de glissement persistantes (BGP). L'irréversibilité de glissement des dislocations vis qui figure dans les BGP est à l'origine de la formation d'extrusions et d'intrusions en surface du matériau. Ce relief de surface introduit des concentrations de contraintes responsables de l'amorçage de la fissuration.

Dans le cas d'un matériau à structure cubique centré (CC), la localisation de la déformation plastique est très fortement liée aux conditions de température et de vitesse de déformation [1]. Ces deux paramètres définissent l'activation thermique qui gouverne principalement les déplacements des dislocations vis.

Dans une matrice CC, les plans de glissement sont de type  $\{110\}$  et les vecteurs de Burger  $a/2\langle 111 \rangle$ . Une particularité de ces matrices réside dans la structure de coeur des dislocations. Les dislocations vis sont dissociées en trois plans. La plasticité d'un matériau CC est alors liée aux possibilités de recombinaison plus ou moins facilement ces dislocations dissociées.

Ce sont les conditions de température, de vitesse de déformation, mais aussi de niveau de déformation, qui déterminent le rapport des mobilités des dislocations vis et coin, et, par voie de conséquence, la plasticité du matériau.

Pour des vitesses de déformations élevées, les matériaux CC présentent une autre particularité. Le glissement des dislocations vis ne s'effectue pas sur les mêmes plans en traction et en compression. L'asymétrie de glissement est à l'origine d'un changement de forme du cristal. Dans le matériau polycristallin, chaque grain répond différemment à la sollicitation. Une incompatibilité de déformation apparaît aux joints de grains. Dans ces conditions, l'amorçage est intergranulaire.

Ainsi, un matériau CC soumis à une sollicitation cyclique présentera deux comportements (microscopique et macroscopique) selon les conditions de chargement. Une température dite athermique ( $T_0$ ) établit la frontière entre les deux domaines (basse température  $< T_0 <$  haute température).

A basse température ( $T < T_0$ ), ou à vitesse de déformation élevée, la mobilité des dislocations vis conditionne la déformation (faible mobilité). L'amorçage est principalement intergranulaire. Guiu et al. [2] ont mis en évidence les modes d'amorçage du fer  $\alpha$  pur sollicité en flexion alternée dans le domaine de l'endurance à une fréquence de 5 Hz. Dans ces conditions, l'amorçage est systématiquement intergranulaire compte tenu de l'incompatibilité de déformation aux joints de grains (léger changement de forme des grains). La propagation de la fissure conduisant à la rupture s'effectue selon un mode transgranulaire.

A haute température ( $T > T_0$ ), le glissement est assuré par les dislocations vis et coin. L'amorçage intragranulaire est favorisé [1]. Le comportement du matériau CC se rapproche de celui observé sur un matériau CFC.

Pour le fer, la température athermique est proche de 300 K. A température ambiante, le comportement du fer est donc assez sensible à la vitesse de déformation. Mais, les mécanismes qui sont à l'origine de l'endommagement en fatigue du fer sont également très influencés par la présence d'impuretés (C, N, Si).

Suresh [3] (rapportant un résultat de Mughrabi [7]) indique qu'un faible ajout de carbone dans le fer pur (30 ppm en poids) suscite un comportement proche de celui d'un matériau CFC. Les bandes de glissement sont analogues à des BGP. Il souligne en outre qu'aucune BGP n'a pu être mise en évidence dans le fer pur.

Cependant, Pohl et al. [4] constatent la formation de bandes de glissement persistantes à la surface et à l'intérieur de grains d'un acier polycristallin à bas carbone. De même, Vasek et Polak [5] identifient des BGP dans du fer armco contenant 0,008 wt% de carbone.

Mayr et Macherauch [6] ont étudié l'amorçage de la fissuration par fatigue de plusieurs aciers aux taux de carbone différents. La densité des fissures intergranulaires prédomine à fort niveau de sollicitation tandis que la densité des fissures transgranulaires s'accroît lorsque la contrainte appliquée diminue.

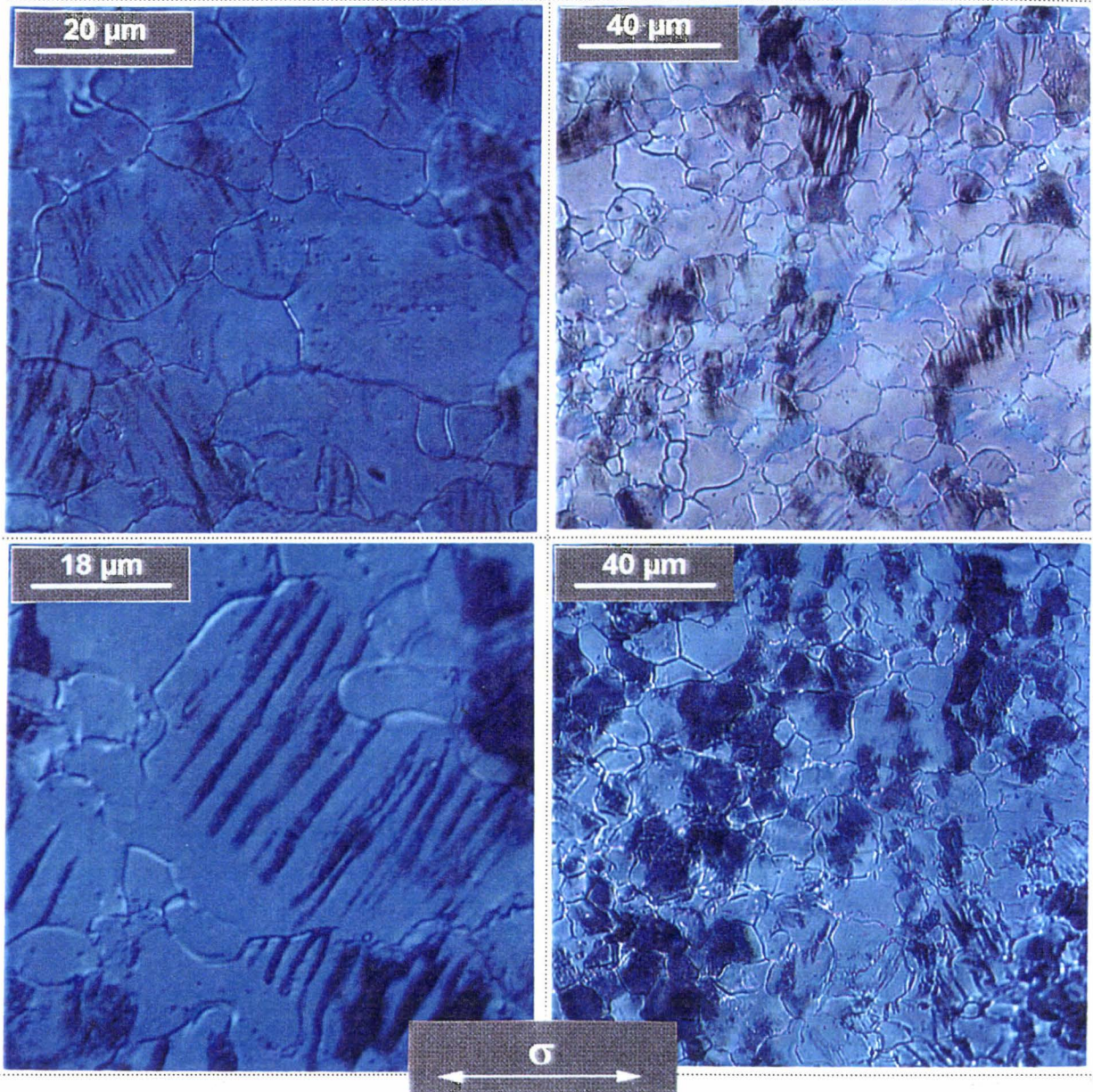
Polak et al. [8] déterminent les mécanismes qui conduisent à la rupture en fatigue d'un acier à bas carbone (< 0,01%). La déformation plastique présente une distribution très hétérogène parmi les grains et même au sein d'un grain favorablement orienté. Des bandes de glissement persistantes (BGP) sont observées dans plusieurs grains. Deux mécanismes d'amorçage de la fissuration sont relevés. Les fissures s'amorcent soit au sein des BGP, soit aux joints de grains. Cette fissuration intergranulaire se propage plus facilement et constitue en fait le principal mode d'amorçage.

La taille de grain est aussi un paramètre microstructural qui agit fortement sur les mécanismes d'amorçage de la fissuration en fatigue d'un acier ferritique [9]. Une petite taille de grain (19  $\mu\text{m}$ ) a pour conséquence un amorçage transgranulaire (BGP) alors que la fissuration s'amorce aux joints de grains pour une taille de grain plus importante (220  $\mu\text{m}$ ).

### 3.1.1.2. Endommagement en fatigue de la tôle E335D

Le suivi de l'endommagement en fatigue de la tôle non revêtue a été entrepris par le biais d'essais interrompus. Entre chaque période de sollicitation, la surface des éprouvettes est examinée en microscopie optique. Les éprouvettes sont préalablement polies afin de faciliter l'observation des mécanismes de surface mis en jeu lors du cyclage. Le polissage est de nature chimique pour éviter toute introduction de contraintes résiduelles. Ce polissage chimique s'obtient facilement par immersion de l'éprouvette, pendant 30 secondes à température ambiante, dans un mélange de peroxyde d'hydrogène et d'acide fluorhydrique ( $H_2O_2$  95%, HF 5%). Chaque période de sollicitation équivaut à peu près à 10 % de la durée de vie estimée. L'ambition de ces essais n'est pas de réaliser une étude exhaustive permettant de quantifier les mécanismes d'endommagement par fatigue de la tôle E335D. Il s'agit davantage d'identifier les modes d'amorçage de la fissuration et de souligner qualitativement l'influence du niveau de chargement. Ces objectifs ont été atteints en sollicitant en flexion alternée trois éprouvettes à 320 MPa, 300 MPa et 280 MPa. D'après les résultats du chapitre 2, ces chargements se situent respectivement à environ 16 %, 9 % et 2 % au-dessus de la limite en fatigue à  $10^6$  cycles de la tôle.

Le plus haut niveau de contrainte offrait un temps d'essai suffisamment court pour considérer cette éprouvette comme référence dans l'identification des endommagements de surface. Dans ce cas, à 10 % de la durée de vie, on peut discerner quelques grains présentant des bandes de déformation localisée (figure 3.1a). Ces bandes de déformation sont identiques à celles observées par Rolim Lopes et Charlier [9] sur un acier ferritique à petite taille de grain. N'ayant pas observé la structure de dislocation en microscopie à transmission, nous ne sommes pas en mesure d'associer sans ambiguïté ces bandes à des BGP. Ce phénomène demeure marginal à ce stade de la durée de vie. L'accumulation des cycles provoque une généralisation de cet endommagement (figure 3.1b). Au sein même d'un grain, le développement de la déformation irréversible se traduit par une densification et un épaississement des bandes de déformation (figure 3.1c). Vers la moitié de la durée de vie, une grande majorité des grains en surface de la tôle est concernée par cet endommagement (figure 3.1d). Pour un niveau de sollicitation plus faible, on observe une diminution de la densité de grains qui manifestent les signes d'une déformation irréversible. Ce résultat est conforme aux observations de Guiu et al. [2].



**figure (3.1)** : Endommagement par fatigue observé en surface de la tôle non revêtue sollicitée en flexion alternée à  $\pm 320$  MPa.

*Fatigue damage observed on the surface of the steel tested in bending at  $\pm 320$  MPa.*

Une fissure impliquant plusieurs grains est détectée vers 80 % de la durée de vie de l'éprouvette. Cette fissure révèle un caractère transgranulaire et intergranulaire (figure 3.2a). L'amorçage n'a pas pu être décelé sur cette éprouvette. Nous avons pu cependant isoler une fissure intragranulaire sur une autre

éprouvette. Il apparaît distinctement sur la figure (3.2b) qu'une fissure est consécutive à la formation des bandes de déformations localisées. D'autres fissures ne dépassant pas la taille de grain sont détectées aux joints de grains (figure 3.2c). Nous ne pouvons pas affirmer avec certitude le mode d'amorçage principal.

Ces mécanismes d'endommagement aboutissent à la constitution d'une fissuration en surface localisée principalement dans la région centrale de l'éprouvette, c'est-à-dire la plus sollicitée. Les fissures sont alors orientées perpendiculairement à l'axe de chargement.

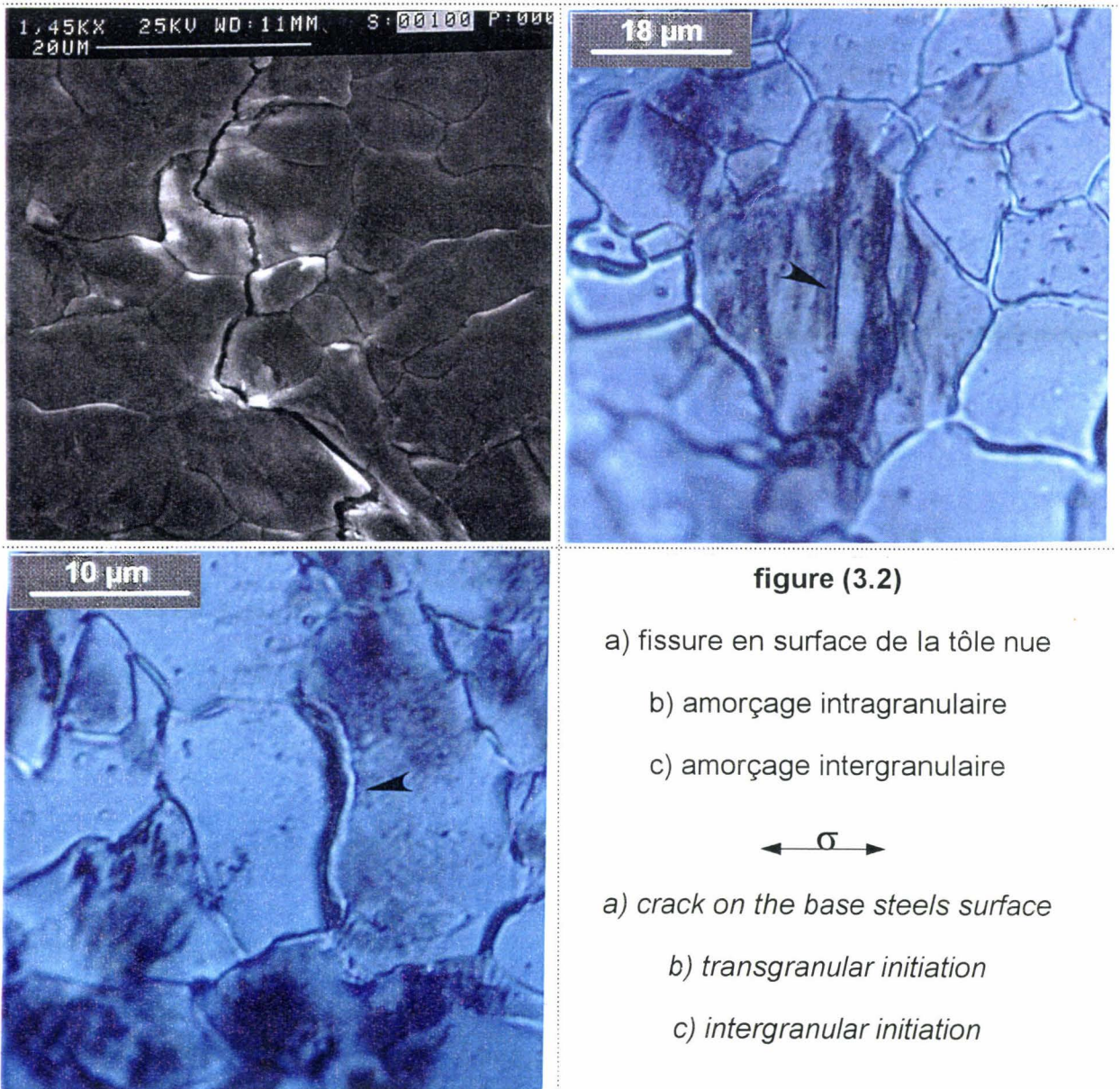


figure (3.2)

- a) fissure en surface de la tôle nue
- b) amorçage intragranulaire
- c) amorçage intergranulaire

- a) crack on the base steels surface
- b) transgranular initiation
- c) intergranular initiation

Afin de mieux appréhender l'évolution de l'endommagement de la tôle non revêtue, une quantification de la fissuration de surface a été effectuée après rupture sur les éprouvettes sollicitées 16 % et 9 % au-dessus de la limite de fatigue à  $10^6$  cycles. Après enrobage de la partie utile de l'éprouvette, un polissage mécanique superficiel permet de réaliser le décompte des fissures de surface.

Le critère de caractérisation s'inspire de l'approche retenue par Magnin [1] pour suivre l'évolution en surface de la fissuration du fer sollicité en fatigue oligocyclique. La fissuration est caractérisée au moyen des longueurs de fissures  $L$  en surface. L'endommagement se décompose en quatre stades :

fissures de type I	$L < 50 \mu\text{m}$ (i.e 1 grain)
fissures de type II	$50 < L < 150 \mu\text{m}$
fissures de type III	$150 < L < 500 \mu\text{m}$
fissures de type IV	profondeur $> 50 \mu\text{m}$

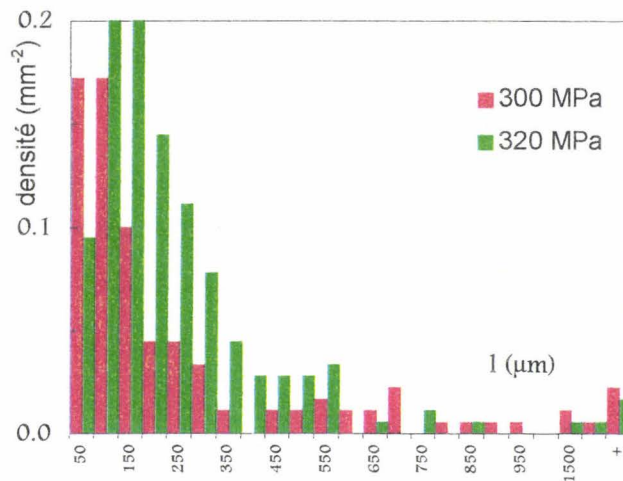
Cette démarche contribue à mettre en évidence la progression de l'endommagement qui aboutit à la rupture.

Nous nous sommes donc inspiré de cette démarche pour caractériser la fissuration en surface de la tôle. L'endommagement est défini par des populations regroupant les fissures de longueur équivalente. Chacune intègre un intervalle de longueur de  $50 \mu\text{m}$ . La distribution de ces populations est proposée sur la figure (3.3) pour les deux éprouvettes en terme de densité de fissures en surface. Les abscisses indiquées sur le graphique représentent la borne supérieure de chaque intervalle de longueur.

remarque : la fissuration est ici contenue dans une région étroite localisée au centre de l'éprouvette. Toutefois, les densités sont calculées en tenant compte d'une surface plus grande, équivalente à environ  $4 \text{ cm}^2$ . Ce choix s'avère nécessaire pour effectuer des comparaisons avec la fissuration du substrat galvanisé qui, comme indiqué plus tard (§ 3.1.2), touche une surface plus large que la région centrale de l'éprouvette.

Cette figure, conjuguée aux observations effectuées au cours de la durée de vie, permettent de retracer l'évolution de l'endommagement.

Les distributions se concentrent essentiellement autour des populations de fissures de plus courte longueur. Ce phénomène est plus marqué sur l'éprouvette la moins fortement sollicitée. Toutefois, les fissures dont la longueur est inférieure à  $600 \mu\text{m}$  sont moins nombreuses.



**figure (3.3) :** Distribution des fissures en surface de la tôle non revêtue rompue en flexion alternée

*Surface cracks distribution of the steel sheet fractured in fatigue bending*

Une contrainte élevée autorise l'activation du glissement même dans des grains dont le système de glissement principal n'est pas orienté très favorablement par rapport à l'axe de chargement. Si la contrainte est plus faible, le glissement n'est plus activé dans ces grains et le nombre de fissures engendrées par la sollicitation est inférieur.

Les fissures les plus longues sont issues de la coalescence ou de la propagation de fissures de plus petite taille. Lorsque une grande fissure atteint une longueur suffisante, les plus petites ne peuvent plus se propager [5]. Les populations de fissures de petites tailles sont donc les plus nombreuses. La coalescence de l'endommagement sera d'autant plus facile et rapide que la contrainte appliquée sera élevée.

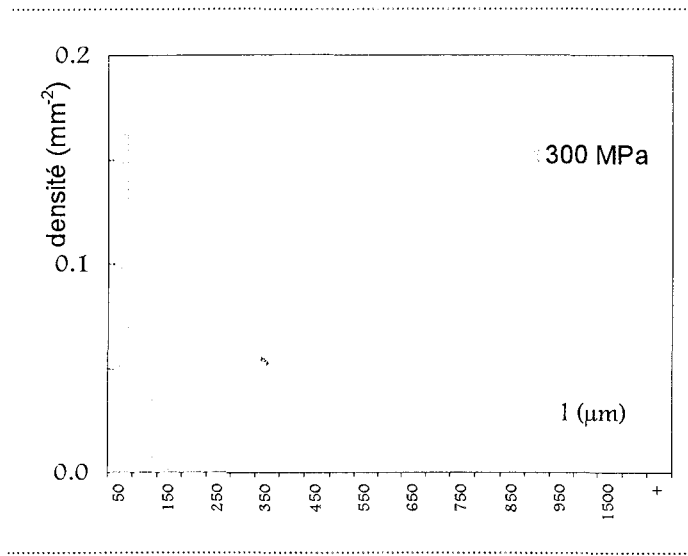
En ce qui concerne les fissures plus longues, les deux niveaux de chargement génèrent à peu près les mêmes densités. En fait, ces populations participent quasiment intégralement à la fissure responsable de la rupture.

Un examen de la fissuration après révélation de la microstructure de l'acier par attaque chimique au nital indique une propagation transgranulaire et intergranulaire.



Un travail similaire a été entrepris pour le chargement en traction compression. La distribution des populations de fissures relevées sur une éprouvette sollicitée à 300 MPa est reportée sur la figure (3.4).

Comme en flexion, les fissures de plus petites tailles sont les plus représentées. Cependant, on distingue clairement une divergence de comportement entre les deux modes de sollicitation puisqu'aucune fissure de longueur supérieure à 250  $\mu\text{m}$  n'a pu être détectée.



**figure (3.4)** : Distribution des fissures en surface de la tôle non revêtue sollicitée en traction compression.

*Surface crack's distribution of the base steel after tension compression.*

Contrairement à la flexion, ce chargement ne génère pas de gradient de contrainte dans l'épaisseur de l'éprouvette. La propagation en volume est plus facile. De ce fait, le nombre de cycles nécessaires pour rompre l'éprouvette est inférieur, ce qui laisse moins de temps pour obtenir de nombreuses petites fissures de type II. De plus, de nombreuses fissures émergent des bords anguleux de l'éprouvette. Cette observation permet d'attribuer l'amorçage de l'endommagement principalement aux effets de bord. Nous gardons tout de même ce résultat pour effectuer la comparaison avec la tôle revêtue.

### 3.1.2. Le substrat galvanisé

Contrairement à la tôle non revêtue, il n'a bien sûr pas été possible pour la tôle galvanisée de suivre l'évolution de l'endommagement en surface du substrat au cours de la durée de vie. De fait, nous focalisons notre attention directement sur les distributions des populations de fissures observées sur la surface du substrat après polissage du revêtement. Nous nous intéressons dans un premier temps à la flexion.

Avant d'entamer l'analyse quantitative, nous devons déjà souligner deux particularités importantes qui distinguent la fissuration en surface de la tôle galvanisée de celle de la tôle non revêtue :

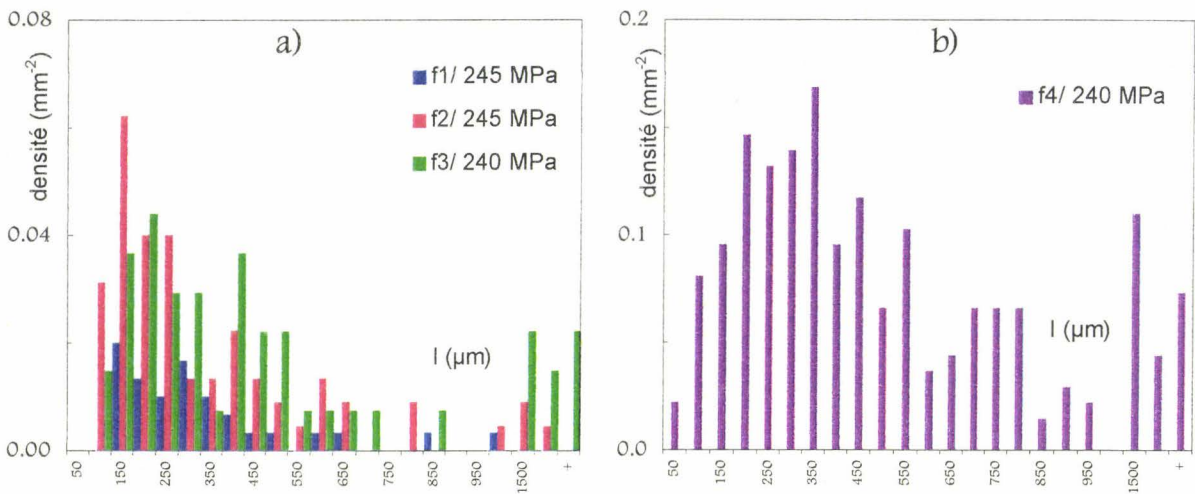
☛ D'une part, si les fissures décomptées sur la tôle nue sont regroupées globalement sur une surface réduite, ce n'est généralement pas le cas sur le substrat galvanisé. Cette différence est d'autant plus marquée que le niveau de contrainte appliqué est élevé.

☛ D'autre part, on relève très souvent des fissures d'une centaine de micromètres de long dont l'orientation n'est pas perpendiculaire à l'axe de chargement.

La figure (3.5) décrit les distributions des populations de fissures de quatre éprouvettes chacune revêtue d'une épaisseur de galvanisation différente (f1 à f4). Les niveaux de déformations imposés durant les essais de fatigue correspondent à un chargement du substrat à peu près équivalent pour les quatre éprouvettes.

Ces deux histogrammes révèlent indiscutablement **un endommagement en surface de la tôle galvanisée qui est différent de celui généré sur la tôle non revêtue**.

La population qui réunit les fissures dont la longueur est inférieure à 50  $\mu\text{m}$  est systématiquement absente du décompte pour les trois premiers revêtements (figure 3.5a). Pour le revêtement le plus épais (figure 3.5b), quelques fissures appartenant à cette population sont malgré tout décomptées mais en nombre restreint.



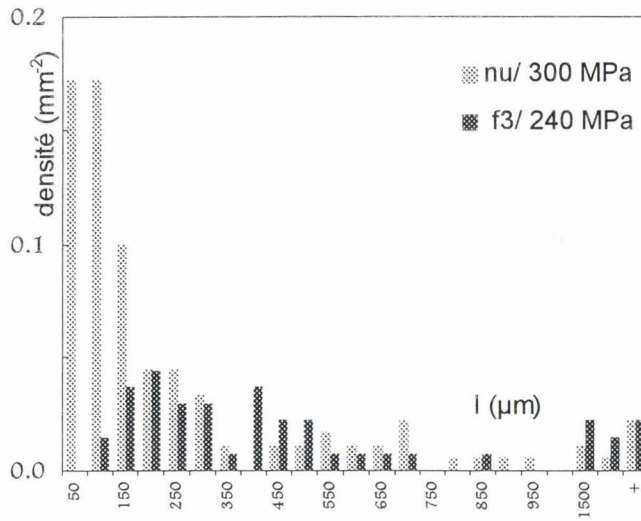
**figure (3.5) :** Distribution des populations de fissures en surface de la tôle de quatre éprouvettes galvanisées. Sollicitation jusqu'à rupture pour un chargement équivalent en surface du substrat.

*Cracks population distribution on the substrate surface in four galvanised specimens. Fracture for the same stress level at the surface substrate.*

La fissuration est abondante bien que les niveaux de chargement se situent en dessous de la limite d'endurance du substrat non revêtu. La sollicitation, presque équivalente au regard du substrat pour les quatre éprouvettes, engendre une fissuration d'autant plus dense que le revêtement de galvanisation est épais.

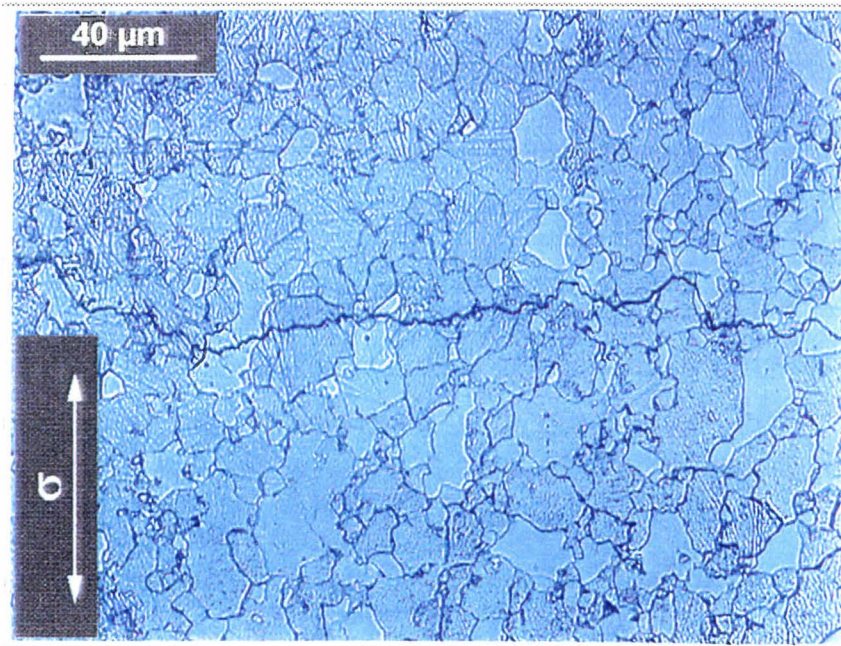
Pour affiner la comparaison entre la tôle nue et la tôle revêtue, la surface de ces deux produits a été examinée après une sollicitation en fatigue jusqu'à rupture, à un niveau de contrainte 10% supérieur à leur limite de fatigue respective. Les deux éprouvettes ont présenté une durée de vie équivalente. Les deux distributions de populations sont superposées sur la figure (3.6).

La distribution des populations de fissures dont la longueur est inférieure à 150  $\mu\text{m}$  est clairement modifiée par la présence du revêtement. Ces fissures peuvent être assimilées aux fissures de type I et de type II définies par Magnin. En revanche, les fissures de longueur plus importante ont été dénombrées à l'identique. Sur la tôle nue, cette population correspondent à la phase de propagation de l'endommagement. Mais, contrairement à ce qui a été dit pour la tôle non revêtue, plusieurs fissures de taille supérieure au millimètre ne contribuent pas à la fissure critique ayant amené la rupture.



**figure (3.6)** : Distribution des fissures en surface de la tôle. Comparaison entre tôle nue et tôle galvanisée pour un chargement 10% supérieur à leur limite de fatigue. (flexion)

*Steel surface crack's distribution. Comparison between base metal and galvanised steel for a stress 10% above their fatigue limite. (bending)*



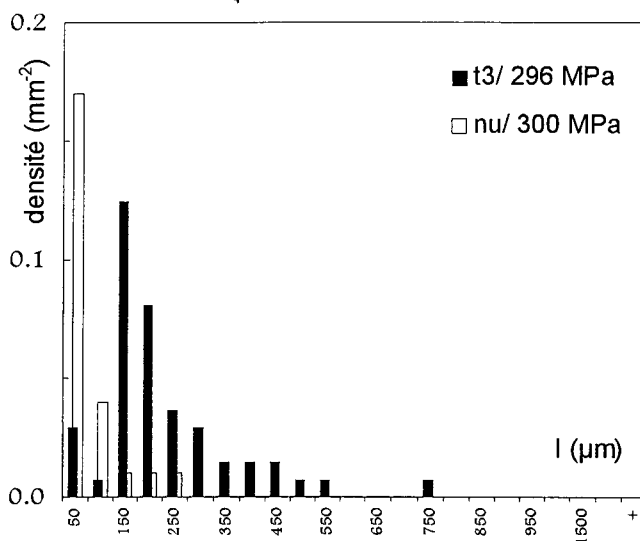
**figure (3.7)**

Fissure transgranulaire en surface de tôle galvanisée.

*Transgranular crack on the galvanised steel surface.*

Soulignons le caractère systématiquement transgranulaire de la propagation des fissures en surface du substrat galvanisé comme le montre la figure (3.7). Ce comportement se démarque encore de celui repéré sur la tôle nue.

L'examen de la fissuration en surface du substrat galvanisé a concerné également le chargement en traction compression. Dans la plupart des cas, les densités de fissures relevées n'étaient pas assez importantes pour construire un histogramme des distributions. Cette démarche n'a pu s'appliquer qu'à une éprouvette revêtue de 115 microns et sollicitée à 300 MPa. La figure (3.8) reporte les distributions des populations et effectue une comparaison avec la situation observée sur une éprouvette non revêtue soumise au même chargement. On observe bien un comportement identique à celui décrit en flexion pour les fissures de petites tailles.



**figure (3.8) :** Distribution des fissures en surface de la tôle. Comparaison entre la tôle nue et la tôle galvanisée soumise au même chargement. (traction compression)

*Surface cracks distribution on the steel.  
Comparison between base metal and  
galvanised steel at the same stress level.*

### 3.1.3. Fatigue, interfaces et revêtements

L'amorçage et la propagation de fissures de fatigue dans les matériaux revêtus n'ont fait l'objet que de peu d'études fondamentales publiées dans la littérature. Dans le cas d'un matériau revêtu, la surface du substrat se confond avec l'interface. Or, l'amorçage de l'endommagement en fatigue est généralement très sensible aux états de surface. L'étude de la propagation d'une fissure de fatigue vers une interface s'avère donc intéressant pour simuler le comportement dans un matériau revêtu.

Suresh et al. [10] ont déterminé l'effet des duretés des matériaux sur le comportement en fatigue d'une fissure se propageant en stade II vers une interface. Ils ont élaboré un matériau sandwich en joignant deux plaques d'acier, l'une ferritique, l'autre austénitique. Les deux aciers présentent des modules d'Young pratiquement identiques mais des duretés différentes. Une entaille permet de propager en fatigue (à  $\Delta K$  constant) une fissure, perpendiculairement à l'interface. La vitesse de propagation de la fissure est fortement influencée par le sens de propagation. La fissure de fatigue traverse l'interface et pénètre la ferrite lorsqu'elle est issue de l'austénite (plus dure). A l'inverse, la fissure est déviée de sa trajectoire lorsqu'elle progresse de la ferrite vers l'austénite. Suresh et al proposent alors plusieurs arguments mécaniques pour expliquer l'arrêt de la fissure :

- ✓ le glissement cyclique dans la zone plastique (propagation en stade II) est entravé par le matériau le plus dur en pointe de fissure.
- ✓ l'ouverture de la fissure est réduite par la contrainte imposée par le matériau dur en pointe de fissure.
- ✓ un calcul par élément finis a démontré que la zone plastique en pointe de fissure est diminuée de façon significative par la présence de l'interface.

Tanaka et Hori [11] expérimentent en fatigue des composites Cu/Fe et mettent en relief l'effet des caractéristiques élastiques sur le comportement d'une fissure de fatigue. Lorsque la fissure se propage du cuivre (bas module) vers le fer (haut module), la propagation est ralentie au voisinage de l'interface. La vitesse de propagation augmente ensuite de façon significative, une fois l'interface franchie.

Shaw et al. [12] étudient le comportement en fatigue d'un composite multicouche Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, en propageant une fissure de la céramique vers le métal. Lorsque la fissure atteint l'interface, deux trajectoires sont envisageables. Soit la fissure se propage en mode I dans le métal, soit elle est déviée, occasionnant une décohésion. Ce comportement se distingue de celui décrit en chargement monotone. Les auteurs démontrent que la trajectoire est déterminée notamment par la vitesse de propagation  $da/dN$  et l'énergie en pointe de fissure. Expérimentalement, la fissure choisit de suivre l'interface pour un chargement en fatigue. Des striations de fatigue sont alors observées en surface du métal.

Les travaux spécifiquement dédiés aux matériaux revêtus mettent en relief l'influence de la fragilité des dépôts sur le comportement en fatigue du substrat.

Gallerneau et al. [13] étudient l'endommagement en fatigue d'un superalliage monocristallin revêtu d'un dépôt de « chromaluminure » de 25  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. La tenue en fatigue du matériau est régie par la température de transition ductile/fragile du revêtement. Lorsque la sollicitation est appliquée à une température supérieure au seuil de ductilité, le revêtement protège le substrat de la corrosion et améliore ainsi la tenue en fatigue. L'amorçage de l'endommagement est observé dans le superalliage. A une température inférieure à ce seuil, le revêtement est fragile. La tenue en fatigue est alors altérée. Le revêtement génère des microfissures dans l'alliage de base qui conduisent à une fissure macroscopique responsable de la rupture précoce.

Totemeier et King [14] obtiennent des résultats similaires avec un dépôt d'aluminiure d'une épaisseur supérieure à 30  $\mu\text{m}$ .

Pernaud et al. [15] s'intéressent à l'effet de revêtements de SiC et de NiTi de très faibles épaisseurs (< 2  $\mu\text{m}$ ) sur la tenue en fatigue d'alliages métalliques (316L et TA6V). Pour les niveaux de chargement testés, le revêtement de NiTi est sollicité dans son domaine élastique. La tenue en fatigue est alors améliorée car la plasticité cyclique en surface du substrat est modifiée par le revêtement. En revanche, le film SiC de plus forte épaisseur fissure rapidement. La tenue en fatigue est dans ce cas inchangée. L'effet du revêtement est régie par les propriétés mécaniques du film (module d'Young, ductilité) et les conditions de chargement.

Un revêtement de forte épaisseur est cependant étudié par Suresh et al. [16]. Une fissure d'un revêtement de chrome (430  $\mu\text{m}$ ) se propage dans le substrat (acier)

sous l'effet d'un chargement cyclique en flexion rotative (la fissure du revêtement génère une décohésion de l'interface; l'amorçage dans le substrat se manifeste à un endroit différent mais voisin). La tenue en fatigue est toutefois améliorée de 25% en présence du revêtement. Le dépôt d'une couche molle de Ni-Al (50  $\mu\text{m}$ ) perturbe le cheminement de la fissure. Dans ce cas, le substrat n'est plus concerné par la fissure de fatigue. Celle-ci est déviée de l'interface voire stoppée. Le gain en fatigue atteint alors 40%.

### 3.1.4. Conclusion

Un dépôt, même de très faible épaisseur, peut donc être à l'origine de fissures dans le substrat, d'une part, s'il fissure avant (ou pendant) le chargement, et, d'autre part, si les paramètres du système (matériaux et sollicitation) autorisent la propagation.

Les fissures de type I et de type II sont absentes en surface du substrat galvanisé. Ces fissures traduisent les mécanismes d'amorçage typiques de l'endommagement par fatigue du fer  $\alpha$ . Ces résultats nous démontrent ainsi que **l'amorçage de l'endommagement est différent entre la tôle non revêtue et la tôle galvanisée**. En revanche, les densités de fissures qui correspondent typiquement à la phase de propagation sont quantitativement équivalentes dans les deux configurations de surface. Mais, la répartition de ces fissures sur les surfaces n'est pas similaire.

Le revêtement de galvanisation semble donc responsable de la fissuration qui amène la rupture. Nous devons donc désormais nous intéresser à l'endommagement au sein même du revêtement.



## 3.2. LE REVETEMENT DE GALVANISATION

Les caractéristiques de certains composés du revêtement de galvanisation sont susceptibles de provoquer l'amorçage de fissures :

- ✗ un composé intermétallique delta fragile et très fissuré.
- ✗ une couche de zinc éta qui accommode très peu la déformation et qui manifeste un caractère fragile.

Cependant, d'après la bibliographie, le rapport des modules d'Young ne semble pourtant pas correspondre au cas le plus favorable pour qu'une fissure du revêtement se propage dans le substrat.

L'observation sur un chant poli d'une éprouvette de flexion sollicitée en fatigue jusqu'à rupture révèle de nombreuses fissures. Certaines impliquent à la fois le revêtement et le substrat (figure 3.9). Aucun décalage n'est constaté entre la fissure du revêtement et celle du substrat.

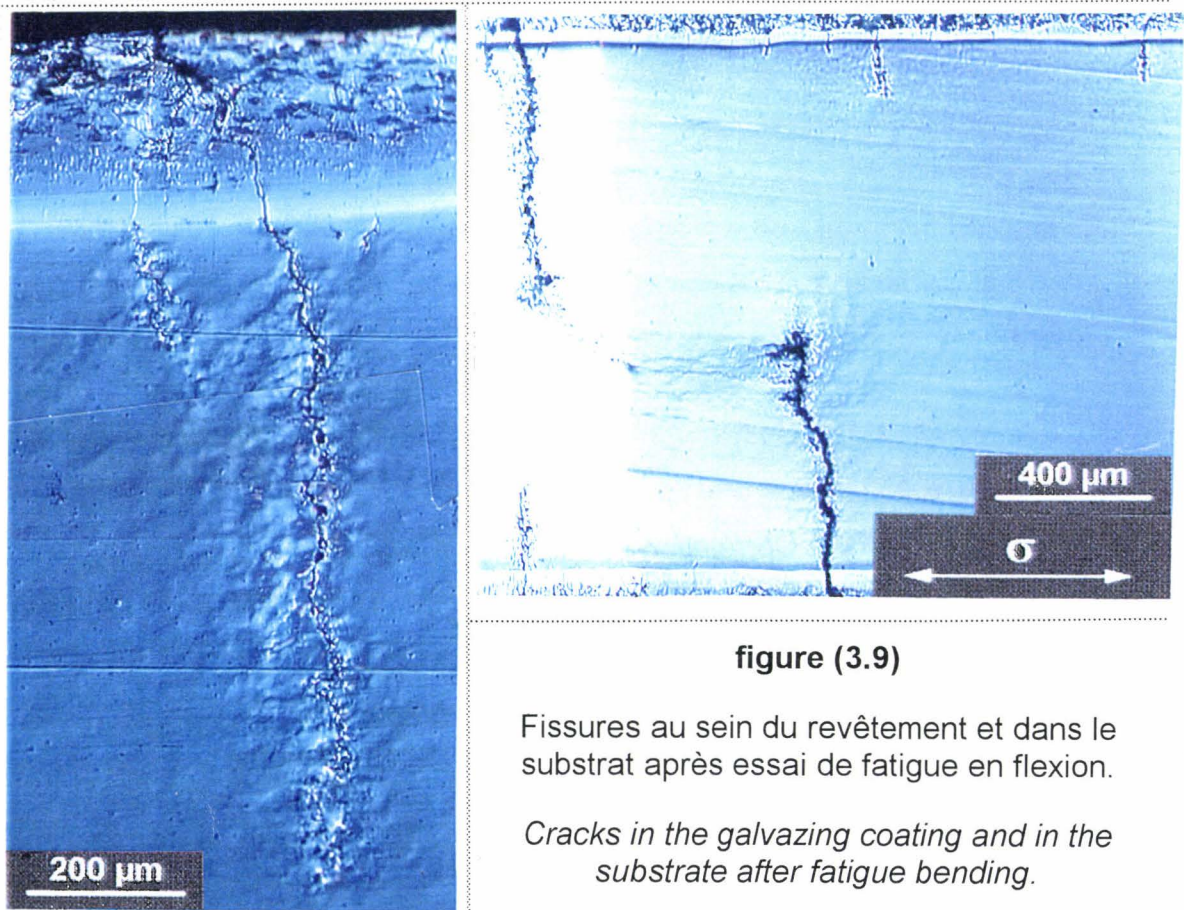
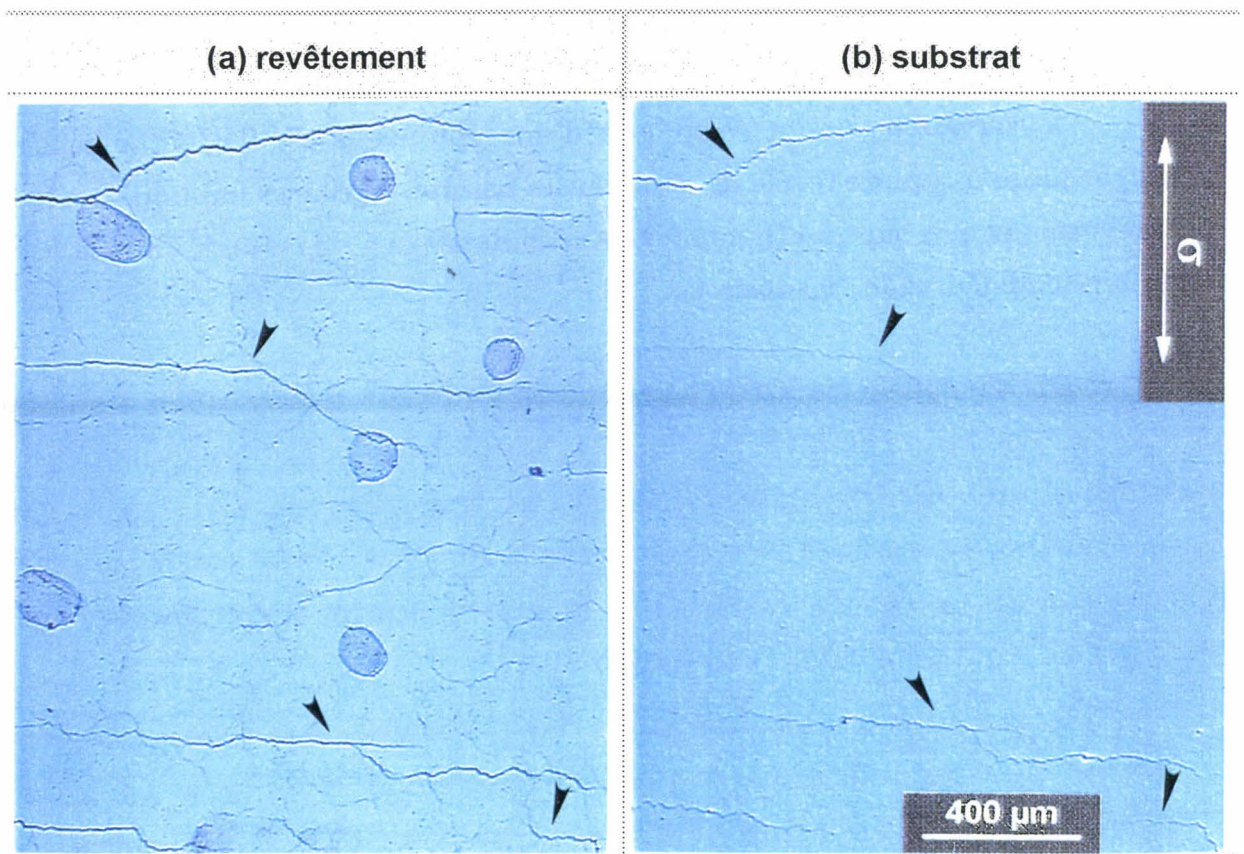


figure (3.9)

Fissures au sein du revêtement et dans le substrat après essai de fatigue en flexion.

*Cracks in the galvazing coating and in the substrate after fatigue bending.*

Cette observation se vérifie pour toutes les fissures observées en surface du substrat. Une éprouvette galvanisée sollicitée en fatigue a subi un polissage successif de son revêtement de la surface jusqu'au substrat. Les deux micrographies optiques de la figure (3.10) représentent une même région de l'éprouvette, (a) soit au sein du revêtement, (b) soit à la surface du substrat, après polissage du revêtement. Il apparaît clairement que les fissures du revêtement se retrouvent dans la tôle.



**figure (3.10)** : Corrélation entre (a) les fissures du revêtement de galvanisation et (b) l'endommagement en surface du substrat après polissage du revêtement.

*Correlation between (a) galvanizing coating cracks and (b) damage on the substrate surface after polishing of the coating.*

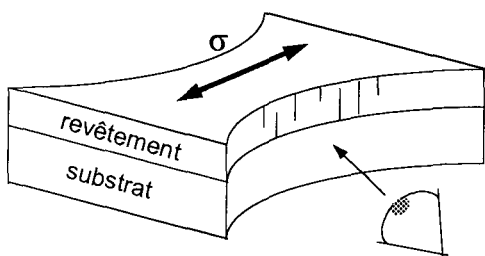
L'endommagement du substrat est provoqué par la présence de la fissuration du revêtement.

Cependant, nous devons répondre à la question suivante : comment et pourquoi une fissure du revêtement pénètre le substrat ?

### 3.2.1. Détermination de l'endommagement

Bien que les mécanismes d'amorçage n'aient pas encore été clairement définis dans la littérature, l'origine de la fissuration du revêtement est systématiquement attribuée à la phase fragile delta [17-19].

Pour vérifier cette hypothèse, l'endommagement du revêtement a été suivi au



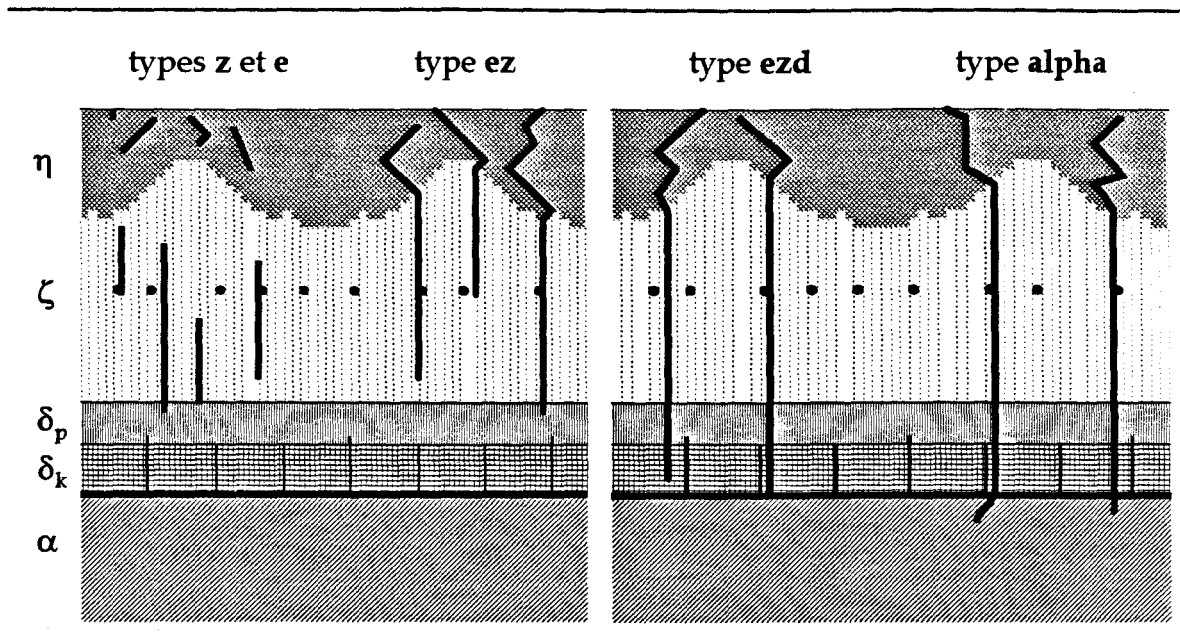
cours de la durée de vie des éprouvettes.

Nous avons pour cela poli les chants des éprouvettes et observé le revêtement en interrompant régulièrement les essais de fatigue.

Avant d'entamer ces essais interrompus, un critère d'observation a dû être établi. Le réseau de fissures localisé dans la phase delta avant l'application d'une sollicitation extérieure ne peut se détecter qu'après une attaque au nital (1.2). En fait, les informations auxquelles a accès l'expérimentateur dépend fortement de la surface qui est observée. Ceci est d'autant plus vrai pour le revêtement de galvanisation qu'il est particulièrement sensible aux attaques chimiques.

Nous cherchons à suivre une fissure dont l'amorçage et la propagation sont engendrés par une sollicitation extérieure. L'ouverture d'une telle fissure se démarque nettement des fissures initialement présentes dans le revêtement. La détection de ces fissures n'est pas subordonnée à une attaque quelle qu'elle soit. Pour cette raison, la caractérisation de la fissuration transverse s'effectue en observant une surface polie (jusqu'à une granulométrie de  $1 \mu\text{m}$ ) et non attaquée.

Les essais interrompus ont concerné les quatre revêtements sollicités en flexion et décrits au chapitre 2. Pour chaque éprouvette, une interruption intervient en début d'essai à peu près tous les mille cycles. Ensuite, les observations sont effectuées après une période de sollicitation qui équivaut approximativement à 10% de la durée de vie estimée.



**figure (3.11)** : Représentation schématique du revêtement de galvanisation au cours d'un chargement cyclique. Caractérisation de l'endommagement du revêtement en cinq populations de fissures.

*Schematic representation of the galvanizing coating while a cyclic loading. Characterization of the coating damage in five crack populations.*

Cette démarche nous a permis de définir l'endommagement du revêtement en distinguant cinq populations de fissures. Le critère de sélection repose sur la localisation de ces fissures au sein du revêtement, et plus précisément par rapport aux différentes phases qui le constituent. La figure (3.11) propose une description schématique du revêtement et de ces cinq populations de fissures.

La figure (3.11) reflète l'ordre chronologique d'apparition de ces populations. Elle exprime le cheminement qui aboutit à la formation de fissures dans le revêtement et le substrat. Une fissure qui pénètre le substrat est donc l'aboutissement de quatre étapes successives.

①/② Les fissures du revêtement qui se propagent dans le substrat ont leur origine soit dans la phase zêta, soit dans la couche de zinc éta. Dans le premier cas, la fissure de type z a le choix, pour se propager, entre la phase delta et le zinc éta. L'expérience montre que ces fissures se propagent vers la surface du revêtement, dans le zinc éta. Dans le second cas, une fissuration, de type e, s'amorce dans le zinc éta et pénètre la phase zêta. La tenue en fatigue de la phase éta justifie ces deux comportements (§ 3.2.2.2).

- ③ A ce stade de l'endommagement, le revêtement présente des fissures de type z et e, et des fissures de type ez. La dernière étape attribuée uniquement au revêtement est la propagation de ces fissures ez à travers la couche delta pour constituer une fissuration de type ezd. L'ensemble des composés du revêtement sont alors impliqués.
- ④ Enfin, les fissures pénètrent la tôle. Ce mécanisme se produit sous certaines conditions. Une fissure du revêtement se propage dans le substrat si elle traverse le revêtement dans la totalité de son épaisseur. Dans la majorité des cas, les fissures propageantes dans le substrat sont des fissures débouchantes à la surface du revêtement (on ne distingue plus ce caractère si la surface examinée est polie a posteriori). Cependant, ce n'est pas toujours le cas pour un revêtement de forte épaisseur pour lequel les composés intermétalliques constituent à eux seuls une couche d'environ 45  $\mu\text{m}$ . Dans cette configuration de galvanisation, les plus hauts niveaux de sollicitation autorise la pénétration dans le substrat de nombreuses fissures qui traversent uniquement les phases zêta et delta.

Certaines fissures du réseau de la phase delta peuvent s'ouvrir sous l'action du chargement extérieur. Cependant, ce phénomène n'est pas considéré car il ne participe pas à la formation de la fissure qui pénètre le substrat. Nous justifions ce choix ultérieurement (§ 3.2.2.3).

### 3.2.2. Amorçage dans les phases du revêtement

Ce paragraphe précise les mécanismes qui conduisent à la création d'une fissure dans l'épaisseur du revêtement selon le schéma de la figure (3.11).

#### 3.2.2.1. Phase zêta

L'amorçage de cette phase est d'ordre morphologique (figure 3.12). Tout d'abord, les nombreuses porosités présentes sont des sites privilégiés d'amorçage de fissures. Ensuite, la structure collonnaire orientée perpendiculairement à l'axe de chargement est propice à la fissuration. La combinaison de ces deux caractéristiques explique que la fissure de type ezd débute en partie dans cette couche. La fissuration s'effectue par décohésion aux joints de grains ou à l'interface des cristaux de composé intermétallique et du zinc éta. La structure des grains oriente les fissures dans une direction favorable à la propagation dans le substrat.

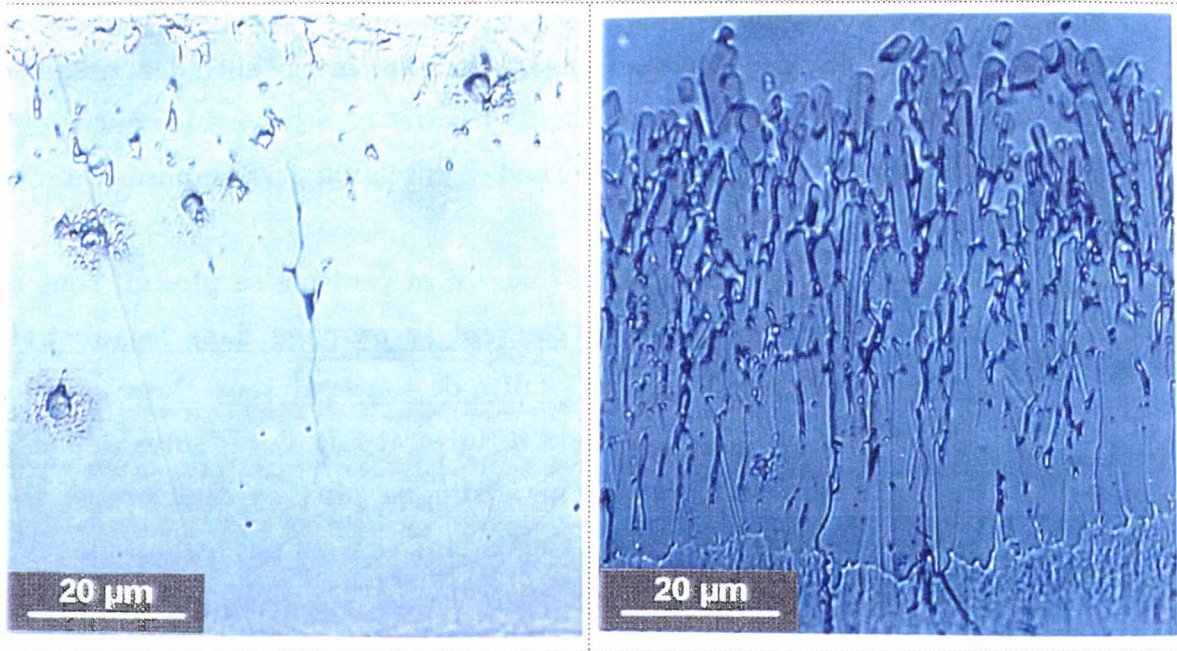


figure (3.12)

Amorçage des fissures dans la phase zêta

a) porosités b) structure collonnaire c) décohésion zêta/zinc

*Crack initiation in zeta phase*

*a) porosities b) collonar structure c) zeta/zinc decohesion*

### 3.2.2.2. Phase éta

La fissuration au sein du zinc éta est plus complexe. Le comportement de cette couche est conditionné par les propriétés de plasticité liées à la structure cristallographique (HC) du zinc.

Ainsi, l'amorçage de la fissuration du zinc éta relève de contribution de natures différentes :

#### amorçage lié au processus de fatigue

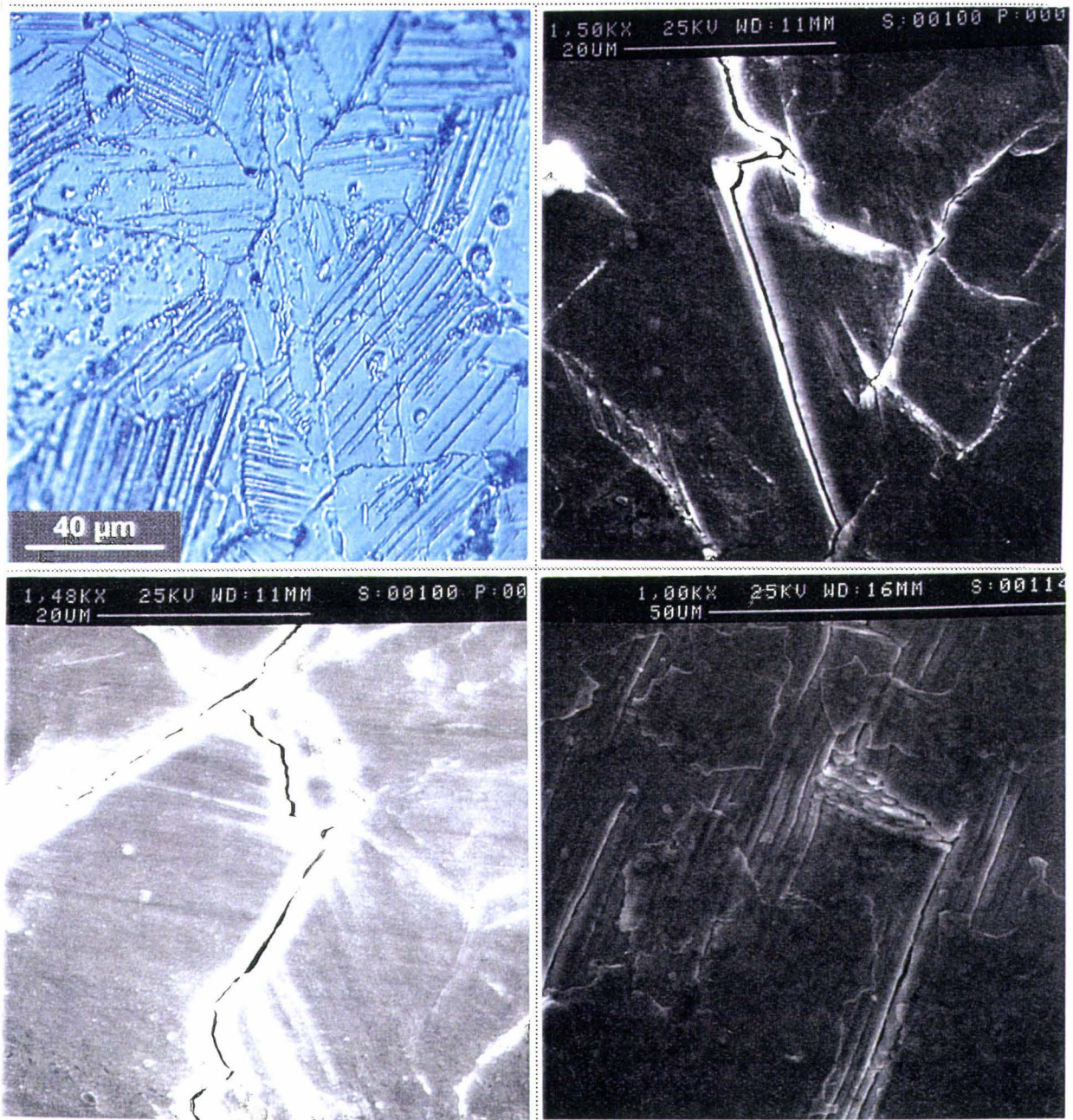
- ✓ Des lignes de glissement sont observées à la surface et dans l'épaisseur de la couche de zinc (figure 3.13a). Cette plasticité à l'échelle du grain occasionne une fissuration intragranulaire (fig 3.13b) ou intergranulaire (fig 3.13c) par effet d'incompatibilité de déformation aux joints de grain.
- ✓ Des monts et vallées sont mis en évidence en surface du revêtement. Ces irrégularités de surface consécutives à la sollicitation cyclique sont une source de fissuration (figure 3.13d).

#### amorçage lié à la cristallographie

- ✓ Le faciès de plusieurs fissures présente un caractère cristallographique dans la couche éta. Ce phénomène traduit une fissuration par clivage (figure 3.14a).
- ✓ La sollicitation cyclique provoque le maclage du zinc. Les macles de fatigue constituent des sites d'amorçage de fissures. La fissuration se manifeste à travers les macles ou à l'interface avec le zinc (figure 3.14b).

#### amorçage lié à la morphologie

- ✓ De nombreuses structures de solidification ont été observées dans le zinc. Ces structures peuvent être à l'origine de l'amorçage d'une fissure.
- ✓ Les défauts en surface du revêtement (porosités, cellules) contribuent à l'amorçage de fissures (figure 3.15).
- ✓ La structure collonnaire de la phase zêta est favorable à la propagation des fissures de type z dans éta.



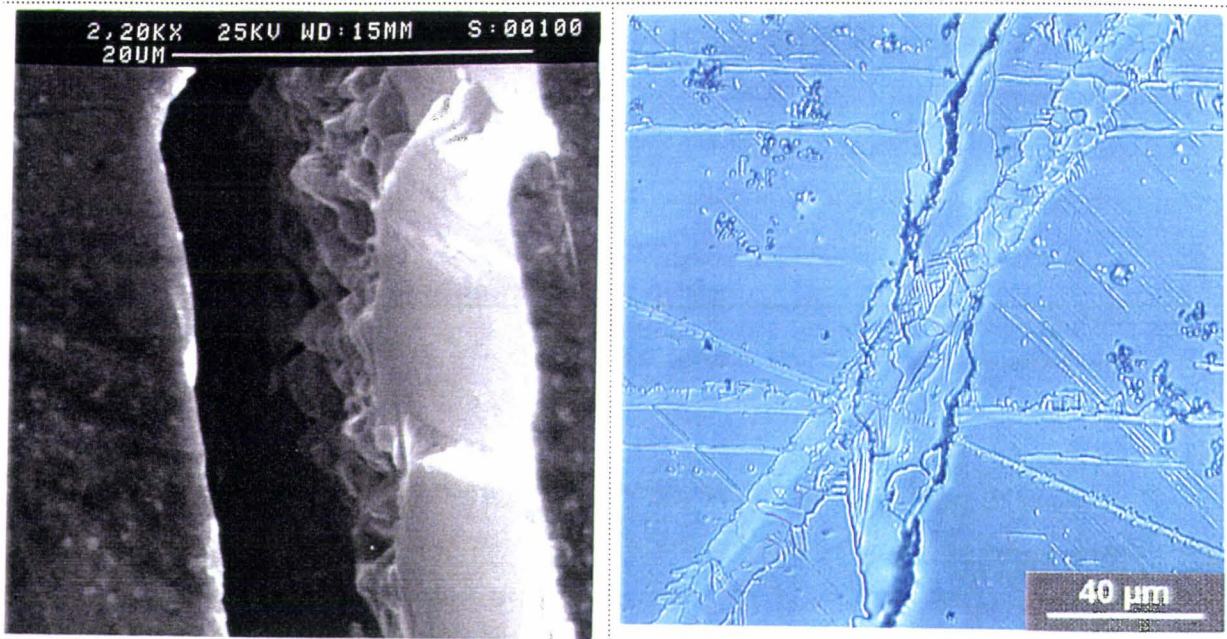
**figure (3.13) :** Amorçage des fissures dans le zinc éta - mécanismes de fatigue.

- a) lignes de glissement
- b) fissure intragranulaire
- c) fissure intergranulaire
- d) monts et vallées en surface du revêtement.

*Crack initiation in the eta zinc - fatigue mechanisms.*

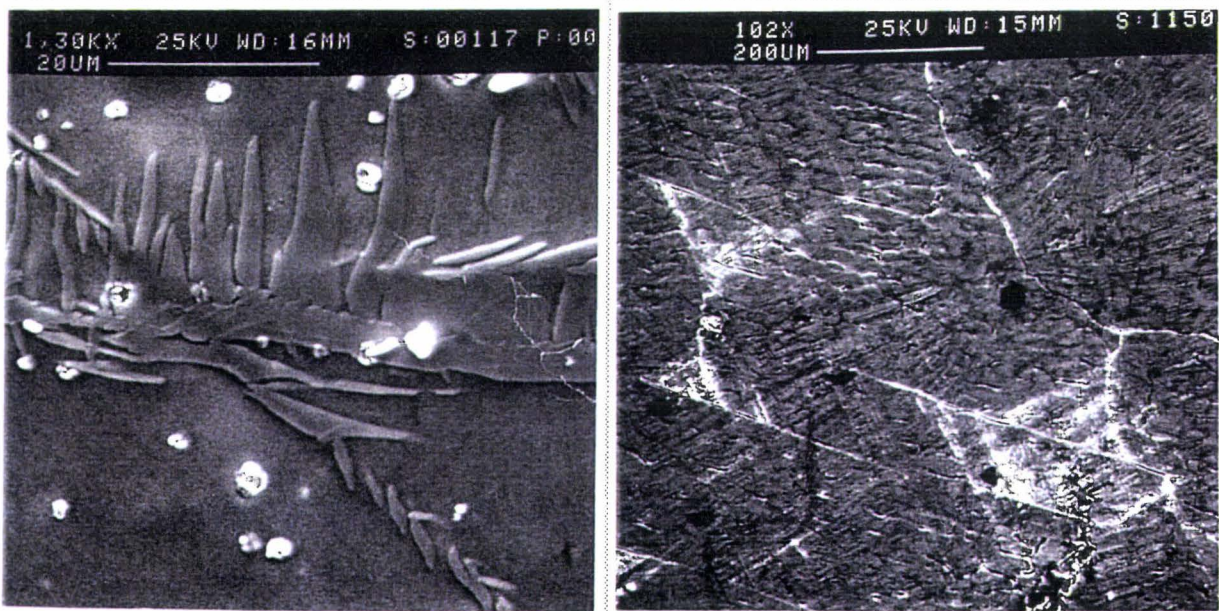
- a) slip lines
- b) transgranular crack
- c) intergranular crack
- d) hills and valleys at the coating surface.





**figure (3.14)** : Amorçage des fissures dans le zinc éta lié à la **crystallographie**  
a) fissuration par clivage b) fissures au sein de macles de fatigue.

*Crack initiation in the eta zinc - crystallographical mechanisms.  
a) cleavage crack b) cracks in fatigue twinning.*



**figure (3.15)** : Amorçage des fissures dans le zinc éta lié à la **morphologie**  
a) structures de solidification b) relief de surface (porosités, cellules).

*Crack initiation in the eta zinc - morphological mechanisms.  
a) solidification structures b) surface relief (porosities, cells).*

Aucun support bibliographique relatif au zinc ne peut illustrer notre propos. La tenue en fatigue de ce matériau est peu connue. Cependant, quelques travaux ont concerné des métaux de même structure cristallographique. Tan et Gu [20] ont étudié l'amorçage des fissures de fatigue dans le titane pur. Ils mettent en évidence trois modes d'amorçage principaux : amorçage au niveau d'extrusions engendrées par des bandes de glissement, amorçage intergranulaire suite aux incompatibilités de déformation par glissement aux joints de grains et amorçage à l'interface de macles de fatigue.

On peut tout de même noter que le glissement, le maclage et le clivage ont été observés sur un revêtement de galvanisation en continu sollicité en traction monotone. Schedin et al. [21] ont en effet pu détecter trois mécanismes de fissuration en surface du revêtement : de la fissuration intergranulaire, du clivage intragranulaire et de la fissuration ductile. Mei et Morris [22] corrélaient ces endommagements avec les différentes orientations cristallographiques que présente le zinc du fait du fleurage. Le principal mécanisme d'accommodation est le glissement basal. Seulement, lorsque les conditions d'activation du glissement sont plus difficiles, l'accommodation de la déformation s'effectue soit par clivage si le plan basal est perpendiculaire à l'axe de traction, soit par maclage si le plan basal est parallèle à l'axe de traction.

La déformation plastique du zinc en chargement monotone est également très sensible aux conditions de sollicitation telles que la température, la vitesse de déformation, la taille de grain ou le degré de pureté du métal [23].

Ces mécanismes sont directement reliés à l'orientation cristallographique du matériau. Effectivement, l'activation des différents modes de déformation est gouvernée par la contrainte de cisaillement résolue dans les divers plans du réseau. Ainsi, à l'image du revêtement de galvanisation en continu sollicité en traction monotone, les modes d'endommagements par fatigue répertoriés à la surface du revêtement de galvanisation au trempé sont fortement liés au fleurage.

Au cours de l'essai de fatigue, le fleurage, initialement peu visible, se révèle de façon très précise à l'oeil nu. Ce phénomène traduit une fissuration très hétérogène de la couche éta à la surface du revêtement. Cette hétérogénéité trouve donc son origine dans les variations de structures du zinc visualisées par le fleurage

(orientation cristallographique différente d'une fleur à une autre, répartition inégale des structures de solidification).

Le fleurage est également à l'origine d'un dernier mode d'amorçage. Lorsqu'un joint de fleur est orienté perpendiculairement à la direction de chargement, une fissure au joint de fleur s'y propage.

L'annexe (V) rassemble les observations effectuées à la surface d'une éprouvette sollicitée en fatigue jusqu'à rupture. Chaque planche représente la surface d'une fleur examinée à différentes échelles et sous plusieurs conditions d'attaques. Ces clichés illustrent bien la corrélation qui existe entre l'orientation cristallographique du zinc, les défauts de surface du revêtement, les structures de solidification et la direction de sollicitation.

Ainsi, sur une même éprouvette, une fleur peut ne présenter aucun endommagement tandis que les fleurs voisines sont très fissurées. Toutefois, ce phénomène n'est pas courant.

### 3.2.2.3. Phase delta

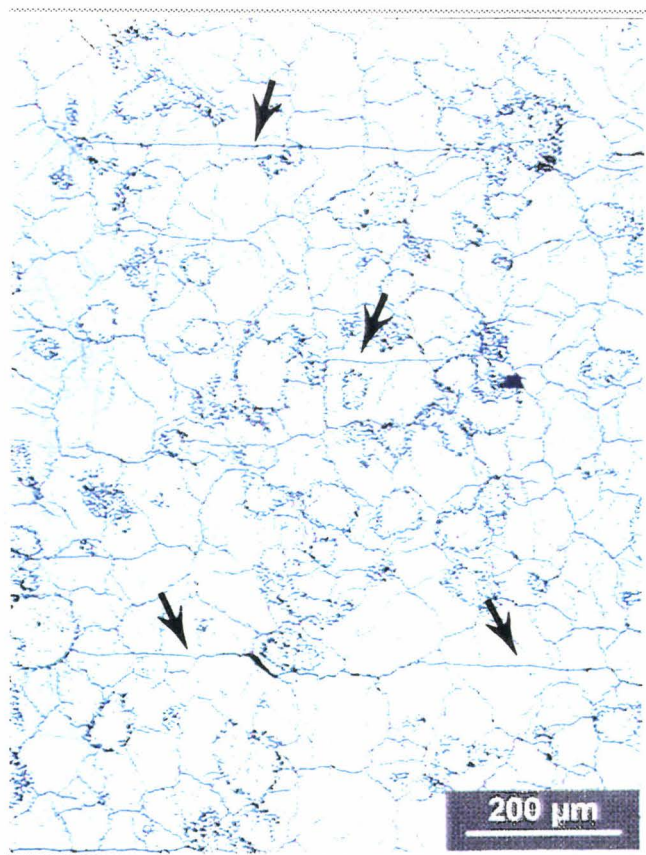


figure (3.16)

Fissures de fatigue du revêtement (flèches) indépendantes du réseau initial de fissures dans la phase delta

*Fatigue cracks in the coating (arrows) independent of the initial cracks array in the delta phase.*



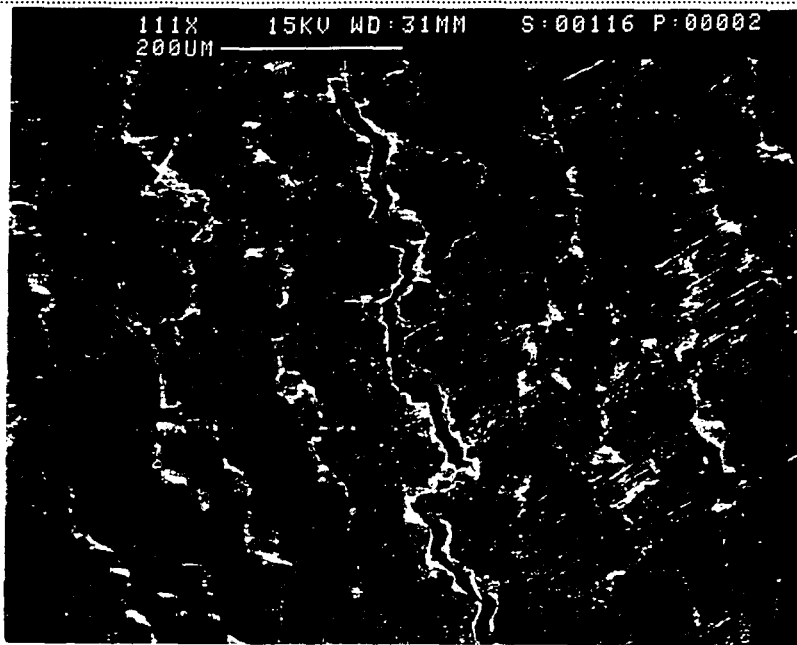
La fissuration initiale de la phase delta peut constituer, a priori, une source privilégiée d'amorçage de l'endommagement. L'expérience démontre que ce réseau n'est pas à l'origine de la fissuration du revêtement. La figure (3.16) présente une micrographie de la phase delta selon un plan parallèle à la surface du substrat. L'échantillon a été prélevé sur une éprouvette sollicitée en flexion alternée jusqu'à la rupture. On distingue clairement deux types de fissuration : un réseau dense engendré lors du refroidissement et de longues fissures rectilignes, orientées perpendiculairement à l'axe de chargement, qui n'empruntent pas ce réseau.

Ainsi, pour les deux morphologies du composé delta, l'amorçage de la fissuration se caractérise davantage comme une propagation du dommage. Aucun mécanisme d'endommagement par fatigue n'a pu être mis en évidence. La phase delta palissade présente une texture qui autorise une propagation aisée des fissures issues des couches supérieures. Pour cette raison, quelques fissures de type z pénètrent légèrement cette phase dans la première étape de l'endommagement.

### 3.2.3. Pénétration dans le substrat

Les particularités de la fissuration en surface du substrat galvanisé (absence de fissures de type I, amorçage multiple, orientation) sont donc à corrélérer avec l'hétérogénéité de la fissuration en surface du zinc éta (annexe V).

En effet, la longueur des fissures ainsi que leur localisation sont imposées par le revêtement et plus précisément par le zinc éta en surface. La figure (3.17) présente la micrographie d'une fissure en surface du revêtement qui participe à la fissure de rupture d'une éprouvette sollicitée en flexion alternée. Cette fissure emprunte le réseau de fissures en surface de la fleur.

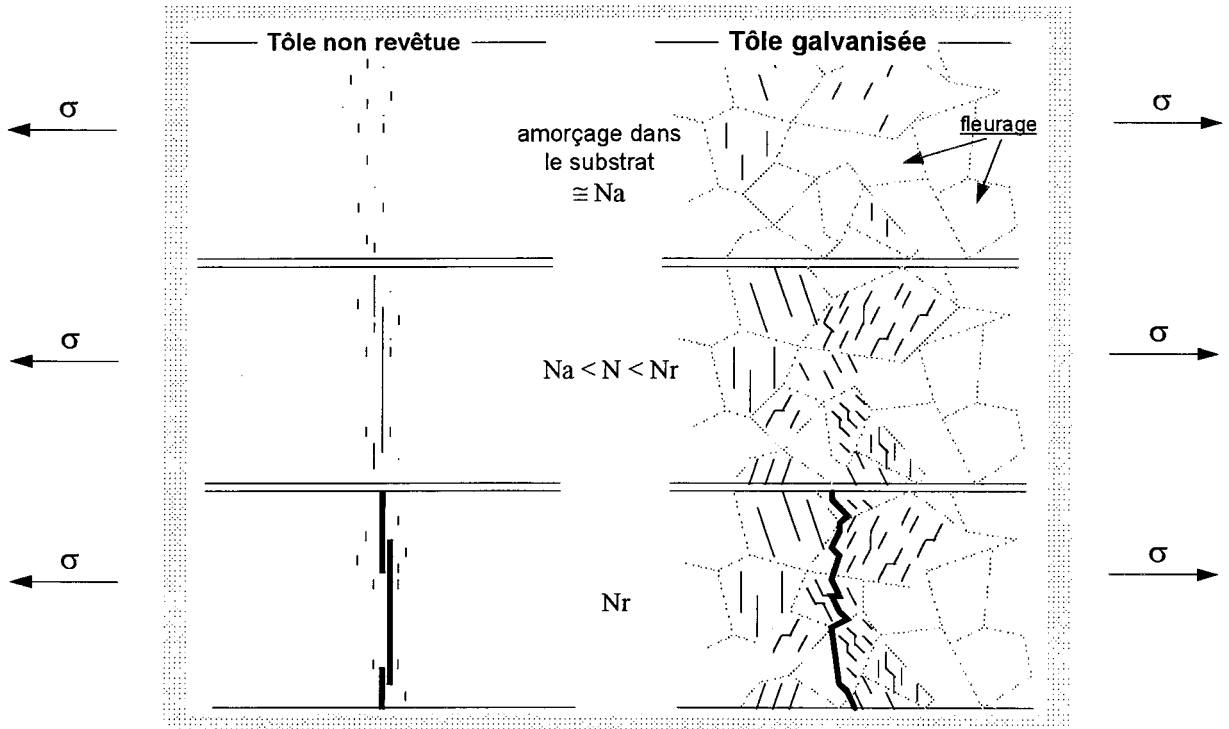


**figure (3.17)** : Fissure de rupture qui emprunte le réseau de fissures de la couche éta.

*Failure crack which follows the cracks array of the eta layer.*



Que le substrat soit nu ou revêtu, la rupture observée à l'échelle de l'éprouvette est toujours consécutive à la propagation d'une fissure dans une direction perpendiculaire au chargement. Mais, à l'échelle de la fissure, le comportement est différent (figure 3.18). En présence du revêtement, on ne génère plus une fissure longue par coalescence et propagation de nombreuses fissures très courtes (proche de la taille de grain de l'acier). En effet, plusieurs fissures sont dans ce cas issues de différentes fleurs sur l'ensemble de la surface. Ces fissures ont déjà pénétré le substrat avant de coalescer ou d'interagir pour former une fissure longue à l'échelle de l'éprouvette. Or la structure de la fleur impose l'orientation de ces fissures. La rupture occasionnée par la propagation en volume de cette longue fissure est alors dessinée par la fissuration du zinc éta. Pour cette raison, cette fissure présente un profil qui, dans la majorité des cas, est ordonné par le fleurage (réseau de fissures ou joint de fleur).



**figure (3.18)** : Représentation schématique de l'évolution de la fissuration en surface de la tôle, non revêtue et galvanisée.

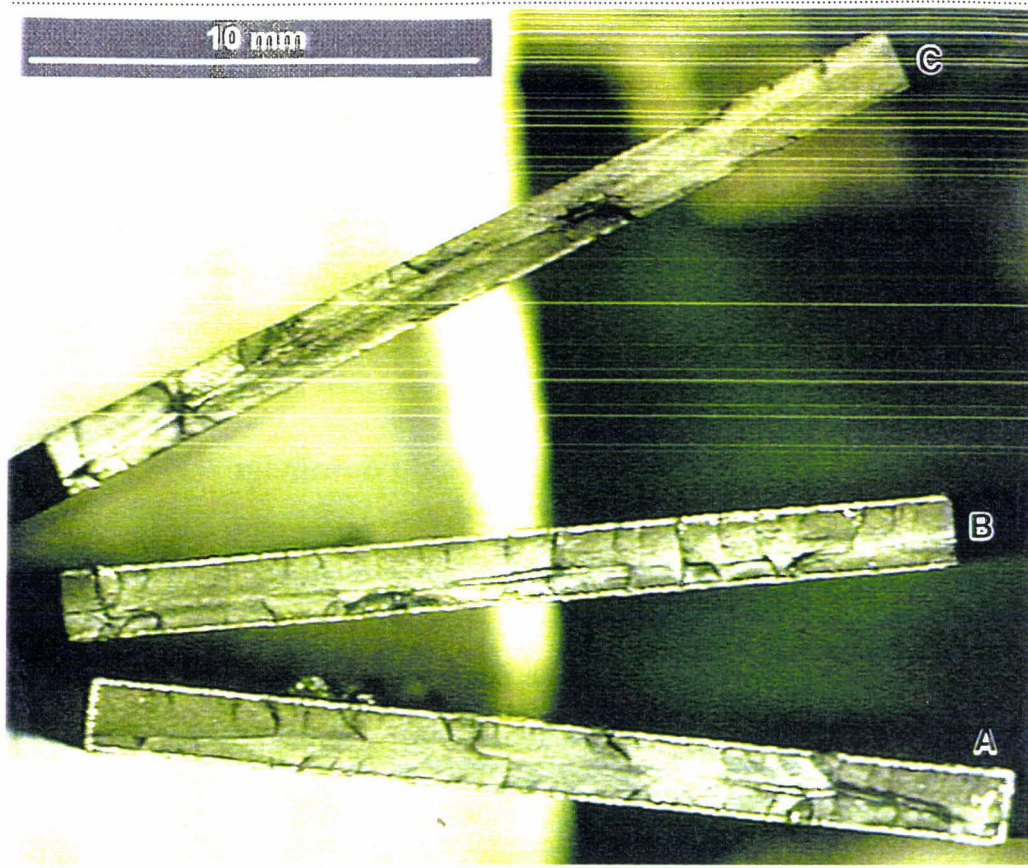
*Schematical representation of the steel surface cracking evolution, base metal and galvanised.*

La rupture d'une tôle galvanisée reflète clairement cet amorçage multiple de l'endommagement. La figure (3.19) est une observation à la loupe binoculaire de deux faciès de rupture d'éprouvettes galvanisées confrontés à un faciès représentatif d'une éprouvette non revêtue.

L'éprouvette sans revêtement révèle un caractère beaucoup plus uniforme. La rupture provient dans ce cas de la propagation en volume d'une longue fissure générée en surface.

En présence du revêtement de galvanisation, la fissuration du substrat se produit dans de multiples régions.

L'observation des chants des éprouvettes confirme cette conclusion. Pour un même niveau de chargement en surface de la tôle (300 MPa), seules trois fissures sont détectées sur la tôle non revêtue contre plus d'une trentaine sur l'éprouvette galvanisée (f4).



**figure (3.19)** : Comparaison entre les faciès de rupture (a & b) de deux éprouvettes galvanisées et c) d'une éprouvette non revêtue.

*Comparison between fracture surfaces of (a & b) two galvanised specimens and c) an uncoated specimen.*

Le front d'une fissure qui pointe à l'interface affecte de nombreux grains du substrat. Or, il apparaît que la fissure alpha présente un caractère essentiellement transgranulaire en surface du substrat. **L'amorçage de l'endommagement dans le substrat s'effectue par propagation en fatigue des fissures du revêtement.** Cette propagation se manifeste sur une longueur en surface qui reste inférieure à la taille d'une fleur du zinc éta.

Le caractère cyclique de la sollicitation est capital. Cela se vérifie au cours d'un essai de traction monotone sur une éprouvette de traction galvanisée (f3). Pour une contrainte inférieure à la limite d'élasticité de la tôle, les fissures qui sont générées dans le revêtement ne pénètrent pas le substrat. Quelques fissures traversent l'interface lorsque la rupture de l'éprouvette est atteinte. Cependant, ce phénomène se restreint dans la zone de striction de l'acier. Plus généralement, les fissures sont déviées à l'interface et provoquent une décohésion du revêtement.

L'examen des fissures alpha sur le chant des éprouvettes ne révèle pas de différences significatives en terme de mode de propagation entre la tôle nue et le substrat galvanisé. La propagation des fissures en volume est influencée par la cristallographie du substrat. Les fissures progressent en empruntant les plans de glissement principaux. Cependant, leur trajet demeure globalement perpendiculaire à la direction de chargement.

### 3.2.4. Histoire du dommage

Le suivi quantitatif du dommage au sein du revêtement permet d'expliquer comment le niveau de contrainte appliquée et l'épaisseur du revêtement influencent l'amorçage et la propagation de la fissuration au sein du revêtement et dans le substrat. Les effets de ces deux paramètres sont corrélés à la tenue en fatigue macroscopique.

Nous savons que la rupture précoce de la tôle a pour origine la pénétration de fissures du revêtement. Mais, les précédents résultats ne nous permettent pas de dire si la limite d'endurance est atteinte parce que :

- ① la fissure ne pénètre pas le substrat  
(limite de propagation à l'interface)
- ② la fissure du revêtement, pénétrant le substrat, s'arrête ensuite.  
(limite de propagation dans le substrat)

L'analyse quantitative des densités de fissures permet de clarifier cette question.

A l'exception des fissures de type z et e, les différentes populations de fissures définies précédemment ont été décomptées à chaque interruption des essais. Les fissures ont été dénombrées sur un plan perpendiculaire à la surface du substrat. Dans ces conditions, les densités surfaciques ne sont pas accessibles. Les résultats sont donc présentés sous la forme de densités linéaires (nombre de fissures par unité de longueur). Le travail a été effectué sur les deux revêtements f2 et f3.



#### 3.2.4.1. Fissures de type z

Les fissures de type z sont observées dès la mise en charge des éprouvettes. Ces fissures sont à ce stade peu ouvertes. Comme la qualité du polissage des chants des éprouvettes n'est pas constante, le décompte de ces fissures n'est pas permis. De plus, cette fissuration est très sensible à la densité de défauts qui peut varier d'une région à l'autre du revêtement, et, a fortiori d'une éprouvette à l'autre.

Toutefois, l'évolution de cette population peut être discutée qualitativement. De tous les endommagements du revêtement, les densités de cette population sont les plus élevées (approximativement dix fois supérieures aux autres populations). Une quantité importante de ces fissures demeure confinée dans la phase zêta. Lorsque l'épaisseur de la phase delta est d'environ 10  $\mu\text{m}$ , les fissures peuvent pénétrer sur un à deux microns le composé delta palissade.

La fissuration de type z constitue le premier endommagement, quantitativement et sur le plan chronologique.

#### 3.2.4.2. Fissures de type e

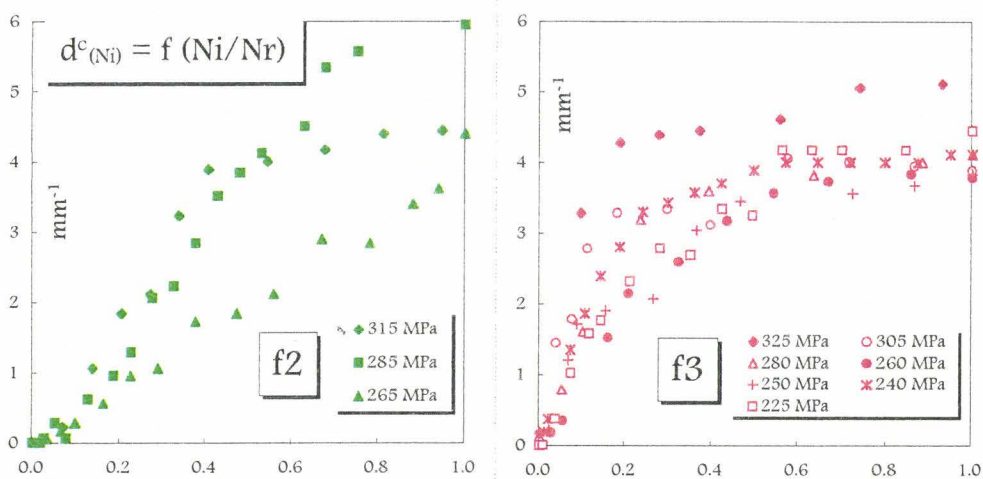
À l'équivalent des fissures de type z, le dénombrement de cette population est étroitement lié à la qualité du polissage. Il est parfois difficile d'apprécier distinctement les fissures et les lignes de glissement qui apparaissent dans les grains. Cependant, signalons que le glissement se manifeste rapidement après la mise en charge et s'intensifie au fur et à mesure de l'essai. La fissuration de type e est beaucoup moins dense que celle de type z.

#### 3.2.4.3. Fissuration critique

Trois populations de fissures suffisent à caractériser l'endommagement par fatigue du revêtement et du substrat. Il s'agit des fissures de types ez, ezd et  $\alpha$ . L'ensemble de ces populations définit quantitativement la **fissuration critique** puisque ces fissures contribuent à la formation des fissures responsables de la ruine du substrat.

Les densités sont calculées en effectuant le rapport du nombre de fissures décomptées sur deux fois la longueur du champ d'observation (sur un chant d'éprouvette, deux épaisseurs de revêtement sont examinées). L'étude de cette fissuration critique permet d'évaluer l'effet du niveau de contrainte sur l'endommagement total du revêtement.

A chaque interruption, les dénombrements de fissures donnent une valeur de densité de fissures critiques au bout de  $N_i$  cycles. La figure (3.20) décrit l'évolution de la densité de fissuration critique  $d_{(Ni)}^c$  au cours de la durée de vie ( $N_i/N_r$ ) sous plusieurs conditions de chargement pour les deux revêtements f2 et f3.  $N_r$  définit le nombre de cycles à rupture.

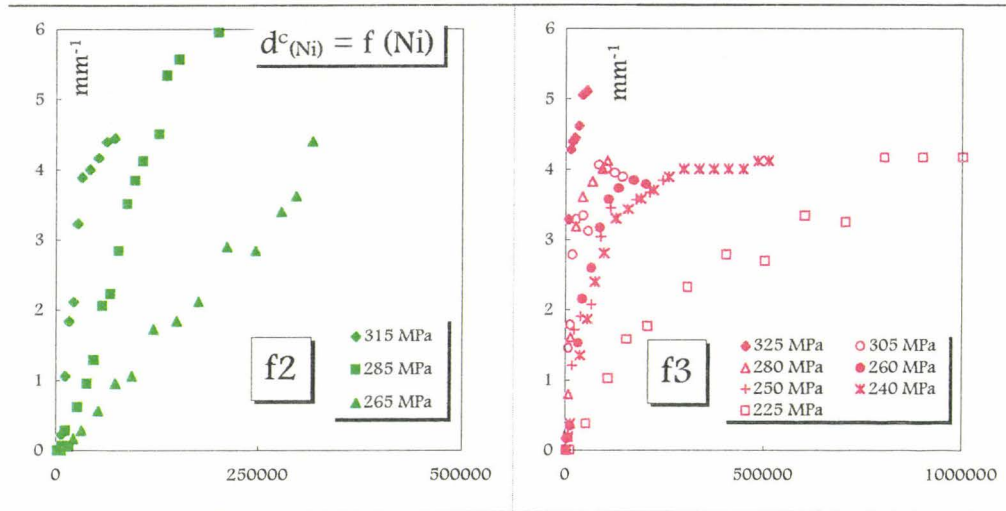


**figure (3.20) :** Evolution de la fissuration critique en fonction du rapport ( $N_i/N_r$ ) pour les deux revêtements f2 & f3.

*Critical cracking evolution as a function of the ( $N_i/N_r$ ) ratio for the f2 & f3 galvanizing coatings.*

Mis à part le plus haut niveau de sollicitation, l'évolution de l'endommagement critique par rapport à la durée de vie n'est pas influencé par le niveau de chargement pour le revêtement f3. Un palier de saturation est même observé à partir de 60% de la durée de vie. L'effet de la contrainte appliquée se manifeste davantage sur le revêtement f2. Cependant, il est difficile d'évaluer la nature de cette influence. Aucun palier n'est clairement mis en évidence dans ce cas.

La figure (3.21) représente toujours l'évolution de la densité de fissures critique, mais cette fois en fonction du nombre de cycles  $N_i$ .



**figure (3.21)** : Evolution de la fissuration critique en fonction du nombre de cycles  $N_i$  pour les deux revêtements f2 & f3.

*Critical cracking evolution as a function of the cycles number  $N_i$  for the f2 & f3 galvanizing coatings.*

Pour le revêtement f3, les densités de fissures tendent nettement vers une même valeur limite lorsque le nombre de cycles tend vers l'infini (à l'exception du chargement le plus élevé). cette saturation correspond à une densité de fissures de l'ordre de  $4 \text{ mm}^{-1}$ . Lorsque le niveau de contrainte dépasse une certaine limite, l'état de contrainte dans le revêtement est tel que des mécanismes d'endommagement rapides (clivage) peuvent être activés immédiatement. Ceci explique le comportement observé sur le revêtement f3 soumis au chargement le plus élevé.

Bien que cette limite ne soit pas atteinte dans les trois essais qui concernent le revêtement f2, il semble qu'elle soit supérieure à celle du revêtement de plus forte épaisseur.

La densité critique à saturation est donc inversement proportionnelle à l'épaisseur de revêtement (ce résultat est déjà observé pour le réseau de fissure de la couche delta issu des contraintes résiduelles).

Le niveau de saturation de la fissuration critique du revêtement dépend davantage de l'épaisseur du revêtement que du niveau de contrainte appliquée.

La contrainte détermine le nombre de cycles nécessaire pour atteindre cette saturation. Les figures (3.20) et (3.21) confirment donc que la fissuration critique qui est à l'origine de l'endommagement du substrat est directement liée à la sollicitation cyclique.

Pour un revêtement donné, si la contrainte appliquée n'influence pas la densité totale de fissures critique ( $\epsilon_z + \epsilon_{zd} + \alpha$ ), elle définit la qualité de cette fissuration critique. En effet, la répartition des endommagements au sein de la fissuration critique diffère avec le niveau de sollicitation.

L'analyse des décomptes de chaque population de fissures permet de représenter graphiquement ce phénomène.

remarque : cette approche quantitative repose sur des observations localisées sur les chants des éprouvettes. Or, nous avons mis en relief l'hétérogénéité de la fissuration sur la surface du substrat. Toutefois, nous montrons à la fin de ce chapitre que les conclusions qui découlent de cette démarche sont compatibles avec les observations réalisées sur la globalité de la surface des éprouvettes (§ 3.1.3).

La densité de fissuration critique au bout de  $N_i$  cycles correspond donc à la somme des densités  $d_{N_i}^j$  de chaque population de fissures de type  $j$  ( $j = \epsilon_z, \epsilon_{zd}$  et  $\alpha$ ).

$$d_{N_i}^c = \sum_{j=\epsilon_z, \epsilon_{zd}, \alpha} (d_{N_i}^j) \quad (3.1)$$

La figure (3.22) décrit l'évolution des densités  $d_{N_i}^j$  au cours de la durée de vie des éprouvettes pour les deux revêtements f2 et f3, sous plusieurs niveaux de contrainte. Les densités de fissures obtenues à  $N_i$  cycles sont représentées en ordonnées tandis que les abscisses expriment le rapport  $N_i/N_r$ .

La figure (3.22) permet de :

- ① d'apprécier les temps d'amorçage de chaque population de fissure.
- ② de confirmer l'origine de la rupture.
- ③ de préciser les paramètres expérimentaux qui déterminent la limite d'endurance.

L'amorçage des trois types de fissuration s'effectue très tôt dans le processus d'endommagement. Quelles que soient la contrainte et l'épaisseur de revêtement, la fissuration qui implique uniquement le revêtement (types ez et ezd) est détectée avant 10% de la durée de vie.

En ce qui concerne les fissures qui pénètrent le substrat (type  $\alpha$ ), la période d'amorçage reste courte par rapport à la durée de vie. Elle tend à se prolonger lorsque le niveau de contrainte appliquée se rapproche de la limite de fatigue. Cependant, même pour une contrainte supérieure de 5% à la limite de fatigue (225 MPa pour f2), la période d'amorçage reste brève, de l'ordre de 20% de la durée de vie.

Compte tenu de la surface observée, nous suivons l'évolution du dommage en profondeur. Or, dans le cas du fer sollicité dans le domaine de l'endurance, cette phase de l'endommagement intervient plus tardivement dans la durée de vie. Ce résultat confirme que la fissuration du substrat est issue de la propagation des fissures du revêtement. Ceci permet d'expliquer que les populations de fissures de longueur inférieure à 150  $\mu\text{m}$  en surface du substrat (typique de la phase d'amorçage de l'acier) ne sont pas dénombrées lorsque le substrat est galvanisé.

**L'amorçage de l'endommagement dans le substrat est beaucoup plus précoce en présence du revêtement.**

Le seuil de saturation de la fissuration critique n'est pas atteint pour les trois éprouvettes relatives au revêtement f2. Il est alors difficile d'exploiter l'évolution de chaque population au cours de la durée de vie en comparant les deux épaisseurs de revêtement. La discussion porte donc uniquement sur les dénombrements effectués sur le revêtement f3. En revanche, les fissurations alpha (substrat+revêtement) des eux revêtements seront retenue pour l'analyse de cette population.

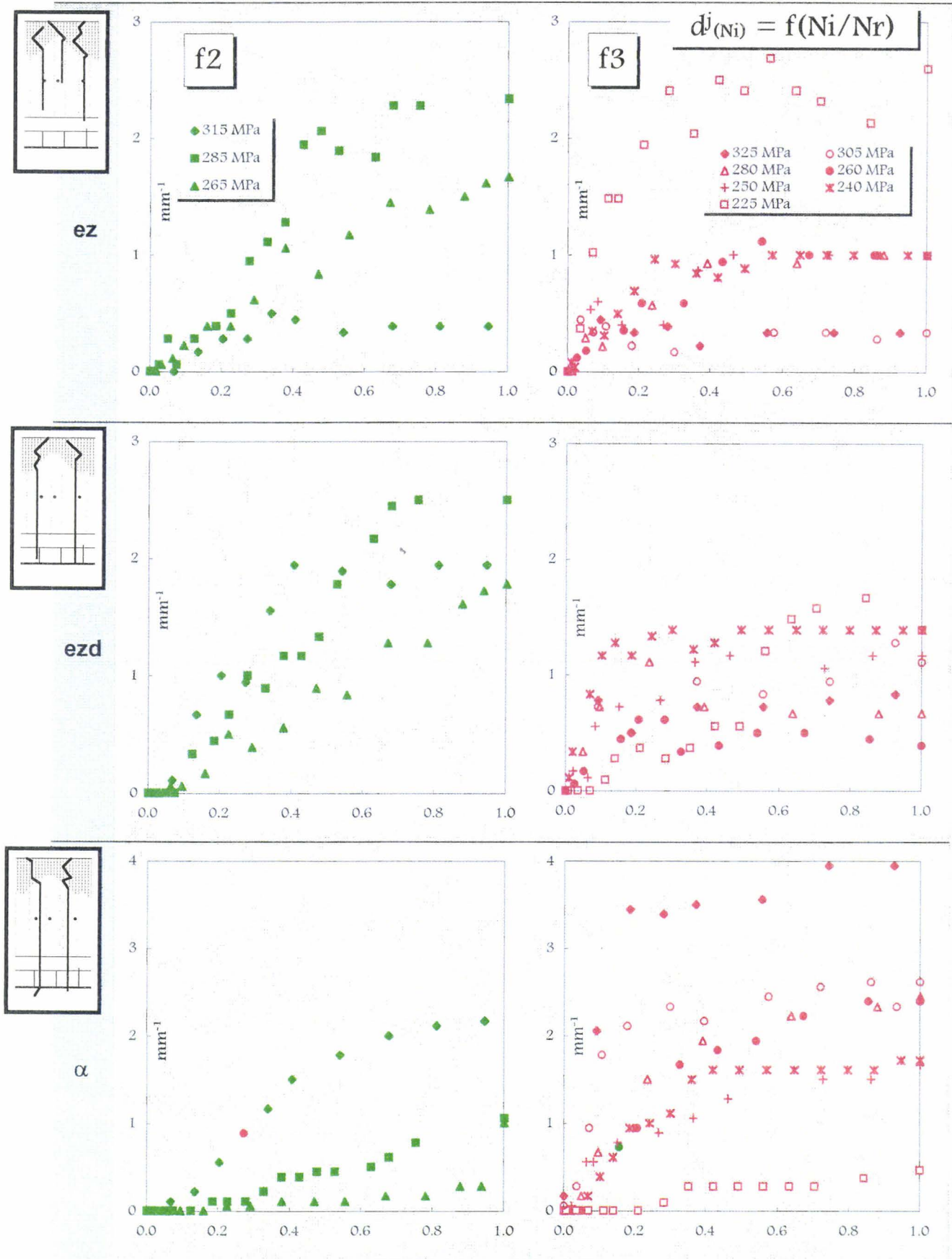


figure (3.22) : Evolution de la fissuration critique en fonction de  $Ni/Nr$ .  
 Critical cracking evolution as a function of the  $Ni/Nr$  ratio.

### fissures ez (f3)

Pour les chargements intermédiaires (240 à 280 MPa), la fissuration de type ez est peu influencée par le niveau de contrainte. Un palier correspondant à une densité de  $1 \text{ mm}^{-1}$  apparaît à partir de 50% de la durée de vie.

A ce stade, la densité de fissuration critique se rapproche du seuil de saturation. Le nombre de fissures qui se propagent dans la phase delta devient faible, et est à peu près compensé par la création de nouvelles fissures.

Pour le chargement le plus faible (225 MPa), la densité de fissures ez atteint des valeurs très supérieures. La propagation dans la phase delta est dans ce cas plus difficile.

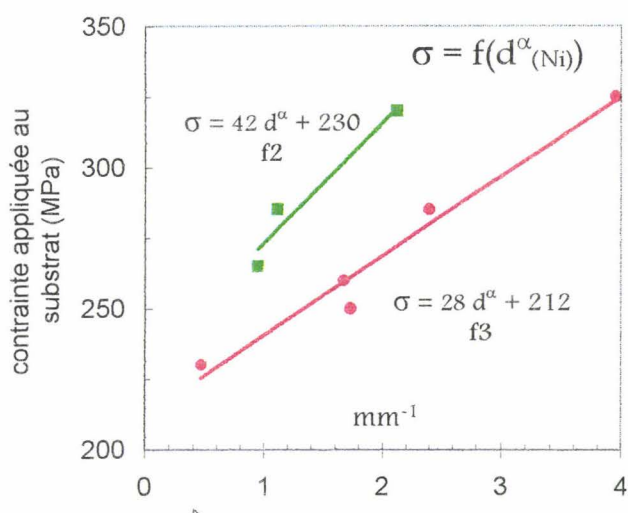
A l'inverse, les contraintes les plus élevées (305 et 325 MPa) ne développent que très peu de fissures localisées uniquement dans éta et zêta. Ces chargements permettent à ces fissures de se propager sans difficulté dans la phase delta (de nombreuses fissures traversant zêta et delta sont d'ailleurs observées quelques cycles après la mise en charge). De plus, les ruptures fragiles de la couche de zinc génèrent les fissures ez très rapidement. Ainsi, pour les plus hauts niveaux de chargement, la plasticité du zinc éta influence moins la fissuration critique.

### fissures ezd (f3)

L'interprétation du graphe représentant l'évolution de la population ezd est délicate. En effet, cette population est une étape transitoire de la fissuration critique. La densité est gouvernée à la fois par la propagation à travers l'interface supérieure de la phase delta ( $ez \rightleftharpoons ezd$ ), et par la traversée de l'interface avec le substrat ( $ezd \rightleftharpoons \alpha$ ). L'évolution dépend alors de deux facteurs dont les relations avec le niveau de contrainte sont différentes. Pour faciliter la compréhension du comportement de cette phase, il est préférable de considérer d'abord les fissures alpha.

Pour un revêtement, l'influence du niveau de contrainte sur la densité des fissures alpha est très significative. Le nombre de fissures du revêtement qui pénètrent le substrat augmente fortement avec la contrainte appliquée.

La figure (3.23) illustre clairement cette tendance. Elle représente, pour les deux revêtements, le niveau de contrainte appliquée en fonction de la densité de fissures alpha relevée à rupture des éprouvettes.



**figure (3.23)** : Densités de fissures alpha en fonction du niveau de contrainte appliquée.

*Alpha cracks density as a function of the applied stress level.*

La densité de fissures alpha observée à rupture des éprouvettes est proportionnelle à la contrainte appliquée au substrat. Cette figure met bien en relief l'effet de l'épaisseur du revêtement sur cette population de fissures. A contrainte égale, la densité de fissures ayant pénétré le substrat est d'autant plus grande que l'épaisseur est importante. Cette remarque s'accorde bien avec les observations réalisées sur la surface du substrat et déjà indiquées sur la figure (3.5). Les observations qui ont été effectuées sur le chant des éprouvettes sont donc représentatives du comportement global de l'éprouvette. L'effet de l'hétérogénéité de fissuration n'a pas trop pesé sur les résultats.

Pour un domaine de sollicitation comparable, la densité de fissures alpha est beaucoup plus faible dans le cas du revêtement de plus faible épaisseur. A l'équivalent de la contrainte, l'épaisseur de revêtement participe au fait qu'une fissure puisse pénétrer le substrat.



L'énergie nécessaire pour qu'une fissure se propage dans le substrat est donc fournie par le niveau de contrainte et l'épaisseur de revêtement. La limite d'endurance d'une tôle galvanisée est donc déterminée par l'épaisseur de revêtement.

Les ordonnées à l'origine des fonctions de la figure (3.23) fournissent, pour chaque revêtement, le niveau de contrainte en dessous duquel aucune fissure ne se propage dans le substrat. Cette démarche nous donne des valeurs de contraintes de 230 MPa pour le revêtement f2 et de 212 MPa pour le revêtement f3. Ces valeurs sont assez proches des limites d'endurance évaluées à partir des diagrammes de fatigue (chapitre 2).

Lorsque le niveau de contrainte diminue pour tendre vers la limite d'endurance, les fissures du revêtement ont moins tendance à pénétrer le substrat.

**La limite d'endurance d'une tôle galvanisée est atteinte lorsque les fissures du revêtement ne peuvent pas pénétrer le substrat.**

remarque : la figure (3.23) illustre une relation linéaire. Nous ne disposons pas d'un nombre de points assez important (notamment pour f2) pour valider catégoriquement cette hypothèse. Du reste, nous ne cherchons pas ici à donner un sens physique à cette relation. Seule la tendance observée lorsque la densité tend vers zéro nous intéresse. Cette démarche permet de recouvrer assez correctement les limites de fatigue.

Les remarques effectuées pour l'interface substrat/revêtement s'adressent également à l'interface delta/zêta. La transition ( $ez \Rightarrow ez_d$ ) s'effectue selon un processus identique à celui de la transition ( $ez_d \Rightarrow \alpha$ ). Les fissures  $ez_d$  sont générées par propagation de fissure à travers une interface. Le graphe de la figure (3.22) qui représente l'évolution des densités des fissures  $ez_d$  dans le revêtement f3 confirme cette conclusion.

Pour le domaine des faibles contraintes (225 MPa), le nombre de fissures  $ez_d$  croît régulièrement au fur et à mesure que les fissures  $ez$  abordent l'interface delta/zêta. La densité est basse en début d'essai car le faible niveau de contrainte impose une vitesse de propagation peu élevée. A l'inverse, la densité observée en fin d'essai est l'une des plus élevées car très peu de ces fissures disposent de l'énergie nécessaire pour se propager dans le substrat.

Lorsque la contrainte augmente, les fissures ez s'amorcent plus rapidement. De plus, les vitesses de propagation sont plus élevées. Par conséquent, la densité des fissures ezd se développe plus rapidement. Mais, si une augmentation de contrainte facilite la traversée de l'interface zêta/delta, elle facilite également la traversée de l'interface delta/substrat. C'est pourquoi, à partir d'un certain niveau de contrainte, la densité des fissures ezd devient plus faible.

Ainsi, à l'image du substrat, il existe une contrainte seuil en dessous de laquelle les fissures ez ne peuvent pas se propager dans la phase delta. Mais, cette contrainte est bien inférieure à la limite d'endurance du système puisque des fissures traversant entièrement l'épaisseur du revêtement sont observées à des niveaux de sollicitation inférieurs à la limite d'endurance.

### 3.3. CONCLUSION DU CHAPITRE 3

Le dommage qui est responsable de la rupture par fatigue de la tôle galvanisée est directement lié à la présence du revêtement. La tôle galvanisée ne présente pas les signes d'un amorçage de l'endommagement typique d'un matériau ferritique. Concrètement, la fissuration du substrat n'est pas l'aboutissement d'une phase d'amorçage telle qu'elle est décrite en l'absence de revêtement (amorçage - coalescence - propagation). La population de fissure qui reflète cette phase de l'endommagement n'est pas détectée en surface du substrat lorsqu'il est galvanisé.

Les fissures présentes dans la tôle sont issues de la propagation de fissures engendrées dans le revêtement très tôt dans le processus de fatigue.

L'origine de la fissuration du revêtement se situe dans les phases zêta et éta :

- ☛ à partir des porosités et de la structure colonnaire de zêta
- ☛ suite au comportement en fatigue du zinc éta  
(glissement, clivage, maclage)

La phase delta n'intervient pas dans l'amorçage de la fissuration par fatigue du revêtement. Ces fissures n'empruntent pas le réseau de fissures issu des contraintes résiduelles.

Les fissures du revêtement se propagent en fatigue dans le substrat lorsqu'elles traversent entièrement l'épaisseur du revêtement.

Toutefois, si les composés intermétalliques sont très épais, la propagation se produira, à niveau de contrainte élevé, sans impliquer le zinc éta. La propagation dans le substrat constitue un endommagement précoce par rapport au matériau non revêtu. Elle s'effectue selon un régime proche du seuil de non propagation.

L'énergie nécessaire à la fissure pour se propager dans la tôle est apportée à la fois par le niveau de contrainte appliquée et par l'épaisseur du revêtement de galvanisation.

Pour une épaisseur de galvanisation donnée, il existe une contrainte seuil en dessous de laquelle les fissures du revêtement ne peuvent pas pénétrer le substrat.

C'est la limite d'endurance.

Pour un niveau de contrainte donné, il existe une épaisseur seuil en dessous de laquelle les fissures du revêtement ne peuvent pas pénétrer le substrat.

C'est une épaisseur critique d'endurance.

La résistance à la fatigue de la tôle galvanisée ne dépend ni de la densité de fissure globale du revêtement, ni de la taille ou de l'orientation des fleurs de la phase éta, ni des épaisseurs relatives des différentes couches de composés intermétalliques.

**La limite d'endurance de la tôle galvanisée est gouvernée par la totalité de l'épaisseur du revêtement.**

### 3.4. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **T. Magnin**, Recent advances in low cycle fatigue from the physical metallurgy point of view, Mémoires et études Scientifiques, Revue de métallurgie, janvier 1991.
- [2] **F. Guiu, R. Dulniak, B.C. Edwards**, On the nucleation of fatigue cracks in pure polycrystalline  $\alpha$ -iron, Fatigue of Eng. Mat. & Struc., 5, N°4, 1982, pp 311-321.
- [3] **S. Suresh**, Fatigue of materials, Cambridge University Press 1991.
- [4] **K. Pohl, P. Mayr, E. Macherauch**, Persistent slip bands in the interior of a fatigued low carbon steel, Scripta Metall., 14, 1980, pp 1167-1169.
- [5] **A. Vasek, J. Polak**, Low cycle fatigue damage accumulation in Armco-iron, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., 14, N°2/3, 1991, pp 193-204.
- [6] **P. Mayr, E. Macherauch**, Some basic principles of the fatigue behaviour of plain carbon steels, Deutscher Verband für materialprüfung e.V., Stuttgart, 1979.
- [7] **H. Mughrabi, F. Ackermann, K. Herz**, Persistent slip bands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals, In fatigue mechanisms, special technical publication 675, Philadelphia ASTM, 1979, pp 69-105.
- [8] **J. Polak, M. Klesnil, P. Liskutin**, Initiation and growth of short fatigue cracks in a-iron, Acta Technica CSAV, N°6, 1985, pp 650-662.
- [9] **L.C. Rolim Lopes, J. Charlier**, Effect of grain size and intergranular stresses on the cyclic behaviour of a ferritic steel, Mater. Science & Engng, A169, 1993, pp 67-77.
- [10] **S. Suresh, Y. Sugimura, E.K. Tschegg**, The growth of a fatigue crack approaching a perpendicularly-oriented, bimaterial interface, Scripta Metall. & Mater., 27, 1992, pp 1189-1194.
- [11] **T. Tanaka, M. Hori**, The propagation of the fatigue crack crossing the interface of metal composites under the effect of residual thermal stress, Bull. of the JSME, 22, N°172, 1979, p 1359.
- [12] **M.C. Shaw, D.B. Marshall, B.J. Dalgleish, M.S. Dadkhah, M.Y. He, A.G. Evans**, Fatigue crack growth and stress redistribution at interfaces, Acta Metall. Mater., 42, N°12, 1994, pp 4091-4099.
- [13] **F. Gallerneau, D. Nouailhas, J.L. Chaboche**, Etude et modélisation de l'endommagement en fatigue d'un superalliage monocristallin revêtu, Proc. Journées de printemps SF2M, Fatigue & traitement de surface, éd. Revue de métallurgie, 1995.
- [14] **T.C. Totenmeier, J.E. King**, Isothermal fatigue of an alumine-coated single crystal superalloy : part I, Metall. & Mater. Transaction A, 27A, 1996, p353.

- [15] **S. Peraud, P. Villechaise, J. Mendez**, Application des films de SiC et NiTi élaborés par mixage ionique dynamique à l'amélioration de la résistance en fatigue de matériaux métalliques, Proc. Journées de printemps SF2M, Fatigue & traitement de surface, éd. Revue de métallurgie, 1995.
- [16] **S. Suresh, Y. Sugimura, T. Ogawa**, Fatigue cracking in materials with brittle surface coatings, Scripta Metall. & Mater., 29, 1993, pp 237-242.
- [17] **Y. Bergengren, A. Melander**, An experimental and theoretical study of the fatigue properties of hot-dip galvanized high strength sheet steel, Int. J. Fatigue, 14, N°3, 1992, pp 154-162.
- [18] **T. Nilsson, G. Engberg, H. Trogen**, Fatigue properties of hot-dip galvanized steels, Scand. J. Metall., 18, 1989, pp 166-175.
- [19] **R.S Browne, E.N. Gregory, S. Harper**, The effect of galvanizing on the fatigue strengths of steels and welded joints, Proceed. Seminary on galvanizing of silicon containing steels, Liège, 1975.
- [20] **X. Tan., H. Gu.**, Fatigue crack initiation in high-purity titanium crystals, Int. J. Fatigue, 18, N° 5, 1996, pp 329-333.
- [21] **E. Schedin, G. Endberg, S. Karlsson, R. Kiusalaas, H. Klang**, Plasticity of pure zinc hot dip galvanized coatings, Proceeding Galvatech, Tokyo, 1989.
- [22] **Z. Mei, J.W. Morris**, Cracking of textured zinc coating during forming process, The physical metall. of zinc coated steel, Ed. by A.R. Marder, 1993, pp 11-20.
- [23] **J. Wegria**, Etude de la plasticité des alliages zinc cuivre titane. Application à l'amélioration de leur aptitude au pliage, Thèse, Lille, 1984.
- [24] **F. Delannay, P. Warren**, On crack interaction and crack density in strain-induced cracking of brittle films on ductile substrates, Acta metall. mater., 39, N°6, 1991, p1061.

**ANALYSE**  
**DE LA RESISTANCE A LA FATIGUE**  
**D'ACIERS GALVANISES**

L'effet de la galvanisation sur la tenue en fatigue d'une tôle a été étudié expérimentalement sur un acier de 330 MPa de limite d'élasticité (nuance E335D). La présence du revêtement de galvanisation peut provoquer une diminution de la résistance à la fatigue de l'acier. Des fissures s'amorcent à coeur et en surface du revêtement sous l'effet du chargement cyclique et se propagent ensuite dans le substrat pour conduire à une rupture précoce de la tôle. La détermination des sites d'amorçage de l'endommagement par fatigue était nécessaire pour expliquer comment un revêtement de quelques dizaines de microns d'épaisseur peut dégrader le comportement d'une tôle de plus de 1 mm d'épaisseur. Cependant, cette information ne permet pas d'expliquer pourquoi.

Pour la nuance d'acier examinée, une augmentation de l'épaisseur de galvanisation s'accompagne d'une diminution de la résistance à la fatigue de la tôle. A l'inverse, la chute en fatigue disparaît lorsque l'épaisseur de revêtement est d'environ 60 microns. Comme il a été signalé au chapitre 2, la littérature révèle en outre que la dégradation du comportement en fatigue en présence du revêtement de galvanisation varie selon les caractéristiques mécaniques du substrat. Ces résultats soulignent que les paramètres qui agissent sur la limite d'endurance n'ont pas été clairement définis. Le dernier chapitre vise donc à cerner l'ensemble des facteurs qui contrôlent la résistance à la fatigue des aciers galvanisés en effectuant le lien entre l'approche macroscopique du second chapitre et l'analyse microstructurale du troisième chapitre.

Le comportement en fatigue peut se résumer à deux cas de figure :

- ① la fissure traverse l'interface et se propage dans le substrat
  - la rupture de la tôle survient bien que le chargement appliqué soit inférieur à la limite d'endurance de l'acier non revêtu.
- ② la fissure ne se propage pas dans le substrat
  - la limite d'endurance est atteinte.

La limite d'endurance de la tôle galvanisée est donc atteinte lorsque les fissures du revêtement se propagent dans le substrat.

Posons l'hypothèse suivante : le comportement de l'acier revêtu est équivalent au comportement du matériau non revêtu enfermant une fissure initiale. La limite de fatigue du matériau est alors déterminée par la propagation de ce défaut. Dès lors, la résistance à la fatigue de l'acier galvanisé s'identifie à la résistance à la fissuration de l'acier.

La première partie de ce chapitre est donc consacrée aux concepts mécaniques qui ont été développés pour comprendre la propagation des fissures de fatigue. L'accent est mis sur les différents comportements d'une fissure selon la longueur de ce défaut.

Un modèle illustré graphiquement est utilisé pour modéliser les conditions de propagation des fissures du revêtement de galvanisation à partir de certaines hypothèses simplificatrices. Dans cette deuxième partie, les effets de l'épaisseur du revêtement, de la nature du substrat, mais aussi des contraintes résiduelles qui subsistent dans la phase delta sont discutées.

Les essais de fatigue qui ont permis d'accéder à cette interprétation du phénomène ne suffisent pas à rendre compte de la totalité des implications que suscitent l'outil graphique. Aussi, quelques essais supplémentaires sont présentés dans le but de valider expérimentalement cette modélisation. Une autre nuance d'acier est notamment testée.

Enfin, la crédibilité du modèle est appréciée eu égard à la méthodologie adoptée pour caractériser le comportement en fatigue des différentes configurations de galvanisation. Un commentaire est alors proposé pour élargir cette modélisation à d'autres revêtements.



## 4.1. MECANIQUE DE LA FISSURATION EN FATIGUE

### 4.1.1. Généralités

La sollicitation cyclique d'un matériau engendre depuis l'échelle micromique jusqu'à celle de la pièce un processus d'endommagement dont le développement conduit à la formation d'une fissure critique responsable de la rupture. Généralement, ce processus se divise en deux étapes : une phase d'amorçage suivie d'une phase de propagation. Cependant, dans la plupart des structures, des défauts sont déjà présents. Le dimensionnement de telles pièces doit dans ce cas se fonder sur la tolérance au dommage du matériau. En d'autres termes, il est nécessaire de prévoir dans quelle mesure la structure pourra être sollicitée sans que ce défaut ne se propage et provoque la rupture. Plusieurs outils ont dû être développés pour décrire la phase de propagation d'une fissure en fatigue et stipuler alors les conditions de rupture d'une pièce.

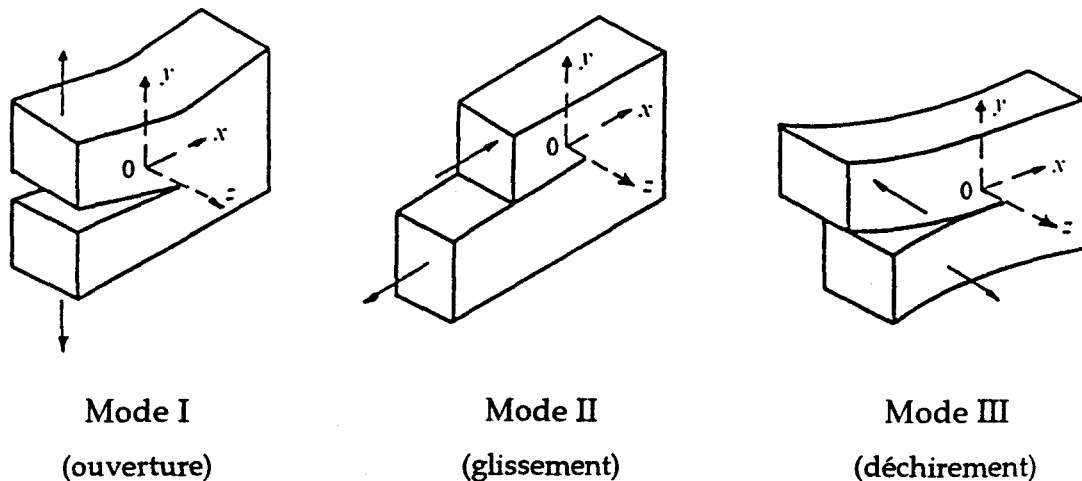


figure (4.1) : Les trois modes d'ouverture principaux d'une fissure.

*The three basic crack opening modes.*

Il existe trois modes d'ouverture de fissures (figure 4.1). Nous nous contenterons d'évoquer le mode I, définissant l'ouverture d'une fissure se propageant perpendiculairement à la direction de contrainte principale, car c'est le mode le plus sévère. Bien que le matériau soit généralement sollicité en dessous de sa limite d'élasticité macroscopique, le niveau de contrainte est si élevé en pointe de fissure qu'une plastification se produit localement. Le comportement de la fissure dépend de cet état de contrainte local. Tant que la taille de cette zone plastique cyclique reste confinée à l'extrémité de la fissure et que l'ensemble du matériau est sollicité dans le domaine élastique, la fissure peut être décrite en utilisant la théorie de la mécanique linéaire de la rupture.

Ainsi, en se plaçant dans un espace bidimensionnel, le champ de contraintes et des déformations en pointe de fissure est caractérisé par le facteur d'intensité des contraintes,  $K$ . Ce paramètre dépend de la contrainte nominale appliquée  $\sigma_\infty$ , de la longueur  $a$  de la fissure et d'un facteur géométrique  $\alpha$  déterminé par la fissure et la pièce. Dans le cas d'une ouverture de fissure en mode I, le facteur d'intensité de contrainte s'écrit :

$$K_I = \alpha \sigma \sqrt{\pi a} \quad (4.1)$$

En fatigue, le matériau est soumis à une amplitude de contrainte  $\Delta\sigma$ ; la fissure de fatigue se caractérise donc par la variation du facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$ .

La mécanique linéaire de la rupture a ainsi permis de rendre compte de la propagation des fissures de fatigue d'un point de vue phénoménologique. En représentant sur un diagramme bi-logarithmique la vitesse de propagation  $da/dN$  en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte, on peut distinguer trois régimes de propagation de fissures (figure 4.2). La région centrale, correspondant à un régime de propagation stable, révèle une relation linéaire, communément appelé loi de Paris ( $C$  et  $m$  sont des constantes qui caractérisent le matériau) :

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (4.2)$$

De part et d'autre de ce domaine, la fissure manifeste des comportements particuliers. Pour les valeurs de  $\Delta K$  élevées, la propagation s'accélère rapidement, la rupture catastrophique est même engendrée lorsque la ténacité du matériau est atteinte ( $K_{\max} = K_{IC}$ ).

A l'opposé, il existe une valeur limite de  $\Delta K$  pour laquelle la vitesse de propagation tend vers zéro. Ce seuil de propagation  $\Delta K_{th}$  est souvent très largement inférieur à la ténacité du matériau. La propagation au voisinage du seuil  $\Delta K_{th}$  est fortement influencée par la microstructure et les caractéristiques de glissement du matériau.

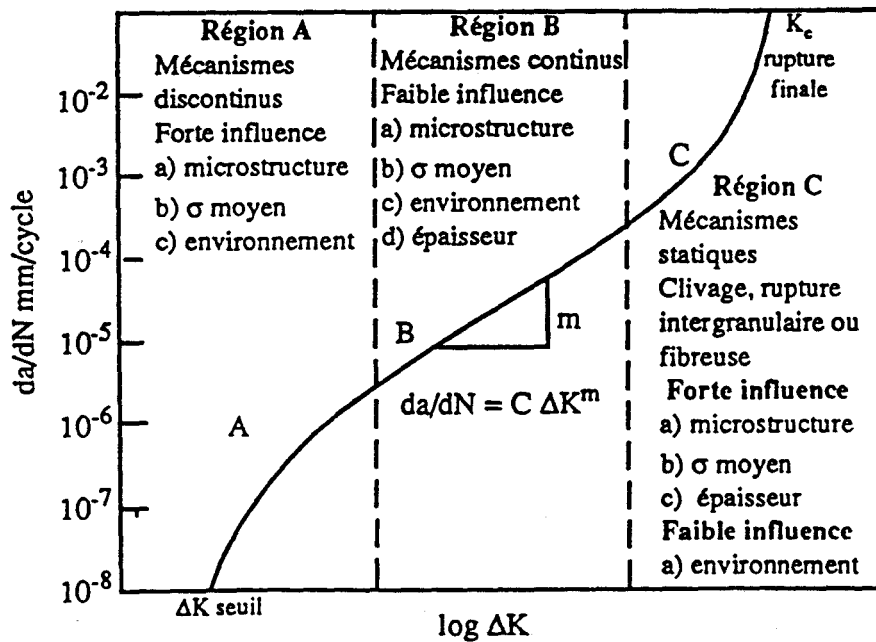


figure (4.2) : Représentation schématique des trois régimes de propagation d'une fissure de fatigue. D'après [1]

*Schematic illustration of the different regime of fatigue crack propagation. After [1]*

### 4.1.2. Les fissures courtes

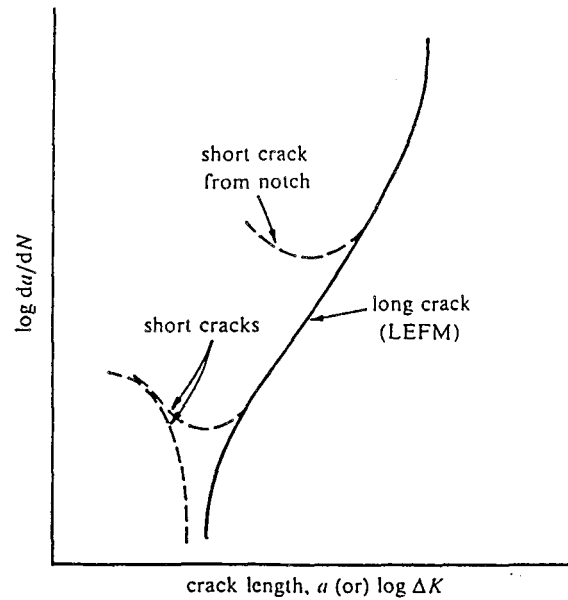
L'analyse de la propagation des fissures de fatigue au moyen de la mécanique linéaire de la rupture s'appliquent au comportement des fissures macroscopiques dont la longueur dépasse généralement le millimètre. Cependant, un matériau peut contenir aussi des fissures plus courtes qui, malgré leur taille réduite, peuvent agir sur la tenue en fatigue selon les conditions de chargement. Or, le comportement de telles fissures se démarque de celui décelé pour des longueurs élevées.

Les fissures courtes peuvent globalement se scinder en deux catégories [2]:

- ① les fissures microstructurellement courtes, dont la taille est comparable à l'échelle d'un paramètre microstructural du matériau (taille de grain, inclusions, orientations cristallographiques, interphase).
- ② les fissures physiquement courtes, dont la taille est bien supérieure à la microstructure et à la zone plastique mais demeure bien inférieure à la taille des fissures décrites par la mécanique linéaire de la rupture ( $> 1$  mm).

De nombreuses expériences ont révélé que ces fissures courtes se propagent alors qu'elles sont sollicitées à un niveau inférieur au seuil de propagation  $\Delta K_{th}$  déterminé à partir d'un essai de fatigue-propagation classique ( $a > 1$  mm). La vitesse de propagation peut également être nettement plus élevée que celle correspondant à une fissure dite longue, bien que soumise à une force d'avancée équivalente. Ces phénomènes sont illustrés sur la figure (4.3) qui reprend la représentation de la vitesse de propagation en fonction de la longueur de fissure.

La figure (4.3) sous-entend que la mécanique linéaire de la rupture n'est pas en mesure de décrire le comportement des fissures courtes. La raison en est que la condition nécessaire pour appliquer cette approche élastique (plastification confinée à l'extrémité de la fissure) ne prévaut plus. Il est nécessaire d'effectuer une analyse élasto-plastique du champ de contrainte engendré par la fissure en utilisant les outils développés en mécanique non linéaire de la rupture.



**figure (4.3) :** Représentation schématique du comportement en fatigue des fissures courtes et des fissures longues. D'après [3]

*Schematic representation of the short and long fatigue crack behaviour. After [3]*

On distingue alors d'un côté les fissures longues pour lesquelles le seuil de propagation en fatigue est indépendant de la longueur de fissure et de l'autre, les fissures courtes pour lesquelles ce seuil est influencé par la taille de la fissure.

Kitagawa et Takahashi [6] sont à l'origine d'une représentation qui permet de distinguer graphiquement les deux catégories de fissures (figure 4.4). Ce diagramme, dit de Kitagawa, représente sur une échelle bi-logarithmique le niveau de contrainte nominale appliqué en fonction de la longueur de fissure. La limite d'endurance du matériau (considéré comme exempt de défaut) et la droite relative au seuil de propagation déterminé par la mécanique de la rupture (équation 4.1) délimitent deux domaines de comportement : au dessus de la frontière les fissures se propagent; en dessous, elles ne se propagent pas. L'abscisse du point d'intersection des deux droites (échelles logarithmiques) définit alors une longueur de fissure qui désigne la transition entre les fissures mécaniquement courtes et les fissures longues.

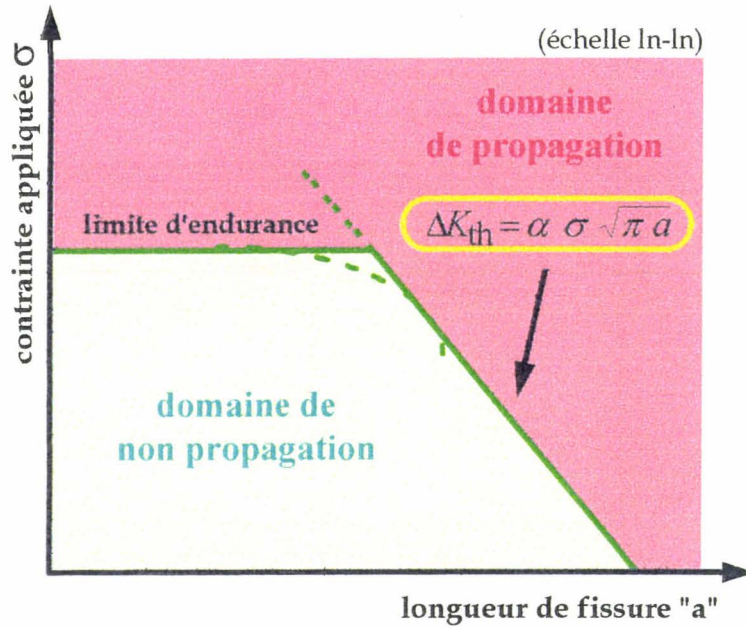


figure (4.4) : Diagramme de Kitagawa.

*Kitagawa diagram.*

Les résultats expérimentaux ne reflètent pas rigoureusement le tracé rectiligne de la figure (4.4) au voisinage de la zone de transition entre les fissures courtes et les fissures longues. En effet, la courbe expérimentale s'identifie davantage au tracé reporté en pointillé. Ceci illustre les limites de la mécanique linéaire de la rupture dans la description du comportement des fissures courtes. Plusieurs modèles ont été développés afin de rendre compte de ce comportement [4].

Miller [2] propose une représentation plus détaillée du diagramme de Kitagawa en indiquant les différents régimes de propagation des fissures courtes (figure 4.5). Les longueurs ( $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d_3$ ) correspondent à des paramètres microstructuraux du matériau. Ce schéma permet de comprendre pourquoi une fissure (courte) peut se propager pendant plusieurs cycles puis s'arrêter sans altérer la limite d'endurance du matériau. Cette limite d'endurance se comporte alors comme une contrainte seuil en dessous de laquelle la fissure microstructurellement courte ne dispose pas de suffisamment d'énergie pour franchir la barrière physique  $d_3$ .

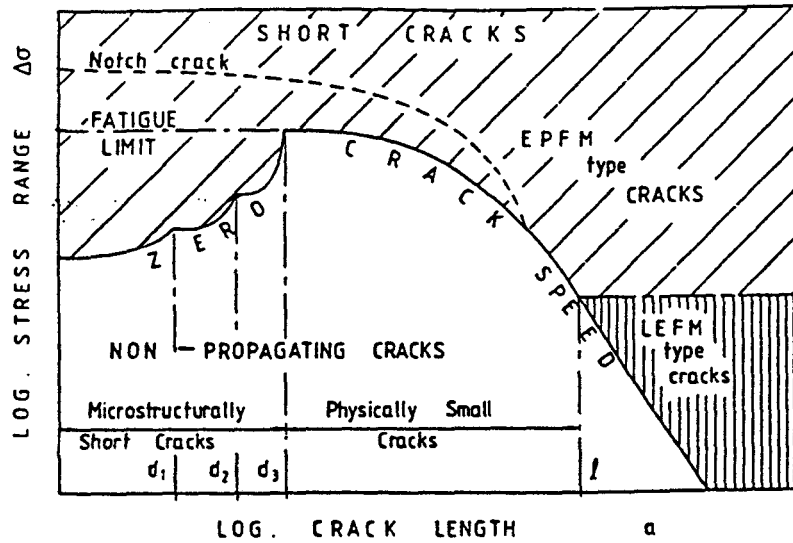


figure (4.5) : Les différents régimes de propagation des fissures courtes représentés sur le diagramme de Kitagawa. D'après [5]

*Representation on a Kitagawa diagram of the different regimes of short fatigue crack growth. After [5]*

La zone délimitée en abscisse par  $d_3$  et  $l$  définit les fissures physiquement courtes. La taille de la fissure est alors assez grande pour que la propagation ne soit plus conditionnée par les paramètres microstructuraux. Mais, le niveau de contrainte requis pour propager ces fissures est tel que les hypothèses de base nécessaires pour appliquer la mécanique linéaire de rupture ne sont pas valides. Ces conditions demeurent tant que la fissure n'atteint pas une longueur  $l$ . Cette taille de défaut égalée, le niveau de contrainte est suffisamment faible et le comportement de la fissure peut être décrit au moyen de la mécanique linéaire de la rupture. Le paramètre est déterminé par le niveau de contrainte. On admet que la fissure devient mécaniquement longue lorsque la contrainte appliquée devient inférieure à  $2/3$  de la limite d'élasticité cyclique (assimilée à la limite d'endurance).

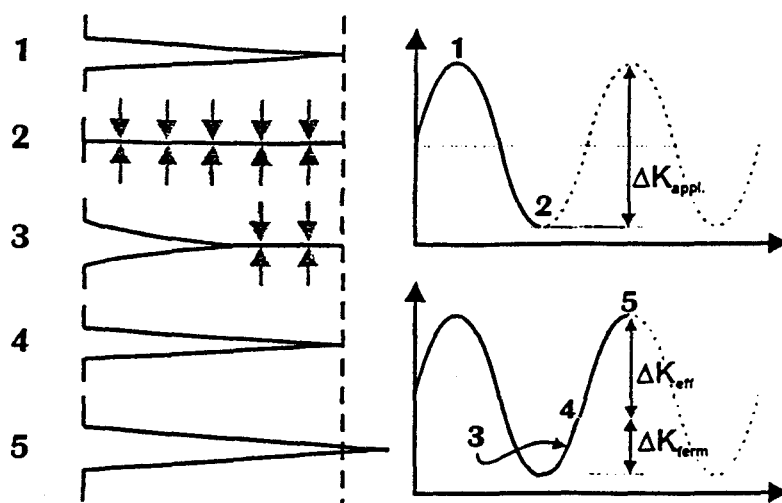


figure (4.6) : Concept de fermeture de fissure de fatigue.

*Fatigue crack closure effect concept.*

Kitagawa [6] et Miller [2] proposent de considérer sur le diagramme, non pas le seuil de propagation  $\Delta K_{th}$  mesuré à partir de fissures longues, mais plutôt le facteur d'intensité de contrainte effectif  $\Delta K_{eff}$  défini d'après le concept de fermeture de fissure. Cette démarche est illustrée sur la figure (4.5). En fait, le terme  $\Delta K_{eff}$  caractérise la part effective apportée à la fissure pour se propager. Ce concept est schématisé sur la figure (4.6).

Une fissure de fatigue se propage dans un volume de matière élastique. Lorsque le chargement est relâché, le retour élastique généré par ce volume engendre un champ de contraintes élastiques de compression autour du sillage de la fissure (1). Lors de la remise en charge, l'énergie apportée ne bénéficie pas intégralement aux mécanismes qui font avancer la fissure. En effet, dans un premier temps, cette énergie est consommée pour s'opposer aux contraintes de compression entourant la fissure et permettre ainsi d'ouvrir progressivement la fissure (2). Alors qu'une fraction du cycle s'est déjà opérée, la fissure n'a pas encore progressé (3). L'amplitude de contrainte restante permet enfin à la fissure de se propager (4).

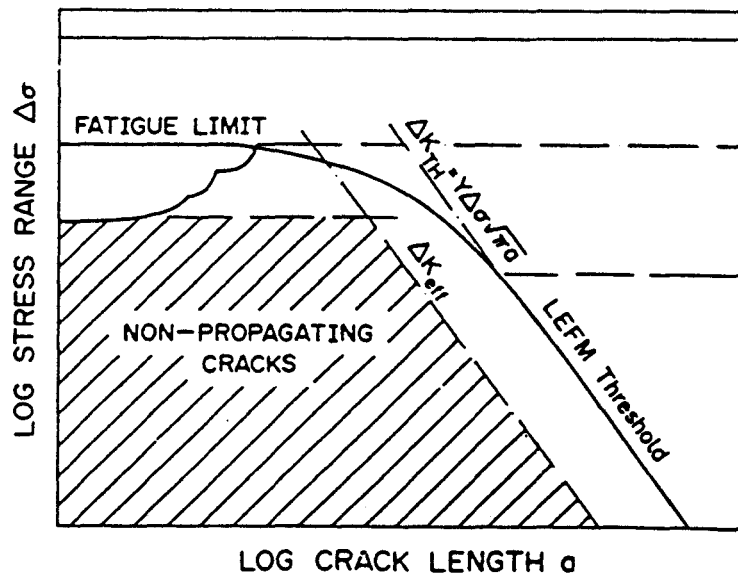


On distingue alors l'amplitude de contrainte  $\sigma_{ouv}$  nécessaire pour ouvrir la fissure et l'amplitude de contrainte effective  $\sigma_{eff}$  qui participe réellement à la propagation. Ce raisonnement s'étend également aux facteurs d'intensité de contrainte :

$$\begin{aligned}\sigma_{eff} &= \sigma_{max} - \sigma_{ouv} \\ \Delta K_{eff} &= K_{max} - K_{ouv}\end{aligned}\quad (4.3)$$

L'effet de fermeture de fissure se manifeste généralement pour des fissures longues. La détermination du seuil de propagation  $\Delta K_{th}$  de la figure (4.2) constitue donc à cet égard une sur-estimation du seuil  $\Delta K_{eff}$  intrinsèque au matériau.

Dans le cas des fissures courtes, l'effet de fermeture se manifeste à degré moindre. Le seuil de propagation effectif semble donc plus adapté pour décrire le comportement de ces fissures. Ainsi, Miller [5] reconsidère le diagramme de Kitagawa en remplaçant le seuil de propagation  $\Delta K_{th}$  par  $\Delta K_{eff}$  (figure 4.7).



**figure (4.7) :** Diagramme de Kitagawa modifié.  
Introduction du facteur d'intensité de contrainte effectif.  
D'après [5]

*Modified Kitagawa diagram - Introduction of the effective stress intensity factor. After [5]*

## 4.2. APPLICATION A LA GALVANISATION

### 4.2.1. Mise en pratique du diagramme de Kitagawa

#### 4.2.1.1. Modèle du défaut équivalent

Nous avons postulé en introduction de ce chapitre qu'une fissure de fatigue du revêtement peut être considérée comme un défaut initial dont la propagation détermine la résistance à la fatigue de l'acier.

En première approximation, la fissure est assimilée à un défaut comparable à une fissure se propageant simplement dans l'acier (figure 4.8). Il s'agit dans un premier temps d'identifier l'épaisseur  $h$  de revêtement à une longueur d'acier  $a_{\text{acier}}$  équivalente mécaniquement. Ce concept a déjà proposé pour modéliser la résistance à la fatigue de tôles minces à hautes résistance percées et poinçonnées [7].

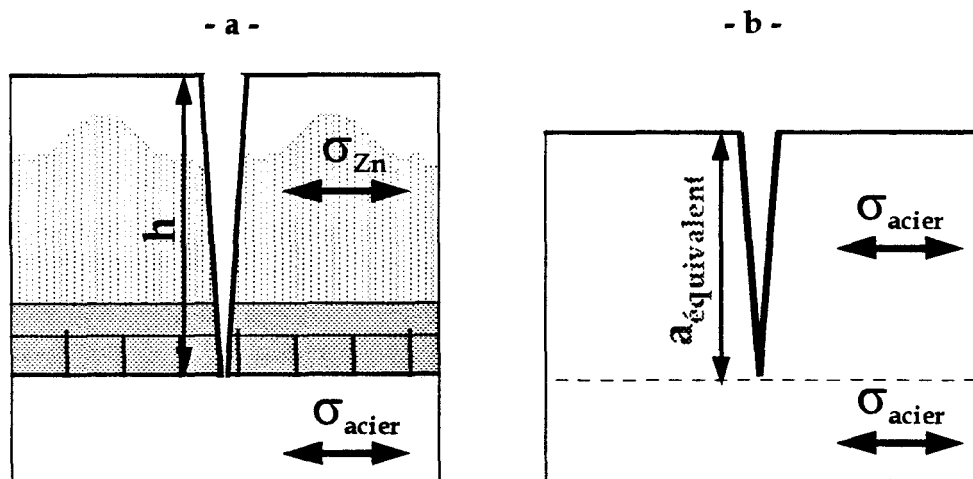


figure (4.8) : Fissure du revêtement de galvanisation équivalent à une taille de défaut dans l'acier.

*A galvanizing coating crack equivalent to a defect in the steel.*

Les conditions d'arrêt ou de propagation d'une fissure sont susceptibles d'être représentées simplement sur un diagramme de Kitagawa. A partir de l'hypothèse qui vient d'être posée, on peut alors schématiser la résistance à la fatigue de la tôle galvanisée à partir de ce diagramme. Cependant, cette démarche suppose que l'on sache estimer la force d'avancée des fissures du revêtement et que l'on puisse déterminer le seuil de propagation. Or, ces deux paramètres sont dépendants de la taille du défaut considéré :

- ✓ Le calcul de la force d'avancée des fissures est conditionnée par le rapport entre la taille de la zone plastique et la longueur de la fissure qui autorise ou non une approche élastique du problème.
- ✓ La détermination du seuil de propagation dépend de la longueur de la fissure. Nous avons remarqué précédemment que ce seuil peut varier avec la taille de la fissure lorsqu'elle est très courte. Inversement, le seuil de propagation est indépendant de la taille de la fissure pour des fissures plus longues. Mais, ce seuil est plus ou moins élevé selon les effets de fermeture de fissure.

La construction du diagramme de Kitagawa (la droite relative à la limite d'endurance du matériau et la droite relative au seuil de propagation en fatigue) suppose que les fissures qui dictent la résistance à la fatigue du matériau se comportent comme des fissures mécaniquement longues. Plusieurs hypothèses permettent de considérer que :

- ① la force d'avancée des fissures est évaluée en élasticité linéaire.
- ② les conditions d'arrêt des fissures sont imposées par le seuil de propagation effectif de l'acier qui est indépendant de la taille de la fissure.

une analyse en élasticité linéaire

Certaines hypothèses sont donc proposées afin de caractériser simplement les fissures de fatigue du revêtement en appliquant la mécanique de la rupture en élasticité linéaire.

✕ La zone plastique cyclique est confinée en pointe de fissure et présente une taille très inférieure à la longueur de la fissure. Le champ de contraintes dans le substrat en pointe de fissure du revêtement est décrit par l'expression du facteur d'intensité de contrainte fournie par la mécanique linéaire de la rupture. Il dépend de la contrainte nominale appliquée et de la longueur de la fissure (équation 4.1).

✕ La propagation se produit uniquement lorsque la fissure est totalement ouverte. (De ce fait, seules les contraintes positives contribuent à l'avancée de la fissure)

un seuil de propagation indépendant de la longueur de fissure

✕ D'après l'hypothèse illustrée sur la figure (4.8), une fissure traverse l'interface si le champ de contrainte qu'elle développe à son extrémité est tel que le seuil de propagation de l'acier est franchi.

Les essais de fatigue ont démontré que la diminution de la limite de fatigue occasionnée par la présence de la galvanisation est d'autant plus importante que l'épaisseur de revêtement est élevée. Ce résultat tend à montrer que les fissures du revêtement se comportent comme des fissures mécaniquement longues. Ce résultat expérimental sous-entend en effet que le seuil de propagation est indépendant de la longueur de fissure.

un seuil de propagation effectif

✕ Une fissure du revêtement est physiquement courte. Elle est suffisamment courte pour que les phénomènes de fermeture de fissure soient négligeables et suffisamment longue pour que sa propagation ne soit pas perturbée par la microstructure des matériaux qu'elle traverse.

Le paramètre qui définit la propagation ou l'arrêt de la fissure est une valeur intrinsèque au matériau. C'est donc le seuil de propagation effectif de l'acier qui caractérise le franchissement de l'interface, et par conséquent la limite d'endurance de la tôle revêtue.

Dans ces conditions, on considère que la limite d'endurance est atteinte lorsque le facteur d'intensité de contrainte  $K_f$  en pointe de la fissure égale le seuil de propagation effectif  $\Delta K_{\text{eff}}$  de l'acier.

$$\begin{aligned} \text{si } \sigma > \sigma_D &\Rightarrow K_f = \alpha \sigma \sqrt{\pi h} \\ \text{si } \sigma = \sigma_D &\Rightarrow K_{\text{eff}} = K_f = \alpha \sigma_D \sqrt{\pi h} \end{aligned} \quad (4.4)$$

Dans le cas d'une sollicitation en flexion, l'expression du facteur d'intensité de contrainte dépend du moment de flexion, de l'épaisseur de la plaque et bien entendu de la longueur de la fissure. Dans le cas d'une tôle revêtue, le problème se complique puisque le moment de flexion agit sur une section d'éprouvette composite. On admet alors par approximation que l'expression (4.4) s'adresse aussi bien au chargement en traction compression qu'au chargement en flexion. En effet, nous cherchons à définir le champ de contrainte en surface de l'acier. La différence entre les deux sollicitations se situe au niveau de la distribution des contraintes dans l'épaisseur du matériau. Or, les limites de fatigue en flexion ont déjà été réajustées pour tenir compte du gradient de contrainte et permettre ainsi d'effectuer un parallèle avec les résultats de traction compression. L'élargissement de l'expression (4.4) au cas de la flexion est donc une approche simplifiée, qui, malgré tout, semble raisonnable au regard des résultats expérimentaux.

La résistance à la fatigue peut donc être décrite en distinguant un domaine de propagation de fissure (pour une contrainte supérieure à la limite d'endurance) et domaine de non propagation (pour une contrainte inférieure ou égale à la limite d'endurance). La frontière entre ces deux domaines est fixée par le facteur d'intensité de contrainte des fissures de fatigue, c'est-à-dire par leur longueur, et donc par l'épaisseur de galvanisation.

Un diagramme de Kitagawa est alors construit en reportant en ordonnée l'amplitude de chargement  $\sigma$  appliquée au substrat, et en abscisse la taille de défaut équivalent associée à l'épaisseur du revêtement de galvanisation (figure 4.9). Les essais de fatigue décrits au chapitre 2 sont alors disposés sur ce diagramme à partir des couples de résultats (limite de fatigue, épaisseur de galvanisation) du tableau (2.7). La limite de fatigue de l'acier E335D observée en traction compression est également sur ce diagramme.

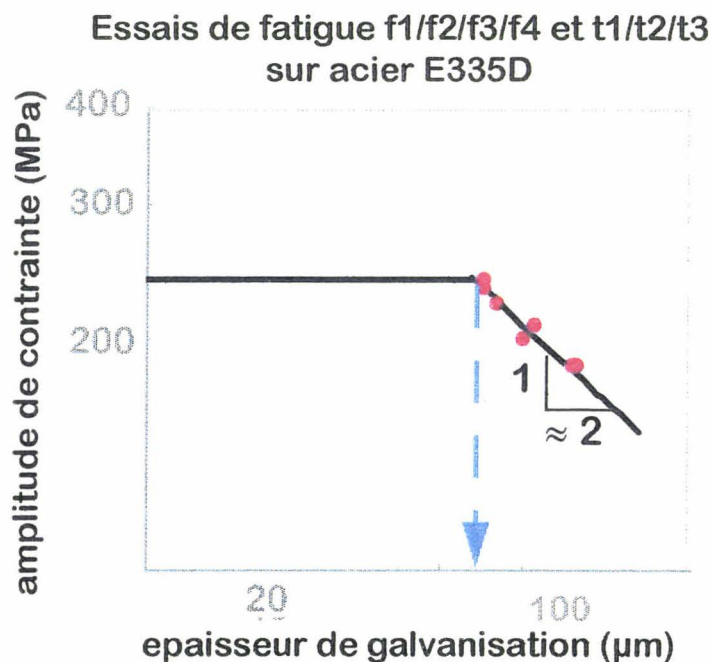


figure (4.9) : Diagramme de Kitagawa expérimental.

*Experimental Kitagawa diagram.*

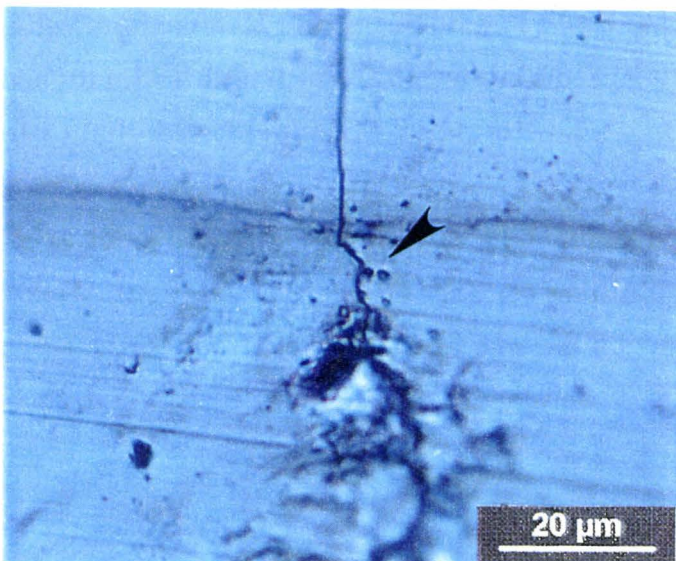
L'épaisseur du revêtement présente une certaine dispersion (tableau 2.4). Or, dans l'hypothèse de la mécanique linéaire de la rupture, le facteur d'intensité de contrainte est proportionnel à la longueur de la fissure (à la puissance  $\frac{1}{2}$ ). La limite d'endurance est donc atteinte lorsque la plus longue fissure du revêtement ne se propage pas dans le substrat. Ainsi, l'épaisseur moyenne n'est pas représentative des fissures du revêtement qui fixent la résistance à la fatigue. Nous choisissons donc arbitrairement de considérer une épaisseur égale à la valeur moyenne plus un écart-type.

#### 4.2.1.2. Discussion

La figure (4.9) confirme graphiquement les hypothèses qui ont été proposées.

Sur le diagramme bilogarithmique, les résultats expérimentaux révèlent une relation linéaire entre la limite de fatigue et l'épaisseur de revêtement. Cette droite confirme que le seuil de propagation effectif est constant, et qu'à ce titre, il ne dépend pas de la longueur de fissure.

Chaque point de la droite définit le seuil de propagation des fissures dans le substrat qui, selon l'hypothèse avancée par la relation (4.4), correspond au seuil de propagation effectif de l'acier. La pente de cette droite est très proche de  $-\frac{1}{2}$ . Cette valeur rend compte de la proportionnalité entre la contrainte et la longueur de fissure de l'expression du facteur d'intensité de contrainte dans l'hypothèse de la mécanique linéaire de la rupture.



**figure (4.10)**

Micrographie optique d'une fissure du revêtement se propageant dans la tôle. Pas de zone plastique visible dans les premiers grains.

*Optical micrography of coating crack propagating in the steel sheet. Any visible plastic zone in the early grains.*

L'application de la mécanique linéaire de la rupture suppose que la zone plastique cyclique dans le substrat en pointe de fissure du revêtement est très réduite, notamment par rapport à la longueur de la fissure. L'examen des éprouvettes de fatigue confirme cette hypothèse.

En effet, malgré le nombre important de fissures observées au cours des essais interrompus, il n'a pas été possible de mettre en évidence de vastes zones plastiques cycliques dans les premiers grains en surface de la tôle. La propagation d'une fissure dans l'épaisseur du substrat développe une zone plastique qui est bien visible sur la surface préalablement polie (figure 4.10). Les premiers grains de l'acier ne sont quasiment jamais concernés par ce phénomène.

Le principal résultat qui est révélé par ce diagramme est que *la tenue en fatigue de la tôle E335D n'est pas affectée par la galvanisation tant que l'épaisseur du revêtement ne dépasse pas 60  $\mu\text{m}$ .*

Cherchons maintenant à déterminer la valeur du seuil de propagation effectif de l'acier qui s'accorde aux résultats expérimentaux. En première approximation, nous avons considéré que l'épaisseur de galvanisation est équivalent à une taille de défaut dans l'acier (figure 4.8). L'expression du facteur d'intensité de contrainte d'une fissure latérale de profondeur  $a$  dans une plaque semi-infinie soumise à une contrainte homogène uniaxiale de traction  $\sigma$  s'écrit [12] :

$$K_I = 1.12 \sigma \sqrt{\pi a} \quad (4.6)$$

En remplaçant le terme  $a$  par l'épaisseur  $h$  de galvanisation, cette expression simplifiée du facteur d'intensité de contrainte fournit une estimation du seuil de propagation effectif de l'acier de l'ordre de  $3,7 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ . Ce résultat cadre bien avec les valeurs typiquement observées sur un acier [7].

Les conclusions qui découlent de la figure (4.8) s'accordent avec l'ensemble des hypothèses qui ont été posées. Considérer la longueur des fissures du revêtement de galvanisation comme une longueur de défaut équivalent dans l'acier permet donc de schématiser simplement la résistance à la fatigue de la tôle galvanisée ou non.



Néanmoins, si cette approche simplifiée est pratique, elle ne représente pas a priori une réalité physique. En effet, si l'on admet que le seuil de propagation effectif de l'acier se situe bien au voisinage de  $3,7 \text{ MPa}\sqrt{m}$ , on considère que le revêtement se comporte comme une couche d'acier de même épaisseur. Le module d'Young du revêtement étant trois fois plus faible que celui du substrat, on peut envisager qu'une fissure du revêtement n'est pas strictement équivalente mécaniquement à une fissure de même longueur dans l'acier.

Pour tenir compte de cette situation, Bergengren et Melander [8] reconsidèrent l'expression du facteur d'intensité de contrainte (4.6) en retenant, non pas le niveau de contrainte appliqué au substrat, mais celui qui s'exerce dans le revêtement. On rappelle que ces deux contraintes sont liées suivant le rapport des modules du zinc et de l'acier (§ 2.2). Ainsi, l'expression du facteur d'intensité de contrainte devient :

$$K_I = 1.12 \sigma_{acier} \frac{E_{Zn}}{E_{acier}} \sqrt{\pi h} \quad (4.7)$$

Sur ces considérations, la valeur du seuil de propagation effectif qui permet d'ajuster les points expérimentaux à la relation (4.4) n'est plus de  $3,7 \text{ MPa}\sqrt{m}$  mais diminue d'un facteur trois, tombant ainsi à  $1,25 \text{ MPa}\sqrt{m}$ . Cette valeur est faible par rapport aux estimations fournies par la littérature.

Trois hypothèses peuvent alors être proposées pour expliquer ce résultat :

### 1<sup>ère</sup> hypothèse :

✗ L'analyse élastique ne convient pas.

Bergengren et Melander ont cherché à déterminer le facteur d'intensité de contrainte dans un acier galvanisé en pointe d'une fissure du revêtement de galvanisation ayant traversé l'interface. Le calcul est effectué d'une part par éléments finis dans une hypothèse élasto-plastique et d'autre part, sur une base purement élastique, en utilisant la relation (4.7). Les deux approches aboutissent au même résultat. L'approche élastique est donc acceptable.

**2<sup>ème</sup> hypothèse :**

X Ce seuil de propagation de  $1,25 \text{ MPa}\sqrt{m}$  correspond à une réalité physique.

Dans ce cas, la valeur du seuil de propagation effectif de l'acier est modifiée par l'intervention d'un paramètre métallurgique inhérent au processus de galvanisation. On peut alors imaginer une fragilisation en surface de l'acier par diffusion de zinc lors de l'élaboration du revêtement. Cette hypothèse a d'ailleurs été avancée par Nilsson et al. [11] bien qu'aucune mesure n'ait été effectuée.

**3<sup>ème</sup> hypothèse :**

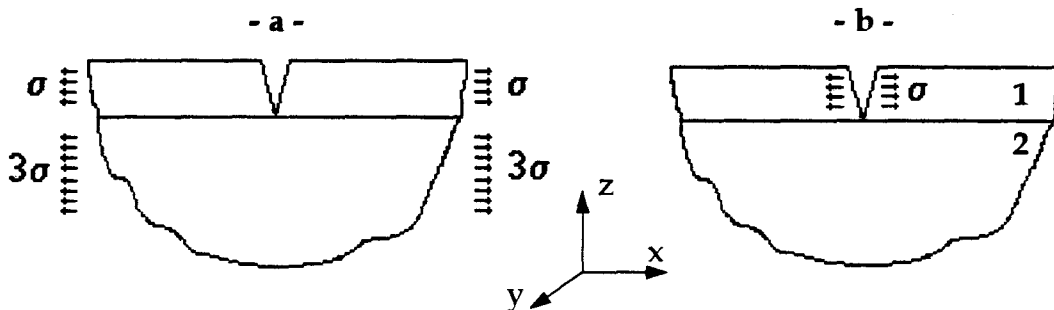
X Le calcul qui est utilisé pour déterminer la valeur de ce seuil de propagation est erroné.

En faisant abstraction de l'effet des caractéristiques élastiques des deux matériaux, la détermination du facteur d'intensité de contrainte d'une fissure traversant le revêtement n'est déjà pas aisée. En effet, la fissure de fatigue du revêtement de galvanisation implique plusieurs matériaux de structures et de propriétés mécaniques différentes. De plus, elle traverse une couche présentant un réseau de petites fissures très dense (phase delta). La relation (4.7) suppose que le revêtement de galvanisation peut être considéré comme une couche de zinc homogène. Nous avons vérifié que cette hypothèse se vérifie expérimentalement lorsque l'on s'intéresse au moment d'inertie de l'acier galvanisé (§ 2.3.2).

Mais, cette différence de caractéristiques élastiques qui règne entre le substrat et le revêtement constitue une difficulté majeure. La mécanique linéaire de la rupture ne permet pas de répondre à ce problème. Nous devons donc chercher si l'accès à une solution approchée est possible, en se fondant sur les analyses en élasticité non linéaire qui sont traitées dans la littérature.

### 4.2.1.3. Solution en élasticité non linéaire

Assimilons de nouveau le revêtement de galvanisation à une couche de zinc éta homogène (§ 2.3.2). Cette approximation permet de se rapprocher du cas a priori plus simple d'une fissure latérale dans une plaque semi-infinie telle qu'elle est représentée sur la figure (4.11a). Lorsque les deux matériaux présentent les mêmes caractéristiques élastiques, il existe une solution analytique simple à ce problème en élasticité linéaire. Cette solution est donnée par l'équation (4.6) utilisée auparavant dans l'hypothèse du défaut équivalent.



**figure (4.11) :** géométries de fissure correspondant :

a) au revêtement de galvanisation et b) au calcul numérique de Beuth [9].

*Crack geometry corresponding to :*

*a) the galvanizing coating and b) the numerical calcul of Beuth [9].*

La littérature ne fournit pas de solution analytique adaptée à cette géométrie de fissure. Toutefois, regardons si l'effet des caractéristiques élastiques peut être évalué en s'appuyant sur une géométrie de fissure proche de celle qui nous intéresse, et pour laquelle une solution numérique est proposée dans la littérature.

Cette géométrie est représentée sur la figure (4.11b). Il s'agit d'une fissure isolée dans un film mince isotrope d'épaisseur  $h$  (matériau 1) adhérent à un substrat isotrope semi-infini (matériau 2). La fissure traverse entièrement le film, son extrémité ayant atteint l'interface. L'analyse du problème est effectuée comme en élasticité linéaire dans un espace bidimensionnel.

Les deux géométries se différencient au niveau du chargement appliqué. Dans le cas de la galvanisation, la contrainte est appliquée au film et au substrat. En ce qui concerne le cas décrit par Beuth [9], le chargement est appliqué uniquement au revêtement.

Se plaçant dans l'hypothèse d'une déformation élastique plane, Beuth propose une solution numérique qui permet d'estimer un facteur d'intensité de contrainte en pointe de la fissure (figure 4.11b) en fonction de l'épaisseur  $h$  du film et de la différence entre les caractéristiques élastiques des deux matériaux.

La différence entre les caractéristiques élastiques des deux matériaux s'exprime simplement par le biais de deux nombres sans dimension  $\alpha$  et  $\beta$ , désignés par le terme paramètres de Dundurs. Pour un problème en déformation plane impliquant deux matériaux isotropes et élastiques, ces paramètres sont tels que:

$$\alpha = \frac{\bar{E}_1 - \bar{E}_2}{\bar{E}_1 + \bar{E}_2}, \quad \beta = \frac{\mu_1(1 - 2\nu_2) - \mu_2(1 - 2\nu_1)}{2\mu_1(1 - \nu_2) + 2\mu_2(1 - \nu_1)} \quad (4.7)$$

$\bar{E}$  : le module réduit  $E/(1-\nu^2)$      $\mu$  : le module de cisaillement  
 $\nu$  : le coefficient de Poisson

Si les deux matériaux possèdent les mêmes caractéristiques élastiques :

$$\alpha = \beta = 0$$

Lorsque le matériau (1) est moins rigide que le matériaux (2),  $\alpha$  et  $\beta$  sont négatifs (c'est le cas pour l'acier galvanisé). Pour la plupart des combinaisons de matériaux, les valeurs de  $\beta$  s'étendent entre  $\beta = 0$  et  $\beta = \alpha/4$ .

La contrainte de traction développée dans le matériau (2), suivant l'axe ( $z$ ), en pointe de la fissure représentée sur la figure (4.11b) prend la forme suivante [10] :

$$\sigma_{xx}(z) = \frac{\bar{K}}{(2\pi z)^s} \quad (4.8)$$

Les contraintes développées en fond de fissure dans le matériau (2) dépendent alors des caractéristiques élastiques des deux matériaux par l'intermédiaire des paramètres de Dundurs qui déterminent l'exposant  $s$ .

$$\cos(s\pi) - 2 \frac{\alpha - \beta}{1 - \beta} (1 - s)^2 + \frac{\alpha - \beta^2}{1 - \beta^2} = 0 \quad (4.9)$$

Le préfacteur  $\overline{K}$  est analogue au facteur d'intensité de contrainte mais avec d'autres dimensions: [contrainte][longueur]<sup>s</sup>. A ce titre, il dépend aussi de  $\alpha$  et  $\beta$ .

Si les deux matériaux présentent les mêmes caractéristiques élastiques, l'exposant  $s$  prend une valeur de  $1/2$ , en accord avec la théorie de la mécanique de la rupture traditionnelle.

Pour définir le facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure, Beuth introduit un nombre sans dimension  $f(\alpha, \beta)$ , fonction des deux paramètres de Dundurs, tel que :

$$\overline{K_I} = f(\alpha, \beta) \sigma_{film} (\pi h)^s \quad (4.10)$$

$\sigma_{film}$  est le niveau de contrainte appliqué au film. La fonction  $f(\alpha, \beta)$  est calculée numériquement pour différentes valeurs de  $\alpha$  et  $\beta$ , c'est-à-dire pour différentes combinaisons de matériaux. Le tableau (IV.1) reporte les résultats numériques de la fonction  $f(\alpha, \beta)$  pour deux combinaisons :

**A** les matériaux (1) et (2) ont les mêmes modules  $\rightarrow \alpha = \beta = 0$ , et  $s = 1/2$ .

**B** les matériaux (1) et (2) sont assimilés respectivement à du zinc et de l'acier.

	$E_1$ (GPa)	$E_2$ (GPa)	$\alpha$	$\beta$	$s$	$f(\alpha, \beta)$
<b>A</b>	$E_2$	$E_1$	0	0	$1/2$	1.12
<b>B</b>	70 000	210 000	-0.5	-0.4/4	0.400	1.849

**tableau (IV.1) :** Résultats numériques de la fonction  $f(\alpha, \beta)$ . D'après [9]

*Numerical results of the fonction  $f(\alpha, \beta)$ . After [9]*

Cas A :

Le calcul de Beuth appliqué à la géométrie de la figure (4.11b) donne à la fonction  $f(\alpha, \beta)$  une valeur de 1,12. Bien que le chargement soit uniquement appliqué au film, le calcul revient à considérer dans ce cas une fissure latérale dans une plaque semi-infinie homogène soumise à une contrainte de traction uniforme :

$$\overline{K_I} = K_I = 1.12 \sigma_{film} \sqrt{\pi a} \quad (4.6)$$

Ce résultat semble indiquer que la géométrie de fissure décrite par Beuth, bien que légèrement différente en terme de chargement appliqué, est très proche de la géométrie de fissure qui intéresse la galvanisation.

Cas B :

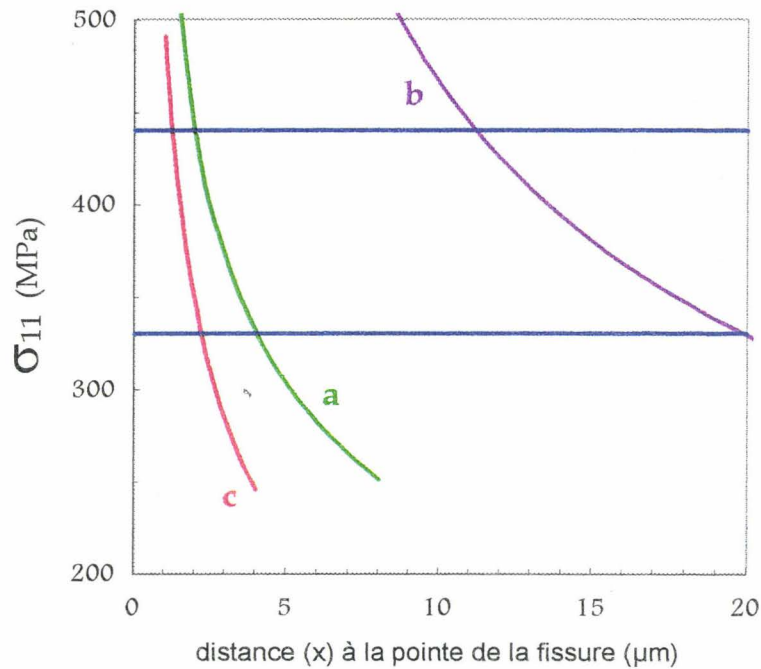
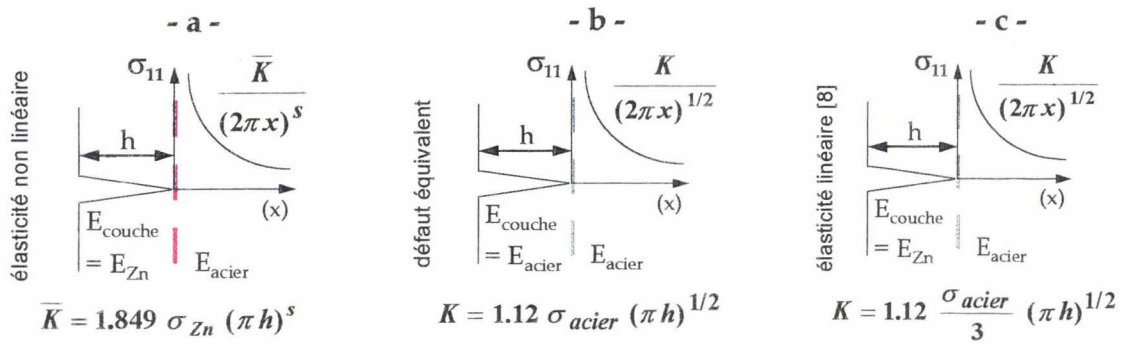
La valeur de  $\beta$  est estimée à  $\alpha/4$ . Le tableau (IV) procure une expression du facteur d'intensité de contrainte en pointe d'une fissure du revêtement de galvanisation tel qu'il a été simplifié :

$$\beta = \alpha / 4 \quad \Rightarrow \quad \overline{K_I} = 1.849 \sigma_{Zn} (\pi h)^{0.4} \quad (4.11)$$

Selon cette approche, seule la contrainte exercée sur le revêtement intervient.

Ce facteur d'intensité de contrainte a pour dimensions : [MPa] [m]<sup>0.4</sup>. A ce titre, il ne peut pas être utilisé pour caractériser la fissuration de fatigue. De plus, il n'est pas possible de relier les deux longueurs de fissure (la longueur  $h$  relative à une fissure du revêtement et la longueur  $a$  correspondant à une fissure mécaniquement équivalente dans l'acier) puisque les deux champs de contraintes ne sont pas homogènes.

Afin de contourner cette difficulté, nous pouvons orienter la discussion sur les champs de contrainte en pointe de fissure. Il s'agit de confronter l'évolution de la contraintes de traction  $\sigma_{11}(x)$  développée dans le plan d'une fissure de longueur  $h$  selon les deux hypothèses de calcul : d'une part en élasticité non linéaire (singularité en 0,4 pour une fissure dans le zinc) et d'autre part en élasticité linéaire (singularité en 1/2). Pour ce dernier cas, nous distinguons l'hypothèse du défaut équivalent (fissure et contrainte dans l'acier) et l'hypothèse retenue par Bergengren et Melander (fissure et contrainte dans le revêtement) [8].



**figure (4.12) :** Evolution de la contrainte locale de traction en pointe de fissure du revêtement.

*The local tension stress at the coating crack tip.*

Les hypothèses de travail et le tracé graphique des trois contraintes sont représentés sur la figure (4.12). Dans un souci de simplification, l'épaisseur de revêtement et le niveau de chargement extérieur sont fixés numériquement. Nous choisissons pour cette figure de considérer une épaisseur de 60  $\mu\text{m}$  et une sollicitation de 240 MPa (cette application numérique correspond au seuil d'épaisseur critique de la tôle E335D).

Si l'on admet que le modèle fondé sur l'analyse en élasticité non linéaire décrit correctement l'état de contrainte locale en pointe de fissure du revêtement, cette approche mécanique simplifiée permet de tirer plusieurs enseignements.

En premier lieu, la figure (4.12) confirme que l'approche élastique est justifiée. La taille de la zone plastique cyclique en pointe de fissure est évaluée par l'abscisse du point d'intersection entre la contrainte locale de traction et la contrainte d'écoulement cyclique. Le paramètre d'écrouissage cyclique n'est pas connu. Cependant, cette contrainte est comprise entre la limite d'élasticité macroscopique (330 MPa) et la charge à rupture du matériau (440 MPa). Ces deux valeurs sont indiquées sur le graphique. Il apparaît que la taille de la zone plastique est très réduite, elle reste inférieure à la taille de grain. Ce résultat théorique est en accord avec les observations expérimentales (figure 4.10).

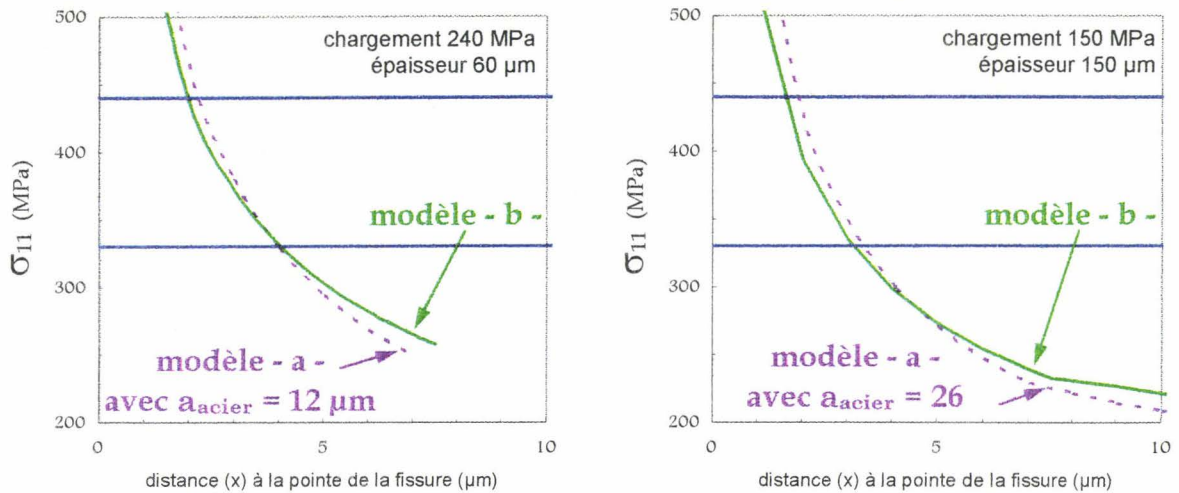
Dans un second temps, cette évaluation des champs de contrainte locaux, bien qu'approximative, permet de comparer les différents modèles.

Assimiler une fissure du revêtement à une fissure de taille équivalente dans l'acier a pour effet de sur-estimer l'état de contrainte locale en pointe de fissure, et par conséquent la valeur du seuil de propagation effectif de l'acier.

A l'opposé, si l'on tient compte de la différence de caractéristiques élastiques en considérant la contrainte au sein du revêtement tout en adoptant une démarche en élasticité linéaire [8], l'état de contrainte locale est sous-estimé. Toutefois, des deux modèles en élasticité linéaire, cette démarche permet de s'approcher davantage de l'estimation fournie en élasticité non linéaire.

Nous pouvons apprécier graphiquement la longueur de fissure dans l'acier  $a_{\text{acier}}$  qui serait équivalente mécaniquement (même champ de contrainte à l'extrémité de la fissure) à une fissure du revêtement de longueur  $h$ . Cela revient à déterminer le paramètre  $a_{\text{acier}}$  qui permet d'ajuster la courbe (b) sur la courbe (a) dans une région correspondant au premier grain en surface du substrat. Cet ajustement est représentée sur la figure (4.13) pour deux épaisseur de galvanisation, 60 et 150  $\mu\text{m}$ , et pour des chargements de l'acier respectivement de 240 et 150 MPa (ces valeurs définissent deux points du diagramme de Kitagawa expérimental).





**figure (4.13) :** Evaluation graphique de la longueur de fissure dans l'acier équivalent à la longueur de fissure du revêtement de galvanisation.

*Graphic method for the assesment of the steel crack length equivalent to the length of the galvanizing coating crack.*

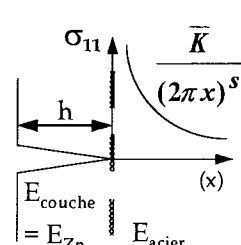
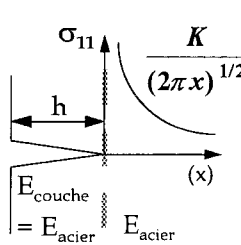
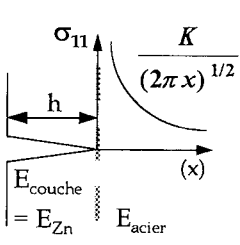
La figure (4.13) montre qu'une fissure de fatigue du revêtement de galvanisation (d'épaisseur  $h$ ) développe un champ de contrainte (calculé en élasticité non linéaire) équivalent à celui généré par une fissure de longueur  $a$  à peu près 5 fois plus petite ( $a \approx h/5$ ) qui évoluerait uniquement dans l'acier. Ce résultat est à comparer au modèle de Bergengren et Melander qui revient à considérer une fissure équivalente dans l'acier de longueur 9 fois plus petite que l'épaisseur du revêtement (ce facteur 9 correspond au carré du rapport des module d'Young).

A partir de la relation (4.6), nous pouvons alors calculer un nouveau seuil de propagation effectif de l'acier qui s'ajuste aux résultats expérimentaux, en considérant cette fois une longueur de fissure  $a = h/5$ . Le seuil de propagation est dans ce cas estimé à  $1,7 \text{ MPa} \sqrt{m}$ . Cette valeur reste inférieure à celle qui est attendue pour l'acier. Elle est par ailleurs très proche de l'estimation fournie par le modèle de Bergengren et Melander [8].

4.2.1.4. Conclusion

L'ensemble de la discussion est résumé dans le tableau (IV.2). Les trois modèles évoqués précédemment sont confrontés. Sont indiqués dans ce tableau :

- ✓ les longueurs  $a_{acier}$  équivalentes considérées par chaque modèle.
- ✓ les seuils de propagation effectifs de l'acier qui permettent d'ajuster chaque modèle aux résultats expérimentaux.

- a -	- b -	- c -
<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg); font-size: small; margin-right: 5px;">élasticité non linéaire</div>  </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>\bar{K} = 1.849 \sigma_{Zn} (\pi h)^s</math></p> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>a_{acier} = h/5</math></p> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>\Delta K_{eff} = 1,7 \text{ MPa}\sqrt{m}</math></p>	<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg); font-size: small; margin-right: 5px;">défaut équivalent</div>  </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>K = 1,12 \sigma_{acier} (\pi h)^{1/2}</math></p> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>a_{acier} = h</math></p> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>\Delta K_{eff} = 3,7 \text{ MPa}\sqrt{m}</math></p>	<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg); font-size: small; margin-right: 5px;">élasticité linéaire [8]</div>  </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>K = 1,12 \frac{\sigma_{acier}}{3} (\pi h)^{1/2}</math></p> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>a_{acier} = h/9</math></p> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><math>\Delta K_{eff} = 1,25 \text{ MPa}\sqrt{m}</math></p>

**tableau (IV.2) :** Comparaison entre les trois modèles mécaniques qui évaluent le champ de contrainte en pointe d'une fissure du revêtement de galvanisation.

*Comparison between the three mechanical models which assess the local stress field at the tip of a galvanizing coating crack.*

Si  $E_{couche} = E_{Zn}$  est correct

➡ on considère que la longueur de fissure du revêtement est équivalente mécaniquement à une fissure dans l'acier de plus petite longueur.

⊗ mais, le  $\Delta K_{eff}$  déterminé pour l'acier est anormalement faible.

Si  $E_{couche} = E_{acier}$  est correct

➡ le  $\Delta K_{eff}$  déterminé pour l'acier est celui qui est attendu.

⊗ mais, la fissure du revêtement est associée à une fissure dans l'acier de même longueur.

Il ressort de ce tableau que les différentes solutions mécaniques approchées qui sont à notre disposition ne permettent pas de rendre compte précisément du phénomène physique qui définit la propagation (ou non) des fissures du revêtement dans le substrat sous l'action d'une sollicitation cyclique. Ce résultat renforce donc l'idée qu'un paramètre métallurgique inhérent au processus de galvanisation perturbe la résistance à la fatigue du substrat. Nous ne sommes pas en mesure de préciser la nature de ce paramètre qui reste donc à définir. L'incohérence mécanique n'est pas expliquée.

Malgré tout, l'analyse de la résistance à la fatigue de la tôle galvanisée par le diagramme de Kitagawa est un fait expérimental irréfutable qui offre un outil de prédiction précieux, simple d'emploi.

#### 4.2.1.5. Comparaison avec la littérature

L'effet du revêtement de galvanisation sur le comportement en fatigue d'aciers galvanisés a été interprété à l'aide du diagramme de Kitagawa à deux reprises dans la littérature.

Nilsson et al. [11] s'appuient sur l'expression du facteur d'intensité de contrainte d'une fissure latérale établie en élasticité linéaire (équation 4.6). Le seuil de propagation effectif des différents aciers testés (teneurs silicium variables) est alors supposé égal à  $3 \text{ MPa} \sqrt{m}$ . Toutefois, ne connaissant pas l'origine précise du processus d'endommagement par fatigue, leur interprétation reste qualitative. Ils concluent du reste que l'épaisseur du revêtement ne peut pas être reliée à la dégradation du comportement en fatigue des aciers galvanisés.

Bergengren et Melander [8] commentent également l'influence de la galvanisation en s'appuyant sur le diagramme de Kitagawa. Ils affirment ainsi que la propagation de fissures du revêtement dépend du rapport entre le seuil de propagation du substrat et la force d'avancée dont disposent les fissures. Cependant, ils considèrent que les fissures du revêtement ne sont pas bloquées à l'interface, mais dans le substrat. Leur théorie s'appuie d'une part sur un calcul par éléments finis du facteur d'intensité de contrainte selon une approche élasto-plastique et d'autre part à partir de la mécanique linéaire de la rupture (en utilisant la relation 4.7). Le facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure est calculé pour trois épaisseurs de galvanisation. Il est ensuite comparé avec la valeur attendue du seuil de propagation effectif de l'acier,  $4 \text{ MPa} \sqrt{m}$ .

Sur le plan expérimental, l'acier galvanisé est sollicité à un même niveau de contrainte (inférieur à la limite d'endurance du substrat) pour les trois épaisseurs de revêtement. Le revêtement de plus faible épaisseur engendre la durée de vie la plus longue (100000 cycles). Pour ce revêtement, le calcul donne au facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure une valeur de  $3,5 \text{ MPa}\sqrt{m}$ . Cette valeur se situe en dessous du seuil de propagation de l'acier bien que la durée de vie observée soit éloignée de l'endurance.

Les résultats expérimentaux et les calculs théoriques de cet article rejoignent les observations qui découlent de notre étude : le seuil de propagation qui délimite le franchissement de l'interface (ou l'arrêt dans le substrat selon Bergengren et Melander) est plus faible que le seuil de propagation effectif d'un acier non revêtu.

#### 4.2.2. Implications

L'application du diagramme de Kitagawa permet donc de schématiser simplement la résistance à la fatigue de la tôle galvanisée. Cet outil graphique est très appréciable car il permet premièrement d'estimer rapidement la tenue en fatigue selon les conditions expérimentales, et deuxièmement, d'élargir la discussion à d'autres nuances d'acier.

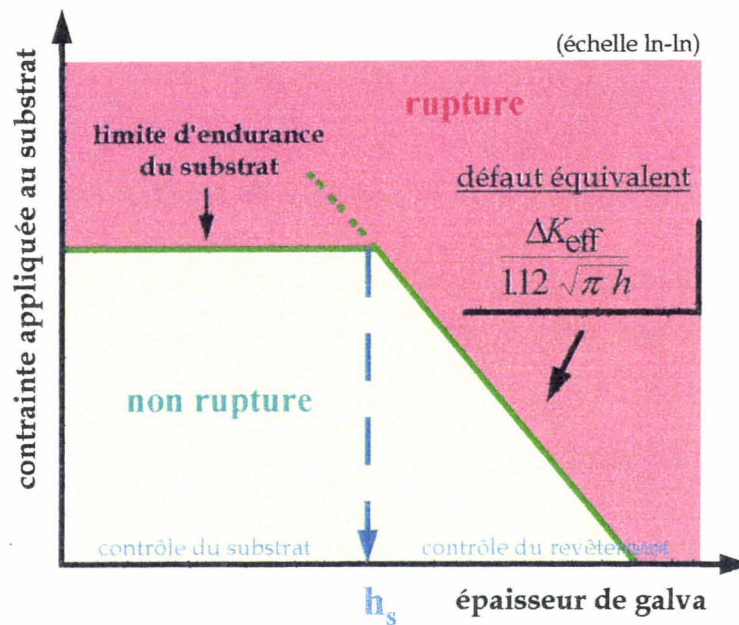
La limite d'endurance du substrat non revêtu et la droite relative qui caractérise la résistance à la fissuration du substrat en présence du revêtement constituent une frontière qui délimite deux domaines de comportement en fatigue de la tôle galvanisée (figure 4.14) :

##### en dessous de la frontière

- ☛ la tôle galvanisée est sollicitée dans le domaine de l'endurance illimitée.

##### au dessus de la frontière

- ☛ la probabilité de rupture en fatigue de la tôle galvanisée est importante.



**figure (4.14) :** Diagramme de Kitagawa permettant de prévoir la tenue en fatigue d'une tôle galvanisée.

*Kitagawa diagram allowing the prediction of the fatigue behaviour of a galvanised steel sheet.*

La construction de ce diagramme impose de connaître uniquement la limite d'endurance du substrat. Même si ce modèle ne décrit pas fidèlement la réalité physique (effet des caractéristiques élastiques), il donne une estimation numérique satisfaisante du phénomène physique (limite de fatigue déterminée par un seuil de non propagation dans l'acier) à partir du moment où l'on impute au seuil de propagation effectif de la tôle une valeur de :

$3,7 \text{ MPa} \sqrt{m}$  en se plaçant dans l'hypothèse du défaut équivalent (prise en compte de la contrainte appliquée au substrat).

$1,25 \text{ MPa} \sqrt{m}$  en se plaçant dans l'hypothèse élastique linéaire de Bergengren et Melander (prise en compte de la contrainte appliquée dans le revêtement).

La première approche est plus simple car elle considère directement la contrainte appliquée au substrat, mais la deuxième rend compte de la faible valeur du seuil de propagation. Elles sont toutes les deux équivalentes.

A partir de ce modèle, il est alors possible de préciser l'influence de plusieurs paramètres.

#### *4.2.2.1. Influence de l'épaisseur de revêtement*

L'abscisse du point d'intersection entre la droite correspondant à la limite d'endurance de la tôle nue et la droite relative au seuil de propagation définit un seuil d'épaisseur critique «  $h_s$  » qui délimite deux domaines.

- ✓ En dessous de ce seuil critique, la tenue en fatigue du substrat n'est pas affectée par la présence du revêtement de galvanisation. Le comportement est régi par la limite d'endurance de l'acier.
- ✓ Au delà de ce seuil, la tenue en fatigue diminue d'autant plus que l'épaisseur de revêtement est importante. Le comportement de la tôle est contrôlé par le revêtement de galvanisation.

Pour la nuance de tôle E335D, cette « épaisseur critique » admissible se situe au voisinage de 60  $\mu\text{m}$ .

#### *4.2.2.2. Influence de la nature du substrat*

Les paramètres participant à la construction du diagramme, la limite d'endurance et le seuil de propagation effectif, sont deux variables qui sont a priori liées à la nature du substrat.

##### seuil de propagation effectif

Ce paramètre caractérise la résistance intrinsèque d'un matériau à la propagation d'une fissure de fatigue. Or, nous avons démontré que la valeur du seuil de propagation qui détermine la résistance à la fatigue de la tôle galvanisée est plus faible que la valeur attendue pour ce type d'acier. Nous ne sommes pas en mesure d'expliquer la nature du phénomène physique qui est à l'origine de cette valeur de seuil anormalement basse. Cependant, comme le seuil de propagation effectif habituel, on peut supposer que deux aciers plats présentant une métallurgie similaire (structure ferritique) ont le même seuil de propagation en présence de la galvanisation, le phénomène physique ou métallurgique agissant de manière similaire pour les deux aciers.

Cette hypothèse permet donc d'universaliser ce modèle à l'ensemble des aciers qui participent à la fabrication des pièces mécaniques automobiles.

#### limite d'endurance du substrat

Considérons deux nuances d'acier différentes. Comme le seuil de propagation effectif est supposé constant, le seuil d'épaisseur de galvanisation  $h_s$  admissible par l'acier est d'autant plus important que la limite d'endurance du substrat est faible.

La tenue en fatigue d'un acier est généralement proportionnelle aux caractéristiques mécaniques du matériau en traction monotone. Les prévisions du diagramme de Kitagawa (figure 4.14) sont donc en accord avec les résultats de la littérature [11,13] qui signifient une diminution de la tenue en fatigue d'autant plus grande que l'acier présente une charge ultime élevée.

Les caractéristiques du substrat influencent la tenue en fatigue tant que l'épaisseur de galvanisation est inférieure au seuil géométrique critique  $h_s$ . A partir du moment où toutes les nuances d'acier sont revêtues d'une épaisseur de galvanisation supérieure à leur seuil respectif, ces nuances doivent afficher un comportement en fatigue similaire; même pour des aciers présentant des caractéristiques mécaniques très éloignées.

#### *4.2.2.3. Influence des contraintes résiduelles*

L'analyse des mécanismes d'endommagement qui se développent dans le revêtement au cours de la sollicitation cyclique a clairement montré que le réseau de fissures initialement présent au sein de la couche delta ne participe pas à la formation des fissures critiques qui se propagent dans le substrat. En revanche, on peut se demander si les contraintes résiduelles qui sont à l'origine de ce réseau peuvent agir sur la propagation des fissures de fatigue à travers l'interface substrat/revêtement.

En d'autres termes, est-ce que ces contraintes génèrent, en pointe de fissure du revêtement, un champ de contrainte dans le substrat lorsqu'aucun chargement extérieur est appliqué? Si cela est confirmé, ce champ de contrainte participe à la propagation des fissures de fatigue dans le substrat.

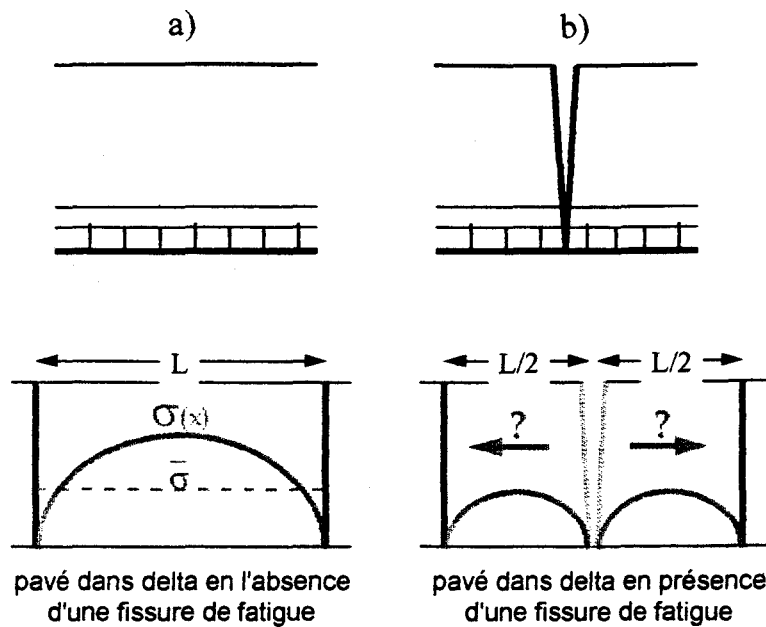
Pour répondre à cette question, on doit estimer le niveau de contrainte résiduelle auquel est soumis la phase delta alors qu'une fissure de fatigue s'est propagée à travers l'épaisseur du revêtement.

Soit le revêtement de galvanisation avant l'application de la sollicitation cyclique (figure 4.15a). On a supposé au chapitre 1 que les contraintes résiduelles développées dans le revêtement pendant le refroidissement ont été relaxées principalement par la phase delta sous forme d'un réseau de fissures assez dense. Les contraintes résiduelles sont considérées comme nulles sur les lèvres des fissures et maximales au milieu des pavés de matière formés par le réseau (§ 1.4.2). La relation (1.8) établie par Swanson [14] permet alors de déterminer l'évolution de la contrainte en fonction de la position ( $x$ ) entre deux fissures.

Considérons maintenant une fissure du revêtement qui s'est propagée jusqu'à l'interface avec le substrat (figure 4.15b). Examinons le cas purement théorique où la fissure chemine à travers la couche delta à mi-distance des fissures issues des contraintes résiduelles. La présence de cette fissure originaire du processus de fatigue génère deux pavés dont la largeur est deux fois plus petite que celle du pavé initial. Cette densification de la fissuration provoque une nouvelle redistribution des contraintes résiduelles dans la couche delta. On se propose alors d'appliquer une nouvelle fois le modèle de Swanson pour évaluer simplement l'ampleur de la diminution de contrainte occasionnée par la fissure de fatigue.

On a supposé que la fissuration de la couche delta est telle que les phases éta et zêta ne sont pas concernées par ces contraintes résiduelles. Ainsi, on considère la fissure de fatigue uniquement au sein de la couche delta.





**figure (4.15) :** Evaluation de l'effet des contraintes résiduelles dans la couche delta sur la propagation des fissures du revêtement dans le substrat.

*Evaluation of the effect of the delta residual stress on the coating cracks propagation into the substrate.*

Sur la base du calcul de Sawson, si  $L$  définit l'espace entre deux fissures du réseau initial de la phase delta, l'expression de la contrainte de traction dans les demi pavés nouvellement créés par la fissure de fatigue devient :

$$\sigma_c(x) = \bar{\sigma} \left( th\left(\beta \frac{L}{4}\right) sh(\beta x) - ch(\beta x) + 1 \right) \quad (4.5)$$

$$\text{avec } \beta^2 = \frac{G_c}{h} \left\{ \frac{2(1-\nu_c^2)}{h E_c} + \frac{2(1-\nu_s^2)}{t E_s} \right\}$$

Le raisonnement consiste à considérer un pavé de matière de largeur  $L$  soumis à une contrainte moyenne  $\bar{\sigma}$  et non l'ensemble du composé delta soumis à une contrainte élastique.

L'application numérique est effectuée sur la base d'un revêtement de  $80 \mu\text{m}$  d'épaisseur, équivalent à celui décrit au chapitre 1 (§ 1.4.2). L'espacement  $L$  entre les fissures est de  $16 \mu\text{m}$ , la contrainte maximale au centre des pavés s'élève à  $70 \text{MPa}$ .

En considérant une contrainte moyenne  $\bar{\sigma}$  proche de 50 MPa, la contrainte maximale dans les deux nouveaux pavés est presque nulle.

Cette approche très simplifiée du problème posé laisse donc supposer que la présence d'une fissure de fatigue dans la phase delta suffit à relaxer localement les contraintes résiduelles du revêtement.

### 4.3. VALIDATION EXPERIMENTALE

Le diagramme de Kitagawa appliqué au revêtement de galvanisation permet d'expliquer le comportement en fatigue de la tôle E335D galvanisée. Mais, nous avons vu que l'outil graphique que constitue ce diagramme était également susceptible d'anticiper l'influence de l'ensemble des paramètres qui caractérisent le système « tôle galvanisée ». Pourtant, bien que la modélisation soit l'aboutissement d'un travail expérimental, ces conclusions qui en découlent ne sont que théoriques.

En effet, la première campagne d'essai se limite à l'étude d'un nombre restreint de paramètres :

- x une seule nuance de tôle.*
- x des revêtements comportant systématiquement des composés intermétalliques.*
- x des épaisseurs de galvanisation systématiquement supérieures (même légèrement) au seuil d'épaisseur critique  $h_s$ .*

Il reste donc à démontrer que les tendances exprimées de façon théoriques dans le paragraphe précédent se vérifient bien expérimentalement.

De nouvelles éprouvettes galvanisées ont donc été sollicitées en flexion alternée dans les conditions de chargement décrites au chapitre 2. Il n'était pas concevable de construire rigoureusement plusieurs courbes de Wöhler. Par commodité expérimentale, pour chaque configuration étudiée, cinq éprouvettes ont donc été testées à un niveau de contrainte théoriquement proche de la limite de fatigue estimée à l'aide du diagramme (4.9).

### 4.3.1. Objectifs et méthodologie

La validation du modèle consiste à vérifier que la tenue en fatigue d'un acier galvanisé est contrôlée par la limite de fatigue du substrat lorsque l'épaisseur critique de revêtement n'est pas atteinte, et par le seuil de propagation effectif commun aux aciers dans le cas contraire.

La réalisation de cet objectif nécessite l'introduction dans l'étude d'une autre nuance d'acier que celle considérée jusqu'à présent. Le choix s'est porté sur une tôle présentant une plus faible tenue en fatigue. Cette nuance, de nomenclature XES, est un acier plus doux. Les caractéristiques mécaniques et la composition chimique de cette tôle sont indiquées dans les tableaux (IV.3a) et (IV.3b).

On distingue alors les essais effectués sur l'acier E335D, notés E, et les essais réalisés avec l'acier XES, repérés X.

XES	C	Si	Mn	S	P	Ni	Cu	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	V
wt%	0.04	0.003	0.29	0.011	0.016	0.04	0.02	0.02	0.002	0.050	0.001	0.001	0.001

**tableau (IV.3a)** : Composition chimique de la tôle XES (en pourcentages massiques).

*XES steel sheet chemical compositions (in weight pourcents).*

acier	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
XES	185	313	39

**tableau (IV.3b)** : Caractéristiques mécaniques de la tôle XES, limite d'élasticité (Re), charge ultime (Rm) et allongement à rupture (A%).

*XES steel mechanical characteristics, yield strength (Re), tensile strength (Rm) and ultimate strain (A%).*

#### 4.3.1.1. *Domaine contrôlé par le substrat*

Il s'agit de vérifier qu'une épaisseur de revêtement inférieure au seuil critique  $h_s$  n'altère pas la tenue en fatigue de la tôle.

Pour la tôle E335D, les caractéristiques mécaniques de cette tôle doivent conduire à un seuil critique proche de 60  $\mu\text{m}$  pour le premier lot. Or, il est délicat de réaliser un revêtement dont l'épaisseur est nettement inférieure à ce seuil en appliquant le procédé de galvanisation classique. En effet, la réaction entre le fer et le zinc est si rapide qu'un temps d'immersion très court (moins de une minute) suffit à générer une épaisseur importante de composés intermétalliques. Pour cette raison, le procédé a été modifié en vue d'obtenir un revêtement ne comportant pas de composé intermétallique et permettre ainsi de se limiter plus facilement à une épaisseur inférieure à 60  $\mu\text{m}$ . Par mesure de confidentialité, ce procédé ne peut pas être communiqué dans ce document.

☞ série E1

---

Pour la tôle XES, le diagramme de Kitagawa prévoit un seuil critique plus élevé. En considérant une limite d'endurance proche de 180 MPa, ce seuil doit être de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$ . L'élaboration d'un revêtement sans composé intermétallique ne constitue pas dans ce cas une nécessité. Toutefois, les deux configurations de revêtement ont été étudiées.

☞ série X1, X2 et X3

---

#### 4.3.1.2. *Domaine contrôlé par $DKt$*

Concernant le seuil de propagation, il s'agit de vérifier que les comportements des deux nuances d'acier sont dictés par le même seuil à condition que l'épaisseur de galvanisation soit supérieure aux deux épaisseurs critiques  $h_s$ . Les deux aciers ont donc été sollicités en fatigue avec une épaisseur de galvanisation supérieure à 100  $\mu\text{m}$ .

☞ séries E2 et X4

---

### 4.3.2. Résultats

Les micrographies des revêtements sont présentées en annexe (III). Pour chaque série, le tableau (IV.4) précise la nature du substrat, l'épaisseur et la morphologie du revêtement, ainsi que les résultats des essais de fatigue.

Exception faite de la série E2, tous les chargements imposés aux différentes séries sont assimilés aux limites de fatigue à  $10^6$  cycles observées en flexion alternée. Comme le diagramme de Kitagawa expérimental servant de support à cette validation a été tracé sur la base d'une sollicitation en traction compression, ces limites de fatigue sont réajustées selon le critère défini précédemment (§ 2.4.3).

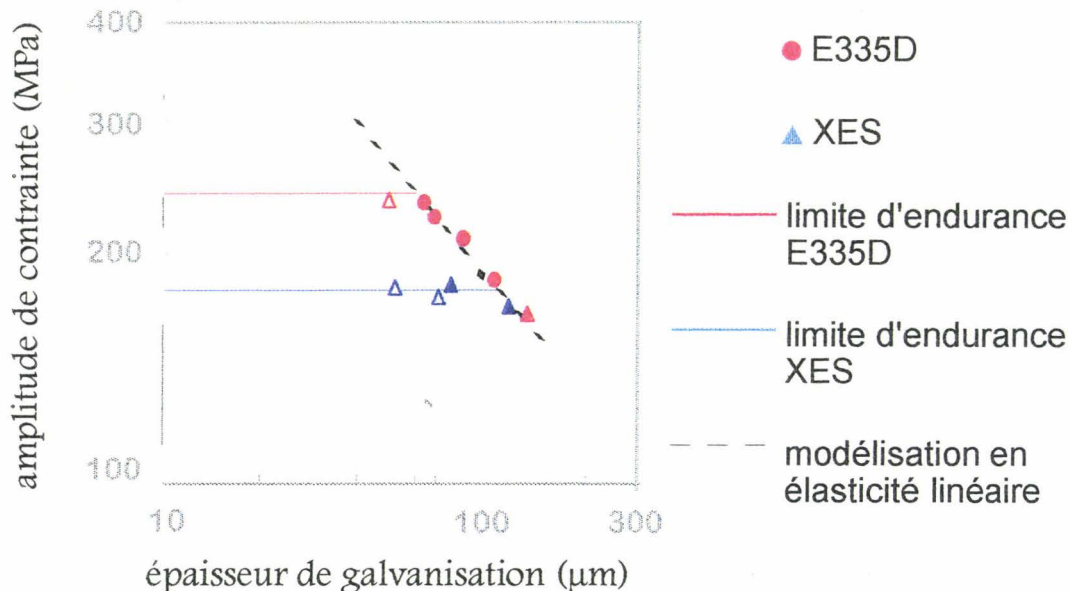
	domaine contrôlé par le revêtement				domaine contrôlé par le substrat								
Séries													
substrat	E335D		XES		E335D		XES		XES		XES		
épaisseur (µm)	130 ± 5 d		112 ± 5 d		40 ± 10 (—d)		42 ± 10 (—d)		61 ± 10 (—d)		73 ± 4 d		
flexion alternée	s (MPa)	Nr	s (MPa)	Nr	s (MPa)	Nr	s (MPa)	Nr	s (MPa)	Nr	s (MPa)	Nr	
	167	5419400	180	1990400	248	1088400	190	669600	185	1681900	192	1638600	
	167	<u>2.10<sup>7</sup></u>	180	1747200	282	251300	190	6596100	185	687700	192	2008400	
	167	2195200	180	6156500	248	1074000	190	1330600	185	1829100	192	1644100	
	167	<u>1.5.10<sup>7</sup></u>	180	2134700	248	1732600	190	1758200	185	2375000	192	1881900	
	167	<u>9.5.10<sup>7</sup></u>	180	1789200	248	1020200			185	2209800	192	1697400	
σ (10)	1		11				10		1		1		

**tableau (IV.4) :** Résultats des essais de validation (Nr indique une non rupture).

*Results of the validation tests (Nr indicates a non-failure).*

En ce qui concerne la série E2, il semble que la contrainte appliquée (167 MPa) se situe en dessous de la limite de fatigue à  $10^6$  cycles. En effet, la tôle galvanisée est sollicitée au voisinage du domaine d'endurance illimitée (plusieurs non rupture au delà de  $10^7$  cycles). De ce fait, on considère ici que cette valeur ne nécessite pas de réajustement pour rendre compte de la limite de fatigue à  $10^6$  cycles en traction compression.

Les limites de fatigue sont indiquées dans le tableau (IV.4) et reportées graphiquement sur le diagramme de Kitagawa de la figure (4.16) en tenant compte, en abscisse, de l'épaisseur moyenne plus un écart-type.



**figure (4.16) :** Résultats des essais de validation reportés sur le diagramme de Kitagawa - Influence de la nature du substrat.

*Validation tests results on the Kitagawa diagram - Influence of the substrate.*

La figure (4.16) démontre expérimentalement l'efficacité de la modélisation puisque les limites de fatigue qui sont observées sont très proches des estimations données par le diagramme.

remarque : la limite d'endurance de la tôle XES non revêtue qui a été sollicitée pour cette étude n'a pas été déterminée. Cependant, les limites de fatigue des trois séries X1, X2 et X4 sont toutes les trois proches de 180 MPa. Cette valeur est cohérente avec les résultats généralement observé pour cette nuance d'acier.

les tenues en fatigue des séries E1, X1, X2 et X3 sont comparables à la tenue du substrat nu

- ▶ *Si l'épaisseur de galvanisation est inférieure à un seuil critique inhérent à la nature du substrat, la tenue en fatigue de l'acier galvanisé est contrôlée par le substrat.*

les limites de fatigue des séries E2 et X4 sont positionnées à proximité de la frontière définie sur le diagramme par le seuil de propagation dans l'acier

- ▶ *La résistance à la propagation des aciers peut être caractérisée par une valeur unique du seuil de propagation efficace.*
- ▶ *Si l'épaisseur de galvanisation est supérieure à un seuil critique inhérent à la nature du substrat, la tenue en fatigue de l'acier galvanisé est contrôlée par l'épaisseur de revêtement.*

Les expériences réalisées sur les revêtements en zinc pur ne permettent pas a priori de vérifier le rôle des composés intermétalliques. En effet, les épaisseurs sont systématiquement inférieures au seuil d'épaisseur critique des substrats. Cependant, pour des chargements supérieurs aux limites de fatigue, l'endommagement du substrat s'effectue par propagation de fissures issues du revêtement, même si ce dernier ne comporte pas de composé intermétallique.

## 4.4. EVALUATION DU MODELE

### 4.4.1. Incertitudes de mesure

La modélisation du comportement en fatigue de tôles galvanisées se fonde sur l'analyse de couples de données (contrainte/épaisseur de galvanisation). Si l'appréciation des épaisseurs ne pose aucune ambiguïté compte tenu du moyen de mesure (coupe micrographique), il n'en est pas de même pour l'estimation du niveau de contrainte.

Cette incertitude qui pèse sur le paramètre contrainte apparaît pour deux raisons, l'une théorique et l'autre pratique:

- X le calcul de la contrainte appliquée au substrat lorsqu'il est revêtu.
- X l'estimation des limites de fatigue à partir d'un nombre restreint d'essais.

Ce paragraphe a donc pour objet l'estimation de l'intervalle de confiance qui accompagne les résultats de fatigue. On évalue ensuite la portée de cette incertitude sur la fiabilité du diagramme de Kitagawa, principalement en ce qui concerne la détermination du seuil d'épaisseur critique  $h_s$ .

#### Calcul de la contrainte appliquée

Le calcul de la contrainte appliquée au substrat a été abordé en considérant que le revêtement reçoit une partie de l'effort imposé à l'éprouvette galvanisée lors de la mise en charge (§ 2.3.2). Cette hypothèse a d'ailleurs été vérifiée expérimentalement sur des éprouvettes de flexion.

Cependant, la modélisation du comportement en fatigue de la tôle galvanisée revient à décrire une période précise de la durée de vie du matériau. Ce stade de la durée de vie correspond au moment où les fissures issues du processus de fatigue se sont propagées à travers l'épaisseur du revêtement et atteignent la surface du substrat. Or, à cet instant, le revêtement de galvanisation ne présente plus tout à fait les caractéristiques qui étaient les siennes lors de la mise en charge de l'éprouvette. La présence des fissures modifie en effet la raideur apparente du revêtement qui ne



participe dès lors plus autant à l'accommodation du chargement. La contrainte alors imposée au substrat, ou contrainte effective, doit être légèrement supérieure à la valeur qui a été calculée en début d'essai.

La détermination précise de cette contrainte effective n'est pas aisée. Toutefois, l'analyse de la densité de fissures du revêtement au cours de la durée de vie (§ 3.2.4) permet d'évaluer simplement cette différence. Prenons comme exemple le revêtement f3 (80  $\mu\text{m}$  d'épaisseur). La figure (3.11) révèle que la densité linéaire des fissures traversant entièrement le revêtement (type ezd) ne dépasse pas  $2 \text{ mm}^{-1}$ , soit une distance moyenne  $L$  entre fissures supérieure à  $500 \mu\text{m}$ . A cette densité de fissure correspond une réduction de raideur apprente.

L'évolution de la raideur d'un matériau occasionnée par la présence d'un réseau de fissures a été étudié dans le cas d'un composite stratifié. Swanson [14] calcule la réduction de la raideur du pli fissuré en fonction du rapport entre l'épaisseur «  $t_m$  » du pli et la distance «  $L$  » qui sépare les fissures. Cette réduction est d'autant plus importante que le rapport  $t_m/L$  est grand.

Comme cela a déjà été fait pour l'estimation des contraintes résiduelles dans la phase delta (§ 1.2.4), la démarche de Swanson est appliquée au revêtement de galvanisation. L'épaisseur  $t$  de galvanisation est alors assimilée à l'épaisseur  $t_m$  du pli fissuré. Pour le revêtement f3, le rapport  $t/L$  est proche de 0,15; ce qui correspond, d'après le calcul, à une réduction de raideur de environ 10%.

Lorsque l'on compare les calculs de la contrainte appliquée en surface du substrat, d'une part en écartant l'effet de la fissuration, et, d'autre part sur la base d'une réduction de 10% de la raideur du revêtement, une différence de l'ordre de 1% est observée.

### Estimation des limites de fatigue

Le nombre limité d'essais de fatigue ne permet pas de caractériser le comportement en fatigue des tôles galvanisées en traçant systématiquement les courbes de Wöhler probabilisées. La méthode qui a été adoptée au chapitre 2 pour estimer les limites de fatigue ne peut pas être assimilée à une analyse statistique. A ce titre, il n'est pas permis de joindre aux résultats un intervalle de confiance.

Cependant, une évaluation des incertitudes peut être proposée à partir de la dispersion des résultats de fatigue qui ont servi de support à la construction du diagramme de Kitagawa (§ 2.4). Compte tenu de cette dispersion, un écart de plus ou moins 10 MPa constitue un ordre de grandeur qui octroie aux estimations des limites de fatigue un intervalle de confiance relativement large. Certaines configurations de galvanisation ont fait l'objet de plusieurs essais qui ont abouti à des durées de vie supérieures à  $10^6$  cycles. L'intervalle de confiance peut alors être réduit à 5MPa. C'est notamment le cas des revêtements f3 et f4.

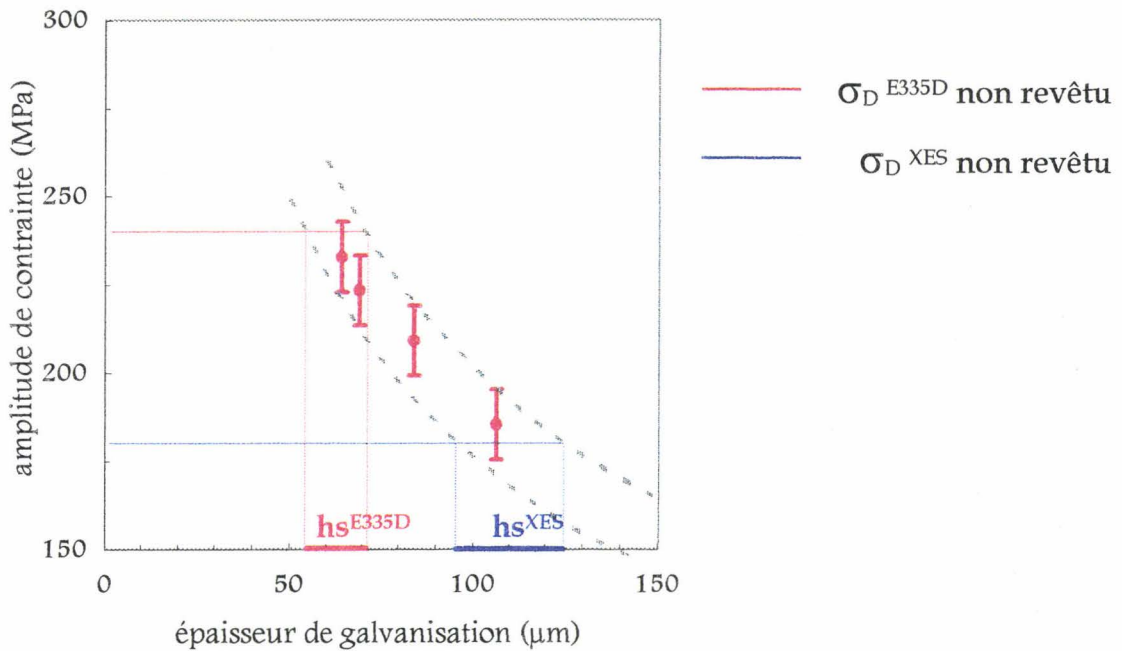
Dans le cas de la flexion, les limites de fatigue ont été réajustées pour tenir compte de l'effet du gradient de contrainte inhérent à ce mode de chargement. Ce critère qui a été adopté sur la base d'un raisonnement qualitatif constitue également une source d'erreur possible. La discussion doit donc porter sur les résultats bruts, avant réajustement.

### Conséquences

Pour évaluer la pertinence de la modélisation, le diagramme de Kitagawa est reconsidéré en attribuant aux résultats de fatigue un intervalle de confiance exagéré par rapport à ce qui a été apprécié précédemment. L'introduction de cette incertitude revient à considérer, non pas une valeur de seuil de propagation, mais un intervalle borné par deux valeurs extrêmes. On retient ici uniquement le chargement en flexion pour lequel plusieurs ruptures ont été obtenues au delà de  $10^6$  cycles. L'incertitude peut dans ce cas être appréciée qualitativement.

Les limites de fatigue sont alors reportées sur le diagramme (figure 4.17) en affectant un intervalle de confiance de 10 MPa pour l'ensemble des séries.

Déterminons les perturbations que génère l'introduction de cette majoration des incertitudes de mesure sur la frontière du diagramme qui permet de délimiter le domaine de non rupture du domaine de rupture probable.



**figure (4.17)** : Résultats des essais de validation reportés sur le diagramme de Kitagawa - Influence de la nature du substrat.

*Validation tests results on the Kitagawa diagram - Influence of the substrate.*

Les résultats affecté d'une incertitude de 10 MPa sur l'estimation de la limite de fatigue se positionnent dans un domaine borné par deux valeurs limites du seuil de propagation : 3,4 et 4,0 MPa $\sqrt{m}$  dans l'hypothèse du défaut équivalent (ou 1,15 et 1,35 MPa $\sqrt{m}$  selon [9]). Cet écart ne constitue pas une variation significative dans la mesure où aucune méthodologie expérimentale permet d'accéder à cette caractéristique avec une telle précision.

Comme l'intervalle de confiance relatif aux contraintes influence la valeur du seuil de propagation, il agit également sur la détermination des seuils d'épaisseur critique (par définition puisque ce seuil est l'abscisse du point d'intersection entre la droite relative à la limite d'endurance et la droite exprimant le seuil de propagation effectif). L'analyse de la figure (4.17) révèle que l'effet est d'autant moins marqué que l'acier présente des caractéristiques mécaniques élevées.

En effet, prenons le cas de la tôle E335D. Le seuil d'épaisseur critique  $h_s$  est évalué approximativement entre 55 et 70  $\mu\text{m}$ . L'analyse des résultats bruts situait ce seuil vers 60  $\mu\text{m}$ . Or, le procédé de galvanisation ne permet pas de revêtir un substrat avec une épaisseur constante. L'écart entre les épaisseurs maximale et minimale mesurées sur les revêtements élaborés dans des conditions de laboratoire est de l'ordre d'une quinzaine de microns. Ainsi, bien que l'intervalle de confiance des résultats de fatigue ait été volontairement exagéré, l'outil graphique que constitue le diagramme de Kitagawa permet de déterminer de façon relativement précise l'épaisseur de galvanisation qu'il ne faut pas dépasser si l'on veut préserver la tenue en fatigue de la tôle E335D.

En ce qui concerne l'acier plus doux, le seuil d'épaisseur critique est plus large puisqu'il s'étend de 95 à 125  $\mu\text{m}$ . Cette variation peut être considérée comme importante. Cependant, elle correspond à une estimation très défavorable de l'incertitude relative à la détermination des limites de fatigue, notamment sur les séries relatives aux revêtements de plus faibles épaisseurs. De plus, il est intéressant de souligner que ces épaisseurs sont nettement supérieures aux épaisseurs requises sur les pièces mécaniques automobiles.

Cette démarche conduit donc à deux conclusions :

☞ La stratégie expérimentale de l'étude a imposé de développer un critère de caractérisation du comportement en fatigue dont la précision ne peut pas être quantifiée au moyen d'un outil statistique. Néanmoins, l'évaluation exagérément défavorable du degré d'incertitude conduit à une estimation de l'épaisseur critique qui reste satisfaisante. La modélisation fournit du reste une réponse d'autant plus précise que les caractéristiques mécaniques du substrat sont hautes. Ce constat s'avère très positif puisque ces nuances d'acier sont les plus sensibles à la présence du revêtement de galvanisation.

☞ Le seuil d'épaisseur critique  $h_s$  ne peut pas être spécifié au micron près. Néanmoins, une valeur de seuil de propagation permet de fournir une estimation d'un seuil d'épaisseur critique  $h_s$ . Le seuil d'épaisseur est alors défini à  $\pm 10 \mu\text{m}$ . Cette démarche permet, d'une part, de rester cohérent avec les variations d'épaisseur du revêtement de galvanisation, et, d'autre part, d'être en accord avec la dispersion inhérente au processus de fatigue.

#### 4.4.2. Elargissement à d'autres revêtements

La modification des propriétés de tenue en fatigue d'un matériau occasionnée par la présence d'un revêtement ne se manifeste pas seulement dans le cas de la galvanisation. En effet, un revêtement peut, selon ses caractéristiques mécaniques, son épaisseur et les conditions de sollicitation, améliorer ou détériorer le comportement en fatigue du substrat.

Un revêtement, ou plus généralement un traitement de surface est appliqué à un substrat pour remplir une fonction particulière. Il s'agit de protéger le substrat de la corrosion, de maîtriser les caractéristiques tribologiques d'une pièce, ou encore de conférer au matériau certaines propriétés thermomécaniques. Il arrive que ces fonctions s'accompagnent d'une exigence sur la résistance en fatigue. Dans ce cas, si le revêtement (ou le traitement) se comporte comme la galvanisation, le diagramme de Kitagawa peut constituer un outil fort appréciable pour parvenir simplement à un compromis entre l'ensemble des fonctions imposées par le cahier des charges.

Toutefois, cet élargissement ne peut pas être envisager sans certaines précautions. Les mécanismes d'endommagement qui conduisent à la rupture du substrat doivent être identiques à ceux mis en évidence pour la galvanisation.

Ainsi, la détermination à partir du diagramme de Kitagawa de la résistance à la fatigue d'un substrat revêtu suppose que :

- X l'interface substrat/revêtement soit forte, d'une part pour éviter une décohésion, et d'autre part, pour autoriser le transfert de charge sur le revêtement.
- X la fissuration responsable de la rupture émane du revêtement. Cette fissuration peut être issue soit d'une rupture fragile du dépôt, soit de mécanismes liés à la fatigue du matériau.
- X la zone plastique cyclique dans le substrat reste confinée en pointe de fissure, sa dimension étant négligeable par rapport à la longueur du défaut critique du revêtement. Cette condition permet de considérer la fissure du revêtement comme mécaniquement longue, même si l'épaisseur du dépôt est faible.

L'utilisation de ce diagramme impose de connaître les sites d'amorçage de la fissuration. En effet, la détermination erronée de la taille de défaut critique peut conduire à une mauvaise évaluation de la résistance à la fatigue du matériau revêtu.

Nous avons vu qu'une seule courbe de résistance à la fissuration suffit à rendre compte du comportement des aciers. Cependant, nous n'avons pas été en mesure de préciser clairement le sens physique du seuil de propagation relatif à la courbe expérimentale. Ainsi, le tracé du diagramme de Kitagawa nécessite de déterminer la résistance à la fatigue pour une épaisseur de revêtement (forte si possible). Cette démarche permet de vérifier l'ordre de grandeur du seuil de propagation qui définit la frontière entre le domaine de propagation (rupture) et le domaine de non propagation (endurance).

Cet outil graphique peut être très intéressant si la pièce doit présenter conjointement une bonne tenue en fatigue et des caractéristiques mécaniques élevées (rigidité, tenue au choc). Tant que l'épaisseur de revêtement se situe en dessous du seuil d'épaisseur critique, ces deux propriétés ne sont pas antinomiques. A l'inverse, si l'épaisseur est supérieure à ce seuil, la diminution de la résistance à la fatigue sera d'autant plus importante que les caractéristiques mécaniques du substrat seront élevées. Un compromis pourra donc être atteint à l'aide du diagramme de Kitagawa à partir du moment où les connaissances acquises sur le rôle fonctionnel du revêtement permettent de minimiser son épaisseur.

## 4.5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **C. Bathias, J.P. Bailon**, La fatigue des matériaux et des structures, Ed. Maloine S.A. Paris et Presses de l'université de Montréal, 1980.
- [2] **K.J. Miller**, The behaviour of short fatigue cracks and their initiation. Part I - A review of two recent books, *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.*, 10, N°1, 1987, pp 75-91.
- [3] **S. Suresh**, *Fatigue of materials*, Cambridge University Press, 1991.
- [4] **Y. Murakami, M. Endo**, Effects of defects, inclusions and inhomogeneities on fatigue strength, *Fatigue*, 16, April, 1994, pp 163-182.
- [5] **K.J. Miller**, The behaviour of short fatigue cracks and their initiation. Part II - A general summary, *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.*, 10, N°2, 1987, pp 93-113.
- [6] **H. Kitagawa, S. Takahashi**, Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage. Proceedings International conference on the mechanical behaviour of materials (ICM2), American Society of metals, 1976, pp 627-631.
- [7] **Y. Lambert, A. Bignonnet, L. Roesch**, Prévission du comportement en fatigue de structures minces en aciers à haute résistance dual-phase et microalliés, *Mémoires et études scientifiques - Revue de métallurgie*, Avril 1991, pp 209-225.
- [8] **Y. Bergengren, A. Melander**, An experimental and theoretical study of the fatigue properties of hot-dip galvanized high strength sheet steel, *Int. J. Fatigue*, 14, N°3, 1992, pp 154-162.
- [9] **J. L. Beuth Jr**, Cracking of thin bonded films in residual tension, *Int. J. Solids Structures*, 29, N°13, 1992, pp 1657-1675.
- [10] **J.W. Hutchinson, Z. Suo**, Mixed mode cracking in layered materials, *Advanced in applied mechanics*, 29, 1992, pp 63-190.
- [11] **T. Nilsson, G. Engberg, H. Trogen**, Fatigue properties of hot-dip galvanized steels, *Scand. J. Metall.*, 18, 1989, pp 166-175.
- [12] **D.P. Rooke, D.J. Cartwright**, *Compendium of stress intensity factors*. Hillington Press, Uxbridge, Middlesex. UK.
- [13] **R.S Browne, E.N. Gregory, S. Harper**, The effect of galvanizing on the fatigue strengths of steels and welded joints, *Proced. Seminary on galvanizing of silicon containing steels*, Liège, 1975.
- [14] **S.R. Swanson**, On the mechanics of microcracking in fiber composite laminates under combined stress, *J. of Eng. Mater. & Techno.*, 111, april, 1989, p145.

## CONCLUSION GENERALE

Il s'agissait au cours de cette étude de comprendre l'influence de la galvanisation sur la résistance à la fatigue d'aciers utilisés dans l'automobile.

Des essais de fatigue en flexion alternée et en traction compression ont été mis en oeuvre pour mettre en évidence l'effet de la galvanisation sur le comportement en fatigue de tôles d'acier utilisées dans les assemblages automobiles mécano-soudés. Ces essais ont clairement montré que le revêtement peut dégrader la résistance à la fatigue de ces tôles. La diminution est d'autant plus grande que l'épaisseur du revêtement est importante. Ce comportement a pour origine la propagation dans le substrat de fissures générées au sein du revêtement pendant la sollicitation cyclique.

Pour comprendre ce phénomène, nous nous sommes intéressés tout d'abord aux caractéristiques mécaniques propres du revêtement. Nous avons choisi comme principal support de cette étude un revêtement qui intègre l'ensemble des composés susceptibles d'apparaître au cours d'un traitement de galvanisation au trempé.

Les modules d'Young des différents constituants du revêtement de galvanisation ont été obtenus par microindentation instrumentée. La technique a permis de proposer des valeurs pour le substrat et la couche de zinc en surface qui sont en accord avec les résultats donnés dans la littérature. Les modules d'Young des composés intermétalliques sont compris entre ceux du fer et du zinc. Par ailleurs, il a été montré expérimentalement que le revêtement peut être assimilé à une couche homogène de module apparent proche de 70 GPa, c'est-à-dire du zinc pur.

En revanche, cette identification à une couche homogène n'est plus fondée lorsque l'on considère le revêtement d'un point de vue métallurgique. En effet, chaque constituant présente des caractéristiques spécifiques qui permettent d'expliquer la fissuration du revêtement au cours du processus de fatigue.



- ✕ La couche la plus proche du substrat, delta, est un composé intermétallique fragile. Au sein de cette phase, un réseau de fissures très dense permet de relaxer les contraintes thermiques résiduelles qui se développent au cours du refroidissement, à la sortie du bain de zinc liquide. La densité de ce réseau diminue avec l'épaisseur de la couche. La contrainte maximale au centre des pavés ainsi formés est estimée entre 70 MPa et 90 MPa.
  
- ✕ Le deuxième composé intermétallique, zêta, représente généralement une grande partie de l'épaisseur du revêtement. Sa structure colonnaire, orientée parallèlement à la direction de chargement, comporte de nombreuses porosités.
  
- ✕ Enfin, la surface du revêtement est constituée d'une couche de zinc, éta, correspondant au refroidissement du métal liquide emporté à la sortie du substrat du bain. Cette couche présente une structure à grains macroscopiques, le fleurage. Chaque fleur se compose de sous-grains très fins de même orientation cristallographique. Des éprouvettes massives en zinc ont permis de souligner que la couche éta possède des caractéristiques mécaniques beaucoup plus faibles que celles observées typiquement sur du zinc ayant subi une opération de laminage. Soumis à une sollicitation cyclique, ce matériau est fortement influencé par l'orientation cristallographique. Après rupture, on observe en effet du clivage, des irrégularités géométriques de surface et du maillage.

Ces caractéristiques suggèrent que les fissures qui se propagent dans le substrat peuvent a priori s'amorcer dans diverses régions du revêtement. Une méthodologie expérimentale, délicate à mettre en oeuvre, a permis de préciser explicitement l'origine de ces fissures. Il s'agit de suivre qualitativement et quantitativement l'évolution de la fissuration du revêtement sur les chants polis des éprouvettes, en pratiquant des essais de fatigue interrompus. Les mécanismes d'endommagement ont alors été clairement identifiés.

Les fissures du revêtement qui pénètrent le substrat sont des fissures générées très tôt au cours de la durée de vie du matériau revêtu. Les sites d'amorçage de ces fissures de fatigue sont la phase zêta et la couche de zinc éta. Bien que la phase delta soit initialement fissurée avant même de solliciter le revêtement, ce réseau de fissures ne participe pas à la fissuration responsable de la rupture du substrat. La propagation des fissures de fatigue à travers l'interface avec le substrat s'effectue à partir du moment où elles s'étendent sur la totalité de l'épaisseur du revêtement.

La résistance à la fatigue de l'acier galvanisé est alors déterminée par la phase de propagation de ces fissures de fatigue dans les premiers grains en surface du substrat.

Un critère, simple d'emploi, a alors été proposé pour permettre de prévoir cette propagation à travers l'interface, et par là, la résistance à la fatigue de l'acier galvanisé. Ce critère est fondé sur le diagramme de Kitagawa. Il associe la limite d'endurance du substrat non revêtu et un seuil de propagation de fissures commun aux nuances d'aciers auxquels nous nous sommes intéressés. Plusieurs conclusions sont directement issues de ce diagramme :

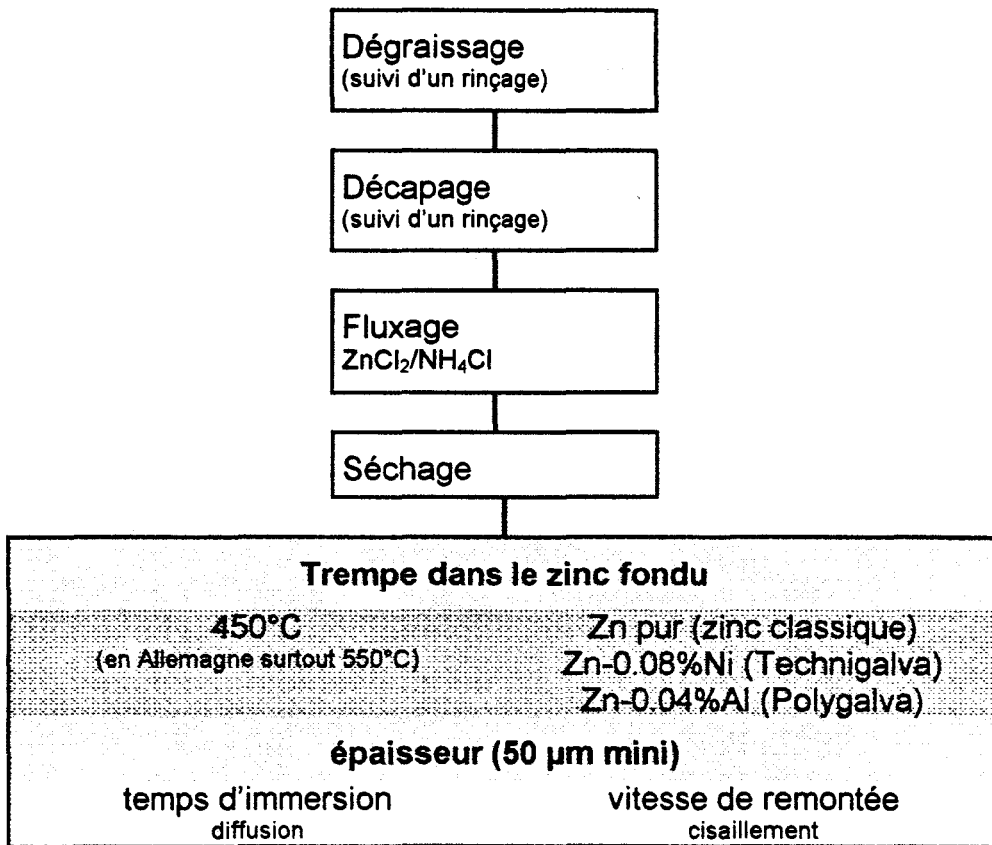
- ① La résistance à la fatigue d'un acier n'est pas affectée par la présence du revêtement de galvanisation tant que l'épaisseur du revêtement ne dépasse pas une valeur critique, fixée par la nature du substrat.
- ② Cette épaisseur critique est d'autant plus faible que les caractéristiques de l'acier sont élevées.
- ③ Au delà de ce seuil, la dégradation de la résistance à la fatigue de l'acier galvanisé est uniquement proportionnelle (à une constante près) à la racine carré de l'épaisseur du revêtement.
- ④ Si ce seuil est dépassé, la diminution de la résistance à la fatigue est constatée quelque soit la morphologie du revêtement. Il a d'ailleurs été montré expérimentalement qu'un revêtement de galvanisation ne comportant pas de composé intermétallique peut engendrer des fissures de fatigue qui se propagent dans le substrat.

L'analyse mécanique n'a pas permis d'expliquer clairement le phénomène physique qui détermine le seuil de propagation, et par conséquent la résistance à la fatigue. En effet, les résultats expérimentaux attribuent au seuil de propagation effectif des fissures dans l'acier une valeur proche de  $1,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , ce qui est inférieur aux estimations énoncées dans la littérature. Un mécanisme inhérent au procédé de galvanisation semble donc fragiliser le substrat. Ce mécanisme reste inconnu. Il constitue néanmoins une perspective de progrès extrêmement intéressante. En effet, si ce phénomène physique est compris et s'il est possible de s'en affranchir, la résistance à la fatigue d'un acier galvanisé serait associée au seuil de propagation effectif de l'acier, situé entre  $3$  et  $4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Dès lors, le seuil d'épaisseur critique serait très largement augmenté. Prenons pour exemple la tôle E335D. Le seuil d'épaisseur critique, aujourd'hui de  $60 \mu\text{m}$ , pourrait alors atteindre, selon cette hypothèse,  $350 \mu\text{m}$ .

Néanmoins, la représentation graphique du critère de résistance à la fatigue fournit un outil précieux qui peut s'appliquer simplement aux composants en tôle d'acier galvanisés, dans le cas où le dimensionnement de la pièce est déterminé par la résistance de la tôle. Le critère suffit à déterminer le comportement de la pièce. Il permet alors de donner l'épaisseur de galvanisation à ne pas dépasser pour tirer pleinement partie des caractéristiques du substrat.

## Annexe I

## Synoptique du procédé de galvanisation au trempé



## Comparaison entre galvanisation au trempé et en continu

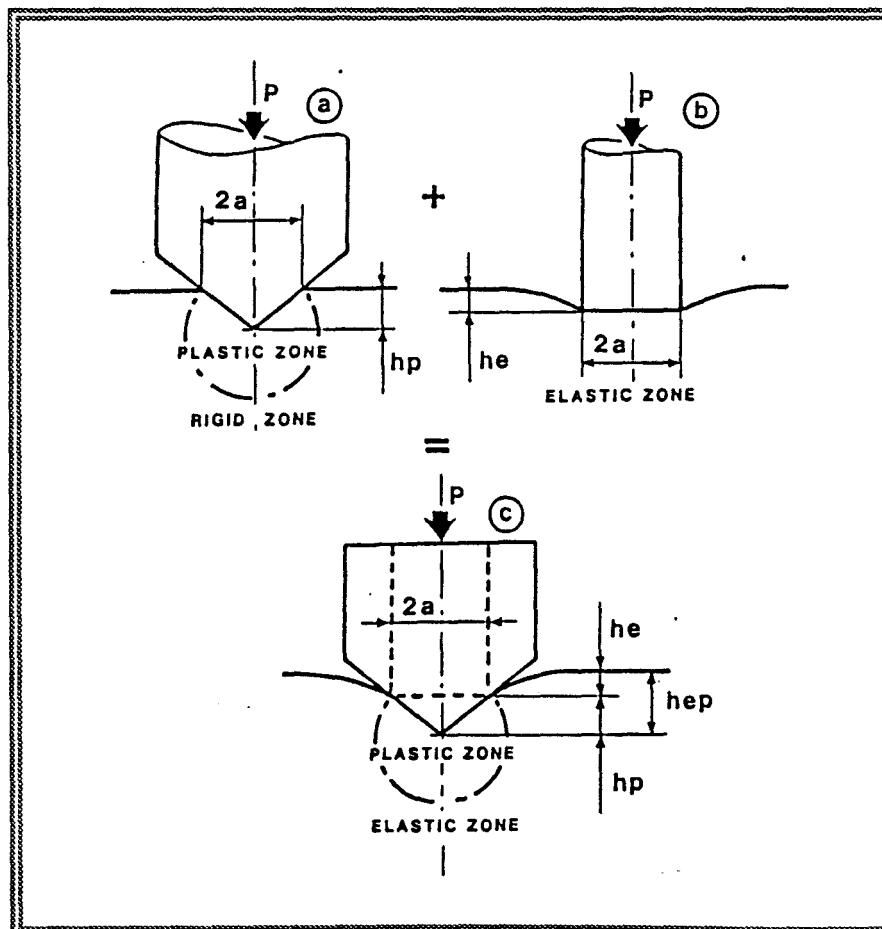
	au trempé	en continu
objectifs	protection contre la corrosion	protection contre la corrosion
produit véhicule	pièces mécaniques	pièces de carrosseries
produit traité	pièces embouties soudées	bobine de tôle non emboutie
exigences	épaisseurs mini/maxi	épaisseur + état de surface (pour application peinture)
temps d'immersion	plusieurs minutes	quelques secondes
épaisseur	50 µm minimum	10 µm maximum
revêtement	3 composés intermétalliques + une couche de zinc	zinc sans composés intermétalliques

## Annexe II

## Indentation instrumentée

Une courbe d'indentation est la relation entre le chargement  $P$  et la profondeur de pénétration  $h$ , mesurée en continue pendant un essai de dureté par indentation.

Le modèle développé pour décrire cette relation est fondé sur le comportement élastoplastique du matériau. Lors de la pénétration de l'indenteur dans le matériau, le contact élastoplastique est défini comme la somme d'un contact plastique, relié à la pénétration de la pointe, et d'un contact élastique équivalent, correspondant à la pénétration élastique d'une surface conique de diamètre  $2a$  (figure ci-dessous).



Sneddon\* a donné une relation entre le chargement  $P$  et la profondeur élastique  $h_e$  dans le cas d'un cylindre rigide non adhésif qui pénètre la surface d'un corps élastique.

$$P = \frac{2E}{1-\nu^2} a h_e \quad (\text{AII-1})$$

où «  $a$  » est le rayon de l'aire de contact et  $E$  le module d'Young du matériau.

Dans l'hypothèse élastoplastique, l'aire de contact de l'indenteur Vickers est alors posée comme équivalente à l'aire de contact élastique du cylindre.

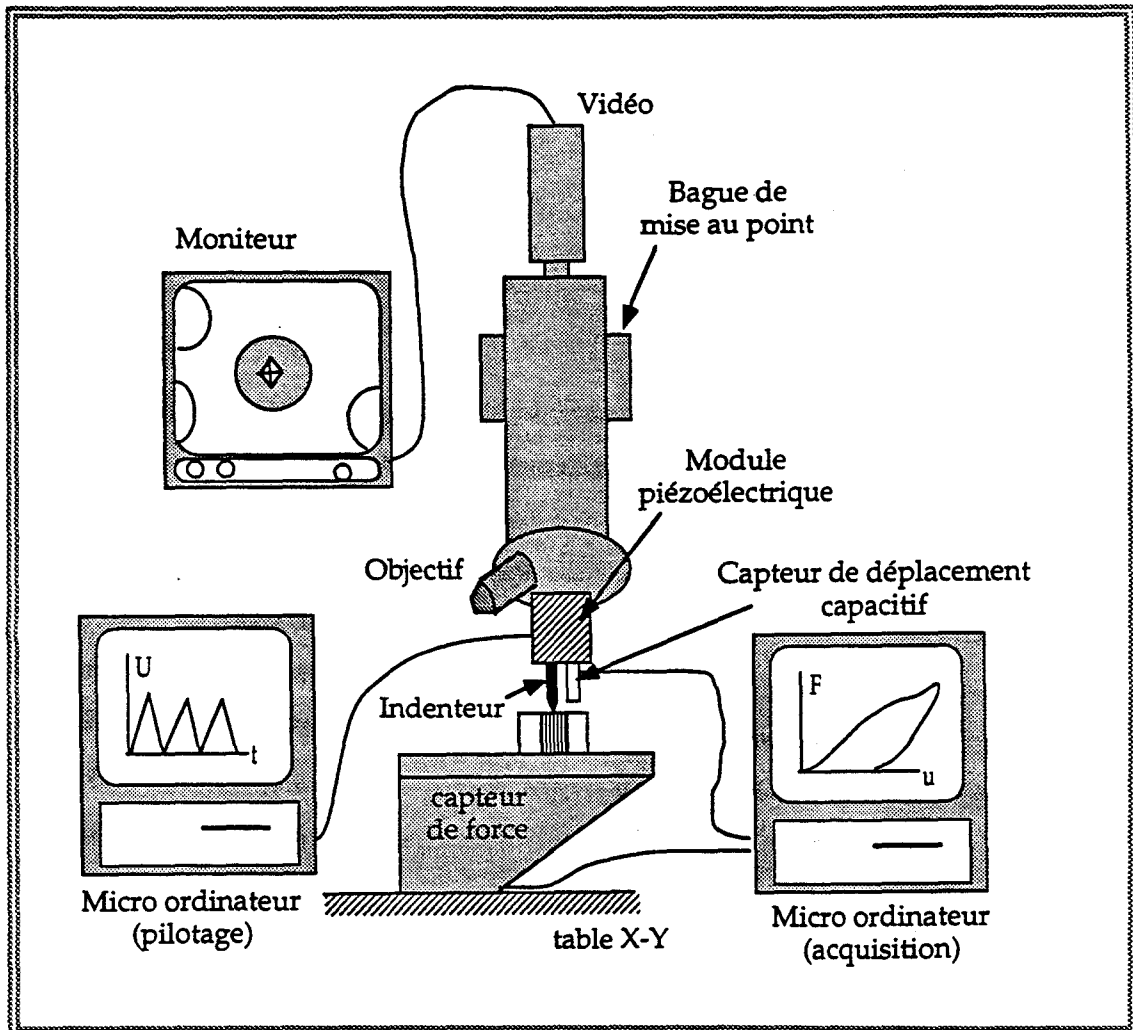
$$\pi a^2 = \frac{D^2}{2} \quad (\text{AII-2})$$

où «  $D$  » est la diagonale de la pointe Vickers.

La géométrie de la pointe Vickers permet donc de retourner la relation (1.2) exprimant le module d'Young du matériau en fonction du chargement  $P$  et de la profondeur effective de pénétration.

\* I. N. Sneddon, *the relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*, Intern. J. of Eng. Science, 3, 1965

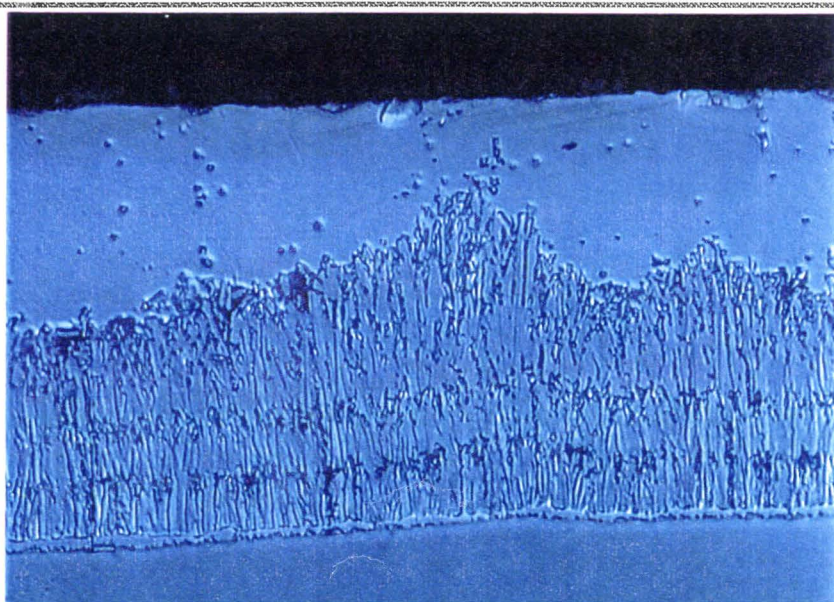
**Représentation schématique du montage d'indentation instrumentée  
du département composite à matrice céramique de l'ONERA Châtillon**



## Annexe III

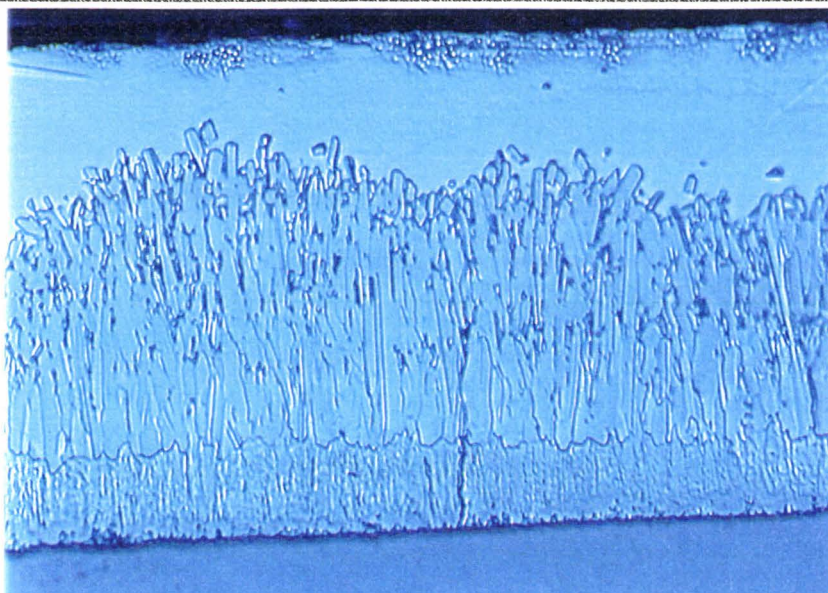
Micrographies des revêtements de galvanisation au trempé  
élaborés au cours de cette étude1ère campagne d'essais (chapitre 2)

sollicitation en traction compression (t1 à t3)

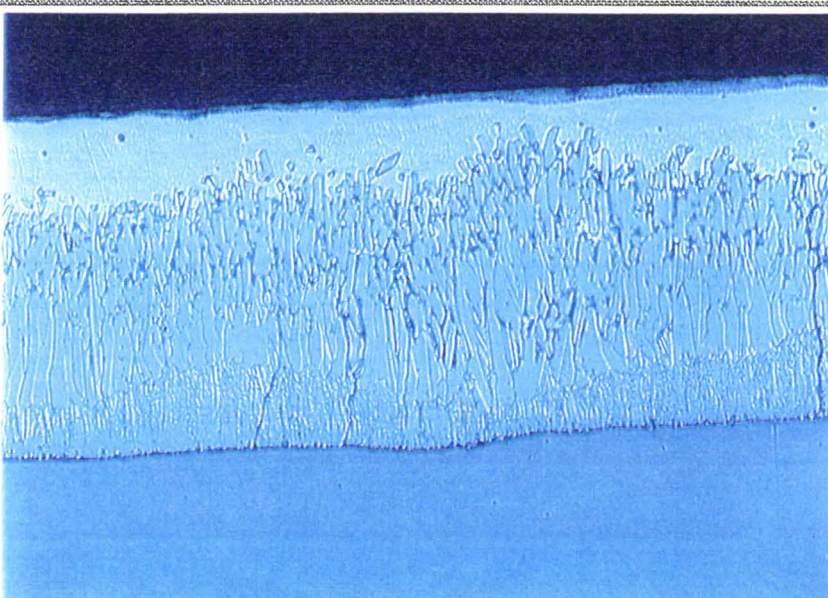
Revêtement **t1**

(épaisseur totale moyenne 60 µm)



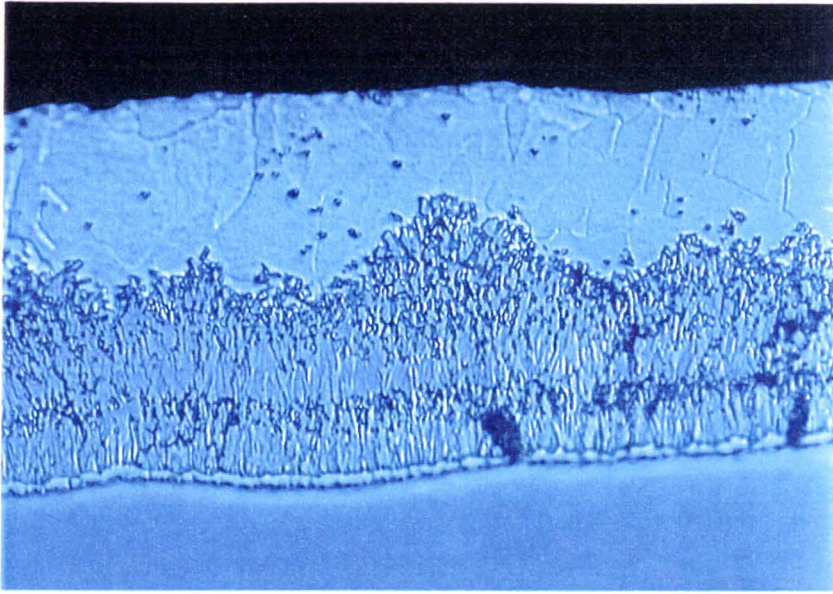
20  $\mu\text{m}$ 

Revêtement **t2**  
(épaisseur totale moyenne 76  $\mu\text{m}$ )

40  $\mu\text{m}$ 

Revêtement **t3**  
(épaisseur totale moyenne 100  $\mu\text{m}$ )

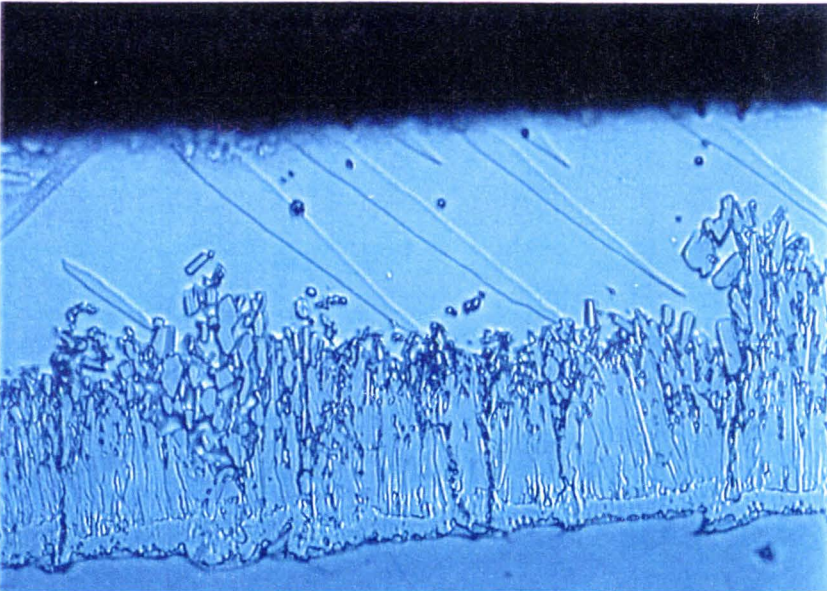
sollicitation en flexion (f1 à f4)



Revêtement **f1**

20  $\mu\text{m}$

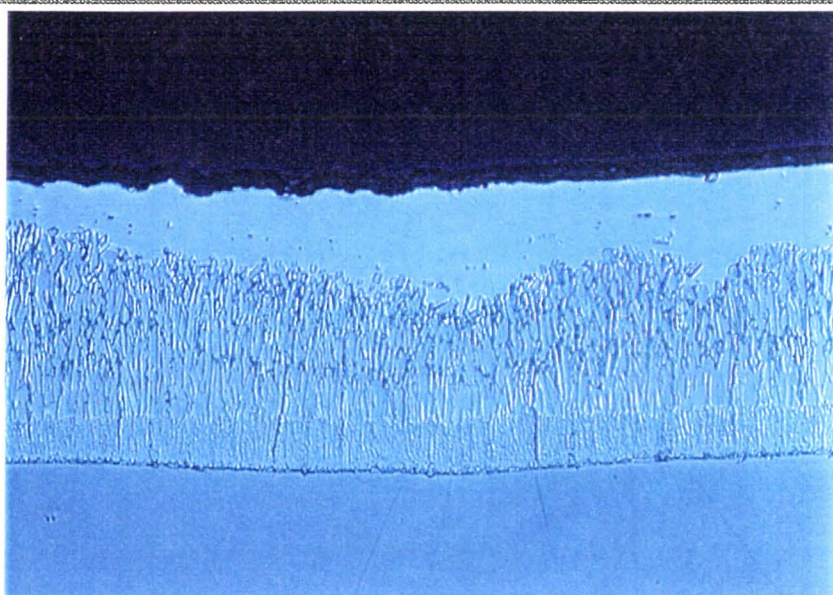
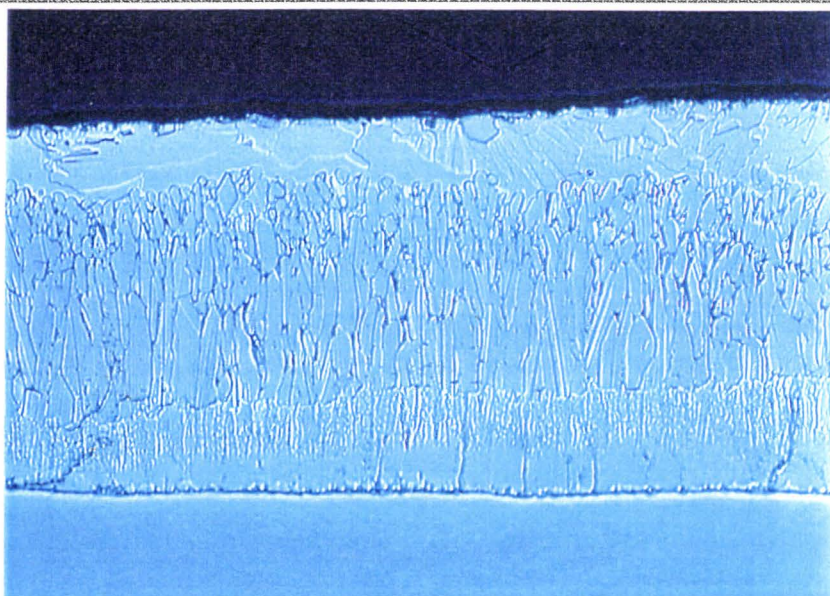
(épaisseur totale moyenne 58  $\mu\text{m}$ )

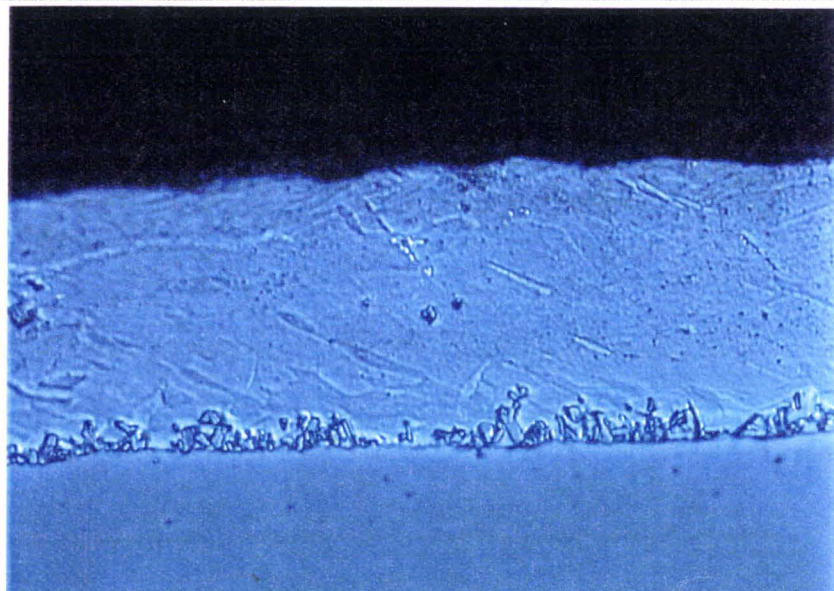
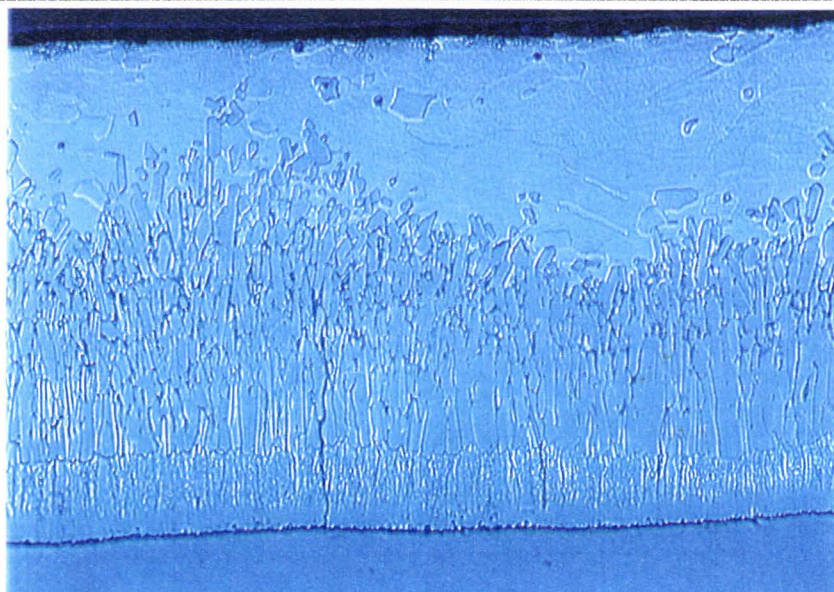


Revêtement **f2**

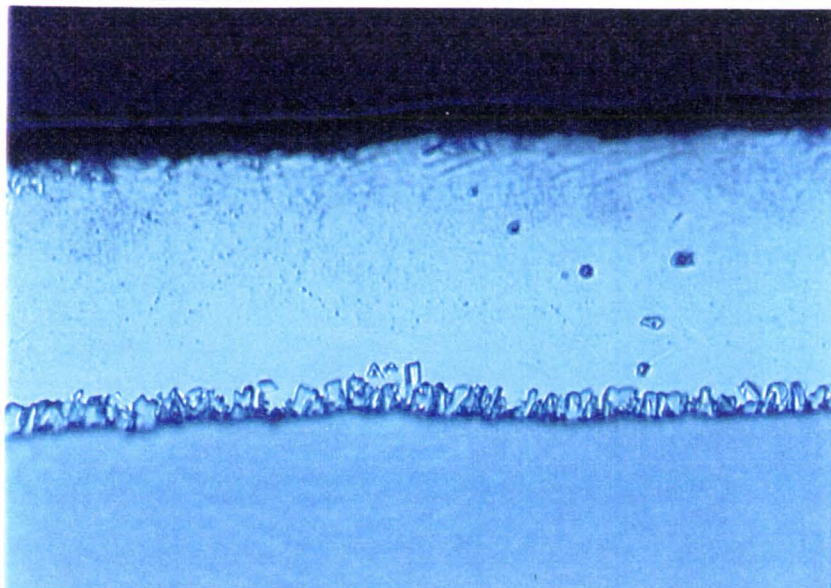
20  $\mu\text{m}$

(épaisseur totale moyenne 65  $\mu\text{m}$ )

Revêtement **f3**40  $\mu\text{m}$ (épaisseur totale moyenne 80  $\mu\text{m}$ )Revêtement **f4**40  $\mu\text{m}$ (épaisseur totale moyenne 102  $\mu\text{m}$ )

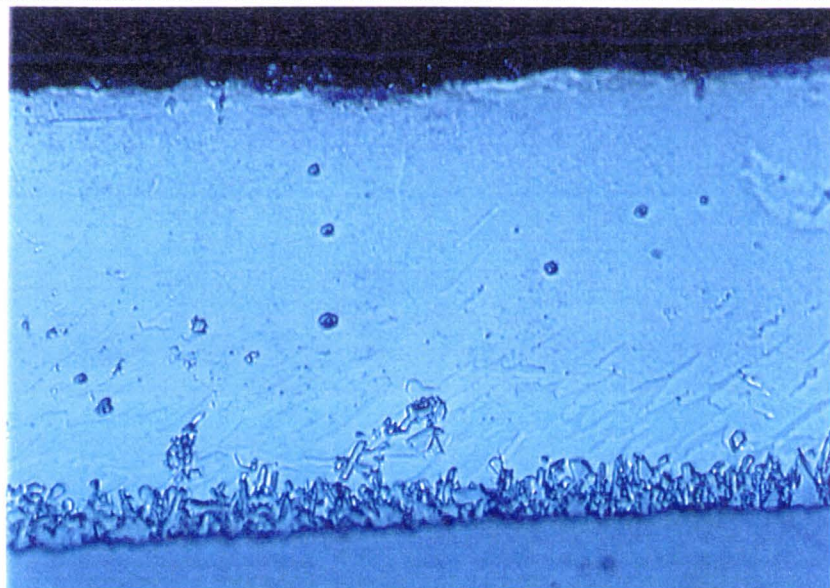
**2ème campagne d'essais (chapitre 4)**essais de validation sur nuance **E335D**Revêtement **E1**20  $\mu\text{m}$ (épaisseur totale moyenne 40  $\mu\text{m}$  / sans intermétalliques)Revêtement **E2**40  $\mu\text{m}$ (épaisseur totale moyenne 130  $\mu\text{m}$ )

essais de validation sur nuance **XES**



Revêtement **X1**

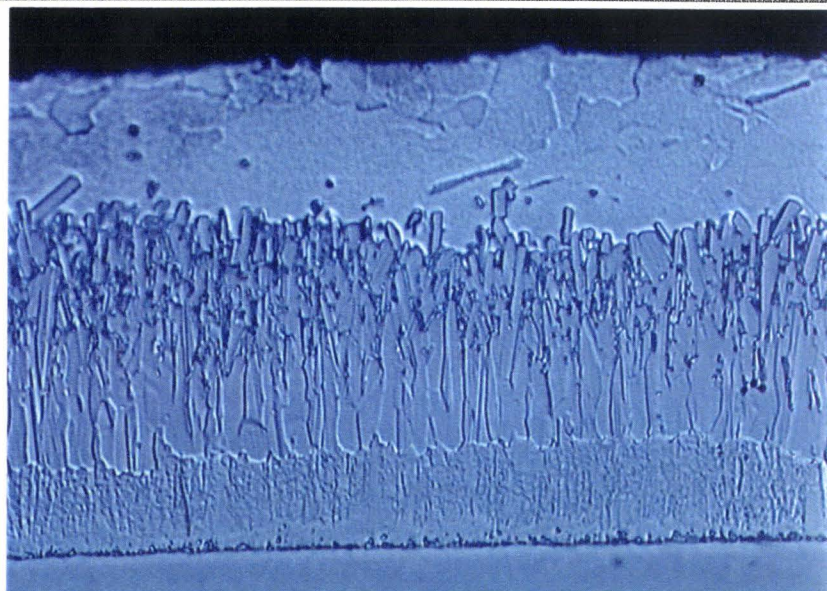
(épaisseur totale moyenne 42 μm / sans intermétalliques)



Revêtement **X2**

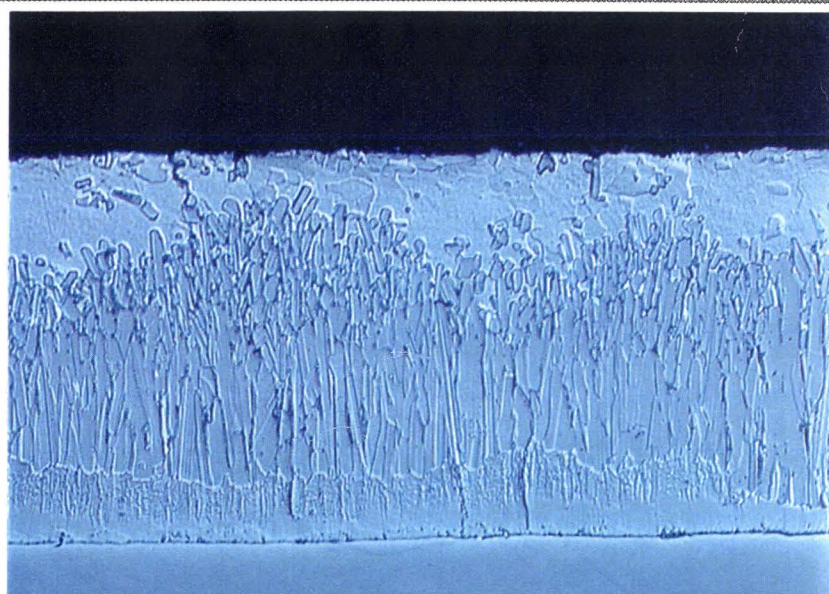
(épaisseur totale moyenne 61 μm / sans intermétalliques)

## essais de validation sur nuance XES

Revêtement **X3**

20 μm

(épaisseur totale moyenne 73 μm)

Revêtement **X4**

40 μm

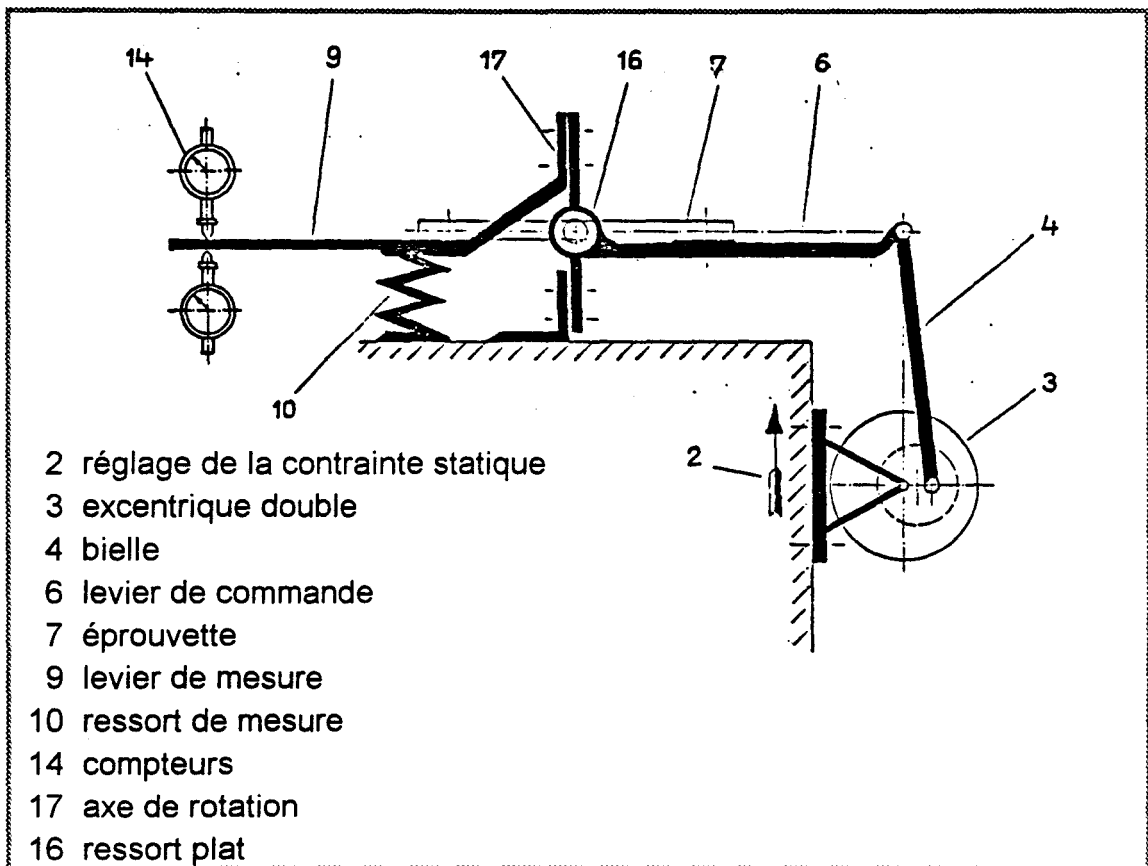
(épaisseur totale moyenne 112 μm)

## Annexe IV

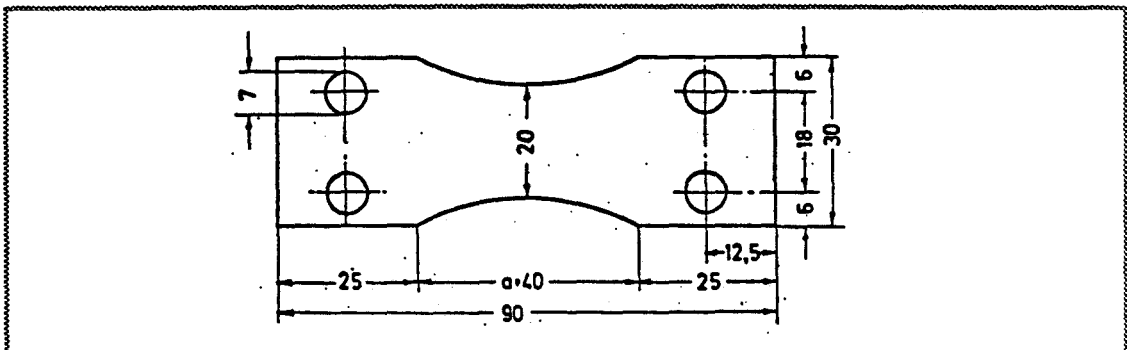
## Essais de fatigue

## Flexion alternée

## I - Schéma de principe de la machine d'essai Schenck

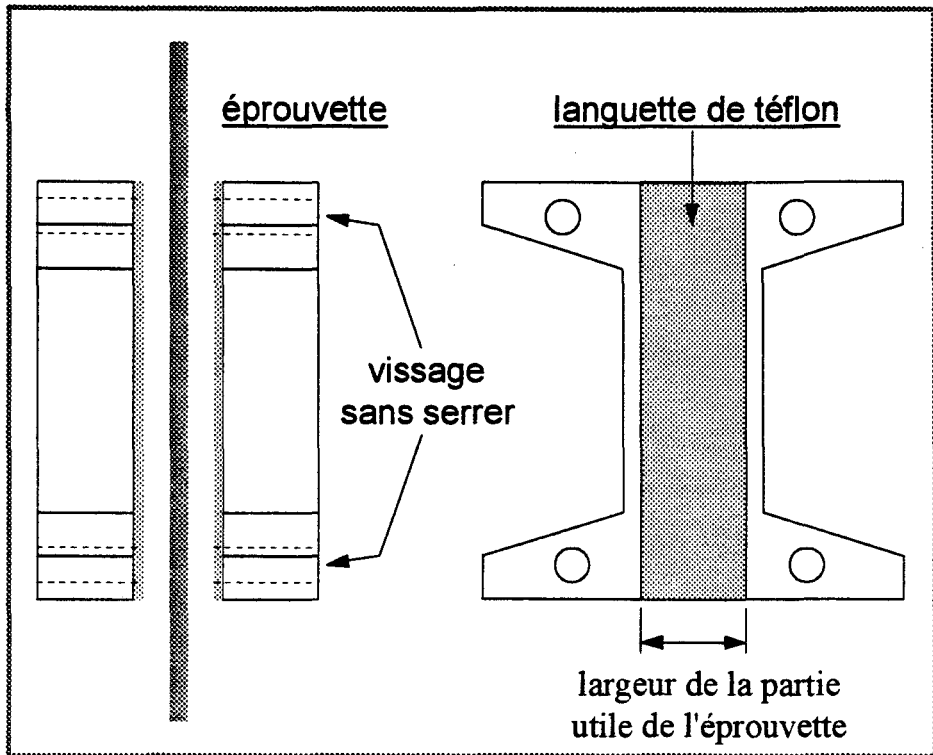


## II - Schéma des éprouvettes de flexion (Webi)

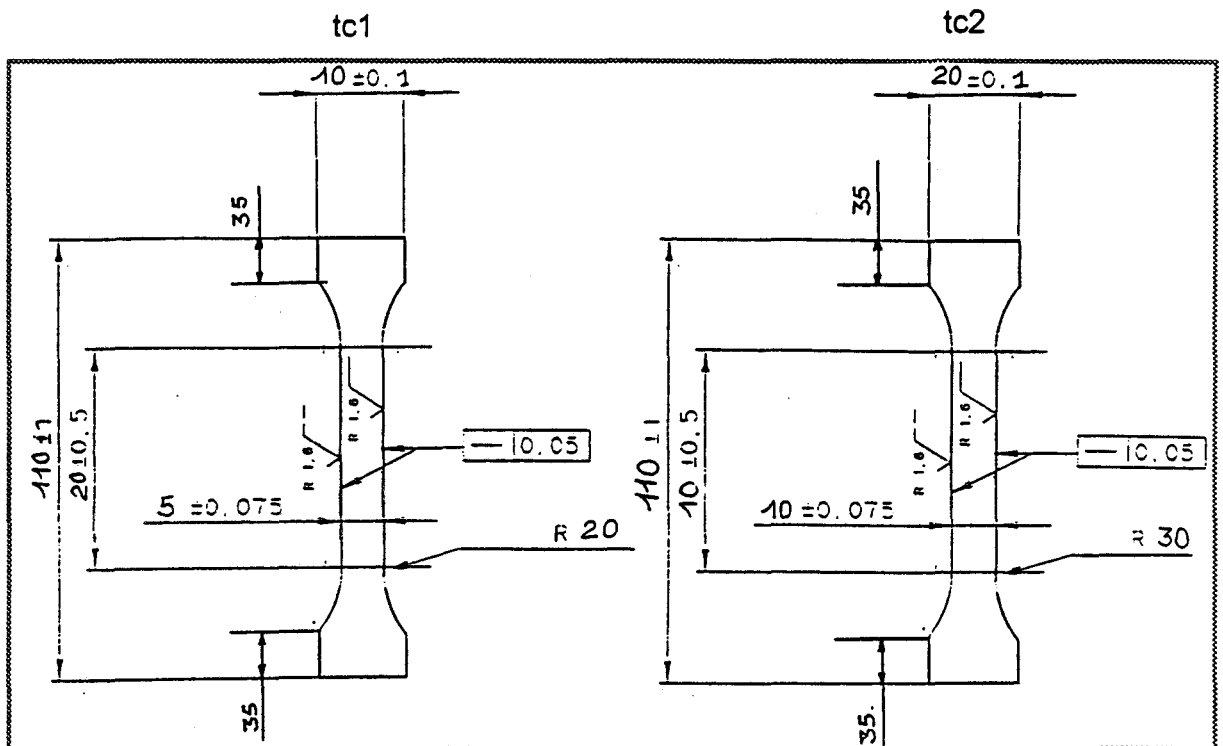


## Traction compression

### I - Schéma du montage anti-flambement



### II - Schéma des éprouvettes





## Annexe V

### Fissuration en surface du revêtement Influence du fleurage de la couche éta

Chaque planche de clichés correspond à une fleur d'une même éprouvette de flexion revêtue de f3 et sollicitée à rupture à un niveau de contrainte de 280 MPa.

Les micrographies correspondent à des surfaces brutes de galvanisation ou polies chimiquement à l'aide du réactif de Finkeldey. Les clichés sont obtenus par microscopie optique, avec ou sans lumière polarisée, et par microscopie électronique à balayage.

La micrographie ci-dessous représente une surface comprenant 6 fleurs. La fissuration de fatigue à la surface du revêtement diffère d'une fleur à une autre.



Hétérogénéité de fissuration d'une fleur à l'autre  
(revêtement f3)

