

République Algérienne Démocratique et populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
Département de Métallurgie



Projet de Fin d'Etudes
En vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique
SUJET

**Etude de l'Evolution du
Comportement Electrochimique
d'un Acier Dual Phase en Relation
avec sa Microstructure de
Laminage**

Proposé et encadré par :

Mr. F. HELLAL
et
Mr. A. DAIMELLAH

Etudié par :

BENMAOUCHE Mourad

PROMOTION 2003

Dédicace

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents, source de confiance, qui ont pris soin de moi depuis que j'étais petit et que je n'oublierai jamais, mes frère et sœurs (Meriem, Amine, Lilia);

Ainsi qu'à ma tante Soraya, son mari Ali et leurs deux filles Sonia et Sarah.

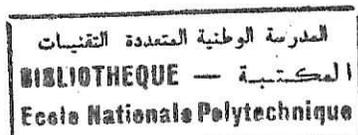
A mes oncles Farid, Fouad, Arezki; et leurs épouses.

Sans oublier ma grand-mère Yamina.

A mes fidèles amis en particulier : (Nabil et Nabil, Assia, Djamel, Moumen et Sabi).

Et à tous ceux qui de près ou de loin m'ont aidé et soutenu de quelque façon que ce soit.

REMERCIEMENTS



Qu'il me soit permis de remercier ici tous ceux qui ont apporté leur contribution de près ou de loin à l'élaboration de ce modeste travail.

Je remercie mes promoteurs Mr F.HELLAL et Mr A. DAIMELLAH qui ont été à l'origine de ce travail, qu'ils trouvent ici mes vifs remerciements pour m'avoir orienté, dirigé et aidé tout au long de la réalisation de ce travail sans oublier leurs conseils qui ont été pour moi un apport capital.

Je remercie également Mr SADKI de l'ESTA de Rouiba et Mr KHELIFI du Laboratoire de métallurgie de SONELGAZ pour leur aide précieuse dans mon étude métallographie.

Je profite de cette occasion pour exprimer mes profonds respects à tous les enseignants du département de métallurgie de l'ENP qui ont contribué à ma formation et particulièrement les membres du jury qui ont bien voulu accepter de juger ce modeste travail.

SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Partie I Etude bibliographique

Chapitre 1 : Présentation des aciers dual phase

1-1. Introduction.....	2
1-2. Composition des aciers dual phase.....	2
1-3. Microstructure des aciers dual phase.....	3
1-3-1. Le recuit continu.....	5
1-3-2. Le recuit en boîte.....	5
1-4. Transformations au cours du chauffage.....	6
1-4-1. Formation de l'austénite.....	6
1-4-2. Transformation de la ferrite.....	6
1-5. Transformations au cours du refroidissement.....	6
1-5-1. Transformation de l'austénite.....	7
1-5-2. Transformation de la ferrite.....	7
1-6. écrouissage des aciers dual phase.....	7
1-7. Domaines d'utilisation.....	9

Chapitre 2 : Laminage à froid des aciers au carbone

2-1. Introduction.....	10
2-2. technique de laminage à froid.....	10
2-3. Conditions de déformation dans l'emprise du laminoir.....	11
2-4. Calcul d'une force de laminage.....	12
2-5. description des problèmes pratiques rencontrés au cours du l'aminage.....	12
2-5-1. géométrie des tôles laminées à froid.....	12
2-5-2. état de surface.....	13
2-6. durcissement des métaux par écrouissage.....	14
2-6-1. paramètre influençant l'écrouissage.....	14
2-6-2. Phénomènes liés à l'écrouissage.....	14
2-7. déformation des grains au cours du l'aminage.....	15

Chapitre 3 : Généralités sur la corrosion des aciers

3-1. Définition de la corrosion.....	16
3-2. potentiel d'équilibre d'une électrode.....	17
3-3. condition nécessaire pour qu'un métal se corrode.....	17
3-4. Mécanisme de corrosion électrochimique.....	18
3-5. Influence de la microstructure.....	19
3-6. Méthodes d'études du comportement électrochimique.....	20
3-6-1. Variation du potentiel de dissolution.....	20
3-6-2. Méthode thermodynamique.....	21
3-6-3. Voltamétrie.....	22
1) cas d'un métal passivable.....	22
2) cas d'un métal non passif.....	24
3-6-4. détermination de la vitesse de corrosion.....	24
1) technique de tafel.....	25

2) technique de la résistance de polarisation.....	26
--	----

Chapitre 4 : Traitement et analyse d'images

4-1. Définition d'une image numérisée.....	28
a) Traitements de bas-niveau.....	28
b) Traitements de haut niveau.....	29
4-2. segmentation d'une image.....	29
4-3. lissage local.....	30
4-3-1. réduction du bruit.....	30
4-3-2. Exemple de filtres linéaires (Lemoyennage).....	30
4-3-3. Exemple de filtres non linéaires (les filtre médians).....	31
4-3-4. autre filtre (exemple du filtrage morphologique).....	31
4-4. fermeture de contours (contours virtuels).....	32
a) recherche du meilleur chemin entre deux points.....	32
b) la recherche du meilleur chemin à partir d'une extrémité.....	32
4-5. analyse d'images.....	33

Partie II Etude expérimentale

Chapitre 5 : procédure expérimentales

5-1. Introduction.....	34
5-2. Composition et caractéristique de la nuance d'acier utilisé.....	34
5-3. Traitement thermique de l'acier.....	35
5-4. Description et caractéristiques du laminoir.....	36
5-5. Etude métallographique.....	38
5-5-1. Préparation des échantillons.....	38
5-5-2. Caractérisation de la microstructure.....	39
5-5-3. mesure de dureté.....	39
5-6. étude électrochimique.....	40
5-6-1. Préparation des électrodes.....	40
5-6-2. Electrolyte.....	41
5-6-3. Appareillage utilisé pour l'étude électrochimique.....	41
5-6-4. Précautions d'emploi.....	42
5-6-5. Mesure du potentiel de corrosion libre (potentiel d'abandon).....	43
5-6-5. Voltamétrie.....	43

Chapitre 6 : Présentation des résultats

6-1. introduction.....	44
6-2. résultats de l'observation micrographique.....	44
6-3. mesure de dureté.....	48
6-4. présentation des résultats de l'étude électrochimique	

Chapitre 7 : Exploitation et interprétation des résultats

7-1. introduction.....	51
7-2. exploitation et interprétation de l'observation métallographique.....	51
7-3. Exploitation et interprétation des résultats de l'étude électrochimique.....	57

Conclusion générale et perspective.....	60
---	----

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو ربط التصرف الميكانيكي لفولاذ ثنائي الوجهة بالتصرف الالكتروكيميائي. لأجل هذا قمنا بتطبيق تشويبه عن طريق تصفيح على البارد على خمسة عينات, بنياتهن المجهرية قد حددت بواسطة سلسلة تحاليل آلية للصورة (المجهر الضوئي - كاميرا CCD - بطاقة اقتناء - حبكة إعلامية لمعالجة و تحليل الصورة Aphelion).

الدراسة الالكتروكيميائية أجريت عن طريق قياس كمون الإهمال و رسم منحنيات الاستقطاب لكل عينة فولاذ.

كلمات مفتاح: ضغط, تصرف ميكانيكي, فولاذ ثنائي الوجهة, فيريت, مارتانسيت, تآكل, تصفيح, تحليل الصورة.

Résumé :

L'objectif de ce travail est de relier le comportement mécanique d'un acier dual phase à son comportement électrochimique, pour cela nous avons appliqué une déformation par laminage à froid sur cinq échantillons, leur microstructures ont été caractérisées au moyen d'une chaîne d'analyse automatique d'image (microstructure optique - camera CCD - carte d'acquisition - logiciel de traitement et d'analyse d'image Aphelion).

L'étude électrochimique s'est faite par la mesure du potentiel d'abandon et le tracé des courbes de polarisation de chaque échantillon d'acier.

Mots clés : Contrainte, comportement mécanique, acier dual phase, ferrite, martensite, corrosion, laminage, analyse d'image.

Abstract:

The aim of this work is to bind the mechanical behavior of a dual phase steel to its electrochemical behavior, for that we have applied a deformation by rolling on five specimen, their microstructures have been characterized with a chain of automatic image's analysis (optical microscope - camera CCD - acquisition card - image's treatment and analysis software Aphelion).

The electrochemical study is done by the measure of abandonment potential and draw of each specimen polarization's curve.

Key words: stress, mechanical behavior, dual phase steel, ferrite, martensite corrosion, rolling, image's analysis.

Introduction générale :

Depuis que l'homme a commencé à employer les métaux dans sa vie quotidienne, il a connu un problème conduisant à la détérioration de ces instruments métalliques. Ce problème est connu sous le nom de corrosion.

La corrosion a pris de nos jours une importance considérable étant donnée l'utilisation de plus en plus grande des métaux et alliages dans la vie moderne, ainsi que la production et l'utilisation des produits chimiques très agressifs.

Bien que les métaux nobles et les aciers inoxydables aient une parfaite résistance à la corrosion leur emploi dans l'industrie à grande échelle revient très cher pour les sociétés.

Pour cette raison, les aciers au carbone sont les plus utilisés, vu leur faible coût et la maîtrise des techniques d'élaboration et de production.

Le problème majeur qui se pose lors de l'utilisation de ces aciers et leur faible résistance à la corrosion, d'où la nécessité de travailler dans le sens d'une amélioration progressive du comportement de ces aciers vis-à-vis de cette insuffisance.

Partant de ces considérations, l'objet de notre étude repose principalement sur l'étude de l'évolution du comportement électrochimique d'un acier dual phase ferrite-martensite en relation avec sa microstructure de laminage, autrement dit corrélérer le comportement mécanique de cet acier via sa microstructure déformée afin de tirer des renseignements qui permettraient d'œuvrer dans le sens de l'amélioration de ces propriétés électrochimiques.

partie I
Etude bibliographique

Chapitre 1

Présentation des aciers dual phase

1-1. Introduction

Actuellement dans l'industrie, les aciers d'usage courant tendent à être remplacés par des aciers à propriétés améliorées. Dans le domaine de la mise en forme à froid, la majorité des aciers nécessite la réalisation d'un traitement thermique d'une part avant mise en forme afin de minimiser les efforts de formage et d'autre part dans le but de conférer au matériau des caractéristiques mécaniques susceptibles de répondre aux sollicitations d'usage.

Les aciers dual phase se particularisent par un remarquable compromis résistance/ductilité, cette ductilité provient de la microstructure, combinaison de phases très dures (martensite ou bainite) dispersées dans une matrice ferritique pure. La capacité de consolidation (durcissement) de ces aciers est considérable, cette caractéristique leur assure une bonne aptitude à la répartition des déformations et donc une bonne emboutissabilité mais aussi des caractéristiques sur pièces, notamment la limite d'élasticité beaucoup plus élevées que sur le métal à plat. Ce fort potentiel de consolidation, une excellente tenue à la fatigue et une haute résistance mécanique se traduisent par une bonne capacité d'absorption d'énergie liée à l'affinement des grains au cours de la déformation ce qui prédispose ces aciers à l'utilisation pour des pièces de structure et de renfort.

1-2. Compositions

Les aciers dual phase sont principalement des aciers à bas carbone non alliés ou faiblement alliés. La composition la plus large de ces aciers est: 0.08-0.2 % C et 0.5-1.5 %Mn [1].

D'autres auteurs proposent des compositions typiques indiquées dans le **tableau 1-1**, On remarque dans ces compositions le bas pourcentage de carbone dû au fait qu'on veut exploiter la ductilité de ces aciers qui est inversement proportionnelle à la quantité de carbone qui confère à ces aciers (généralement en produit plats) une bonne soudabilité, une propriété requise vue qu'ils sont destinés à l'assemblage mécanique dont le soudage. Ces compositions révèlent un taux de Manganèse et de Silicium relativement élevé, l'introduction délibérée de ces éléments, attribuée à ces aciers une bonne aptitude à la trempe, même à l'air ce qui augmente les chances d'avoir la microstructure désirée [1].

composition Mode de production	%C	%Mn	%Si	%Cr	%Mo	%V	%N
Recuit continu, laminage contrôlé à chaud	0.11%	1.43%	0.6%	0.12%	0.08%	0.06%	0.01%
Recuit continu, laminage contrôlé à froid	0.11%	1.2%	0.4%	--	--	--	--
Recuit en boîte	0.13%	2.10%	1.4%	--	--	--	--
Laminé	0.06%	0.9%	1.3%	0.05%	0.35%	--	--

Tableau 1-1 : composition de quelques aciers dual phase [1].

Ces compositions sont typiques néanmoins elles restent traditionnelles. En effet, de nouvelles recherches se dirigent vers la conception des aciers dual-phase avec une quantité de carbone plus grande (0.2 à 0.4 %), (en vue de leur utilisation comme matière première dans le forgeage ou dans les applications des barreaux). Bien que ces aciers ne peuvent être facilement soudés à cause de leurs niveau de carbone ils sont par contre recommandés pour leurs forgeabilité ou application de barre où la soudabilité n'est pas requise et où l'assemblage mécanique est possible. La composition chimique typique de ces aciers est: 0.4 % C, 1.49%, Si, 0.84 % Mn, 0.005 % P, 0.006 % S, 0.035 % Al, et 0.0024%N [1]. On remarque dans les différentes compositions proposées deux conditions qui se répètent, la première exige le domaine biphasé, la seconde concerne l'aptitude de l'acier à subir une trempe.

1-3. Microstructure des aciers dual-phase

La microstructure des aciers dual-phase est constituée principalement d'une matrice ferritique douce et ductile et de particules dures et dispersées de martensite ou de bainite (figure 1.1). D'autres constituants plus rares peuvent exister dans cette microstructure comme des îles d'austénite résiduelle dont la quantité et la taille dépend de la composition de l'acier et du cycle thermique. Des précipités peuvent aussi exister à savoir, des carbures, nitrures ou carbonitrures selon la composition chimique de l'acier.

La structure de l'acier dual -phase est caractérisée par une martensite en plaque au voisinage de grains fins de ferrite qui sont le siège d'une haute densité de dislocations résultant du changement de structure et de volume associé à la transformation de l'austénite en martensite [2].

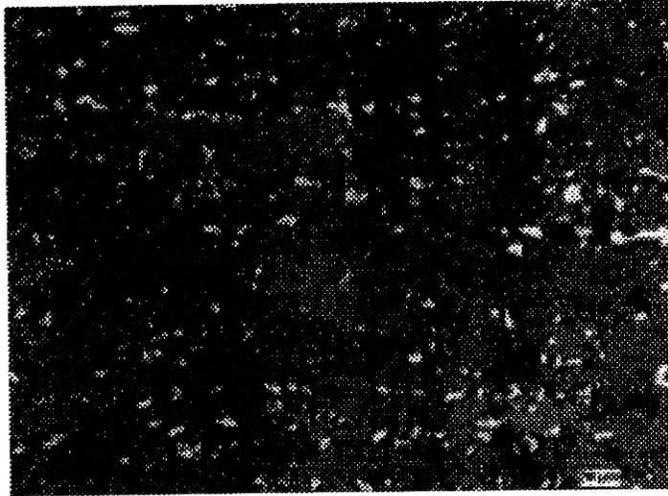


Figure 1-1: Microstructure biphasée ferrite martensite (0.06%C) [2]

Les propriétés d'usage de la gamme dual-Phase sont garanties par la maîtrise du processus de fabrication, le contrôle du cycle de recuit assure l'obtention de la microstructure dual Phase et la reproductibilité des caractéristiques mécaniques.

La microstructure spécifique de ces aciers est donc obtenue par un recuit aux températures supérieures au palier eutectoïde (727°C) et inférieures à la courbe de précipitation de la ferrite (Figure 1-2). Ceci afin d'obtenir la structure biphasée ($\alpha + \gamma$) dont les proportions de phase sont fonction de la composition de l'acier (en particulier la proportion du carbone) et de la température de maintien. Le recuit est suivi d'une trempe afin de transformer les grains d'austénite en grains de martensite dure, ce recuit est appelé le recuit critique.

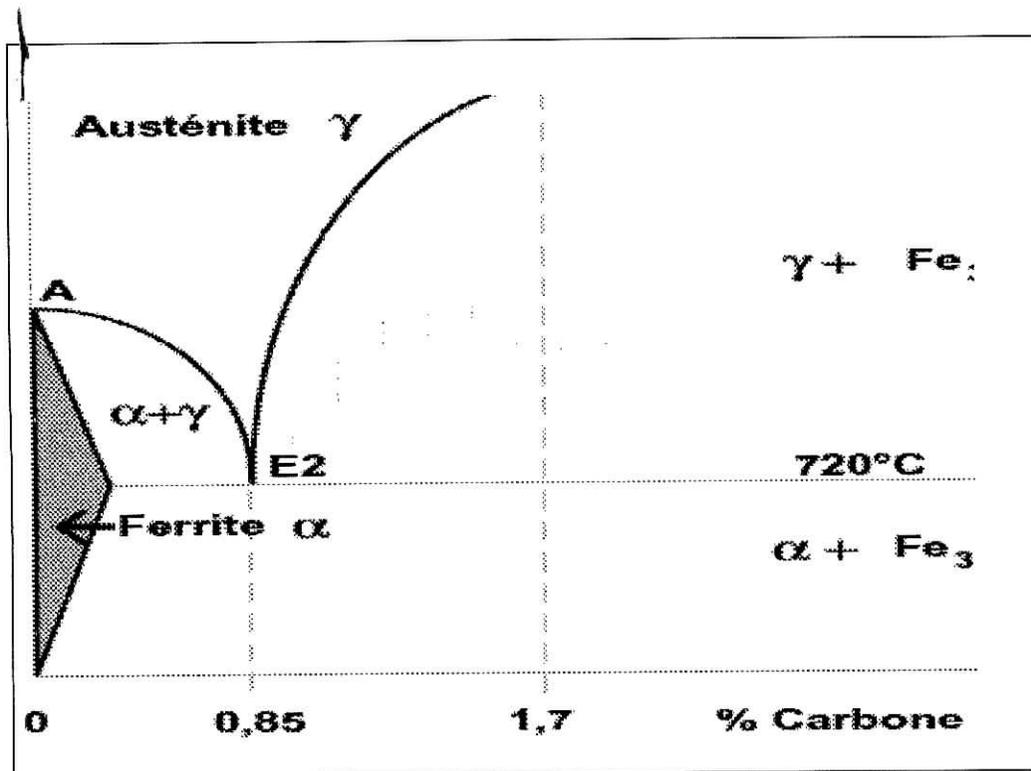


Figure 1-2 : Domaine de température de trempe des aciers dual-phase [2].

Les aciers dual-phase peuvent être produits par le traitement thermique critique par l'un des procédés suivant:

1-3-1. Le recuit continu

La plaque d'acier est chauffée pendant une courte durée (30s) dans la gamme de température critique au domaine austénite- ferrite suivie par un refroidissement accéléré ($6^{\circ}\text{C}/\text{s}$) pour transformer le mélange ferrite -austénite en ferrite-martensite [1]. La vitesse de refroidissement dépend de l'épaisseur de la plaque et des conditions de trempe.

1-3-2. Le recuit en boîte

Le recuit en boîte est similaire au recuit continu sauf que les temps de chauffage sont plus longs (3 h) et les vitesses de refroidissement sont plus lentes. ($10^{\circ}\text{C}/\text{s}$).

En raison de sa faible vitesse de refroidissement le recuit en boîte exige une quantité plus élevée en éléments d'alliage que le recuit continu [1] (voir le Tableau 1-1).

1-4. Transformations au cours du chauffage

Les mécanismes de transformation qui ont lieu au cours du chauffage d'un acier doux pour l'obtention d'un dual phase sont :

1-4-1. Formation de l'austénite

La formation de l'austénite durant le recuit critique se déroule en plusieurs stades.

Stade 1: stade de germination de l'austénite dans la perlite aux joints de grains de cémentite, suivi d'une croissance de ces germes jusqu'à la dissolution carbures et de la perlite.

Stade2: un processus lent au cours duquel on observe un grossissement des grains d'austénite au dépend de la ferrite à une vitesse contrôlée par la diffusion du carbone dans l'austénite.

Stade3: une tendance très lente vers l'équilibre se met en place entre la ferrite et l'austénite [3].

1-4-2. Transformation de la ferrite

Lors du chauffage de l'acier la ferrite subit deux phénomènes, la recristallisation et la diffusion. La recristallisation de la ferrite est un phénomène rapide qui peut être achevé avant d'atteindre la température critique si l'acier est préalablement écroui. Le second phénomène concerne le changement de composition de la ferrite dû à la différence de solubilité du carbone entre la température critique et la température d'équilibre. Ce phénomène résulte aussi de la diffusion des éléments d'alliage dans la ferrite au dépend du carbone qui sera dégagé vers l'austénite [3].

1-5. Transformations au cours du refroidissement

Les mécanismes de transformations de l'austénite et de la ferrite au cours du refroidissement de l'acier sont :

1-5-1. Transformation de l'austénite

Bien que la transformation de l'austénite après le recuit critique soit similaire à celle obtenue par recuit normal plusieurs caractéristiques font que la forme du processus soit unique. Premièrement la quantité de carbone dans l'austénite est fixée par la température de recuit, la trempabilité de l'austénite va en dépendre. Deuxièmement, le taux de carbone dans la martensite est fixé par celui de l'austénite vu que la transformation se produit sans diffusion, et la martensite hérite de la composition de l'austénite. Finalement pour conserver la teneur initiale en carbone de l'acier, le taux d'austénite formée sera proportionnel au pourcentage de carbone et à la température de recuit pour un temps de maintien donné [3].

En trempant à l'eau l'acier depuis la température critique la vitesse de refroidissement sera très élevée et pratiquement toute l'austénite se transforme en martensite. Dans des milieux de trempe moins sévères comme l'huile chaude la vitesse de refroidissement est plus lente et des particules d'austénite résiduelle peuvent subsister dans la microstructure que seuls un écrouissage ou une agitation thermique ultérieure fera évoluer.

1-5-2. Transformation de la ferrite

Une fois refroidis rapidement à partir d'une haute température les grains de ferrite ne peuvent croître au dépend des grains austénitiques voisins, la structure obtenue est alors à grains fins caractérisée par un taux de défauts très élevé [3].

1-6. Ecrouissage des aciers dual-phase :

En général les aciers ferrito-martensitiques ne présentent pas de limite élastique de même pour les aciers dual-phase. Une limite conventionnelle d'élasticité (ou limite d'écoulement) est définie pour ce genre d'aciers et qui correspond à la valeur de la contrainte pour une déformation plastique de 0.2% (Figure 1-3).

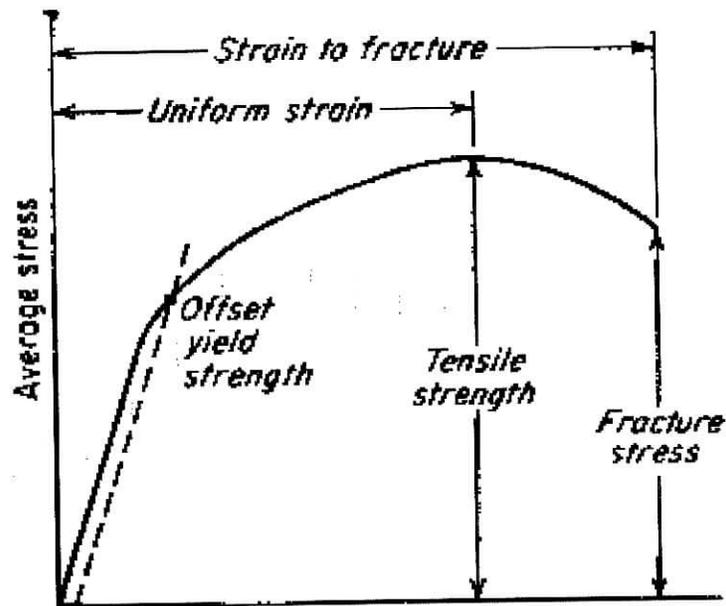


Figure 1-3: courbe de consolidation typique d'un acier dual-phase [4]

La combinaison de fortes contraintes résiduelles et d'une grande densité de dislocations dans la ferrite fait que l'écoulement plastique se produit facilement aux basses contraintes et se fait d'une manière continue. Cette particularité représente un des avantages de ces aciers vis à vis des opérations de mise en forme par déformation plastique, vu qu'ils fournissent un produit fini avec un bon état de surface.

L'absence de limite élastique signifie que la déformation se produit dans plusieurs points partout dans la ferrite, il y aura donc une répartition homogène de l'écoulement de matière.

Le phénomène d'écrouissage dans les aciers dual-phase est un processus qui peut être séparé en trois étapes [4]:

Au premier stade (ϵ : 0.1 à 0.5%) un écrouissage rapide prend place pour éliminer les contraintes résiduelles et les contraintes causées par l'incompatibilité des deux phases.

Au deuxième stade (ϵ : 0.5 à 4%): il se produit la transformation de l'austénite résiduelle.

Au troisième stade (ε : 4 à 18%): les structures de cellules de dislocation sont formées.

En suite la déformation dans la ferrite est gouvernée aussi bien par la restauration dynamique, que par un éventuel écoulement plastique de la martensite [4].

1-7. Domaines d'utilisation

Compte tenu de leur forte capacité d'absorption d'énergie et de leur bonne résistance à la fatigue, les aciers dual Phase (principalement ferrite-martensite et ferrite-bainite) se prêtent particulièrement bien à la réalisation de pièces de structures et de sécurité pour l'automobile telles que les longerons, les traverses et les renforts.

Les dual Phase laminés à chaud, aux propriétés mécaniques élevées permettent d'alléger les structures par une réduction des épaisseurs, ils sont utilisés notamment dans l'automobile pour les voiles de roues, les profilés allégés, les coupelles d'amortisseurs, les éléments de fixation. L'utilisation du dual Phase laminé à chaud sur certaines pièces peut conduire à une diminution d'épaisseur de 10 à 20 % correspondant à un potentiel d'allègement allant jusqu'à 15%.

Ces aciers sont aussi utilisés dans le domaine de la boulonnerie notamment pour la fabrication de vis à têtes hexagonales partiellement ou totalement filetées et pour la fabrication de vis à souder.

Quant aux aciers austéno-ferritiques ils sont surtout utilisés dans l'industrie chimique ou pétrochimique compte tenu de leur résistance à la corrosion et leurs propriétés mécaniques.

Chapitre 2

Laminage à froid des aciers au carbone

2-1. Introduction

Le laminage est l'un des plus importants procédés de mise en forme des métaux et alliages, pour les aciers par exemple environ 35% de la production laminée à chaud est relaminée à froid.

Laminer à froid c'est conférer à la bande une géométrie déterminée (épaisseur, planéité), un état microstructural particulier (écrouissage, texture) ainsi qu'un état de surface adaptés aux traitements de recuit ultérieurs. Pour remplir ces objectifs le lamineur est confronté aux contraintes technologiques du laminoir et plus particulièrement l'élasticité des éléments constitutifs de la cage de laminoir et les limitations en puissance des moteurs d'entraînement. L'élasticité du système implique un certain "cédage" de cage engendré par les forces de laminage. Le prépositionnement des cylindres de travail qui prend en compte la correction du cédage nécessite une bonne évaluation a priori de la force de laminage.

Les limites de puissance définissent la structure du schéma de laminage, et en priorité le choix de l'épaisseur de la bande pour obtenir une épaisseur finale déterminée. Plus finement, le calcul des puissances de laminage permet de distribuer de manière optimale les réductions des différentes passes [5].

2-2. Technique de laminage à froid

Le laminage à froid est un laminage réalisé à une température ambiante ou à basse température, or avec les laminoirs modernes très puissants la déformation du métal est réalisée à une température supérieure à 20°C, pouvant même dépasser parfois les 100°C aussi on considère souvent que le laminage est réalisé à froid lorsque le matériau n'est pas volontairement chauffé, cependant une telle définition n'est pas suffisante et pour le métallurgiste le laminage à froid est celui réalisé dans un domaine de température où il y'a absence de diffusion importante des éléments, absence de recristallisation pendant et après la déformation [5].

Dans le laminage à froid la géométrie de la déformation est imposée, le métal subit un allongement dans la direction de laminage, un amincissement dans la direction perpendiculaire au plan de laminage et pratiquement pas de déformation dans la direction transversale.

2-3. Conditions de déformation dans l'emprise du laminoir

L'élargissement de la bande pendant le laminage est négligé et l'écoulement est considéré plan. La déformation plastique des métaux s'effectue selon des mécanismes de cisaillement, la déformation est supposée homogène en ce sens que la vitesse horizontale v de la matière est considérée constante sur l'épaisseur. Une tranche verticale à l'entrée reste donc verticale au travers de l'emprise, ce qui est de fait observé expérimentalement dans le cas du laminage à froid. Il s'ensuit que la vitesse du métal augmente dans l'emprise dans le sens inverse de l'épaisseur h , et il existe ainsi un endroit de l'emprise ($x = x_n$) où la vitesse du métal égale à celle du cylindre v_n [5] ; cet emplacement définit le plan neutre. L'incompressibilité se traduit par l'égalité :

$$v(x) \cdot h(x) = v_n \cdot h_n \quad (2-1).$$

La figure 2-1 illustre la géométrie de la moitié supérieure de la fente de laminage, la partie inférieure étant symétrique.

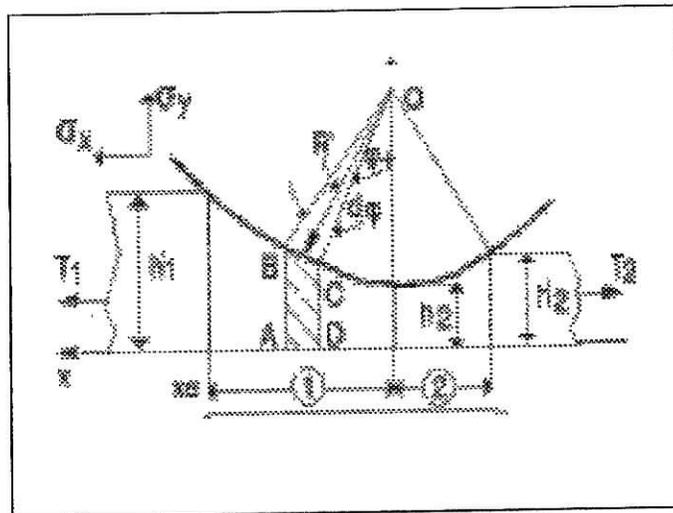


Figure2-1 : géométrie et équilibre statique sous l'emprise des cylindres de laminoir [6]

L'énergie de laminage se compare à l'énergie de compression plastique. Cette énergie se transforme en grande partie en chaleur, un résidu se trouvant sous forme d'énergie interne (5% sous forme de dislocations) [6].

Les métaux répondent aux sollicitations plastiques par une contrainte d'écoulement qui augmente avec la déformation (phénomène d'écrouissage), la vitesse (effet visqueux) et diminue avec la température.

2-4. Calcul d'une force de laminage :

La force de laminage F que doit supporter le laminoir par réaction durant la déformation du métal peut être calculée par la formule [6]:

$$F = \sigma_0 \cdot l \sqrt{(D(E - e) / 2)} \quad (2-2)$$

σ_0 : limite élastique (N/mm^2).

l : largeur du produit à l'entrée (mm).

E : épaisseur du produit à l'entrée (mm).

e : épaisseur du produit à la sortie (mm).

D : diamètre des cylindres de travail

2-5. Description des problèmes pratiques rencontrés au cours du laminage

Laminer à froid et plus largement former à froid c'est vouloir donner au produit une géométrie précise, des caractéristiques mécaniques contrôlées et un état de surface bien maîtrisé.

2-5-1. Géométrie des tôles laminées à froid

La valeur moyenne et les variations de l'épaisseur sont Les problèmes géométriques généralement rencontrés en laminage à froid. Obtenir une épaisseur voulue avec une tolérance serrée n'est pas chose aisée du fait des déformations thermoélastiques des cylindres.

Les déplacements verticaux des points de surface du cylindre au voisinage de l'emprise peuvent excéder la réduction effectuée voire l'épaisseur de la tôle. Du point de vu mécanique, les deux problèmes déformation plastique de la tôle et déformation élastique du cylindre peuvent être

fortement couplés. Cela demande des méthodes de calcul bien choisies mais sur le plan pratique c'est aussi la raison de l'existence de nombreux moyens de contrôle et de régulation de l'épaisseur et de son profil.

La première difficulté est l'épaisseur moyenne : à quelle distance faut-il prépositionner les cylindres pour qu'ils donnent sous charge l'entrefer désiré, ce problème est largement résolu par les régulateurs d'épaisseur. Il ne subsiste que celui de la longueur des phases transitoires (correspondant au temps de réponse de la régulation), que l'on souhaite les plus courtes possibles.

Ceci réglé, il reste à résoudre le problème de la variation de l'épaisseur le long de l'axe transverse ou défaut de profil.

Il faut signaler que ces défauts apparaissent dès les trains à chaud et que le lamineur à froid subit ce profil. Il ne peut guère y remédier : en effet, essayer par exemple de réduire davantage le centre pour se ramener à un profil plat serait techniquement possible mais dangereux : du fait de l'allongement différentiel des fibres du métal, celui-ci prendrait des contraintes résiduelles qui conduiraient à des ondulations ou défauts de planéité soit directement en sortie de laminoir soit ce qui est plus grave à la découpe chez le client [6].

2-5-2. État de surface

Le cahier des charges comporte des clauses portant sur la rugosité des tôles. Certaines doivent être livrées brillantes, donc lisses ; pour d'autres au contraire on demande une rugosité déterminée en amplitude de manière à optimiser les traitements ultérieurs. La rugosité résulte des interactions entre la tôle et les cylindres et dépend fortement de la lubrification, ainsi pour fabriquer une tôle lisse on utilisera des cylindres finement rectifiés et un lubrifiant peu visqueux et pour une forte rugosité, on prendra des cylindres rugueux et un lubrifiant évitant le risque de lubrification par film épais.

2-6. Durcissement des métaux par écrouissage:

L'origine de ce durcissement est l'augmentation de la densité de dislocation apportée par la déformation, en effet toutes les dislocations créées ne débouchent pas en surface par suite des interactions diverses, une forte proportion se trouve bloquée dans le cristal sous forme de dipôles, boucles diverses, empilement, écheveaux.

Le passage de nouvelles dislocations devient de plus en plus difficile puisque la densité d'obstacles augmente continûment avec la déformation (défauts ponctuels, joints de grains, dislocations). La densité de dislocation dans un matériau peut varier de l'ordre de $10^{11}/\text{mm}^2$ lorsqu'il n'est soumis à aucune sollicitation jusqu'à $10^{16}/\text{cm}^2$ pour des taux de déformation très élevée [6], l'énergie interne du métal écroui est alors supérieure à l'énergie du cristal parfait puisque la création d'une dislocation requiert une certaine énergie qu'elle emmagasine au cours de la déformation (énergie de compression en laminage) et qui est nécessaire à son déplacement à travers ce cristal selon des mécanismes de glissement et montée de dislocation [6].

2-6-1. Paramètres influençant l'écrouissage

L'écrouissage dépend de plusieurs paramètres :

- 1- la température de déformation.
- 2- la vitesse de déformation.
- 3- la loi de l'évolution de la déformation dans le temps.
- 4- le taux de déformation.
- 5- les propriétés physico-chimiques du matériau.

2-6-2. Phénomènes liés à l'écrouissage

D'une façon générale, l'écrouissage a pour effets :

- d'accroître la résistance du métal à la déformation (limite d'élasticité, résistance à la rupture, dureté) au détriment des propriétés caractérisant la ductilité, l'allongement à la rupture.
- de modifier la microstructure et la texture du métal.

2-7. Déformation des grains au cours du laminage

Un matériau déformé se caractérise par une microstructure au caractère anisotrope très marqué : la morphologie des grains, leur orientation cristallographique ainsi que leur niveau de déformation ne sont généralement ni homogènes ni aléatoires. La déformation d'un métal par laminage à froid entraîne une modification notable sur la microstructure les grains s'allongent et s'affinent dans le sens de la déformation (sens du laminage) en formant une structure fibreuse. Les déformations importantes donnent lieu à une orientation cristallographique préférentielle des grains appelée texture [7]. C'est cette texture qui entraîne une anisotropie des propriétés cristallographiques. Si l'on soumet la structure obtenue après laminage à froid à un traitement de recuit une nouvelle microstructure va se former qui aura pour effet de modifier totalement l'anisotropie du matériau et de restaurer ses propriétés par des mécanismes de germination et croissance de nouveaux grains la figure 2-2 montre bien le début de l'allongement des grains au cours d'un laminage à froid de 20% de réduction pour un acier dual phase de matrice ferritique dans laquelle se trouve des îlots de phase bainitiques et de l'austénite résiduelle .

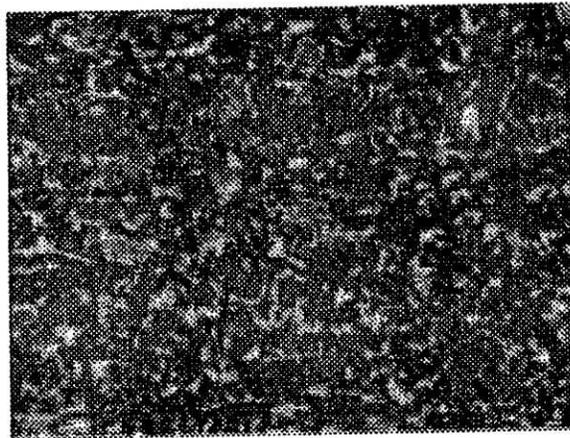


Figure 2-2 : microstructure d'un acier laminé à froid (taux de laminage 20%) [7]

Chapitre 3

Généralités sur la corrosion des aciers au carbone

3-1. Définition de la corrosion

La corrosion n'est autre qu'un processus au cours duquel un métal retourne à sa forme originelle qui est thermodynamiquement plus stable c'est la dégradation d'une substance en particulier un métal ou un alliage provoquée par l'action chimique d'un liquide ou d'un gaz sur la substance. Le terme corrosion s'applique plus particulièrement à l'action graduelle d'agents naturels tels que l'air ou l'eau salée sur les métaux.

Dans le cas du fer les produits de corrosion sont essentiellement des formes d'oxydes ou d'hydroxydes. La conséquence de ce processus est une modification profonde des propriétés physico-chimiques du matériau. Les processus de corrosion sont multiples et les plus fréquents sont de nature chimique, électrochimique ou biochimique.

La corrosion dépend de plusieurs facteurs qui sont liés à la nature des matériaux aux procédés de fabrication et d'assemblage et aussi de la nature du milieu agressif et à la présence ou non d'un inhibiteur de corrosion figure3-1.

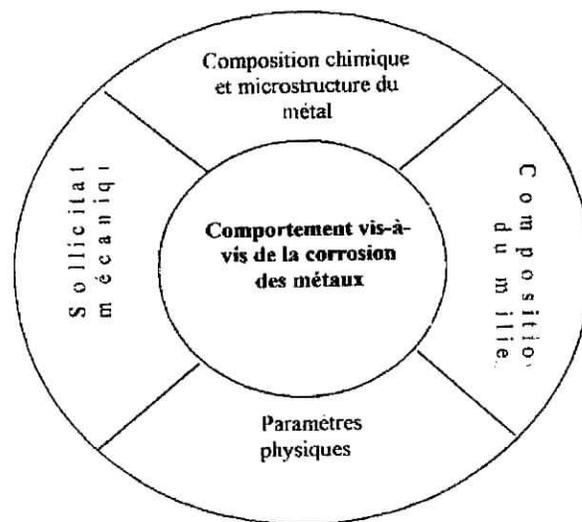


Figure 3-1: système de corrosion [8].

3-2. Potentiel d'équilibre d'une électrode

A l'équilibre thermodynamique, le potentiel d'une électrode simple est calculé par l'équation de NERNST [9]:



$$E_{M^{n+}/M^{m+}} = E^0_{M^{n+}/M^{m+}} + (RT/(n-m)F) \cdot \ln ([M^{n+}]/[M^{m+}]) \quad (3-a)$$

Avec:

R: constante universelle égale a $8.224 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1}$

F : constante universelle égale a $965000 \text{ c/équivalent électrochimique}$

T : température en °K.

$E^0_{M^{n+}/M^{m+}}$: potentiel standard.

Et on a aussi :

$$E = -\Delta G/nf$$

ΔG est la différence d'enthalpie libre.

3-3. Condition nécessaire pour qu'un métal se corrode

Pour qu'un métal se corrode il est nécessaire qu'il existe en solution un système accepteur d'électrons capable d'échanger des électrons avec le métal. Ces systèmes accepteurs existent dans l'électrolyte et les milieu aqueux, les plus importants sont :

- la réduction des protons.
- la réduction de l'oxygène dissous.

La condition nécessaire pour qu'il y' est un phénomène de corrosion est que : $E_{ec} > E_{ea}$

Avec :

E_{ec} : potentiel d'équilibre de la réaction cathodique.

E_{ea} : potentiel d'équilibre de la réaction anodique.

Le potentiel d'équilibre de la réaction anodique et cathodique sont ceux données par la réaction de NERNST cités précédemment.

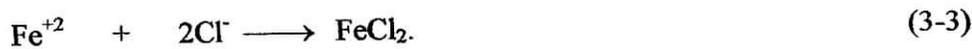
3-4. Mécanisme de corrosion électrochimique

Prenons l'exemple de deux plaques de fer pur immergées dans l'eau salée (une solution aqueuse de NaCl) et réunissons les deux plaques aux pôles d'un accumulateur (figure 3-2). Sous le passage du courant rendu possible par l'électrolyte il y a dissociation de celui-ci :



Suivant les règles de l'électrolyte classique les deux ions se déplacent au sein de l'électrolyte différemment suivant leur charge.

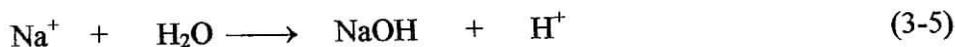
a) l'anion Cl^- remonte le courant et vient se décharger sur l'anode Fe en formant du chlorure ferreux très soluble.



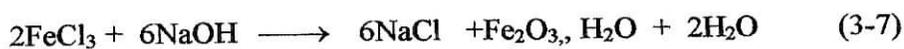
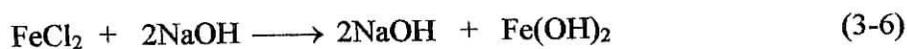
Ou bien du chlorure ferrique si la densité de courant est plus élevée :



b) le cation Na^+ au contraire vient se décharger sur la cathode de fer reliée au pôle négatif en donnant lieu à une réaction alcaline et un dégagement d'hydrogène s'il y'a absence rigoureuse d'oxygène dissous (milieu désaéré). La réaction peut être schématisées ainsi :



Au bout d'un certain temps les deux compartiments anodique et cathodiques, s'enrichissant de plus en plus en chlorure et en soude respectivement et finissent par venir en contact dans une région à mi-distance entre les deux électrodes. Les réactions chimiques suivantes se produisent :



L'hydroxyde Fe(OH)_2 , n'est autre qu'un constituant de la rouille dont le produit de solubilité est faible [10].

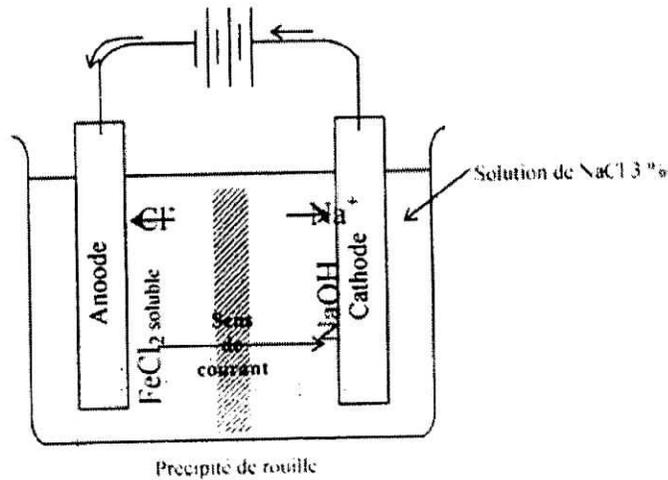


Figure 3-2: Corrosion électrochimique de deux plaques en fer [10]

3-5. Influence de la microstructure

Sachant qu'un traitement thermique modifie la microstructure et les propriétés d'un matériau, des études ont été faites pour tenter de corréler une microstructure à un comportement électrochimique. La figure 3-3 illustre le comportement électrochimique d'un acier au carbone trempé en suite revenu dans l'acide sulfurique dilué en fonction de la température de revenu. L'augmentation de la vitesse de corrosion est due à la formation d'une structure biphasée à cémentite fine qui favorise la formation de micropiles [10].

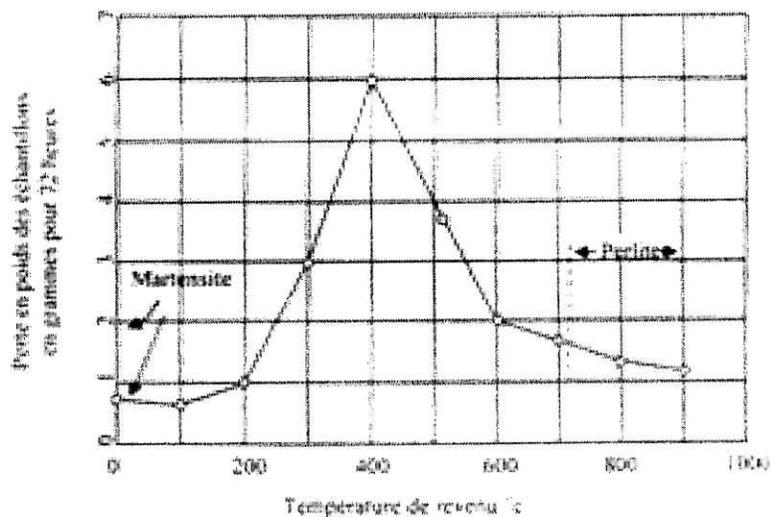


Figure 3-3: influence de la microstructure sur la corrosion d'un acier dans H₂SO₄[10].

Pour les températures élevées, la coalescence de la cémentite en grosses particules fait diminuer la vitesse de corrosion.

Certains auteurs ont montré que dans un milieu chloruré (3% de NaCl), la structure perlitique est la plus sensible tandis que la structure martensitique est la plus stable [10].

D'autre part les aciers au carbone contenant plusieurs phases renferment des inclusions non métalliques. Ces divers constituants n'ont pas le même potentiel électrochimique et de ce fait l'acier est constitué d'un très grand nombre de cathodes et d'anodes. La ferrite par exemple est anodique par rapport à la cémentite, dans la perlite la ferrite est donc attaquée de préférence à la cémentite. Toutefois étant donné la très petite taille de ces zones, il se produit une compensation statistique des zones corrodées et à l'échelle macroscopique l'attaque reste uniforme.

3-6. Méthodes d'études du comportement électrochimique

La corrosion est un phénomène très complexe, elle nécessite plusieurs méthodes pour l'étudier qui permettent de nous prévenir sur l'évolution de notre matériau et de la quantifier. Pour cette raison il existe plusieurs méthodes d'études.

3-6-1. Variation du potentiel de dissolution (potentiel d'abandon)

Lorsque l'on mesure le potentiel de dissolution d'un métal en fonction du temps on observe qu'il n'atteint pas immédiatement sa valeur stationnaire. En effet, au moment où le métal est plongé dans la solution celle-ci ne contient pas les ions du métal si bien qu'un potentiel stationnaire est long à atteindre (peut atteindre 15 ou 20 heures) selon la nature du matériau et de son environnement [11]. D'autre part l'interface métal solution peut être modifiée par formation d'un produit de corrosion insoluble. Les courbes de potentiel d'abandon ($E=f(t)$) peuvent présenter différents aspects :

- le potentiel devient de plus en plus noble, il y a passivation du métal par formation à sa surface d'un produit de corrosion insoluble protecteur.
- Le potentiel devient de moins en moins noble ou plus négatif il y a attaque continue du métal.

- Le potentiel devient d'abord plus négatifs puis tend vers des valeurs plus positives il y a attaque suivie de passivation.
- le métal devient plus noble puis se déplace vers des valeurs plus négatives c'est le cas lorsqu'au moment de son immersion, le métal est recouvert d'une couche protectrice. Celle-ci se développe pendant un temps plus ou moins long puis est détruite. Le métal est alors mis à nu.

Gutman [12] parmi les premiers, établit la notion d'effet mécano-chimique lié à l'influence de contraintes sur les potentiels d'abandon des surfaces métalliques : selon lui les variations des fonctions de Gibbs G qui en résultent vont toujours dans le sens d'une diminution des valeurs de potentiel, que ce soit des contraintes résiduelles ou appliquées. Des campagnes d'essais précédentes sur différents aciers et en particulier sur des aciers inoxydables comme le 316L traité par choc laser en impulsions longues et par grenailage montrent un effet inverse avec un anoblissement de la surface (de l'ordre de +50 mV à +100 mV pour un acier de type 316 L),

3-6-2. Méthode thermodynamique (diagramme de POURBAIX)

En se basant sur l'équation de NERNST, POURBAIX a établi des diagrammes tension en fonction du pH ($E=f(\text{pH})$) qui permettent d'illustrer le comportement électrochimique d'un métal en fonction du milieu.

La figure 3-5 représente le diagramme de POURBAIX simplifié du fer. Ce diagramme définit des zones d'immunité ; des zones de passivité et des zones de corrodabilité [13].

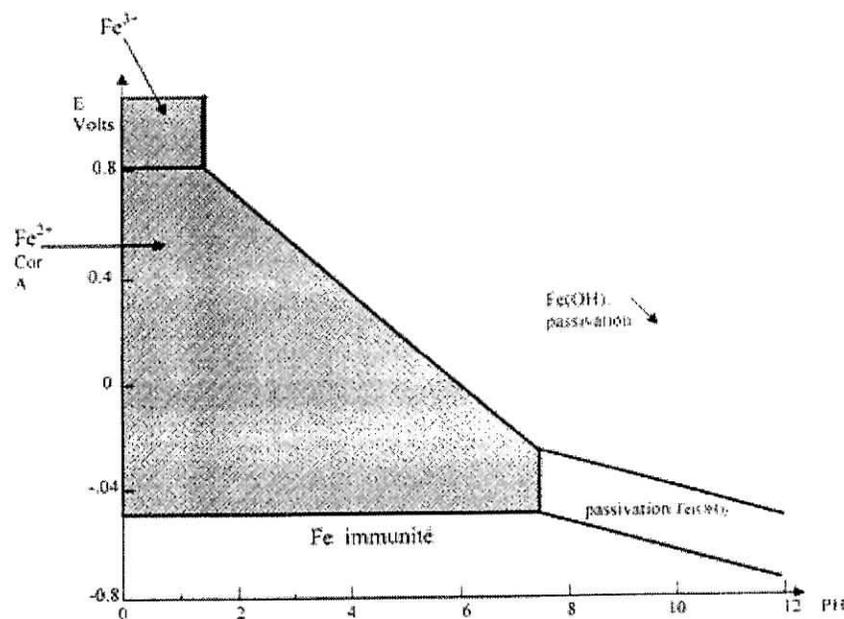


Figure 3-5: Diagramme partiel relatif au fer, $[\text{Fe}^{+3}]=[\text{Fe}^{+2}]=10^{-2}$ PH<12 [13]

De tels diagrammes d'équilibre ne peuvent, à eux seuls donner la solution totale d'aucun problème de corrosion ils doivent être complétés par des études cinétiques et des examens chimiques, microscopiques et structuraux.

3-6.3. Voltamétrie

On pourrait penser que le déplacement du potentiel de dissolution (potentiel de corrosion) d'un métal vers des valeurs plus nobles signifie toujours que ce métal devient plus résistant vis-à-vis de la corrosion. Il n'en n'est rien, la connaissance de la variation du potentiel de dissolution est donc insuffisante pour déterminer le sens dans lequel évolue le phénomène de corrosion et il est indispensable de mesurer parallèlement la valeur de l'intensité du courant de corrosion d'où la nécessité de tracer des courbes de polarisation [14].

Les courbes de polarisation donnent la variation de l'intensité du courant qui circule entre l'électrode à étudier et une électrode de platine en fonction du potentiel imposé à l'électrode à étudier repéré par rapport à une électrode de référence. Ces courbes peuvent être obtenues de différentes façons selon que l'on impose une variation linéaire au potentiel ou à l'intensité. On parlera alors de montage potentiocinétique ou intensiocinétique, si la variation du potentiel ou de l'intensité se fait point par point on parlera de montage potentiodynamique ou intensiodynamique. Selon l'agressivité de la solution, l'attaque du métal se traduira par un passage plus ou moins important d'atomes métalliques chargés positivement vers la solution avec une source extérieure de courant on conçoit qu'il est possible d'accélérer ou de s'opposer à la corrosion par modification du potentiel de l'électrode [14]. On peut distinguer deux types de courbes de polarisation

1) cas d'un métal passivable

La passivation correspond à l'action qui confère à un matériau une passivité plus ou moins parfaite Par formation d'une couche de passivation.

Actuellement, on pense que le stade initial de formation de cette couche est une adsorption d'ions OH^- provenant de l'eau, cette adsorption conduit à un composé d'adsorption contenant des ions métalliques qui y ont migré ce composé, épais de quelques couches atomiques

possède une forte conductibilité ionique, ce qui constitue une barrière efficace contre le passage des ions métalliques, la corrosion se trouve considérablement freinée [14].

D'une manière générale, pour certains aciers (en particulier les aciers inoxydables) et quelques alliages de titane et de zirconium la passivation est très facile à obtenir, par contre elle est très difficile à réaliser dans le cas des aciers au carbone à $\text{PH} < 7$.

La courbe de polarisation d'un métal susceptible de se passiver a l'allure de celle de la figure3-7.

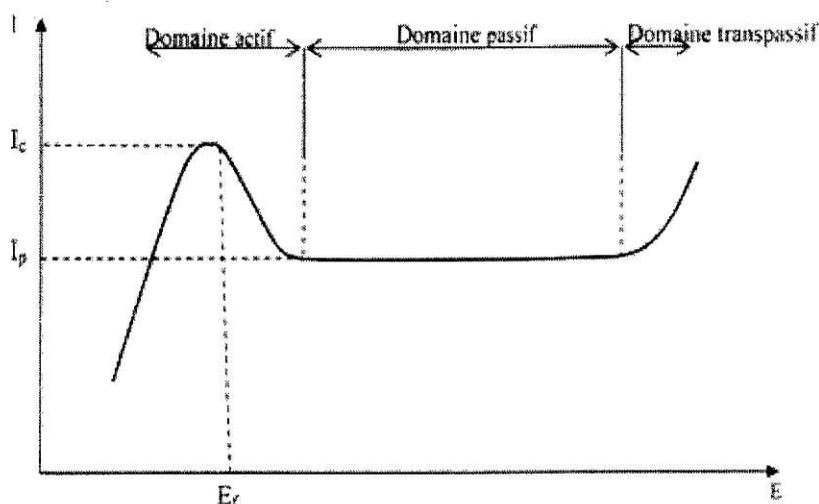


Figure4-7 : courbe $I=f(E)$ d'un métal passivable [14].

Le courant anodique augmente avec le potentiel jusqu'à une valeur dite potentiel de FLADE, le courant chute alors brutalement et prend la valeur I_p , du courant de passivation. Le courant reste constant dans un domaine de potentiel plus ou moins large qui correspond au domaine de passivation, puis il croit à nouveau, c'est le domaine de transpassivation. L'existence d'un palier de passivation suggère une nouvelle méthode de protection des métaux et alliages. Elle consiste à maintenir la structure à protéger à un potentiel compris entre les valeurs correspondant aux deux extrémités du palier de passivation c'est la méthode de protection anodique [14].

2) cas d'un métal non passif

Dans le cas où l'acier n'est pas passivable, la courbe intensité-potentiel prend l'allure de la figure 3-8. L'examen de cette courbe montre l'existence de deux domaines :

- Un domaine cathodique
- Un domaine d'activation

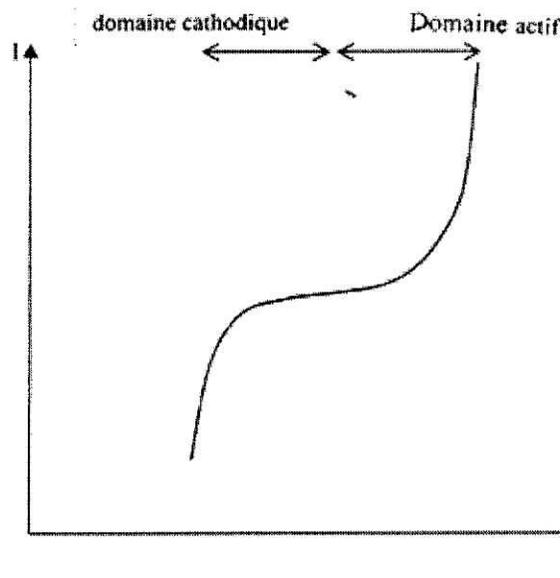


Figure 3-8: Courbe $I = f(E)$ d'un métal non passivable [14].

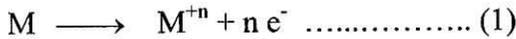
L'examen des courbes intensité-potentiel permet d'obtenir un grand nombre de renseignements sur le comportement d'un métal plongé dans un réactif donné, En particulier en ce qui concerne son aptitude à la passivation ou à la corrosion par piqûre qui se manifeste par la présence d'oscillations de l'intensité cependant la forme des courbes et les potentiels qui les caractérisent sont très sensibles à un certain nombre de facteurs comme l'état de surface, l'agitation de la solution, la présence de traces d'impuretés dans le réactif, la vitesse de balayage des potentiels

3-6.4. Détermination de la vitesse de corrosion :

Plusieurs techniques peuvent être utilisées pour déterminer la vitesse de corrosion parmi elles figurent la technique de TAFEL [14] que nous utiliserons dans notre étude expérimentale et celle de la résistance de polarisation.

Soient les deux réactions suivantes :

1) Technique de Tafel



L'équation (1) représente un métal M se dissolvant à l'état d'ions M^{+n} de valence n et libérant n électrons. L'équation (2) représente une espèce oxydée OX^{+m} existant en solution dont red est la forme réduite.

Les débits d'électrons mis en jeu dans les réactions (1) et (2) peuvent être représentées par des intensités électriques respectivement i_a (courant anodique) et i_c (courant cathodique).

Dans le cas général (absence de circuit extérieur) ces courants doivent être égaux en valeur absolue, c'est à dire que $i_a = -i_c$.

La valeur qui correspond à $i_a = -i_c = i_{corr}$ est appelé courant de corrosion.

La densité de courant est liée à la valeur de la vitesse à l'aide de la loi de Faraday :

$$e = (0.0373 \cdot I_{corr} \cdot M) / (d \cdot n) \quad \text{cm.h}^{-1} \quad (3-b)$$

Avec :

- e : perte d'épaisseur
- i_{corr} : densité de courant de corrosion (A/cm^2)
- M : poids atomique du métal
- d : densité atomique du métal (g/cm^3)
- n : valence de l'ion métallique considéré.

Si un potentiel extérieur est appliqué pour favoriser une réaction par rapport à une autre, ceci conduit à un changement du courant global.

Pour de fortes surtensions, on peut faire l'approximation de TAFEL qui est la suivante [14] :

$$\eta = a + b_{a,c} \cdot \log(i) \quad (3-c)$$

Avec $b_{a,c}$ désignent les coefficients de TAFEL anodiques et cathodiques et η la surtension appliquée

En traçant la courbe $\log(i)=f(E)$ on peut déterminer la valeur de l'intensité du courant de corrosion en extrapolant les deux droites anodiques et cathodiques jusqu'au potentiel de corrosion.

La figure 3-9 montre comment la construction peut être effectuée graphiquement.

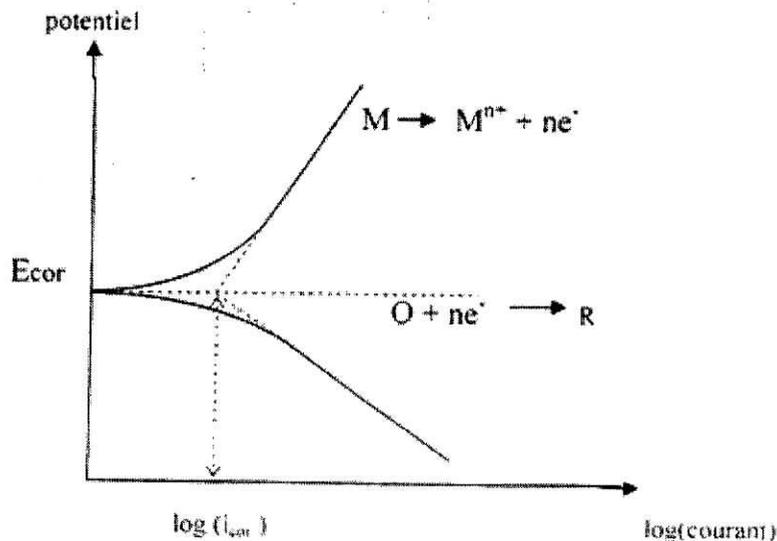


Figure4-9 : Courbe $E = f(\text{Log}(i))$ montrant l'extrapolation des régions de TAFEL [14].

2) Technique de la résistance de polarisation:

Cette technique évite certaines difficultés liées à la méthode précédente pour déterminer la vitesse de corrosion. En effet, une polarisation anodique et cathodique de quelques millivolts autour du potentiel de corrosion suffit à déterminer la résistance de polarisation R_p d'une électrode définie par l'équation :

$$R_p = dE / di |_E \quad (\Omega \text{ m}^2) \quad (3-d)$$

Ici R_p dépend du potentiel. La résistance de polarisation au potentiel de corrosion R_{corr} vaut :

$$R_{corr} = dE / di |_{E_{corr}} \quad (3-e)$$

Pour une réaction de corrosion contrôlée par le transfert de charges, la différentiation au potentiel de corrosion $\eta = 0$ donne la relation suivante :

$$R_{\text{corr}} = 1/i_{\text{corr}} \cdot [ba \cdot bc / (ba + bc)] \quad (3-f)$$

Ainsi pour autant que l'on connaisse les coefficients de TAFEL ou une mesure de la résistance de polarisation au potentiel de corrosion permettent de déterminer i_{corr} . En pratique les valeurs exactes des coefficients de TAFEL ne sont souvent pas nécessaire notement si l'on s'intéresse davantage aux variations de la vitesse de corrosion qu'à sa valeur absolue précise. En effet, les coefficients de TAFEL valent généralement entre 20-50 mV et l'incertitude sur la vitesse de corrosion ne dépasse pas un facteur deux lorsqu'on estime la vitesse de corrosion sans connaître précisément les coefficients de TAFEL[.14]

Chapitre 4

Traitement et analyse d'images

4-1. Définition d'une image numérisée :

Une image est une représentation planaire d'une scène ou d'un objet situé en général dans un espace tridimensionnel, son élaboration résulte de la volonté de proposer une entité observable par l'oeil humain. Ceci explique d'une part son aspect planaire et d'autre part le fait que l'information élémentaire associée à chaque point de l'image soit transcrite en niveau de gris ou en couleur.

Le traitement d'images est né de l'idée et de la nécessité de remplacer l'observateur humain par la machine, l'image ou les signaux provenant des capteurs ont alors été numérisés pour pouvoir être traités par l'ordinateur. A partir de cette image numérique il convient d'extraire les informations pertinentes en regard de l'application concernée, les traiter puis les interpréter. Le terme générique d'analyse d'images désigne l'ensemble de ces opérations figure 4-1.

La vision intervenant dans un grand nombre d'activités humaines, le champ des applications du traitement d'images est très vaste, pour un métallurgiste son intérêt se présente dans la caractérisation de microstructure de métaux et alliages à partir de micrographies prise au moyen de capteurs d'images (camera numérique, appareil photographique) qui permet de numériser des microstructures obtenus par microscope (optique, MEB, MET,....etc).

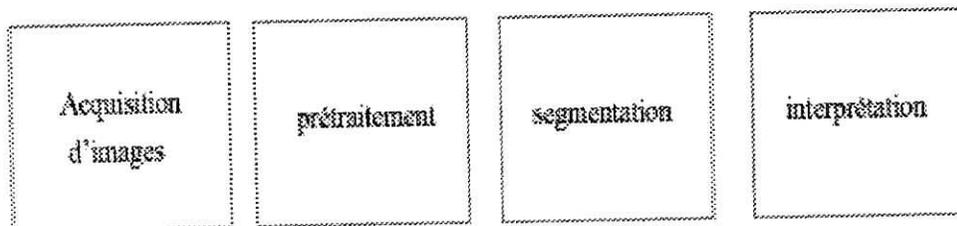


Figure 3-1: chaîne de traitement de l'information en analyse d'image

On distingue deux types de traitement d'images :

a) Traitements de bas-niveau :

Opèrent en général sur les grandeurs calculées à partir des valeurs attachées à chaque point de l'image sans faire nécessairement la liaison avec la réalité qu'elles représentent. Par exemple la détection de contours est un traitement de bas-niveau qui est effectué sans « comprendre » l'image, le

contour détecté peut très bien ne pas correspondre à un bord d'objet dans la réalité et ne présenter aucun intérêt (création d'artefacts liés à un éclairage non homogène, par exemple). Les traitements de bas-niveau opèrent plutôt sur des données de nature numérique.

b) Traitements de haut niveau

A l'opposé des traitements de bas-niveau, le traitement de haut-niveau s'applique sur des entités de nature symbolique associées à une représentation de la réalité extraite de l'image ; ils sont relatifs à l'interprétation et à la compréhension de l'image exprimées avec des mots du vocabulaire de l'application [15].

4-2. segmentation d'une image

La segmentation est un traitement de bas-niveau qui consiste à créer une partition de l'image A en sous-ensembles R_i appelés régions tels que R_i des sous ensembles de A non vide et $\bigcup R_i = A$, une région est un ensemble de points image (pixels). Ayant des propriétés communes (intensité, texture, ...) qui les différencient des pixels des régions voisines [15].

Le choix d'une technique de segmentation dépend de plusieurs facteurs liés :

- à la nature de l'image :
 - éclairage non homogène, reflets.
 - présence de bruit, de zones texturées, de contours flous.

- aux opérations situées en aval de la segmentation :
 - localisation, mesure, calcul 3D, reconnaissance des formes, interprétation.
 - diagnostic, contrôle qualité.

- aux primitives à extraire :
 - contours, segments de droite, angles, régions, formes
 - textures.

- aux contraintes d'exploitation
- complexité algorithmique, fonctionnement en temps réel.
- taille de la mémoire disponible en machine.

Du fait de cette diversité il est difficile de définir de manière absolue une bonne segmentation qui n'est pas une fin en soi, sa qualité est fonction des résultats obtenus par les traitements situés en aval en utilisant les primitives extraites et Dans la plupart des cas la segmentation est plus aisée si elle est précédée de traitements.

4-3. le lissage local

Le lissage local (ou filtrage) consiste à supprimer le bruit présent dans une image en étudiant pour chaque pixel les valeurs d'intensité sur son voisinage.

4-3.1.Réduction de bruit

Les régions formant l'image sont caractérisées par leur intensité moyenne. Les fluctuations autour de cette intensité moyenne peuvent provenir soit du dispositif d'acquisition (caméra, amplificateurs, quantification,...) soit de la scène elle même (poussières, rayures,...). Elles constituent des fluctuations qui affectent la qualité de l'image. L'échelle spatiale des fluctuations est relativement faible par rapport aux dimensions des régions, le bruit est donc plutôt de type haute fréquence.

Dans la plupart des cas, le bruit d'image est considéré comme étant aléatoire, centré et additif Le prétraitement se ramène alors à un problème de traitement du signal : retrouver par filtrage les niveaux d'intensité nominaux de chacune des régions [16]. L'objectif est de réduire l'amplitude des variations d'intensité dans chaque région, tout en conservant les transitions entre régions adjacentes, Cette préoccupation apparaît dans les différentes approches de la segmentation.

4-3-2. Exemple de filtres linéaires (le moyennage)

Pour ce type de filtre la nouvelle valeur d'un pixel est calculée par moyennage des valeurs sur un voisinage comme il est montré sur la figure4-2.

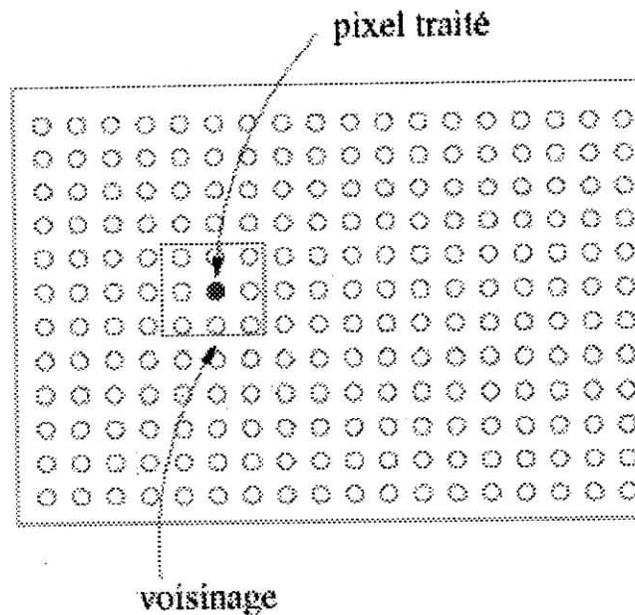


Figure 4-2 : représentation schématique de traitement d'image [16]

4-3-3. Exemple de filtres non linéaires (Les filtres médians)

Les filtres de moyennage ont tendance à rendre l'image floue et donc à perdre de l'informations sur les contours caractérisés par des fortes variations d'intensité. Pour diminuer cet effet, on ne moyenne plus sur le voisinage mais on prend la valeur médiane sur ce voisinage [16].

4-3-4. Autres filtres (exemple du filtrage morphologique)

L'objectif de la phase de traitement est de simplifier l'image de façon à faciliter sa segmentation partant d'un modèle des perturbations (bruit d'image), l'approche classique consiste à atténuer ou supprimer le bruit pour retrouver l'information utile sous-jacente. Inversement, lorsque l'on dispose d'informations à priori sur la forme et la taille des structures à localiser, on peut chercher à renforcer cette caractéristique par un traitement dissymétrique (en terme de voisinage et d'intensité fondé sur les techniques de la morphologie mathématique) [17]. En terme de réduction de bruit, l'ouverture morphologique supprime les impulsions positives et préserve les impulsions négatives. L'effet inverse est obtenu par fermeture.

4-4. Fermeture de contours (contours virtuels)

Les opérateurs de détection de contours comportent souvent un seuil dont le réglage résulte d'un compromis pour extraire au mieux le contour vrai du bruit. Quelle que soit la technique employée les contours obtenus présentent des lacunes ayant pour origine la présence de bruit mais aussi des occultations. La fermeture de ces lacunes revêt un grand intérêt pour la segmentation d'image car elle permet d'obtenir des régions fermées pouvant être interprétées comme des projections d'objets ou parties d'objets à reconnaître dans l'image.

Pour l'analyse micrographique des matériaux ces opérateurs présente un grand intérêt, en effet il est possible que l'attaque chimique effectuée sur un échantillon à analyser n'a pas pu mettre en évidence tous les contours et joints de grain, l'intérêt de fermer ces joints de grain se manifeste lors de l'analyse structurale (caractérisation de la taille moyenne des grains, distribution des phases,). Le principe de fermeture de contours se base sur :

a) Recherche du meilleur chemin entre deux points

Comme nous l'avons exposé précédemment, l'image numérique peut être associée à un maillage où chaque sommet est un site ou pixel. Le maillage est un graphe, la fermeture de contour peut donc s'apparenter à la recherche d'un chemin entre les deux sommets du graphe associés aux deux sites (site initial s_0 , site final s_f) qui sont les extrémités des lacunes à combler par des algorithmes qui calculent le plus courts chemin entre deux points tout en respectant la morphologie de l'objet [17].

b) la recherche du meilleur chemin à partir d'une extrémité

Elle suppose une extraction préalable des contours par un opérateur donnant des contours d'une largeur d'un pixel et fournissant la norme du gradient en chaque pixel. L'idée de base est d'extraire les contours sûrs en fixant un seuil suffisamment élevé pour ne pas détecter le bruit. En procédant ainsi les contours présentent souvent des lacunes. A partir de chaque extrémité de contour il y'a élaboration d'un chemin qui suit la meilleure ligne de crête dans l'image [17].

Les critères continus et surtout discrets de comparaison sont utiles au traiteur d'images pour faire un choix en fonction de la propriété (rapport signal sur bruit, délocalisation, unicité de la réponse) qu'il considère comme la plus importante d'exploiter dans son application. L'approche morphologique est adaptée à la prise en compte de critères topologiques pour définir les frontières de régions dans une image. Enfin, ces approches sont peu adaptées aux images texturées pour lesquelles il est préférable d'exploiter les approches régions.

4-5. Analyse d'images

L'analyse d'image consiste à exploiter les images traitées pour en extraire des renseignements en utilisant des paramètres de mesure.

Caractériser une microstructure c'est connaître :

- la taille et la forme des grains
- la proportion des phases
- la dispersion des grains
- l'orientation des grains

Cela suppose une définition préalable d'une échelle de mesure (définition de l'échelle de l'image), en effet cette procédure permet l'étalonnage géométrique de l'image, c.-à-d. relier les mesures en pixels sur l'image avec les dimensions réelles des objets de l'image. Pour cela on utilise une image étalon dont les caractéristiques métriques sont connues.

Partie II
Partie expérimentale

Chapitre 5

Procédure expérimentale

5-1. Introduction

Tous nos travaux de manipulation réalisés sur l'acier étudié (traitement thermique, laminage à froid des rubans traités, analyse micrographique et étude électrochimique) ont été effectués au sein du département de métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique.

Notre étude a pour objet de tenter d'établir des relations qualitatives et quantitatives entre comportement mécanique, tenue à la corrosion et microstructure d'un acier dual phase.

5-2. Composition et caractéristique de la nuance d'acier utilisé

Pour notre étude, nous avons utilisé un acier qui répond aux conditions techniques d'obtention des dual phase (acier hypoeutectoïde).

Le choix s'est donc porté sur la nuance d'acier XC12 (selon la norme AFNOR) qui est un acier à bas pourcentage de carbone. C'est un acier de construction pour traitements thermiques dont la composition normalisée est: C:0.11-0.14, Mn:0.50-0.70, Si:0.05-0.30, Smax:0.035. Pmax:0.045 [18].

Nous avons prélevé un échantillon à partir d'une tôle pour analyser sa composition chimique à titre de vérification. Les résultats d'analyse effectués par le biais d'un spectromètre de masse sont illustrés dans le tableau ci dessous :

Elément	Fe	C	Ni	P	Mn	Al	Si	O	S	Cu	Cr
% masse	99.16%	0.13%	0.031%	0.0008%	0.432%	0.0575%	0.047%	0.0134%	0.01%	0.025%	0.001%

Tableau 5-1 : composition chimique de l'acier.

Ces résultats montrent que l'échantillon correspond bien à la composition d'un acier de construction pour traitements thermiques XC12.

5-3. Traitement thermique de l'acier

Afin d'obtenir une structure biphasée à partir de la nuance XC12, l'acier a subi un cycle de traitement thermique (voir la Figure 5-1) qui consiste en :

- un chauffage pendant 45 minutes jusqu'à la température $T_1=760^\circ\text{C}$
- maintien à cette température pendant une heure
- chauffage jusqu'à $T_2=810^\circ\text{C}$.
- maintien à la température T_2 pendant 15 minutes
- trempe à l'eau froide

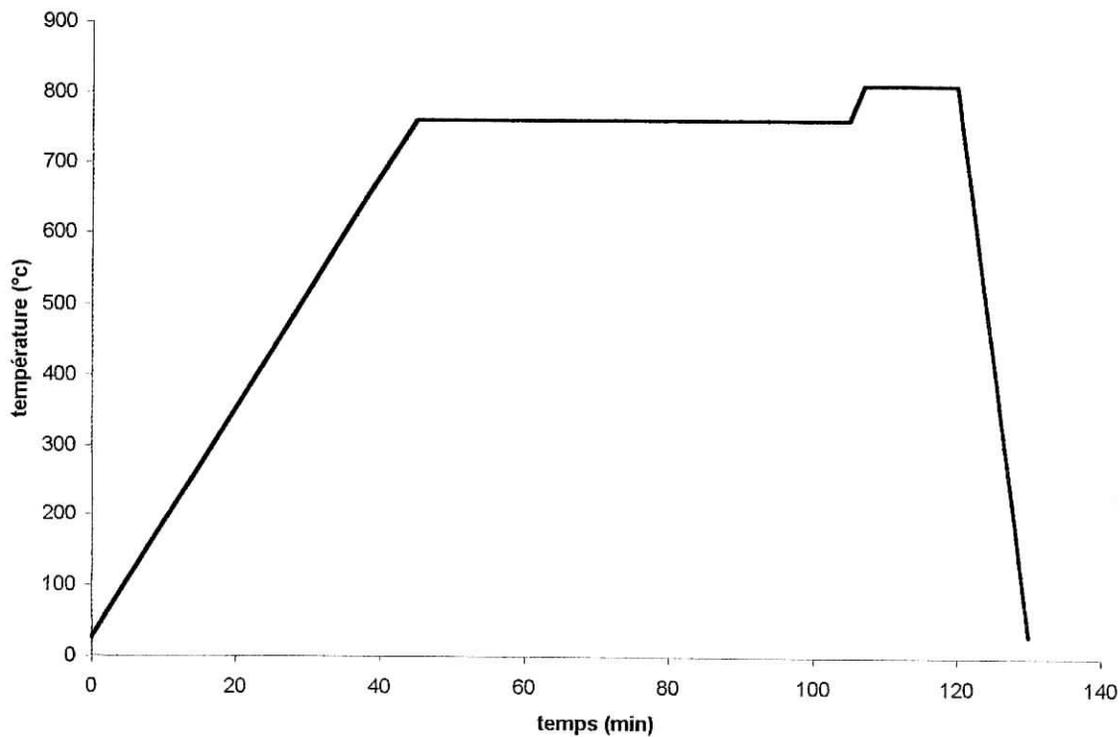
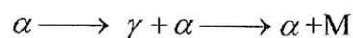


Figure 5-1: cycle de traitement thermique subit par l'acier DP

Ce traitement correspond aux transformations structurales suivantes :



Avec :

α : La ferrite.

M : la martensite.

M : la martensite.

La plaque d'acier dual phase (ferrite-martensite) obtenue après le traitement est découpée en rubans de dimensions $E \times L \times H = 2.5 \times 10 \times 200 \text{ mm}^3$ qui subissent à leur tours un traitement mécanique de laminage à froid dans un laminoir au laboratoire du département de métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique.

5-4. Description et caractéristiques du laminoir

Le laminoir utilisé dans notre étude a été conçu au sein du département de métallurgie. Il est possible de présenter les différentes parties de la machine (figure 5-2) en quatre zones :

Zone I : cage de travail qui représente la partie de travail dans laquelle la déformation des matériaux est assurée grâce aux cylindres de travail qui reposent sur des bâtis et c'est donc la zone qui nous intéresse plus particulièrement dans le cadre de notre étude.

Zone II : zone de transmission de mouvement de rotation de la boîte réductrice vers les cylindres de travail. Elle comporte les allonges et les boîtes à pignons.

Zone III : c'est la zone de réduction de la vitesse qui comporte une boîte réductrice, un axe de transmission.

Zone IV : cette partie de la machine comprend le moteur et la transmission vers la boîte réductrice.

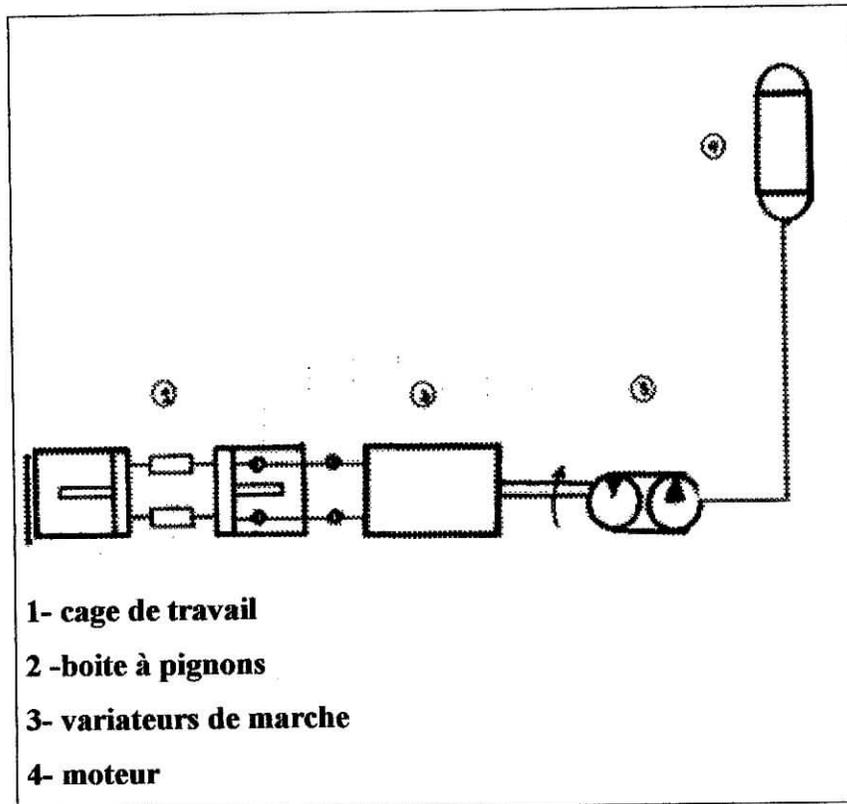


Figure 5-2: schéma de définition du laminoir [19]

Les cylindres de travail sont pleins et assurent la réduction de l'épaisseur du matériau à laminier, leurs surfaces sont en contact direct avec le matériau, ils sont donc les premiers éléments du laminoir à subir les efforts de laminage. Les cylindres sont fabriqués en acier mi-dur de nuance XC42 dont la valeur de la limite élastique est d'environ $\sigma_0=340$ MPa et qui possède des propriétés suffisantes pour le laminage à froid des aciers ductiles et des alliages non ferreux [18].

Les principales caractéristiques du laminoir sont citées ci-dessous :

- rayon des cylindres : $R=26$ mm, proportionnel à la taille de la machine et assurant l'entraînement du métal lors du laminage.
- vitesse de laminage : $V= 0.021$ m/s.
- frottements estimés : $\mu_f= 0.11$ [4].

Le tableau 5-3 ci dessous illustre les résultats obtenus de l'évolution des dimensions de nos rubans en acier dual phase après laminage.

Epaisseur finale e (mm)	2.50	2.00	1.80	1.225	1.12
Longueur finale h (mm)	200	247.1	272.9	340	435.1
Largeur finale l (mm)	10.00	10.12	10.18	10.23	10.26
Taux de déformation $\varepsilon = \ln(e/e_0)$ (%)	0%	22%	37%	71%	82%

Tableau 5-3: résultat du laminage à froid des rubans en acier DP.

5-5. Etude métallographique

5-5-1. Préparation des échantillons

Ces travaux ont pour objectif de préparer des échantillons représentatifs des rubans d'acier dual phase en vue d'une étude métallographique.

Le prélèvement est fait au milieu des rubans d'acier laminé à l'aide d'une tronçonneuse électrique de telle façon qu'ils présentent une surface exposée de 1cm^2 (afin de faciliter les calculs ultérieur des paramètres électrochimiques).

Ces échantillons sont étiqueté avant et après enrobage à froid en les plaçant dans des moules en plastique que l'on remplit d'une solution polymérisable qui se solidifie à température ambiante comme il est illustré dans la figure 5-3.

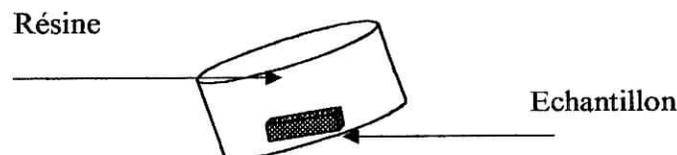


Figure 5-3: enrobage des échantillons

Après ces opérations, un prépolissage mécanique est effectué à l'aide de papiers abrasifs de finesse croissante : 180, 220, 320, 400, 600, 1200, suivi d'un polissage de finition sur un feutre de type standard imbibé d'une suspension, d'un lubrifiant avec pâte diamantée de granulométrie 3 micron / 5 grains. Les échantillons sont en suite rincés à l'eau distillée et séchés.

Une attaque de 8 secondes au nital (4% d'acide nitrique (HNO_3) et 96% d'éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)) permet de mettre en évidence la structure biphasée de l'acier ainsi que les contours des joints de grain. Puis ces échantillons sont enrobés avec du coton et on les place dans une boîte, en vue d'une étude métallographique ultérieure.

5-5-2. Caractérisation de la microstructure

L'analyse micrographique effectuée au cours de notre étude a pour but de mettre en évidence l'effet du laminage sur la microstructure de l'acier dual phase et extraire un paramètre qui caractérise l'évolution de la microstructure en fonction de la déformation à froid (indice d'allongement des grains).

L'acquisition des images puis leur traitement ont été effectués sur une chaîne d'analyse automatique d'image (microscope optique - camera CCD – carte d'acquisition – logiciel de traitement et analyse d'image Aphelion) disponible au département de métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique.

5-5-3. Mesure de dureté

L'essai de dureté adopté est de type Rockwell qui consiste à appliquer aux échantillons une charge $F = 150\text{KgF}$ à l'aide d'un pénétrateur de forme conique en diamant d'angle au sommet 136° , la durée d'essai est prise automatiquement par l'appareil et pour connaître l'erreur de mesure on a effectué un essai de fiabilité de l'appareil à l'aide d'un disque de référence ayant une dureté. L'erreur trouvée est de 4 unités.

Ces essais de dureté ont été faite sur un duromètre de type « LECO M660 GT » et qui permet de faire la conversion automatique des duretés Rockwell en duretés Vickers. Nous avons effectué quatre essais de dureté sur chaque échantillon.

5-6. Etude électrochimique

5-6-1. Préparation des électrodes

On découpe les échantillons sous forme de plaques de même dimension (1 cm^2) puis on effectue une rainure à l'extrémité de l'échantillon pour le positionnement d'un fil électrique en cuivre afin de faciliter le soudage de ce dernier avec l'échantillon, l'échantillon et l'extrémité du fil sont en suite enrobés à froid et polis de la même manière que les échantillons destinés à l'étude métallographique. Enfin, l'échantillon enrobé est collé à l'aide d'une colle rapide sur une lamelle en verre pour permettre sa fixation dans la cellule électrochimique (figure 5-4).

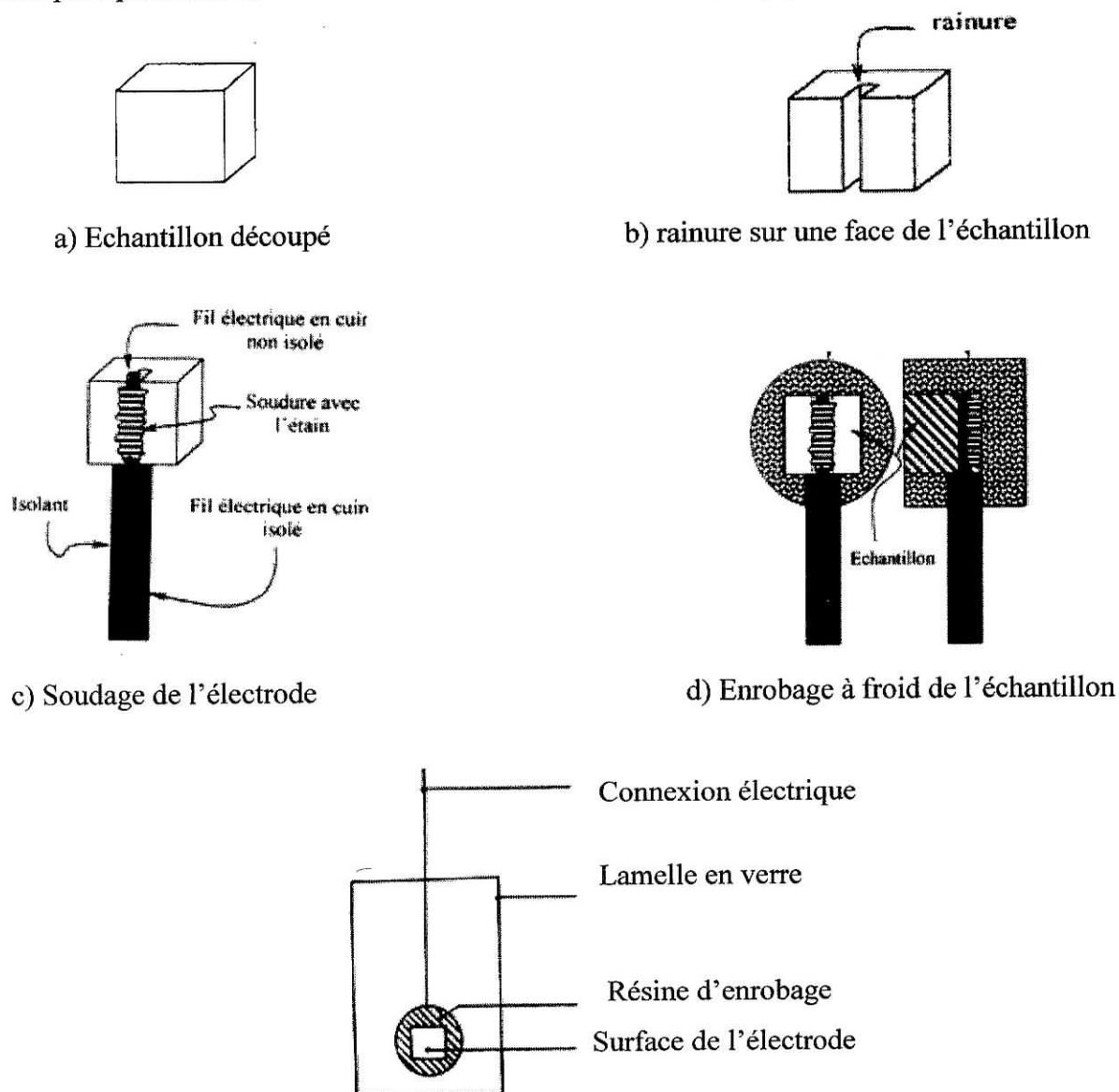


Figure 5-4: schéma de la méthode d'élaboration d'une électrode de travail

5-6-2. Electrolyte

Dans le but de faciliter l'interprétation des résultats obtenus on a choisi d'étudier le comportement de ces aciers dans un milieu aqueux, neutre et chloruré, sans tenir compte des autres ions agressifs, L'électrolyte utilisé dans nos essais est une solution de NaCl de concentration 3.5g/l.

5-6-3. Appareillage utilisé pour l'étude électrochimique

La méthode d'étude expérimentale consiste à tracer les courbes potentiel courant par la méthode potentiostatique, en effectuant un balayage manuel de tension par le potentiostat, d'un potentiel inférieur au potentiel de corrosion vers, des potentiels croissants jusqu'au domaine anodique (de -1500mV à +1500 mv avec des incréments de 50 mv); et mesurer les valeurs correspondantes de courant.

L'étude électrochimique est réalisée à l'aide d'une chaîne qui nous permet de lire les valeurs de E ainsi que les valeurs de I qui lui correspond, la chaîne électrochimique comprend fig.1 :

- un potentiostat, galvanostat de type EGG, Princeton, Model 362.
- Une plaque chauffante magnétique.
- Un millivoltmètre de type PHN81 ; son impédance d'entrée est supérieure à 50 avec affichage digital.
- Un milliampèremètre, de faible résistance interne pour mesurer les faibles courants circulant entre l'électrode de travail et l'électrode auxiliaire, avec affichage à aiguille.
- Une cellule de mesure qui est constituée d'un bûcher de 500 ml couvert par un bouchon en plexiglas qui comprend trois orifices servant à la fixation des électrodes suivantes :
 - o Une électrode de travail
 - o Une électrode de référence au chlorure d'argent AgCl/Ag.
 - o Une contre électrode en platine (contre électrode).

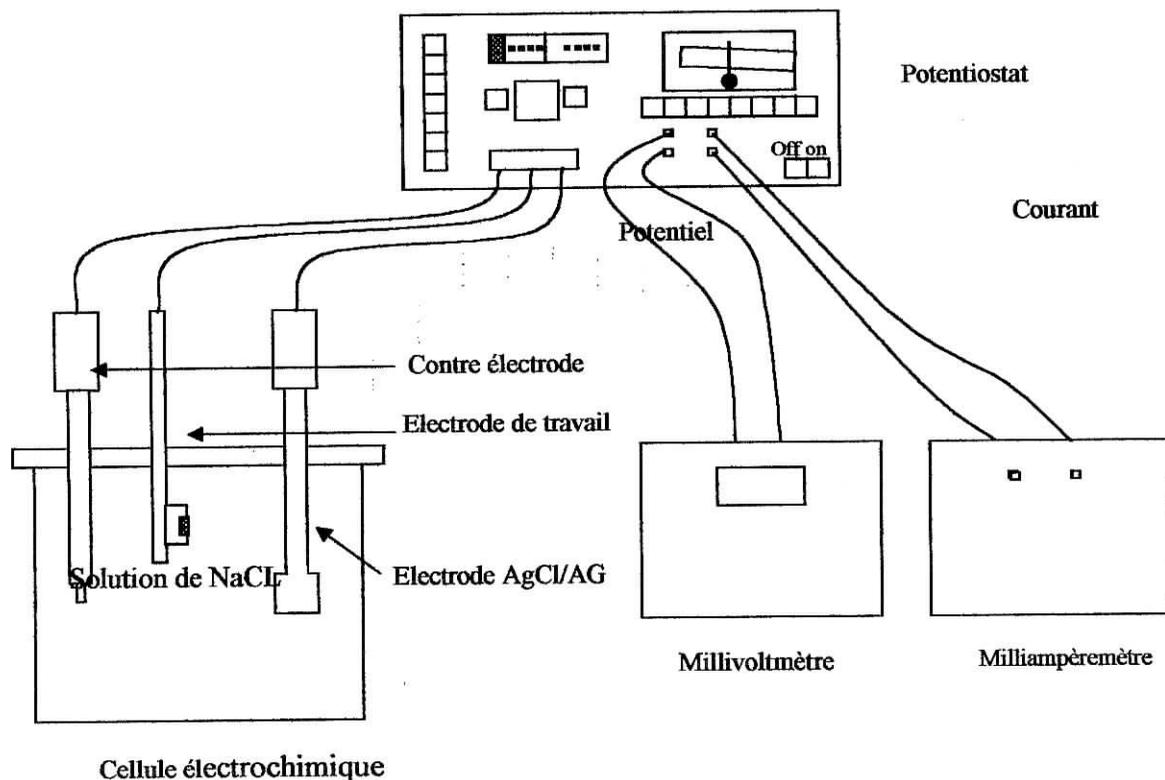


Figure 5-5: chaîne de montage électrochimique.

5-6-4. Précautions d'emploi

On doit vérifier pour chaque manipulation les points suivants:

- L'emplacement de l'électrode de référence par rapport à l'électrode de travail, il faut qu'ils soient le plus proche possible afin de minimiser l'influence des chutes ohmiques.
- Le passage du courant à travers l'électrode de travail et l'électrode auxiliaire à l'aide d'un ohmètre.
- L'étalonnage et réglage des appareils de mesure.

5-6-5. Mesure du potentiel de corrosion libre (potentiel d'abandon)

Lorsque sans polarisation extérieure l'acier dual phase (ou n'importe quel autre métal) est immergé dans une solution (NaCl à 3.5 g/l dans le cas de notre étude) il se met à un potentiel d'équilibre qui dépend selon les formulations classiques de Nernst de la composition de la solution mais également du potentiel E_0 qui traduit la noblesse du métal. Dans le cas d'aciers passivables, ces valeurs de potentiel (et surtout leur évolution dans le temps) peuvent renseigner sur l'état des films passifs.

Nous avons donc effectué des tests de corrosion libre pour toutes les conditions de traitement mécanique en respectant les mêmes conditions de préparation des surfaces (conditions de polissage, 30 minutes avant immersion dans une solution aqueuse de NaCl en milieu aéré et agité).

5-6-5. Voltamétrie

Après cinq heures de mesure du potentiel d'abandon on commence le balayage manuel de tension à l'aide du potentiostat, on laisse le système se stabiliser pendant 20 secondes et on note les valeurs d'intensités de courant sur le Milliampèremètre, afin de tracer les courbes de polarisation globales du système étudié

Chapitre 6

Présentation des résultats

6-1. introduction :

Ce chapitre a pour objet de présenter les différents résultats obtenus au cours de notre étude expérimentale. Leur analyse, leur exploitation et leur interprétation se feront au chapitre suivant. Nous commencerons donc par présenter les microstructures observées après traitement thermique de l'acier bas carbone puis les microstructures de l'acier dual phase déformé par laminage à froid et enfin nous donnerons les résultats de l'étude électrochimiques : mesure du potentiel d'abandon, suivi des courbes de polarisation.

6-2. résultats de l'observation micrographique :

L'observation sous microscope optique des échantillons a été réalisée sur les internes des tôles, l'attaque chimique a été faite par le Nital (4%).

La figure 6-1 représente la microstructure obtenue après le traitement thermique, nous constatons effectivement que nous avons deux phases distinctes : une matrice constituée de grains de ferrite représentée par de large plage de couleur claire et des îlots de martensites de couleur sombre dispersée dans cette matrice, nous constatons aussi que le taux de martensite est nettement plus bas que celui de la ferrite.

Les figures (6-2), (6-3), (6-4) et (6-5) représentent l'évolution de la microstructure de l'acier en fonction du taux de déformation respectivement à 22%, 37%, 71% et 82%. Les grains de ferrite s'allongent et s'affinent au fur et à mesure que la déformation augmente tandis que les îlots de martensite ne semblent pas être affectés par le laminage. A partir de 71% de taux de déformation, l'allongement des grains devient moins important. Nous essayerons d'interpréter cela dans le chapitre 6.

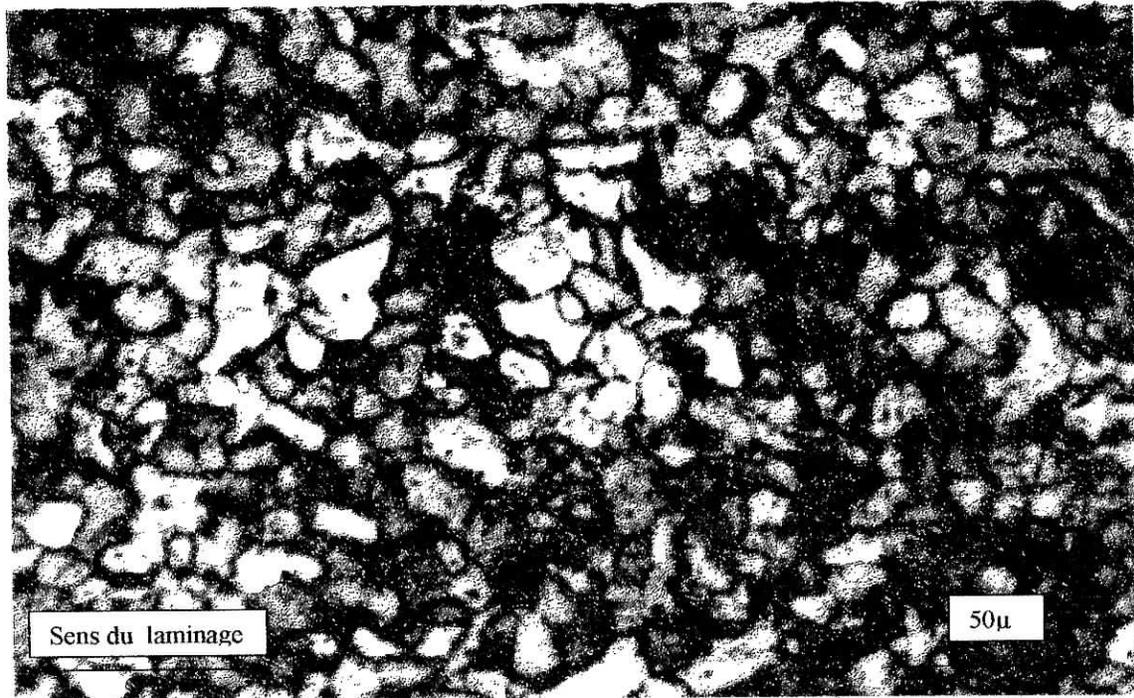


Figure 6-1 : microstructure dual phase (0.13%) obtenue après traitement thermique
Attaqué pendant 8s

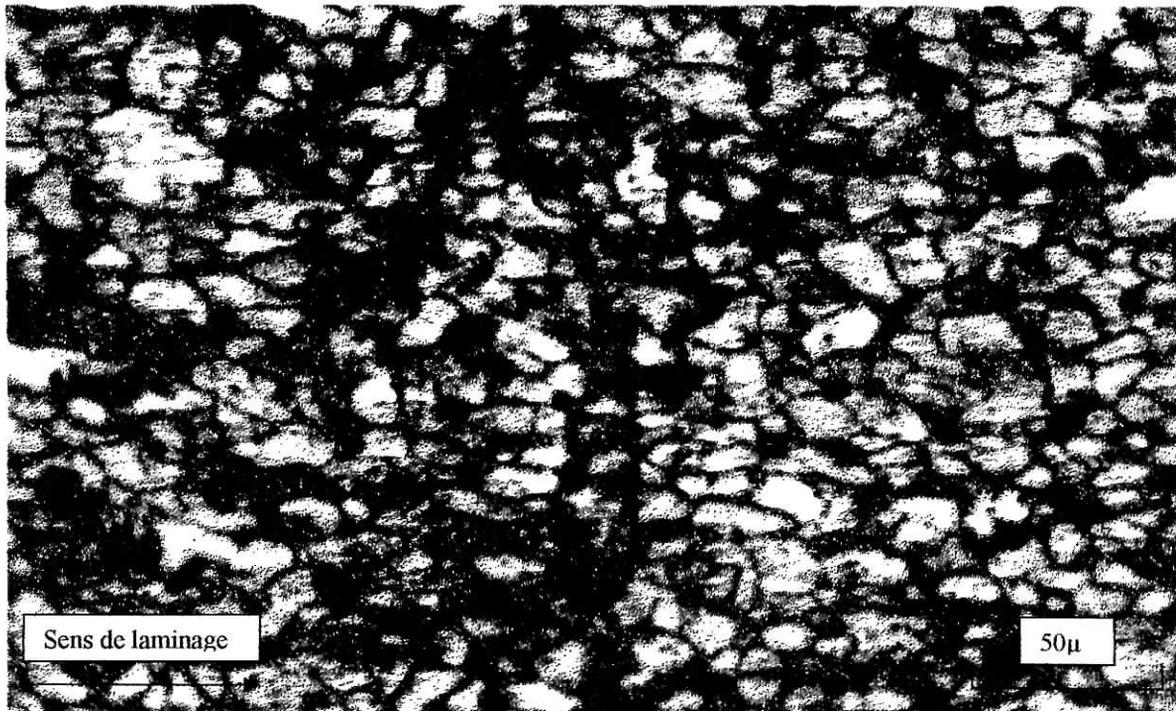


Figure 6-2 : microstructure DP déformée à 22% attaqué pendant 8s.

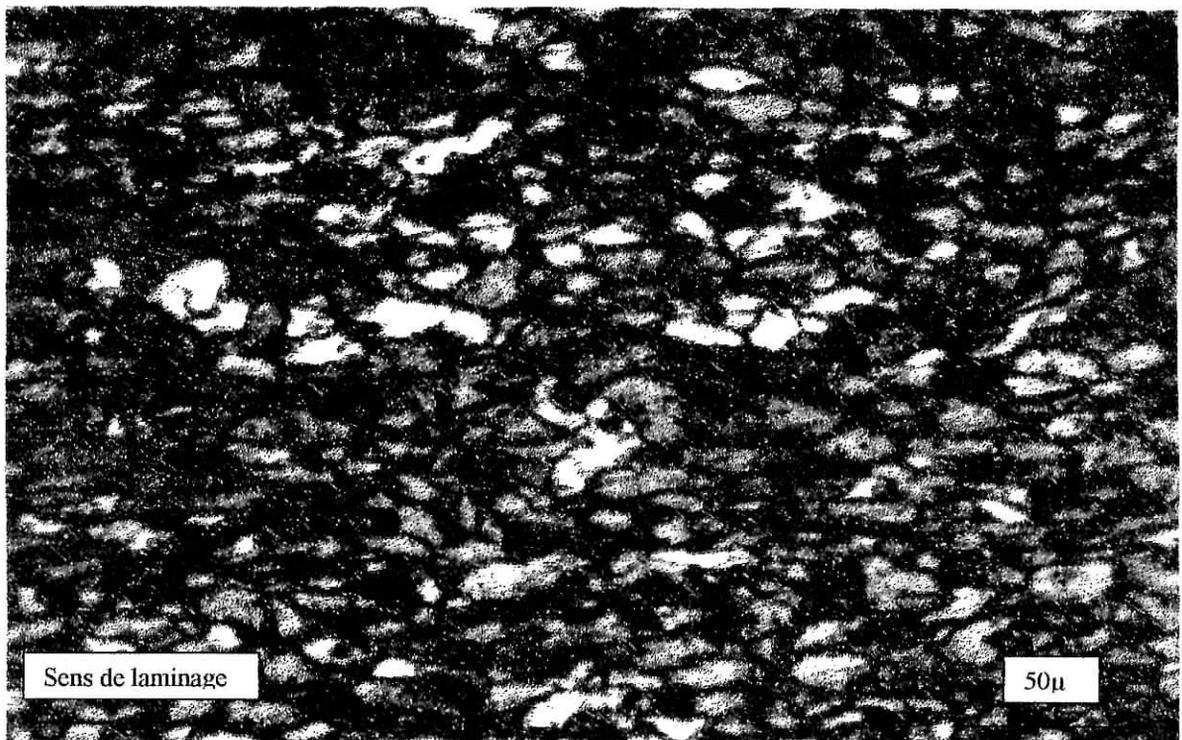


Figure 6-3 : microstructure DP déformée à 37% attaqué pendant 8s.

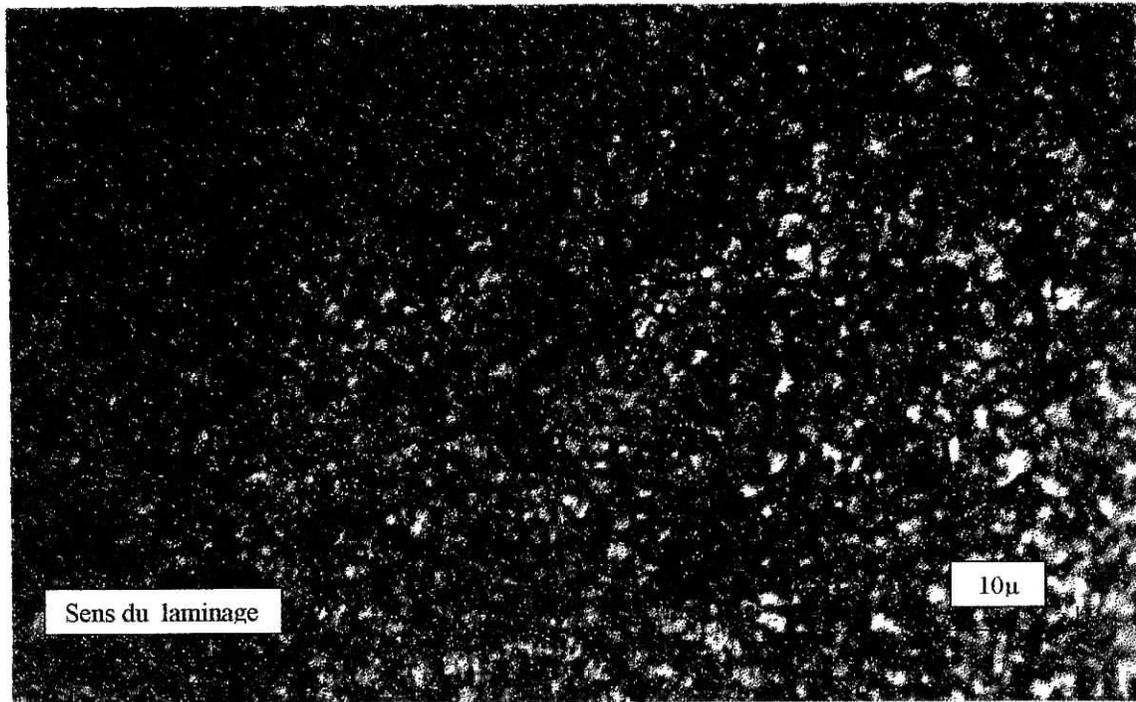


Figure 6-4 : microstructure déformée à 71% attaqué pendant 8s

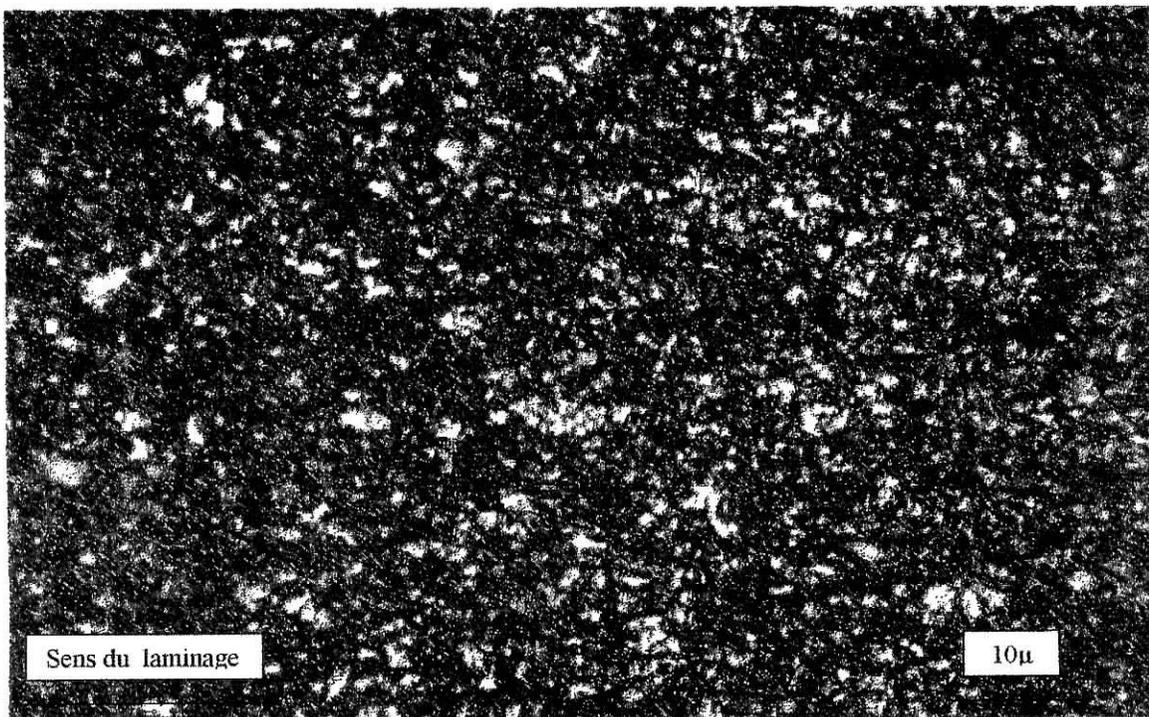


Figure 6-5 : microstructure déformée à 82% attaqué pendant 8s

6-3. Mesure de dureté :

Les résultats de la mesure de dureté (convertis en dureté Vickers : HV) des cinq échantillons sont représentés dans le tableau 6-1 ci-dessous :

Taux de déformation	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	3 ^{ème} essai	4 ^{ème} essai	HV _{moyen}
$\varepsilon = 0\%$	287	275	278	284	281
$\varepsilon = 22\%$	355	342	361	367	356.25
$\varepsilon = 37\%$	398	410	415	393	404
$\varepsilon = 71\%$	475	462	468	480	471
$\varepsilon = 82\%$	485	489	482	477	483.25

Tableau 6-1 : Mesure de dureté.

Il ressort de ce tableau que la structure correspondante à l'état non écroui a la plus petite dureté (281 HV), cette dureté augmente en fonction de la déformation appliquée caractérisée par un affinement des grains et à leur allongement ces valeurs montrent aussi que l'acier étudié offre un très bon compromis entre résistance et ductilité du fait de la présence de particules de martensite dure dans une matrice ferritique douce et ductile.

6-4. présentation des résultats de l'étude électrochimique :

Nous avons effectués deux essais pour chaque échantillon le premier consiste à laisser le système électrode de travail - contre électrode à l'abandon et de mesurer la variation du potentiel qui s'établit entre elles en fonction du temps, la figure 6-6 représente cette variation pour les cinq échantillons plongés dans une solution aérée de 3.5% de NaCl.

On remarque que les courbes ont la même allure le potentiel de chaque échantillon s'anoblit avec le temps, il y'a donc formation d'un produit de corrosion qui se place à la surface formant ainsi une couche protectrice (phénomène de passivation du matériau).

Après cinq heures de mise en solution les systèmes n'ont toujours pas atteint leur potentiel d'équilibre le processus peut durer encore plusieurs heures avant d'atteindre une valeur stationnaire.

Le deuxième essai est la voltamétrie: on impose à l'électrode à étudier un potentiel E allant de -1500mV à $+1500\text{mV}$ avec des incréments de 50mV et on note les valeurs du courant correspondant ce qui nous permet de tracer les courbes représentées par la figure (6-7) qui est la superposition de toutes les courbes de polarisation, on remarque que chaque courbe présente un point d'inflexion qui est le passage du domaine cathodique au domaine anodique et on remarque l'absence du palier de passivation c-à-d que le domaine anodique ne comporte que la partie active.

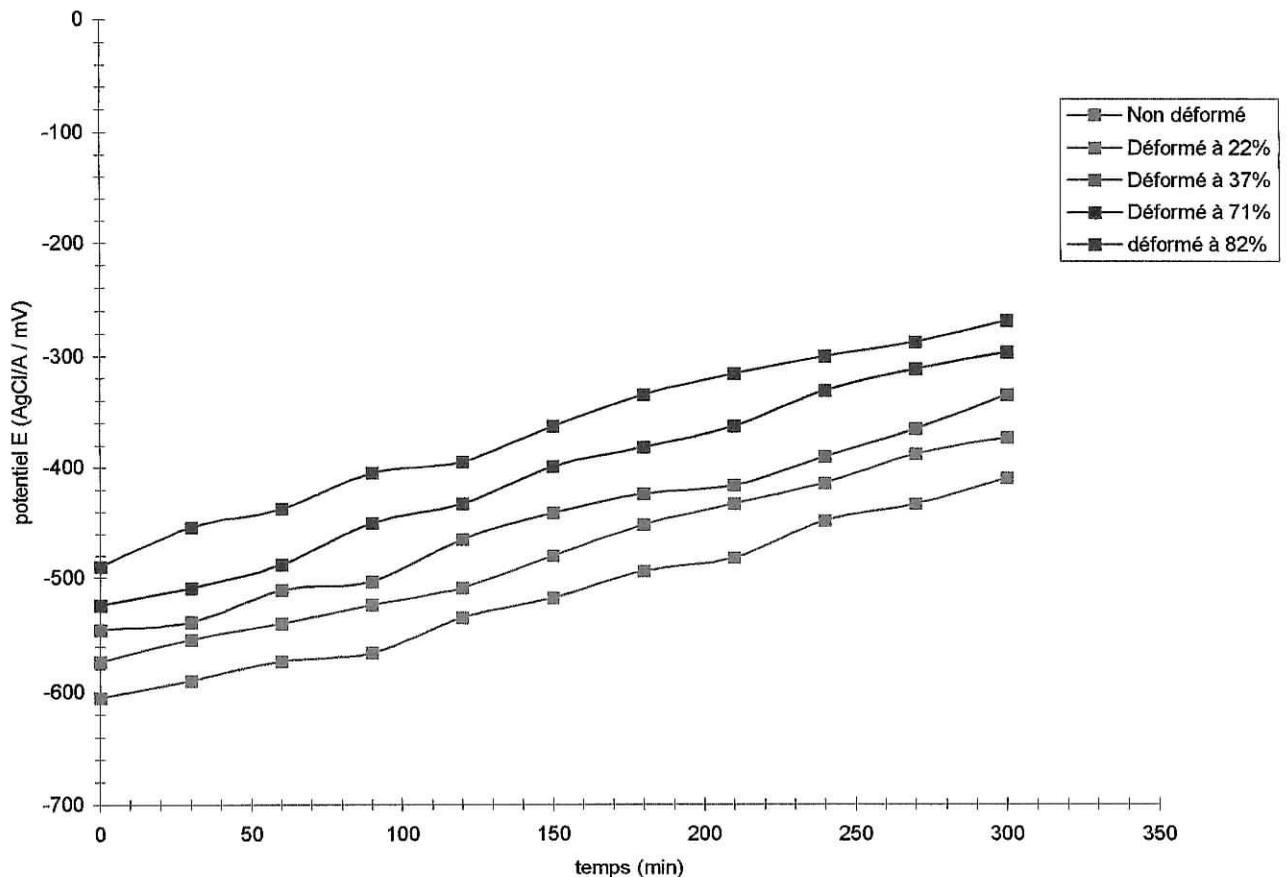
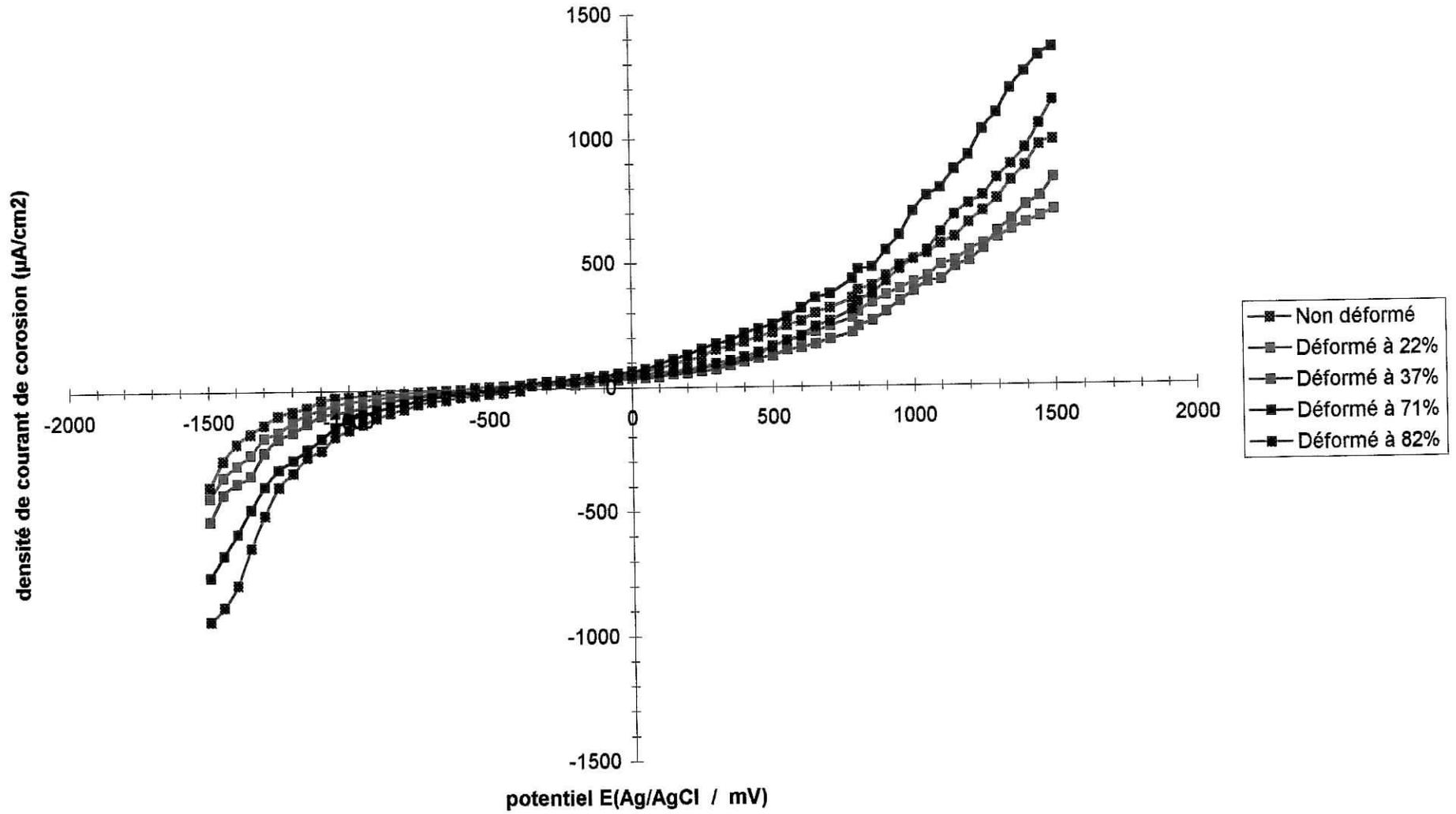


Figure 6-6 : évolution des potentiel de corrosion libre en fonction du temps

Figure 6-7: courbes de polarisation de l'acier DP 0,13%C déformés



Chapitre 7

Exploitation et discussion des résultats

7-1. introduction :

Dans ce chapitre nous tenterons d'exploiter au mieux et d'interpréter les résultats présentés, nous commencerons par exploiter les images de microstructures puis les résultats des expériences électrochimiques et enfin nous essaierons de corréliser ces différents résultats pour mettre en évidence la relation qui existe entre l'état déformé d'un matériau et sa tenue à la corrosion.

7-2. exploitation et interprétation de l'observation métallographique :

L'observation de la microstructure avant laminage montre que nous avons bien obtenu par traitement thermique un acier dual phase ferrite – martensite. Pour connaître le taux de chaque constituant dans notre acier nous avons utilisé le diagramme d'équilibre fer carbone (figure 7-1) et à la technique des segments inverses pour un acier à 0.13% de carbone, en considérant que tout l'austénite issu du chauffage se transforme en martensite au cours de la trempe nous pouvons déduire le taux de martensite dans l'acier en calculant le taux d'austénite à 760°C.

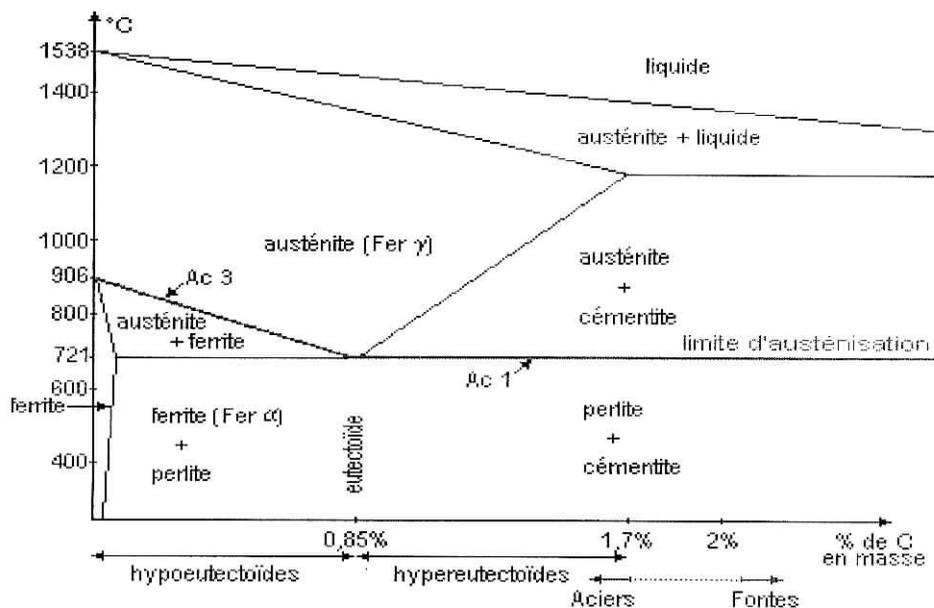


Figure 7-1 : diagramme fer-carbone [2]

Nous obtenons les proportions suivantes :

$$\alpha \% = (0.58 - 0.13) / (0.58 - 0.03) \cdot 100$$

$$M \% = 100 - \alpha \%$$

Avec : $\alpha \%$ est le taux de ferrite dans l'acier.

$M \%$ est le taux de martensite dans l'acier.

D'après ces calculs on déduit que notre acier est constitué de 81% de ferrite et de 19% de martensite ce qui explique la valeur élevée de la dureté due à la combinaison de fortes contraintes résiduelles et d'une grande densité de dislocation engendrée par les transformations de phases et à la formation de la martensite, en se référant aux valeurs des limites élastiques de la ferrite et de la martensite respectivement égale à 250MPa et 800 MPa trouvées dans la littérature [20], nous pouvons estimer la valeur de la contrainte d'écoulement de notre matériau en utilisant la loi de mélange suivante :

$$\sigma_{0DP} = \sigma_{0\alpha} \cdot \alpha\% + \sigma_{0M} \cdot M\%$$

Avec :

σ_{0DP} $\sigma_{0\alpha}$ σ_{0M} sont respectivement les limites élastiques de l'acier dual phase, de la ferrite, et de la martensite.

Par ce calcul on obtient une limite élastique égale à 370MPa. Cette valeur peut être utile si l'on veut par exemple calculer la pression que doit fournir le laminoir pour déformer cet acier. Le calcul se fait grâce à l'équation (2-2) citée dans le chapitre 2. Les résultats sont illustrés dans le tableau 7-1 ci-dessous.

Taux de déformation (%)	$\varepsilon = 22\%$	$\varepsilon = 37\%$	$\varepsilon = 71\%$	$\varepsilon = 82\%$
Force de laminage (10^3N)	13	15.4	20.7	21.5

Tableau7-1 : force appliquée par les cylindres du laminoir pendant le laminage du DP.

Lorsque le taux de déformation atteint une certaine valeur qui dépend des conditions de laminage et de la nature de l'acier à déformer (comprise entre 37% et 71% dans notre cas) on distingue difficilement l'allongement et l'affinement des grains. Ceci peut s'expliquer par la présence de forces de frottement entre l'acier et les cylindres de travail, à ce stade les cylindres

peuvent subir une déformation élastique ce qui fait qu'à certains endroits les grains sont moins allongés, la déformation n'est pas homogène le long du ruban laminé.

Les figures 7-2 jusqu'à la figure 7-7 représentent quelques séquences intermédiaires de traitement d'image pour l'exemple de l'acier déformé à 37% obtenue par un logiciel de traitement et d'analyse d'images « APHELION », ce qui nous donne à la fin une image binaire (en blanc les grains allongés et en noir les joints de grains), c'est à partir de cette image finale que se fait l'extraction des caractéristiques de la microstructure, dans notre cas nous avons choisi d'extraire un paramètre qui représente le plus l'état de déformation des grains ce paramètre est l'indice d'allongement « I_A » exprimé par :

$$I_A = \text{diamètre de Feret le plus long} / \text{le diamètre de Feret qui lui est orthogonal.}$$

Les résultats de l'analyse d'image sont illustrés dans le tableau 7-2.

Taux de laminage (%)	$\varepsilon = 0\%$	$\varepsilon = 22\%$	$\varepsilon = 37\%$	$\varepsilon = 71\%$	$\varepsilon = 82\%$
Coefficient d'allongement	1.03	1.04	1.05	Non calculé	Non calculé

Tableau 7-2 : coefficient d'allongement de l'acier DP à différents taux de déformation

Remarque 1

L'indice d'allongement évolue peu, ceci est dû à la procédure d'analyse de l'image qui a intégré dans les calculs les grains de martensite que l'on suppose peu ou pas déformés par le laminage.

Remarque 2

Au delà de 37% de déformation la microstructure ne présente plus les grains de ferrite allongés ce qui peut sembler paradoxal. L'explication peut provenir de la surface considérée dans l'image qui serait loin de la mi-épaisseur du laminé. Il faudrait donc atteindre cette dernière épaisseur pour faire la mesure de l'indice d'allongement correspondant.

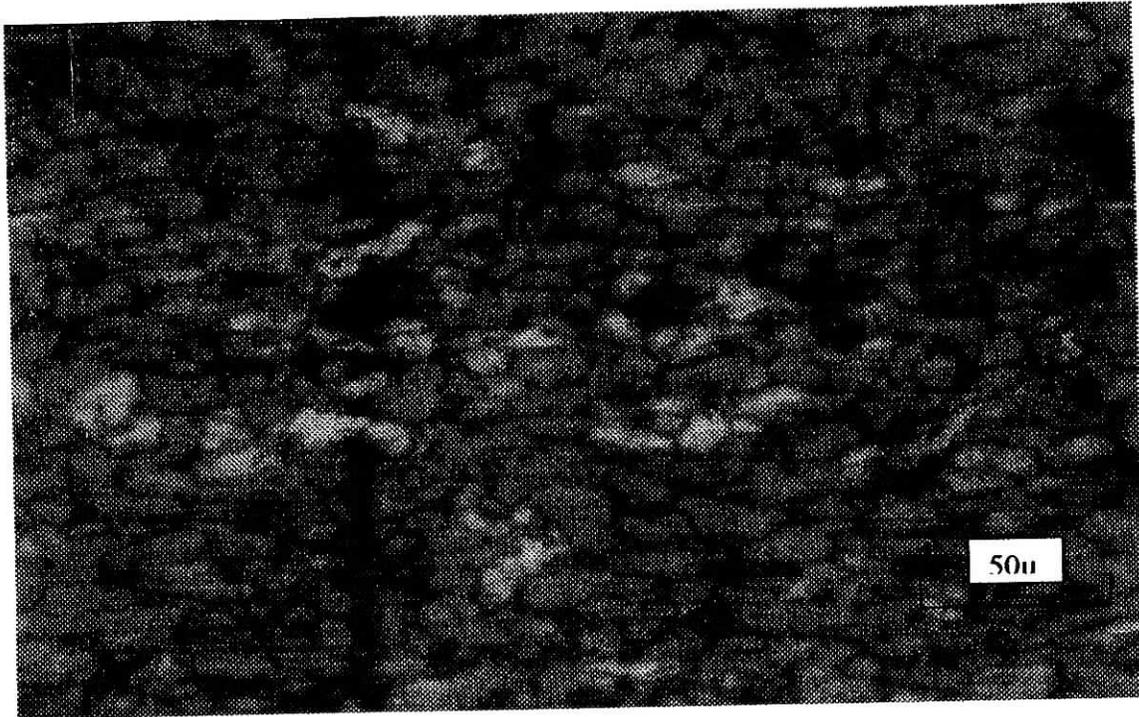


Figure 7-2 : image initiale de la microstructure de l'acier DP déformé à 37%

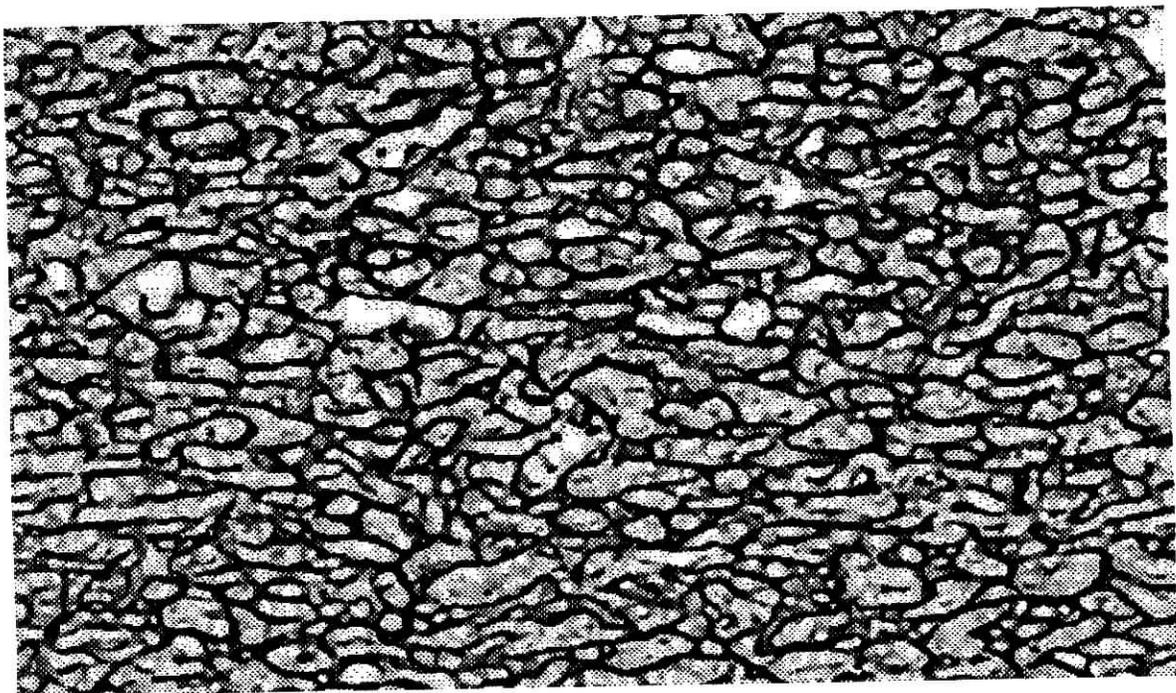


Figure 7-3 : image obtenue après lissage local

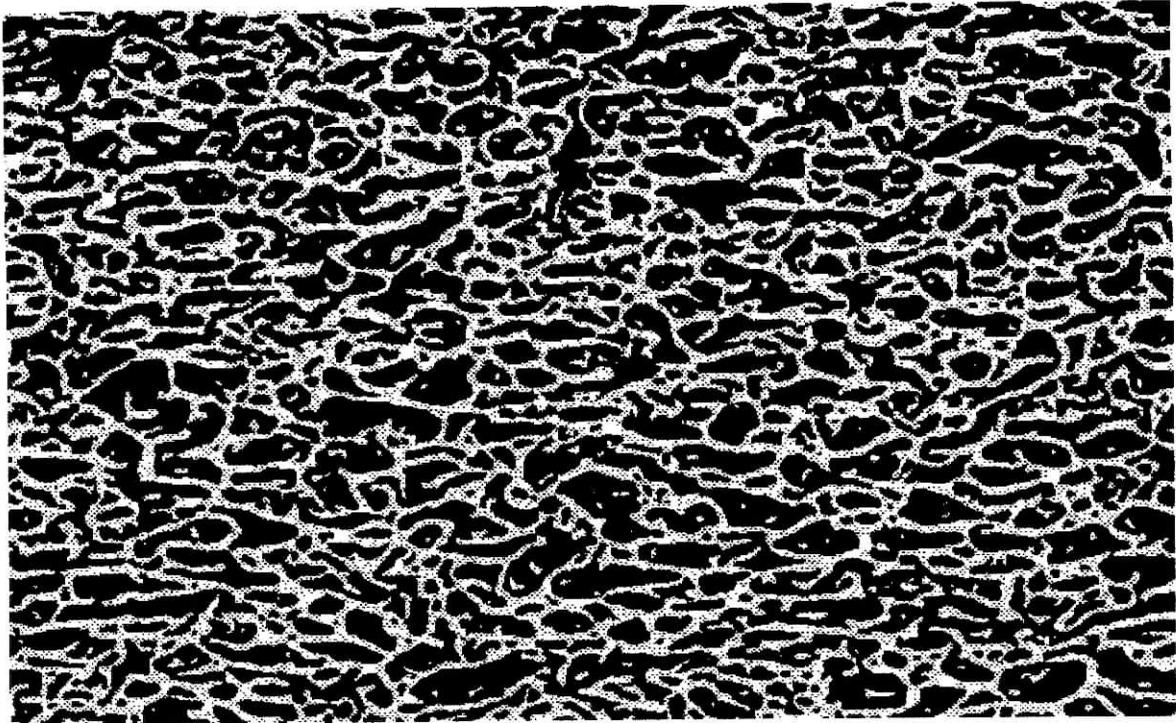


Figure 7-4 : image obtenue après segmentation

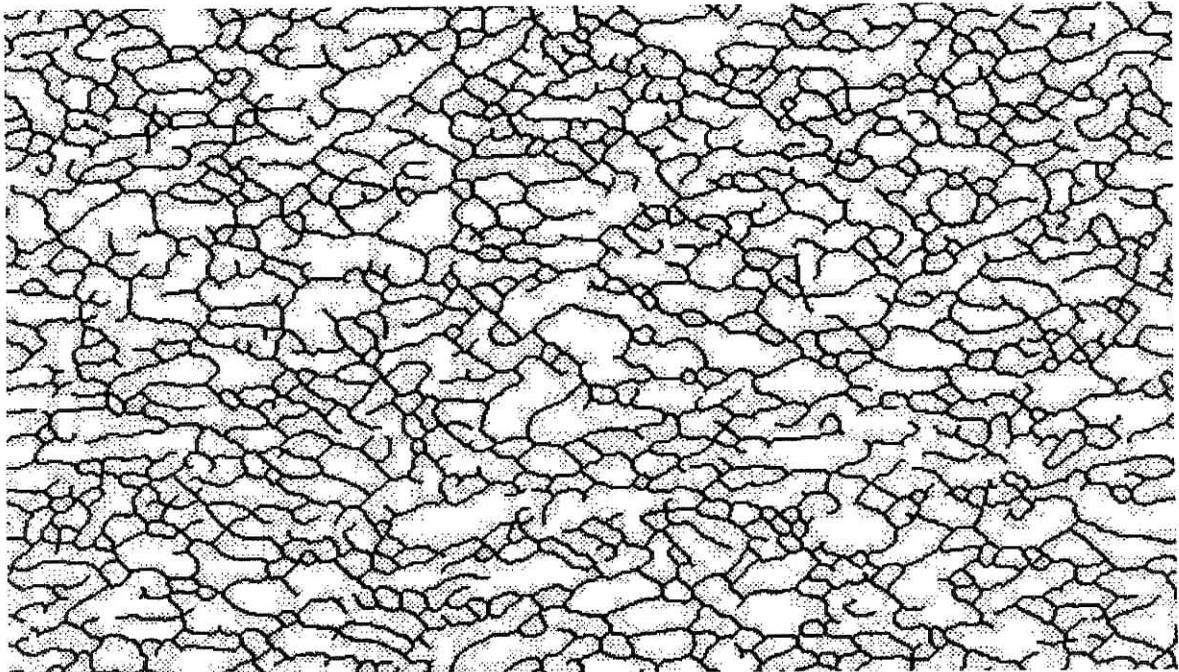


Figure 7-5 : image obtenue après squelettisation.

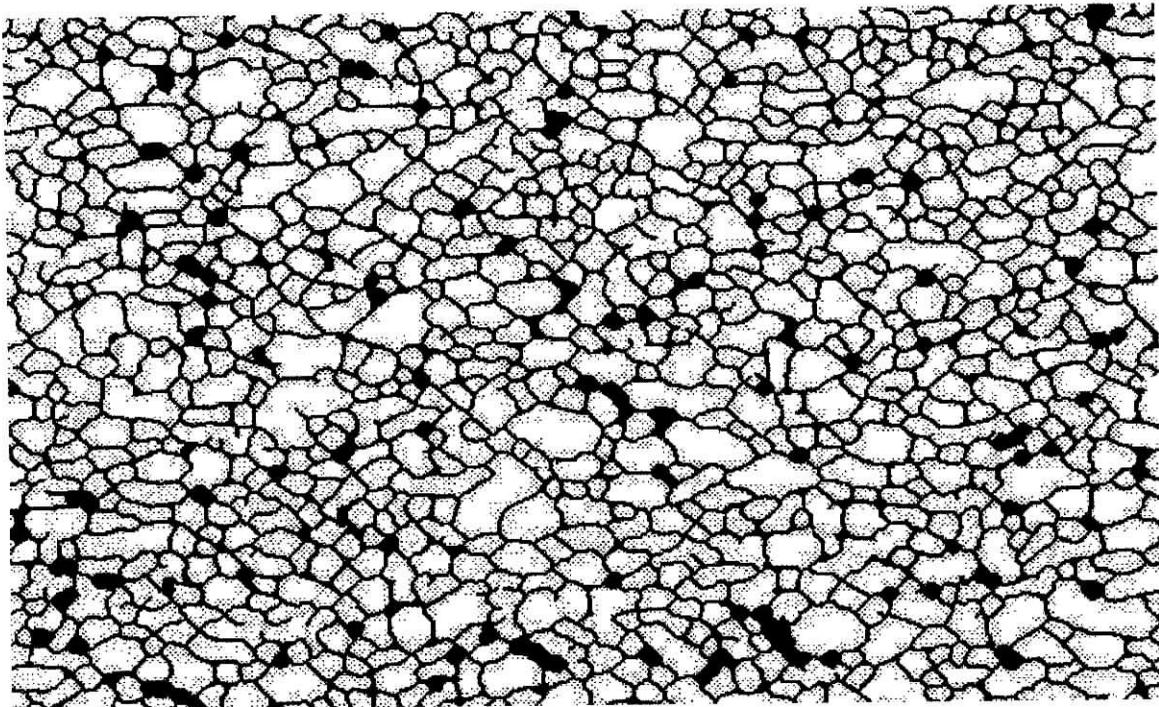


Figure 7-6 : reconstruction de l'image

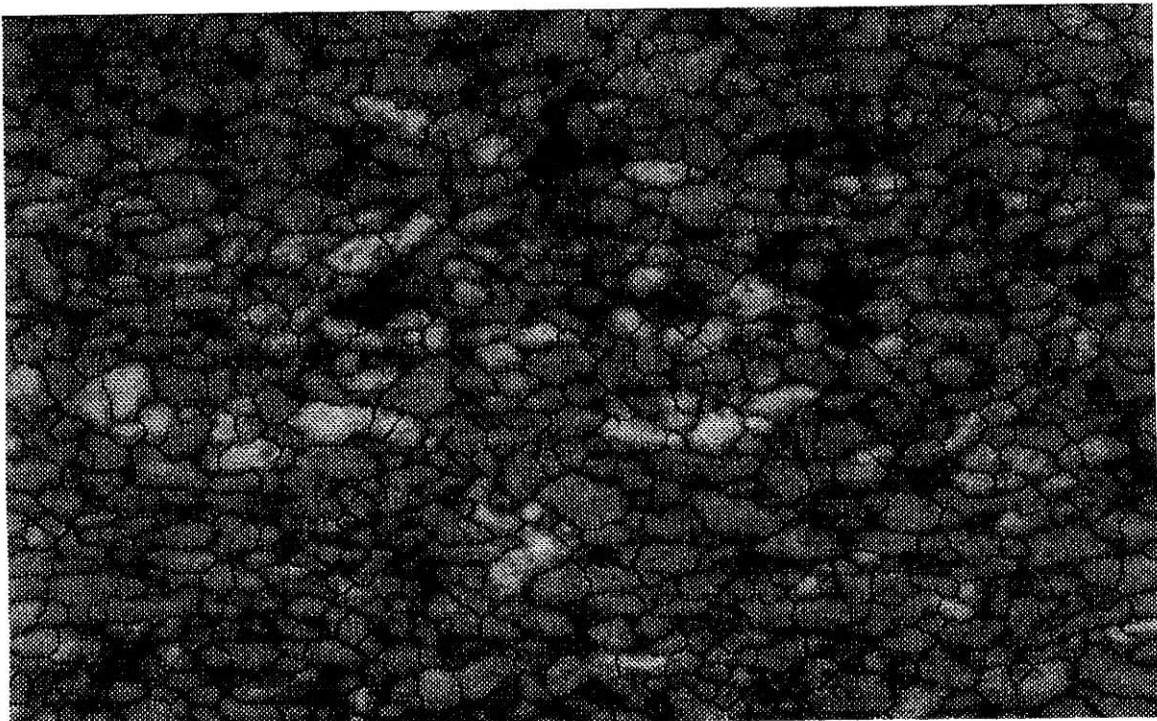


Figure7-7 : superposition de l'image finale et l'image initiale

7-3. Exploitation et interprétation des résultats de l'étude électrochimique :

Les courbes représentant le potentiel d'abandon en milieu salin aéré et agité (voir figure 6-6) montrent que la déformation a une influence sur le potentiel d'équilibre. On peut supposer que cela est lié à l'énergie stockée par les grains au cours du laminage, les dislocations engendrées par la déformation absorbent de l'énergie pour se déplacer dans le réseau cristallin et plus la déformation augmente plus la densité de dislocation augmente, les variations des fonctions de Gibbs qui résultent tendent manifestement à rendre la surface de l'échantillon plus noble et le potentiel d'équilibre se trouve décalé vers des valeurs plus positives.

La deuxième possibilité c'est que la déformation agit sur l'activité des phases (martensite et ferrite) ainsi que sur les activités des inclusions cette modification entraînerais une augmentation du potentiel d'équilibre métal/ solution.

Ces observations contredisent les théories émises par Guttman (voir chapitre 3) seulement d'autres travaux de recherches expérimentaux sur différents aciers montrent qu'une contrainte appliquée à un matériau n'entraîne pas forcément un décalage du potentiel vers des valeurs moins nobles

On remarque aussi que le potentiel d'équilibre métal/solution augmente avec le temps ce qui signifie qu'il y a formation d'un film protecteur à la surface du matériau le rendant ainsi passivable, ce film peut se déchirer à un moment donné (le processus de stabilisation est lent à atteindre et il est possible que le potentiel chute brusquement après un certain temps). La figure 7-8 montre l'évolution du potentiel en fonction du taux de déformation à l'instant $t=0$ et $t=5$ heures.

Comme nous l'avons mentionné dans la partie bibliographique, la mesure du potentiel d'abandon ne suffit pas pour décrire le comportement électrochimique d'un matériau. Lorsque l'on commence la voltamétrie le film passif qui s'est construit durant les cinq heures se casse et le métal se retrouve à nu.

Pour l'extraction des paramètres électrochimique nous avons tracé les courbes de Tafel des cinq échantillons regroupées dans la figure 7-9. En extrapolant les droites anodiques et cathodiques de Tafel et en déterminant les coordonnées de leur point d'intersection nous obtenons les valeurs du potentiel de corrosion E_{corr} et de l'intensité de corrosion I_{corr} . Leur variation en fonction du taux de déformation sont représentées dans par les figures 7-10 et figure 7-11.

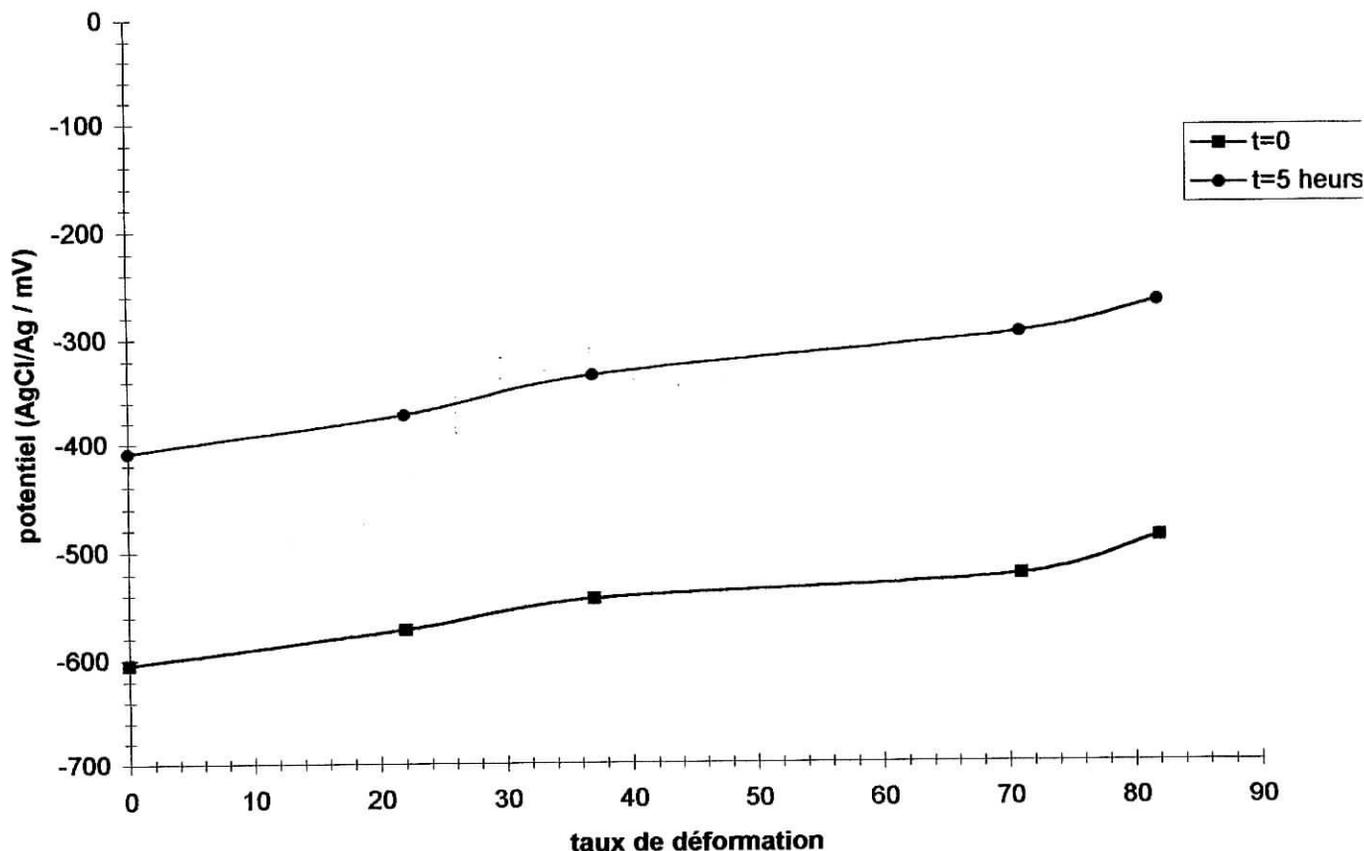
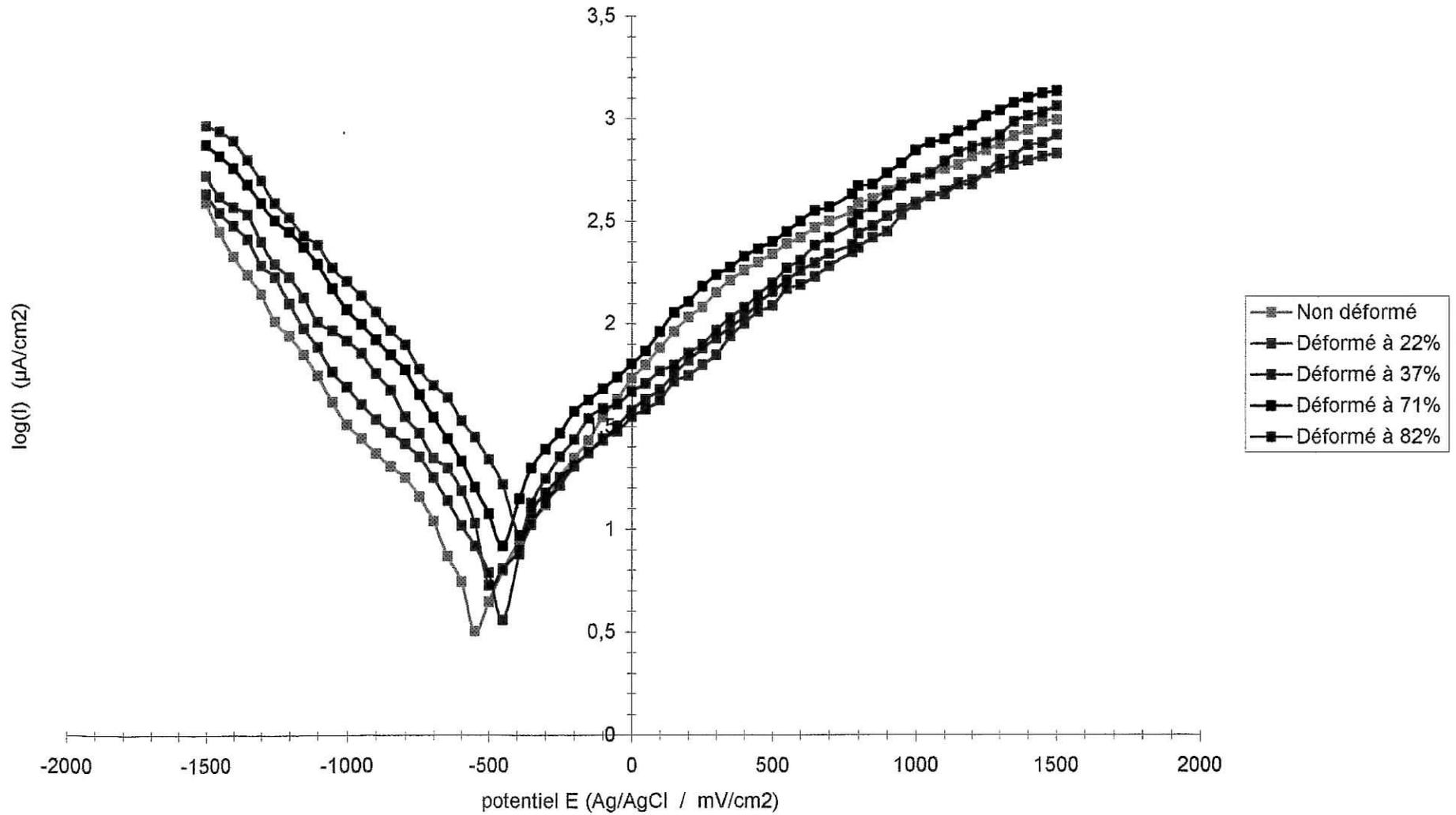


Figure 7-8 : évolution du potentiel d'abandon en fonction de la déformation

Le potentiel de corrosion augmente légèrement avec la déformation et d'après ces résultats il semblerais que l'état de contrainte du matériau agit sur le potentiel e corrosion de la même façon qu'il agit sur le potentiel d'abandon. Mais vu que le potentiel de corrosion évolue peu et en tenant compte des intervalles d'erreurs il semble difficile de tirer des renseignements fiables sur son évolution en fonction due son état d déformation.

L'intensité de courant de corrosion augmente avec le taux de déformation, le laminage a pour effet d'engendrer des défauts physiques (défauts d'empilement, dislocations , etc), au sein du matériau, ces défauts contribuent à l'augmentation de la surface des zones anodiques qui entraînerais donc l'augmentation de l'intensité de courant de corrosion.

Figure 7-9: courbes de Tafel correspondantes aux aciers DP 0,13%C déformés



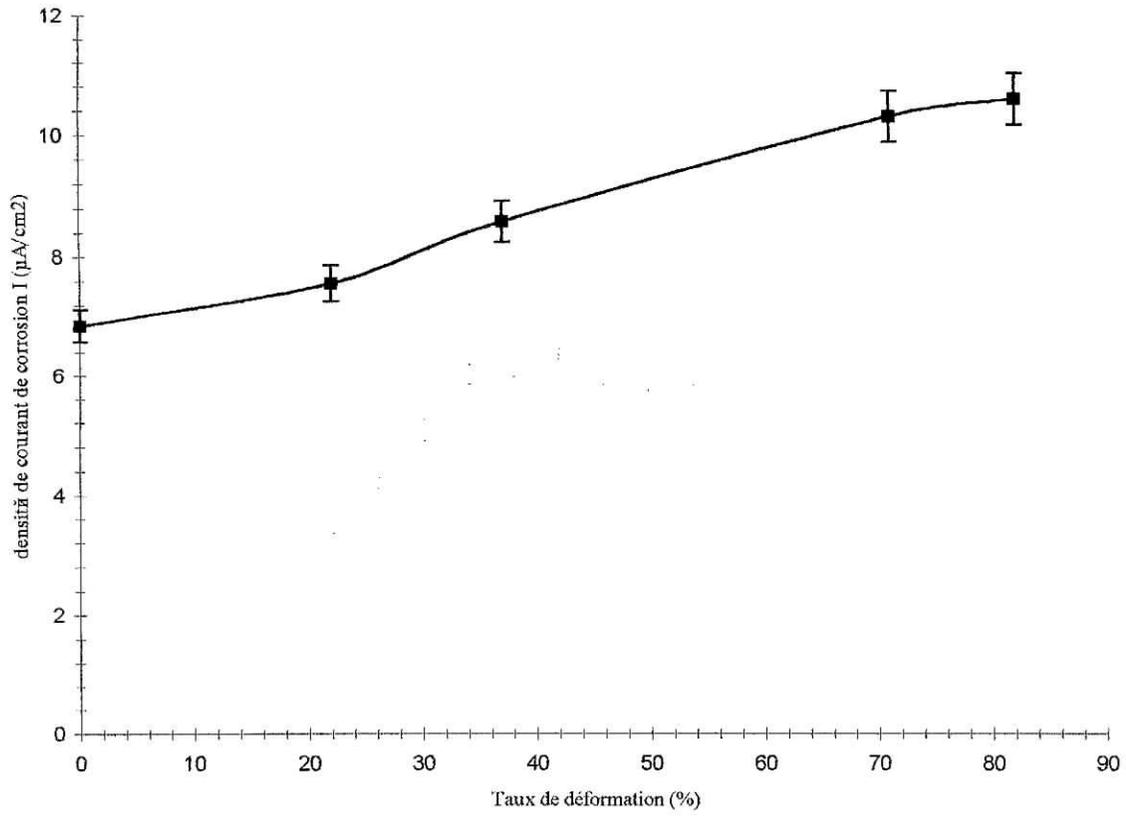


Figure 7-10 : évolution de la densité de courant de corrosion en fonction de la déformation

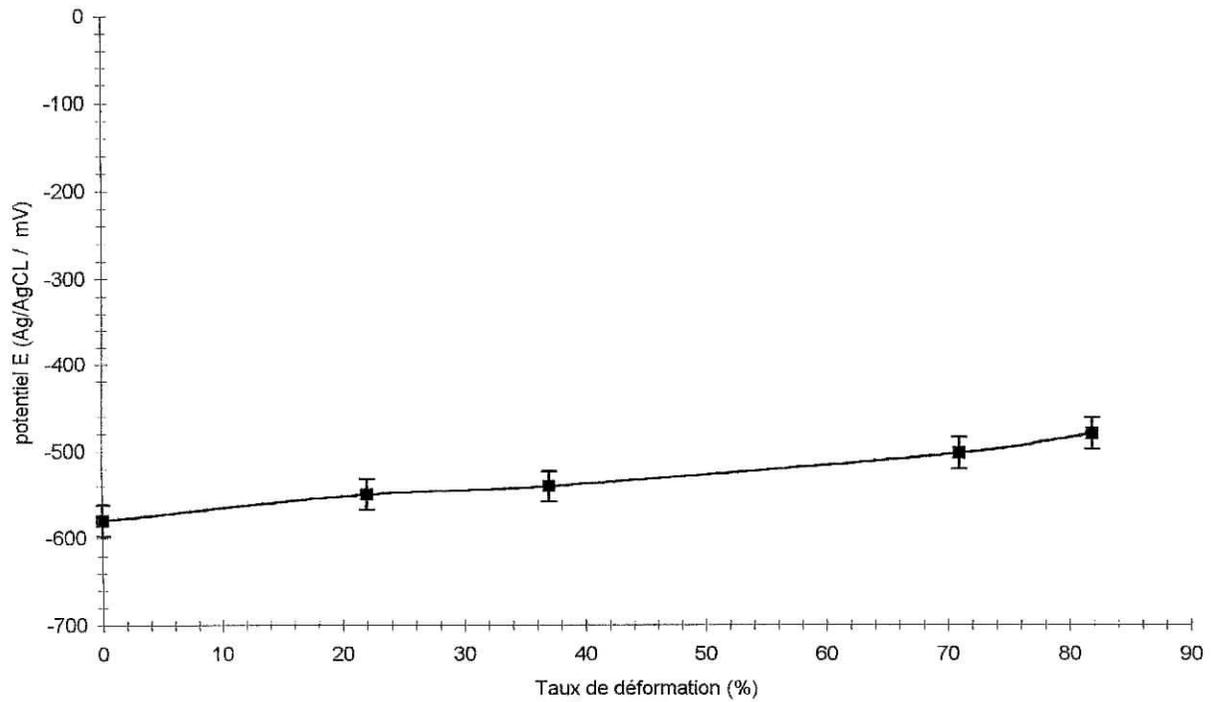


Figure 7-11 : évolution du potentiel de corrosion en fonction de la déformation.

Conclusion générale

Conclusion générale et perspective

Dans cette étude nous nous sommes fixé comme objectif de trouver une relation entre le comportement mécanique d'un acier dual phase ferrite-martensite et son comportement électrochimique. Pour cela nous avons effectué un traitement thermique sur un acier XC12, puis nous l'avons découpé en rubans, les rubans sont ensuite déformés par laminage à froid. L'observation et l'analyse des microstructures des laminés ont montrés un allongement des grains dans le sens du laminage et un effet de durcissement structural.

A l'issue de l'étude électrochimique dans un milieu salin de 3.5g/l de NaCl, aéré et agité nous avons pu tirer les conclusions suivantes :

- une déformation appliquée à l'acier dual phase fait augmenter son potentiel d'équilibre métal / solution et son potentiel de corrosion.
- la densité de courant de corrosion augmente lorsque l'acier est déformé.

Ces résultats ont été obtenus en utilisant le matériel disponible au niveau du département de métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique.

Dans la perspective d'une étude ultérieure, sans nul doute que l'addition d'autres méthodes d'études électrochimiques ou non électrochimiques nous éclairerons plus sur la corrélation comportement mécanique –comportement électrochimique de cet acier. Nous proposons d'étudier l'évolution de la texture et de l'énergie stockée dans chacune des phases (ferrite, martensite) en fonction du taux de laminage en suite d'étudier l'influence de cette évolution sur la tenue à la corrosion du matériau.

Références Bibliographiques

- [01] Metals Handbook, Vol 1 G.R. Speich, Ninth édition, 1987.
- [02] T. Baudin, J. Jura, w. Swiatnicki, M.H. Mathon « Caractérisation multi-échelles de la microstructure d'un acier ferrito-martensitique déformé puis recristallisé », présent Symposium, 2002.
- [03] G.B. Olson, M. Cohen "A general mechanism of martensite nucleation, metallurgical transformation", Vol 24, P1825-1861, 1985.
- [04] J. Johansson, M. Oden., H. Zeng, « Evolution of the residual stress state in a duplex stainless steel during loading », Acta Mater. 47, 1999, p. 2669.
- [05] I. W. ROBERTS, "Cold rolling of steel", New York, Marcel Dekker, 1983.
- [06] A. Schmitz, J.C. Herman "Etude des aspects métallurgiques du laminage à froid des aciers", Rapport projet ECS 7210-EC, 1994.
- [07] J.Gil Sevillance, « Materials science and technologie » ed RW.Cahn, P. Vaasen, Vol 6, 1988.
- [08] D. Landolt, « Traité des matériaux, Vol 12 : corrosion », ed presses Polytechnique et universitaire Romande, 1993.
- [09] A.J. Bard, R. Parsons, J. Jordan, « Standard potential in aqueous solution », Marcel Dekker Inc, New York, 1985.
- [10] H. Uhlig "Corrosion et protection", ed Dunod, paris, p82à 115, 1970.
- [11] J. Benard, A. Michel, A. Philiber, J. Talbot, " Métallurgie générale" ed Masson et cie, 1984.
- [12] E.M.Gutman, « Mechanochemistry of solid surfaces », Ed World Scientific, 1994.
- [13] M. Pourbaix, « Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solution », 2nd édition, Nace, Houston, Texas, 1974.

- [14] D. Landolt, « Corrosion et chimie des surfaces des métaux » Presses Polytechnique et universitaire Romandes, première édition, 1993.
- [15] M. Coster, J.L. Chermant, « précis d'analyse d'images » presses du CNRS, 1989.
- [16] J.P. Cocquerez, S. Philipp, « Filtrage et segmentation », édition Masson, 1995.
- [17] J.M. Chassery, A. Montavert, « Géométrie discrète en analyse d'images », Hermès, Paris, 1991.
- [18] Metals Handbook, vol 3, G.R. Speich, Ninth édition, 1987.
- [19] A. Benchourbane, Y. Zenikhri, « Etude, conception et réalisation d'un laminoir de laboratoire pour la contribution à la réalisation de rubans d'alliages à mémoire de forme Cu-Al-Ni », PFE, ENP, 1997.
- [20] P. Polokin « Résistance des métaux et alliages à la déformation plastique », édition Mir, 1980.