

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la recherche Scientifique
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Badji Mokhtar Annaba University
Université Badji Mokhtar – Annaba
Faculté de Technologie
Département de Génie Mécanique



جامعة باجي مختار – عنابة
كلية التكنولوجيا
قسم الهندسة الميكانيكية

Thèse

Présentée pour obtenir le diplôme de

Doctorat Troisième Cycle

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Fabrication Mécanique et Productique

Par :

MEBAREK Abderraouf Madjdi

Thème :

Effet des traitements mécaniques de surface (TMS) sur la tenue à la corrosion et l'adhérence des revêtements - Étude expérimentale et simulation par surfaces de réponses (MSR)

Thèse soutenue le 14/07/2025, devant le jury composé de :

N°	Nom et Prénom	Grade	Etablissement	Qualité
01	LABAÏZ Mohamed	Pr. émérite	Université Badji Mokhtar - Annaba	Président
02	LAOUAR Lakhdar	Prof.	Université Badji Mokhtar - Annaba	Rapporteur
03	BOUREBIA Mounira	Dr.	Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI)/URMM - Annaba	Co-rapporteur
04	HAMADACHE Hamid	Prof.	Université Badji Mokhtar - Annaba	Examineur
05	BOUCHOUCHA Ali	Pr. émérite	Université Frères Mentouri - Constantine 1	Examineur
06	YALLESE Mohamed Athmane	Prof	Université 8 mai 1945 - Guelma	Examineur

Dédicaces

Je dédie cette thèse à mes parents, qui ont été ma plus grande source de motivation, d'inspiration et de bénédiction tout au long de mes années d'études. Leur soutien indéfectible, leur dévouement sans limite, ainsi que les innombrables sacrifices qu'ils ont consentis pour ma réussite, ont été essentiels pour me permettre de réaliser mes objectifs. Je leur exprime ma profonde gratitude pour leur amour inconditionnel et leur encouragement constant. Ce travail leur est dédié, en témoignage de mon affection et de ma reconnaissance éternelle.

À mon père, ma mère et mon frère, qui incarnent ma source d'inspiration et de courage, à qui je dois amour et reconnaissance.

Remerciements

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude et mes sincères remerciements à mon directeur de thèse, Monsieur **LAOUAR Lakhdar**, professeur au département de génie mécanique de l'Université Badji Mokhtar d'Annaba, ainsi qu'à ma co-directrice de thèse, Madame **BOUREBIA Mounira**, directrice de recherche à l'Unité de Recherche en Mines et Métallurgie (URMM) d'Annaba. Leur grande disponibilité, ainsi que le soutien constant et leurs encouragements bienveillants ont été essentiels pour le bon déroulement de mes recherches. Leur esprit scientifique exemplaire restera pour moi une source d'inspiration. Ces quelques mots ne suffisent pas à exprimer toute ma reconnaissance pour la confiance qu'ils m'ont accordée.

Je tiens à remercier Monsieur **LABAÏZ Mohamed**, professeur émérite au département de métallurgie de l'Université Badji Mokhtar Annaba, pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant le jury de cette thèse.

Mes remerciements vont également aux membres du jury qui m'ont fait l'honneur d'examiner ce travail. Je remercie tout particulièrement Monsieur **HAMADACHE Hamid**, Professeur au Département de Génie Mécanique de l'Université Badji Mokhtar d'Annaba, Monsieur **BOUCHOUCHA Ali**, Professeur au Département de Génie Mécanique de l'Université Frères Mentouri - Constantine 1, ainsi que Monsieur **YALLESE Mohamed Athmane**, Professeur au Département de Génie Mécanique de l'Université 8 mai 1945 - Guelma.

Mes remerciements vont également aux personnels et aux enseignants du département de génie mécanique ainsi que du département de métallurgie de l'Université Badji Mokhtar Annaba, dont l'engagement a été essentiel à la réalisation de ce travail. Mes remerciements s'étendent également au département de métallurgie de l'École Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie (ENSMM) d'Annaba, qui a généreusement mis à disposition les équipements scientifiques indispensables à la concrétisation de ce projet.

Ce succès n'aurait jamais été possible sans la présence constante et le soutien inébranlable de ma famille, qui voit en cet accomplissement le fruit de la confiance qu'elle m'a toujours accordée et des nombreux sacrifices consentis au fil des années.

Enfin, je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers toutes les personnes qui m'ont apporté leur aide à différents stades de ce projet.

تأثير المعالجات الميكانيكية للأسطح على مقاومة التآكل والتصاق الطلاءات - دراسة تجريبية ومحاكاة باستخدام أسطح الاستجابة

الملخص

يمثل التدهور الناجم عن التصدي مشكلة كبيرة بالنسبة لل فولاذ S235JR وهو مسؤول عن العديد من الأعطال. صقل الكرة هو معالجة ميكانيكية سطحية تعمل على تحسين حالة السطح بالإضافة إلى الخصائص الميكانيكية. والهدف من هذا العمل التجريبي هو دراسة تأثير هذه العملية على حالة السطح وسلوك التصدي في فولاذ S235JR، وكذلك التصاق طلاء الكروم.

تم استخدام طريقة سطح الاستجابة، المبنية على التصميم التجريبي بوكس بهنكن، لتقليل خشونة السطح التي لها تأثير كبير على مقاومة الصدأ. تم إجراء قياسات الخشونة "Ra" و "Rz" بالإضافة إلى ملاحظات تضاريس السطح ثلاثية الأبعاد. وبالإضافة إلى ذلك، تم فحص توزيع الصلابة الدقيقة تحت السطح وإجراء تحليل حيود الأشعة السينية (XRD). تم مراقبة إمكانات الدائرة المفتوحة (OCP)، والتحليل الطيفي للمعاوقة الكهروكيميائية (EIS) والاستقطاب الديناميكي الفعال لتقييم مقاومة الصدأ. استخدم الفحص المجهر الإلكتروني (SEM) والتحليل الطيفي المشتت للطاقة (EDS) قبل وبعد اختبارات الصدأ. وأخيراً، تم تقييم التصاق طلاء الكروم بالركيزة بواسطة طريقة اختبار الخدش.

أظهرت النتائج أن قوة الصقل وقطر الكرة هما العاملان الرئيسيان المؤثران على الخشونة، ففي حين أن معدل التغذية وتكرار الدوران لم يظهر تأثيراً كبيراً. النظام الأمثل جعل من الممكن تقليل الخشونة "Ra" و "Rz" بنسبة تزيد عن 96% و 97% على التوالي، مما أدى إلى إنتاج طوبوغرافيا ناعمة وموحدة. كشف تحليل XRD عن صقل الحبيبات على السطح دون تغيير الطور. ازدادت الصلابة الدقيقة تحت السطح إلى عمق 40 ميكرومتر، مما يشير إلى وجود طبقة مصقولة بسمك مكافئ. أظهرت اختبارات الصدأ الكهروكيميائية وملاحظة SEM أن مقاومة الصدأ للسطح المصقول تحسنت بشكل ملحوظ، ويرجع ذلك أساساً إلى صقل الحبيبات. كشف اختبار الخدش عن تحسن التصاق طلاء الكروم بالسطح المصقول.

الكلمات المفتاحية: الصقل الكروي - فولاذ S235JR - خشونة السطح - مقاومة الصدأ - التصاق طلاء الكروم - تصميم التجربة (DOE).

Effet des traitements mécaniques de surface (TMS) sur la tenue à la corrosion et l'adhérence des revêtements - Étude expérimentale et simulation par surfaces de réponses (MSR)

Résumé

La dégradation causée par la corrosion est un problème majeur de l'acier S235JR responsable de nombreuses défaillances. Le brunissage à bille est un traitement mécanique superficiel de finition qui améliore l'état de la surface ainsi que les propriétés mécaniques. L'objectif de ce travail expérimental est d'étudier l'influence de ce procédé sur l'état de surface, le comportement à la corrosion de l'acier S235JR ainsi que l'adhérence du dépôt de chrome.

La méthode de surface de réponse (RSM), basée sur le plan d'expérience de Box Behnken, a été utilisée pour minimiser la rugosité de surface qui a une influence significative sur la résistance à la corrosion. Des mesures de rugosité "Ra" et "Rz" ainsi que des observations de topographie de surface 3D ont été réalisées. Par ailleurs, la distribution de la microdureté en subsurface a été examinée et une analyse par diffraction des rayons X (XRD) a été effectuée. Le suivie du potentiel à circuit ouvert (OCP), la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) et la polarisation potentiodynamique ont été utilisées pour évaluer la résistance à la corrosion. Une analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) et spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) a été réalisée avant et après les tests de corrosion. Enfin, l'adhérence du dépôt de chrome au substrat a été évaluée par la méthode du test de rayure (scratch test).

Les résultats ont montré que la force de brunissage et le diamètre de la bille sont les principaux paramètres influents sur la rugosité, alors que l'avance et la fréquence de rotation ne présentent pas d'effet significatif. Le régime optimal a permis de diminuer la rugosité "Ra" et "Rz" de plus de 96% et 97% respectivement, en produisant une topographie lisse et uniforme. L'analyse DRX a révélé un affinement des grains en surface sans changement de phase. La microdureté en subsurface a augmenté jusqu'à une profondeur de 40 μm , suggérant une couche brunie d'épaisseur équivalente. Les tests de corrosion électrochimique et l'observation au MEB, ont montré que la résistance à la corrosion de la surface brunie a été nettement améliorée, ceci est attribuée principalement à l'affinement des grains. Le test de rayure (scratch test) a révélé une meilleure adhérence du dépôt de chrome sur la surface brunie.

Mots clés : Brunissage à bille – Acier S235JR – Rugosité de surface – Résistance à la corrosion – Adhérence du dépôt de chrome – Plan d'expérience (DOE).

Effect of mechanical surface treatments (MST) on the corrosion resistance and adhesion of coatings - Experimental study and simulation using response surfaces methodology (MSR)

Abstract

Degradation caused by corrosion is a major problem for S235JR steel, responsible for many failures. Ball burnishing is a mechanical surface finishing treatment that improves surface condition and mechanical properties. The aim of this experimental work is to study the influence of this process on the surface condition and corrosion behavior of S235JR steel, as well as the adhesion of the chromium deposit.

The Response Surface Methodology (RSM), based on Box Behnken's experimental design, was used to minimize surface roughness, which has a significant influence on corrosion resistance. "Ra" and "Rz" roughness measurements and 3D surface topography observations were carried out. Furthermore, the subsurface microhardness distribution was examined and X-ray diffraction (XRD) analysis was performed. Open circuit potential (OCP), electrochemical impedance spectroscopy (EIS) and potentiodynamic polarization were used to evaluate the corrosion resistance. Scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis was carried out before and after the corrosion tests. Finally, the adhesion of the chromium deposit to the substrate was evaluated by the scratch test method.

The results showed that burnishing force and ball diameter are the main parameters influencing on the roughness, while feed and rotation frequency do not show significant effect. The optimal regime reduced roughness "Ra" and "Rz" by more than 96% and 97% respectively, producing a smooth, uniform topography. XRD analysis revealed a surface grain refinement without phase change. Subsurface microhardness increased to a depth of 40 μm , suggesting a burnished layer of equivalent thickness. Electrochemical corrosion tests and SEM observation showed that the corrosion resistance of the burnished surface was significantly improved, mainly due to grain refinement. The scratch test revealed a better adhesion of the chromium deposit on the burnished surface.

Keywords: Ball burnishing - S235JR steel - Surface roughness - Corrosion resistance - Chromium deposit adhesion - Design of experiment (DOE).

Table des matières

Dédicaces.....	ii
Remerciements	iii
الملخص	iv
Résumé	v
Abstract	vi
Table des matières	vii
Liste des figures.....	xi
Liste des tableaux	xiv
<i>Introduction générale</i>	1
<i>Chapitre I</i>	4
<i>Étude bibliographique & état de l'art</i>	4
I.1 Introduction	5
I.2 Les aciers.....	6
I.2.1 Définition	6
I.2.2 L'acier S235JR.....	6
I.3 Corrosion.....	7
I.3.1 Définition	7
I.3.2 Types de corrosion	8
I.3.3 Description de la corrosion électrochimique.....	8
I.3.4 Oxydation des aciers au carbone.....	9
I.3.5 Aspect morphologique	10
a. Corrosion uniforme ou généralisé	10
b. Corrosion localisé.....	11
I.3.6 Protection contre la corrosion	12
a. Choix du matériau.....	12
b. Conception de la pièce.....	13
c. Maîtrise de l'environnement	13
d. Les inhibiteurs	13
e. Traitements thermiques ou mécaniques.....	13

f. Protection cathodique.....	13
g. Protection anodique.....	14
h. Les revêtements.....	15
I.4 Chromage.....	16
I.4.1 Généralité.....	16
I.4.2 Propriété du chrome.....	17
I.4.3 Applications.....	17
I.4.4 L'électrodéposition du chrome.....	18
a. Principe.....	18
b. Bain de chromage.....	19
c. Influence des paramètres de l'électrolyse.....	20
I.4.5 Méthodes de mesure de l'épaisseur du dépôt.....	22
a. Méthode basée sur la différence de poids.....	22
b. Méthode par induction magnétique.....	22
I.4.6 Problématique.....	23
I.5 Intégrité de surface.....	24
I.5.1 Caractéristiques topographiques.....	25
a. Hauteur moyenne arithmétique du profil "Ra".....	26
b. Hauteur maximale du profil "Rz".....	27
I.5.2 Caractéristiques mécaniques.....	27
a. Dureté.....	27
b. Contraintes résiduelles.....	28
I.6 Traitements mécaniques de surface.....	29
I.6.1 Introduction.....	29
I.6.2 Brunissage.....	29
a. Effet du brunissage sur la rugosité.....	31
b. Effet du brunissage sur la micro-dureté.....	32
c. Effet du brunissage sur les contraintes résiduelles.....	33
d. Effet du brunissage sur la corrosion.....	34
e. Effet du brunissage sur l'adhérence des revêtements.....	35
I.7. Conclusion.....	35
<i>Chapitre II</i>	37

<i>Matériels & techniques expérimentales</i>	37
II.1 Introduction.....	38
II.2 Matériau d'étude	38
II.2.1 Composition chimique.....	38
II.2.2 Caractéristiques mécaniques et microstructurales	39
II.3 Méthodologie expérimentale	41
II.4 Préparation des échantillons	45
II.4.1 Matériels utilisés	45
a. Machine-outil.....	45
b. Outil de coupe.....	45
c. Outil de brunissage	46
II.4.2 Procédure expérimentale.....	47
a. Préparation et brunissage de la surface cylindrique.....	48
b. Préparation et brunissage de la surface plane	50
II.5 Mesures et caractérisation.....	52
II.5.1 Rugosité	52
a. Mesure de rugosité 2D.....	52
b. Topographie 3D.....	53
II.5.2 Diffraction des rayons X (DRX).....	53
II.5.3 Mesure de micro-dureté Vickers.....	54
II.6 Essai de corrosion et caractérisation	56
II.6.1 Essais de corrosion.....	56
II.6.2 Microscopie électronique à balayage (MEB) et spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS).....	57
II.7 Caractérisations de la cinétique de corrosion.....	57
II.7.1 Potentiel à circuit ouvert (OCP).....	58
II.7.2 Polarisation potentiodynamique.....	58
II.7.3 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).....	60
II.8 Chromage et caractérisation.....	63
II.8.1 Electrodéposition du chrome	63
II.8.2 Caractérisation	64
a. Microscopie	64

b. Scratch test	64
II.9 Conclusion	65
<i>Chapitre III</i>	67
<i>Résultats & Discussions</i>	67
III.1 Introduction	68
III.2 Brunissage de la surface cylindrique	68
III.2.1 Mesures de rugosité	69
III.2.2 Analyse des mesures de rugosités "Ra" et "Rz"	69
III.2.3 Modélisation de la rugosité et analyse de la variance (ANOVA)	70
III.2.4 Effets des paramètres de brunissage sur la rugosité	71
III.2.5 Surfaces de réponse et graphiques de contour de la rugosité	72
III.2.6 Régime optimal de la rugosité	75
III.3 Brunissage de la surface plane	76
III.3.1 Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	76
III.3.2 Effet du brunissage sur la micro-dureté en subsurface	77
III.3.3 Effet du brunissage sur la résistance à la corrosion	78
a. Suivi du potentiel à circuit ouvert (OCP)	78
b. Polarisation potentiodynamique	79
c. Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)	81
d. Observation au microscope électronique à balayage (MEB)	82
e. Analyse par spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS)	85
III.3.4 Chromage dur	87
a. Mesure de l'épaisseur du revêtement de chrome	87
b. Effet du brunissage sur l'adhérence du revêtement de chrome	89
III.4 Conclusion	93
<i>Conclusion générale</i>	95
<i>Références bibliographiques</i>	99

Liste des figures

Figure I.1. Oxydation d'un métal dans un électrolyte	9
Figure I.2. Diagramme Pourbaix du fer dans l'eau	10
Figure I.3. Aspect morphologique de la corrosion uniforme se produisant sur les métaux	11
Figure I.4. Aspect morphologique des différentes formes de corrosion localisé se produisant sur les métaux	12
Figure I.5. Protection cathodique des navires par anode sacrificiel de zinc	14
Figure I.6. Protection anodique par courant imposé	14
Figure I.7. Effet d'un endommagement sur un revêtement anodique : a. endommagement ; b. étanchéité par les produits de corrosion	15
Figure I.8. Effet d'un endommagement dans un revêtement cathodique : a. endommagement ; b. corrosion localisée du substrat	16
Figure I.9. Revêtement de chrome : a. décoratif sur une moto ; b. dur sur un vérin hydraulique	17
Figure I.10. Schéma du principe de l'électrodéposition	19
Figure I.11. Variation des caractéristiques des dépôts en fonction des paramètres de chromage pour un bain standard (250g/l CrO3 et 2,5g/l H2SO4)	21
Figure I.12. Contrôle de l'épaisseur du revêtement de chrome dur sur un rouleau de laminage en acier	23
Figure I.13. Mise en évidence des fissurations sur un dépôts de chrome dur et épais obtenus à partir de chrome hexavalent : a. aspect de surface ; b. section	24
Figure I.14. Différents défauts de surface	25
Figure I.15. Schéma représentatif du profil de rugosité	26
Figure I.16 Hauteur moyenne arithmétique du profil "Ra"	26
Figure I.17. Hauteur maximale du profil "Rz"	27
Figure I.18. a. Allongement plastique de la surface non liée au cœur ; b. Allongement plastique de la surface liée au cœur	28
Figure I.19. Procédé de brunissage à bille	30
Figure I.20. Schéma du principe du brunissage à bille	30
Figure II.1. Spectromètre Thermo Scientific ARL 3460 Metals Analyzer	38
Figure II.2. Microscope optique Optika B-810	40
Figure II.3. Microstructure de l'acier S235JR	40
Figure II.4. Diagramme de l'expérimentation	41
Figure II.5. Organigramme de calcul	44
Figure II.6. Tour Stanko 1A616	45
Figure II.7. Outil de coupe	45
Figure II.8. Dispositif de brunissage	46

Figure II.9. Bille de brunissage, diamètre 7, 10 et 13 mm, utilisée	46
Figure II.10. Coupe transversale du dessin d'assemblage de l'outil de brunissage	47
Figure II.11. Dessin de définition de l'échantillon	48
Figure II.12. Diagramme du processus de brunissage	49
Figure II.13. Brunissage de la surface cylindrique	50
Figure II.14. Préparation de la surface par opération de dressage sur tour	51
Figure II.15. Brunissage de la surface plane	51
Figure II.16. Profilomètre Time® modèle TR220	52
Figure II.17. CT100 de cyberTECHNOLOGIES company	53
Figure II.18. Diffractomètre PANalytical EMPYREAN	54
Figure II.19. Profil de micro-dureté Vickers	55
Figure II.20. Duromètre Innovatest model 412D	55
Figure II.21. Montage électrochimique	56
Figure II.22. Microscope électronique à balayage, modèle Quanta 250	57
Figure II.23. Différentes allures du potentiel de corrosion d'une électrode de travail	58
Figure II.24. Mesure de la densité de courant de corrosion par extrapolation des droites de Tafel	59
Figure II.25. Mesure de la densité de courant de corrosion par la méthode de STERN	60
Figure II.26. Représentation des diagrammes d'impédance dans le plan de Nyquist	61
Figure II.27. Diagramme de Nyquist et son circuit électrique équivalent d'une électrode de surface homogène	62
Figure II.28. Diagramme de Nyquist et son circuit électrique équivalent d'une électrode de surface hétérogène	62
Figure II.29. Schéma du procédé d'électrodéposition par courant continu	64
Figure II.30. Scratch tester Revetest Xpress Plus	65
Figure II.31. Démarche expérimentale	66
Figure III. 1. Surfaces cylindriques préparées par brunissage	68
Figure III.2. Distribution des paramètres de rugosité de surface "Ra" et "Rz" pour chaque expérience	70
Figure III.3. Diagramme de Pareto montrant l'effet des variables indépendantes et leur interaction sur la rugosité	72
Figure III.4. Surfaces de réponse et graphiques de contour de la rugosité pour l'interaction entre : a) la force "P" et le diamètre de la bille "Db" ; b) l'avance "f" et la fréquence de rotation "N"	74
Figure III.5. Topographie 3D de la surface après : a) usinage ; b) brunissage optimal	75
Figure III.6. Surfaces planes préparées : a) usiné ; b) usiné puis poli ; c) usiné puis bruni	76
Figure III.7. Résultats XRD : a) Diagrammes de diffraction des rayons X (XRD) des échantillons "poli" et "bruni" ; b) Diagramme à barres des largeurs à mi-hauteur (FWHM) des échantillons sélectionnés	77
Figure III.8. Section perpendiculairement à la surface plane : a) polie ; b) brunie	77

Figure III.9. Variation de micro-dureté en profondeur à partir de la surface	78
Figure III.10. Diagramme du potentiel à circuit ouvert (OCP) en fonction du temps	79
Figure III.11. Courbes de polarisation potentiodynamique des surfaces planes brunie, usinée et polie	80
Figure III.12. Diagrammes d'impédance électrochimique (EIS) des surfaces planes brunie, usinée et polie	81
Figure III.13. Circuit électrique équivalent utilisé pour l'ajustement des courbes d'impédance électrochimique (EIS) des surfaces planes brunie, usinée et polie	82
Figure III.14. Observation MEB des surfaces : a) "usinée" avant corrosion ; b) "usinée" après corrosion ; c) "polie" avant corrosion ; d) "polie" après corrosion ; e) "brunie" avant corrosion ; f) "brunie" après corrosion	85
Figure III.15. Analyse EDS des surfaces corrodées : a) échantillon "usiné" ; b) échantillon "poli" ; c) échantillon "bruni"	87
Figure III.16. Surfaces planes chromées : a) polie ; b) brunie ; c) usinée	87
Figure III.17. Section de la surface usinée et chromée	88
Figure III.18. Section de la surface polie et chromée	88
Figure III.19. Section de la surface brunie et chromée	89
Figure III.20. Profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée et de la distance de rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface brunie	91
Figure III.21. Profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée et de la distance de rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface polie	91
Figure III.22. Profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée et de la distance de rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface usinée	92
Figure III.23. Micrographie optique de la rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface brunie	92
Figure III.24. Micrographie optique de la rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface polie	92
Figure III.25. Micrographie optique de la rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface usinée	92

Liste des tableaux

Tableau I.1. Composition chimique de l'acier S235JR selon EN 10025-2	6
Tableau I.2. Propriétés mécaniques de l'acier S235JR selon EN 10025-2	6
Tableau I.3. Répartition de l'utilisation du chromage	17
Tableau I.4. Traitements de précontraintes	29
Tableau II.1. Composition chimique de l'acier S235JR en % massique	38
Tableau II.2. Propriétés mécaniques de l'acier S235JR utilisé	39
Tableau II.3. Matrice d'expériences de Box-Behnken pour quatre facteurs en valeurs centrées réduites	42
Tableau II.4. Caractéristiques de l'outil de coupe	46
Tableau II.5. Régime de coupe pour l'opération de chariotage	48
Tableau II.6. Niveaux des paramètres de brunissage	49
Tableau II.7. Matrice d'expérience de Box-Behnken pour quatre facteurs en valeurs réelles	49
Tableau II.8. Paramètres par défaut pour Ra, Rz basés sur la limite de tolérance supérieure	52
Tableau III.1. Matrice de Box-Behnken et les mesures de rugosité "Ra" et "Rz"	69
Tableau III.2. Analyse de la variance (ANOVA) du modèle de Box-Behnken	71
Tableau III.3. Régime optimal de brunissage pour minimiser la rugosité "Ra"	75
Tableau III.4. Paramètres électrochimiques déduits des courbes de polarisation potentiodynamique des surfaces planes brunie, usinée et polie	81
Tableau III.5. Paramètres électrochimiques déduits de l'ajustement paramétrique des spectres d'impédance en représentation Nyquist	82
Tableau III.6. Epaisseur du dépôt de chrome mesuré sur microscope optique par le logiciel PROView	89
Tableau III.7. Résultats des essais de rayures (scratch test) du dépôt de chrome sur les surfaces brunie, polie et usinée	93

Introduction générale

Les aciers au carbone sont parmi les métaux les plus utilisés dans diverses industries, en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et de leur coût relativement faible. Leur large éventail d'applications s'étend de la construction automobile à la fabrication de pièces mécaniques de précision, telles que les roulements, les arbres de transmission et les engrenages. Leur robustesse, leur ductilité et leur facilité de mise en forme en font des matériaux indispensables pour les ingénieurs et les concepteurs.

Cependant, une des principales problématiques des aciers au carbone est leur vulnérabilité à la corrosion. La corrosion est un processus électrochimique par lequel le métal se détériore en raison de réactions avec son environnement. Ce phénomène est particulièrement préoccupant, car il réduit la durée de vie des pièces, entraînant de nombreuses défaillances et ruptures. Ces défaillances nécessitent souvent des réparations coûteuses et provoquent des interruptions prolongées de la production.

Ainsi, la lutte contre la corrosion des aciers au carbone est un enjeu crucial pour de nombreux chercheurs et industriels. Parmi les aciers au carbone couramment utilisés dans la fabrication des pièces mécaniques, l'acier S235JR qui fait l'objet de notre étude. Ses bonnes propriétés mécaniques en font un matériau de choix pour la fabrication d'arbres, de supports et de composants de machines. Toutefois, comme tous les aciers au carbone, il est vulnérable à la corrosion, ce qui limite son utilisation.

L'intégrité de surface a une influence significative sur la résistance à la corrosion des aciers. Cette intégrité inclut les caractéristiques topographiques, mécaniques et métallurgiques de la couche superficielle. Ainsi, la durée de vie des composants mécaniques est conditionnée par les propriétés des couches superficielles exposées aux sollicitations et aux environnements corrosifs.

Pour améliorer la résistance à la corrosion, plusieurs méthodes existent, parmi lesquelles l'utilisation de revêtements protecteurs en chrome, réputés pour former une barrière physique contre les agents corrosifs, et l'application de traitements mécaniques de surface. Cette étude envisage notamment le brunissage à bille, un procédé économique et facile à mettre en œuvre, qui opère par déformation plastique de la surface du métal. Bien que de nombreuses études aient montré l'effet bénéfique du brunissage sur la résistance à la corrosion des métaux, la tenue à la corrosion de l'acier S235JR après un brunissage à bille n'a pas encore été rapportée dans la littérature. Ainsi, l'objectif de ce travail est d'évaluer la réponse de l'acier S235JR à ce traitement en termes de qualité de surface, de résistance à la corrosion, et d'adhérence du revêtement de chrome.

Ce manuscrit est structuré en trois chapitres.

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur l'acier S235JR, ainsi qu'une revue des travaux de recherche et des approches visant à améliorer sa résistance à la corrosion. Il inclut également une étude bibliographique sur la corrosion en général, les

dépôts de chrome et l'intégrité de surface, suivie d'une explication du principe de brunissage. La fin du chapitre, comprend une présentation des recherches étudiant l'influence du brunissage sur la rugosité, la dureté, les contraintes résiduelles, la corrosion et l'adhérence des revêtements.

Le deuxième chapitre présente la caractérisation du matériau utilisé et la méthodologie expérimentale appliquée. Il détaille la procédure expérimentale, y compris la préparation des échantillons par tournage et leur traitement par brunissage. Ce chapitre fournit également une description des machines, des outils, du matériel de caractérisation et des instruments de mesure utilisés.

Le troisième chapitre présente et interprète l'ensemble des résultats obtenus. La première partie expose les résultats du brunissage concernant la rugosité de surface, tandis que la seconde partie regroupe les résultats relatifs à la résistance à la corrosion du S235JR et à l'adhérence du dépôt de chrome.

Pour terminer, nous mettons en évidence les principales conclusions, accompagnées de quelques perspectives à envisager pour la continuité de ce travail, basées sur les résultats obtenus.

Chapitre I

Étude bibliographique & état de l'art

I.1 Introduction

Dans le domaine de l'ingénierie, l'acier S235JR est largement utilisé en raison de ses propriétés mécaniques adéquates et de son coût relativement bas. Cependant, une de ses principales limitations est sa susceptibilité à la corrosion, pouvant entraîner diverses défaillances et ruptures des composants fabriqués.

Ce chapitre commence par une présentation détaillée de l'acier S235JR, en mettant en évidence ses propriétés et applications. Nous présentons également les travaux antérieurs en relation avec cet acier et les solutions suivies pour pallier son problème de dégradation par corrosion.

Nous détaillons ensuite le phénomène de corrosion. Les concepts fondamentaux de la corrosion permettent d'établir les bases nécessaires pour développer des techniques de protection efficaces.

La troisième partie du chapitre est consacrée aux revêtements de chrome. Ces revêtements sont largement utilisés pour protéger les aciers contre la corrosion. Nous détaillons les méthodes d'application, les propriétés de ces revêtements et leur désagrément.

Par ailleurs, les performances des composants mécaniques, en termes de résistance à la corrosion et d'adhérence des revêtements, sont étroitement liées à l'intégrité de surface. C'est pourquoi nous avons détaillé cette notion qui englobe les aspects topographiques, mécaniques et métallurgiques de la surface.

Enfin, nous nous concentrons sur le brunissage, une technique de traitement mécanique de surface (TMS) qui améliore l'intégrité de surface. Bien que cette technique soit très efficace, son application dépend de la maîtrise des différents paramètres du procédé. Une synthèse des résultats de la littérature sur l'effet des paramètres de brunissage sur les propriétés de surface est présentée.

En explorant ces aspects, ce chapitre vise à fournir une compréhension approfondie des mécanismes par lesquels le brunissage peut améliorer les performances de l'acier S235JR, avec pour objectif d'augmenter la durabilité et la fiabilité des composants mécaniques dans des environnements corrosifs.

I.2 Les aciers

I.2.1 Définition

Les aciers sont des alliages métalliques constitués principalement de fer avec une teneur en carbone inférieure à 2% [1]. L'usage répandu de ces derniers réside dans leurs propriétés mécaniques combinant haute résistance, ductilité et facilité de mise en forme, ce qui en fait des matériaux polyvalents indispensables à de nombreux secteurs industriels tels que la construction, l'automobile et l'aérospatiale [2]. Ces propriétés sont souvent améliorées par des traitements thermiques, mécaniques ou chimiques, qui agissent sur leurs propriétés mécaniques, dureté, résilience, résistance à l'usure et à la corrosion.

I.2.2 L'acier S235JR

Le S235JR est un acier de construction non allié à faible teneur en carbone, largement utilisé dans le domaine du génie mécanique en raison de sa résistance mécanique suffisante pour de nombreuses applications [3]. Sa bonne usinabilité en fait un matériau couramment adopté pour la fabrication des pièces mécaniques telles que les arbres, les supports et les composants de machines qui ne sont pas soumis à des contraintes élevées.

Le S235JR est une nuance d'acier de construction définie par la norme européenne EN 10025-2, le terme "S" signifie aciers de construction à un usage général ; le chiffre "235" représente la limite minimale d'élasticité en mégapascals (MPa) ; "JR" fait référence à la température de 20°C à laquelle s'est déroulé le test Charpy (test de résilience) [4]. La composition chimique et les propriétés mécaniques de cette nuance sont données dans le Tableau I.1 et 2.

Tableau I.1. Composition chimique de l'acier S235JR selon EN 10025-2 [4]

C	Mn	Cu	S	P	N
max	max	max	max	max	max
0,19	1,50	0,45	0,045	0,045	0,014

Tableau I.2. Propriétés mécaniques de l'acier S235JR selon EN 10025-2 [4]

Minimum Rm [N/mm ²]	Minimum Re [N/mm ²]	Minimum A%	Minimum HB
360	235	26	104

Le S235JR, comme pour tous les aciers au carbone, présente une résistance limitée à la corrosion [5], [6], [7]. Ceci peut entraîner diverses défaillances et ruptures, entraînant ainsi des pertes de productivité et nécessitant des réparations coûteuses [8]. Cette

problématique persiste jusqu'à présent et demeure un sujet de recherche visant à découvrir des solutions de plus en plus efficaces.

Bogatu et al. [9] ont étudié l'influence de différents matériaux de sablage (quartz, alumine et grenat rouge) sur la résistance à la corrosion de l'acier S235JR dans une solution de NaCl à 3,5 %. Les résultats ont montré que le sablage a un effet négatif sur la résistance à la corrosion. En effet, la surface non sablée a présenté la meilleure résistance à la corrosion, ce qui a pu être attribué à sa faible rugosité. Le sablage au quartz, qui a présenté une rugosité six fois supérieure à la surface non sablée, a affiché la plus faible résistance à la corrosion en raison des rainures de rugosité qui captent les produits de corrosion formés dans la partie supérieure de la surface. En revanche, le sablage à l'alumine a présenté des résultats proches de ceux de la surface non sablée, suggérant son utilisation comme méthode de préparation de l'acier en vue d'une application de revêtements ultérieure.

Une étude de Tsonev et al. [3] se concentre sur la comparaison du comportement à la corrosion de deux nuances d'acier similaires dans leur composition chimique, mais différentes dans la manière dont le métal a été travaillé. Le S235JR laminé à chaud, qui se caractérise par des propriétés plastiques supérieures, et le S235JRC étiré à froid, qui affiche une limite élastique supérieure. Après avoir été pesés avant et après une immersion de 5 semaines dans une solution aqueuse à 3,5% de NaCl, les deux nuances d'acier ont montré un comportement à la corrosion similaire, avec une tendance pour le S235JRC à avoir une corrosion plus uniforme. Les auteurs ont ainsi conclu que des tests d'immersion prolongée sur plusieurs mois seraient nécessaires pour arriver à une différence significative entre les échantillons.

Différentes approches ont été étudiées en vue d'améliorer la résistance à la corrosion de l'acier S235JR. Toutefois, aucune étude n'a encore été rapportée dans la littérature concernant la résistance à la corrosion de cet acier après traitement par brunissage à bille.

I.3 Corrosion

I.3.1 Définition

La corrosion se définit comme un phénomène d'interaction physico-chimique entre un matériau métallique et son milieu environnant entraînant des modifications dans les propriétés du métal et pouvant conduire à une dégradation significative de la fonction du métal, du milieu environnant ou du système technique dont ils font partie [10]. Les exemples les plus connus sont l'oxydation des métaux à l'air ou dans l'eau, telle que la rouille du fer et de l'acier, ainsi que la formation de vert-de-gris sur le cuivre et ses alliages. Ce phénomène est responsable de problèmes importants dans l'industrie, engendrant des

coûts conséquents liés à la mise en place de mesures de prévention contre la corrosion, ainsi qu'au remplacement des pièces ou ouvrages corrodés.

I.3.2 Types de corrosion

La corrosion peut se produire de différentes manières, en fonction de l'environnement et des conditions :

- Corrosion chimique :

Elle se produit lorsque le métal réagit directement avec des substances chimiques présentes dans l'environnement (des acides, des bases ou des sels). Par exemple, le métal peut réagir avec des gaz corrosifs présents dans l'air ou avec des produits chimiques dans l'environnement. Ce processus nécessite la présence d'humidité et n'est pas producteur d'électricité [11].

- Corrosion électrochimique :

Elle se produit en présence d'une solution aqueuse et implique des réactions électrochimiques entre le métal, l'eau et des ions présents dans l'environnement. Dans ce processus, le métal agit comme une anode et subit une oxydation, tandis que l'oxygène ou d'autres espèces réduites agissent comme une cathode. Ce type de corrosion est le plus répandu [12].

- Corrosion sèche :

Elle se produit lorsque le métal réagit avec des gaz à température élevée, en l'absence totale d'eau [13].

I.3.3 Description de la corrosion électrochimique

La corrosion électrochimique est un phénomène résultant de la combinaison de deux réactions chimiques : la réduction du milieu (réaction cathodique) et l'oxydation du matériau (réaction anodique) [14].

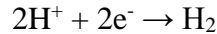
L'oxydation des métaux survient suite à une réaction chimique avec un agent oxydant, principalement le dioxygène et généralement les protons H^+ .

La réaction d'oxydation, également appelée réaction anodique, peut être décrite comme suit [15]:

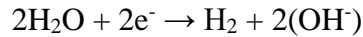


Par ailleurs, la réaction de réduction, ou réaction cathodique, varie selon les conditions de la solution, les plus courantes sont [15]:

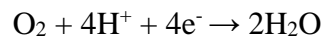
- En présence d'une solution acide :



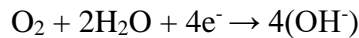
- En présence d'une solution basique/neutre :



- En présence d'oxygène dissous dans une solution acide :



- En présence d'oxygène dissous dans une solution basique/neutre :



La Figure I.1 illustre l'oxydation d'un métal dans un électrolyte.

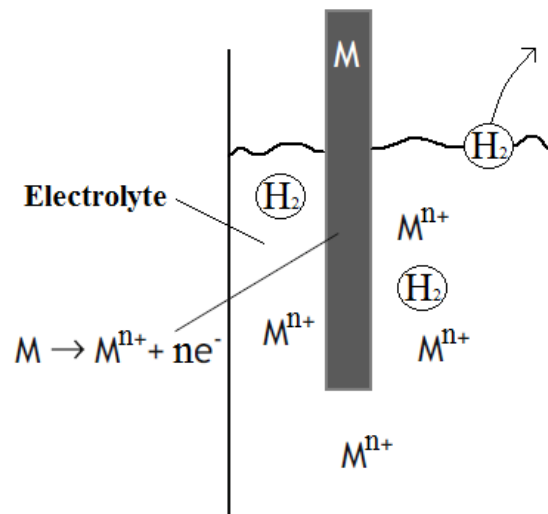


Figure I.1. Oxydation d'un métal dans un électrolyte [16]

I.3.4 Oxydation des aciers au carbone

Le diagramme potentiel/Ph du fer (Figure I.2), aussi appelé diagramme de Pourbaix, est un graphique qui montre les formes stables du fer (Fe) en fonction du potentiel électrochimique (E) et du pH de la solution. Il permet de déterminer les conditions de corrosion, de passivation ou d'immunité du fer dans un milieu aqueux. Il est très utilisé en chimie et en ingénierie pour comprendre la corrosion et la protection des métaux [17].

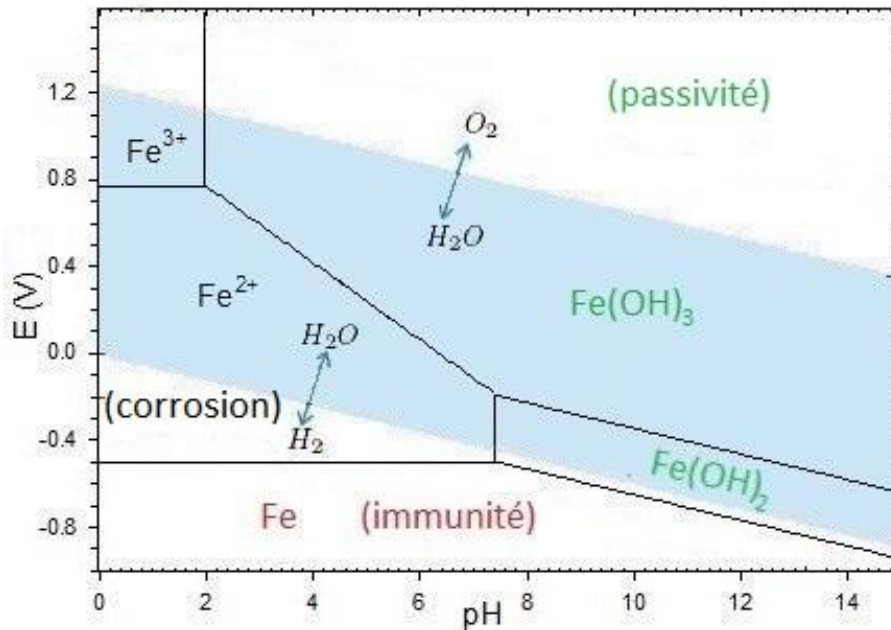


Figure I.2. Diagramme Pourbaix du fer dans l'eau [18]

En milieu acide, la vitesse de dissolution du fer est accrue en raison de la formation des ions Fe^{2+} et Fe^{3+} , ce qui conduit à une augmentation du taux de corrosion. En revanche, dans des milieux basiques, ces ions se présentent sous forme d'hydroxydes $\text{Fe}(\text{OH})_2$ et $\text{Fe}(\text{OH})_3$, entraînant la passivation de la surface de l'acier en établissant une barrière protectrice à l'interface, ce qui limite l'avancement de la corrosion.

Toutefois, en présence de chlorures, l'adsorption des ions Cl^- à la surface des hydroxydes passifs conduit à la formation d'espèce soluble, le FeCl_3 , et à la dissolution ainsi de la couche protectrice. Par conséquent, l'oxydation du fer peut se poursuivre [16].

I.3.5 Aspect morphologique

Les dommages dus à la corrosion présentent deux morphologies principales par rapport à la surface exposée à l'environnement : sur toute la surface, corrosion dite généralisée ; seulement sur une petite partie de celle-ci, corrosion dite localisée.

a. Corrosion uniforme ou généralisée

Il s'agit de la forme de corrosion la plus répandue, elle affecte toute la surface du matériau métallique en contact avec l'environnement corrosif. Si l'attaque est répartie uniformément, on parle de corrosion uniforme (Figure I.3), sinon la corrosion est inégalement généralisée [19], [20].

L'amincissement du matériau, également appelé perte d'épaisseur, est généré à un rythme généralement prévisible tant que les conditions environnementales soient connues. Par exemple, la corrosion de l'acier au carbone exposé à l'atmosphère se produit à une vitesse variant de quelques dizaines à quelques centaines de $\mu\text{m}/\text{an}$ en fonction de l'humidité, de la température, de la présence de chlorures et d'autres polluants.

Corrosion uniforme

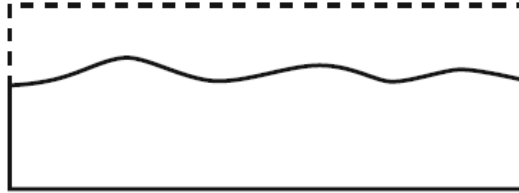


Figure I.3. Aspect morphologique de la corrosion uniforme se produisant sur les métaux [21]

b. Corrosion localisé

La corrosion localisée se produit sur des sections spécifiques d'une surface exposée en raison de deux conditions générales : soit une condition non homogène pour le matériau ou l'environnement, soit une attaque spécifique localisée due à la présence d'espèces agressives [19].

Des conditions non homogènes entraînent :

- Une corrosion galvanique : qui est un phénomène électrochimique qui se produit lorsqu'il y a un contact direct entre deux métaux différents dans un environnement conducteur (Figure I.4). Cela entraîne la corrosion accélérée du métal le moins noble, principalement localisée dans la zone de contact [22].
- Une corrosion intergranulaire : elle se caractérise par son développement au niveau des joints de grains d'un métal ou alliage (Figure I.4). Ce phénomène est attribuable à la formation de précipités au niveau des joints de grains, ce qui entraîne un appauvrissement de certains éléments, dont le rôle est de renforcer la résistance à la corrosion [23]. Par exemple, dans le cas des aciers inoxydables, les carbures de chrome peuvent se précipiter au niveau des joints de grains, induisant ainsi une diminution de la teneur en chrome dans les zones proches des joints.
- Une corrosion cavernueuse : qui, comme son nom l'indique, se produit dans les crevasses telles que les surfaces de contact des métaux ou les

assemblages métalliques (Figure I.4). Dans cette situation, la solution électrolytique stagne et est difficilement renouvelée, ce qui entraîne un appauvrissement en oxygène. Ce phénomène conduit à une acidification locale, initiant ainsi une corrosion à un rythme accéléré [24].

Des attaques localisées ont lieu lorsque des espèces agressives détruisent localement le film passif présent sur une surface métallique, comme dans le cas des aciers inoxydables et de nombreux autres alliages passifs. La morphologie d'une attaque varie de grandes cavités (cratères) à de petits trous d'épingle, appelés piqûres (Figure I.4), présentant souvent des taux de pénétration allant jusqu'à plus de 1 mm/an [19].

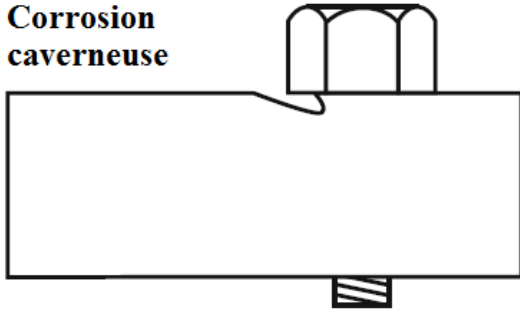
Corrosion galvanique



Corrosion intergranulaire



Corrosion caverneuse



Corrosion par piqûres



Figure I.4. Aspect morphologique des différentes formes de corrosion localisée se produisant sur les métaux [25], [26]

I.3.6 Protection contre la corrosion

La protection contre la corrosion peut se faire de différentes manières, en agissant sur la nature du matériau (choix judicieux, etc.), sur la surface du matériau (revêtement, peinture, traitement de surface, etc.) ou encore sur le milieu environnant (inhibiteurs de corrosion).

a. Choix du matériau

La première idée pour contrer la corrosion est simplement de choisir un matériau qui ne se corrode pas, ou très peu, dans l'environnement considéré. Ce choix peut se faire

en se basant sur les diagrammes d'équilibre électrochimique (diagramme de Pourbaix) qui permettent de déterminer les conditions de corrosion, de passivation ou d'immunité du métal dans un milieu considéré. Le choix doit aussi prendre en compte les contraintes de l'application (la chaleur, capacité à conduire l'électricité, etc.) [27].

b. Conception de la pièce

Dans la conception même de la pièce, il faut s'attacher à éviter les zones de confinement, les contacts entre matériaux différents, et plus généralement, les hétérogénéités [27].

c. Maîtrise de l'environnement

Dans un environnement fermé (circuit d'eau fermé, etc.), il est possible de contrôler de nombreux paramètres ayant une influence sur la corrosion : composition chimique (notamment le pH), température, caractère abrasif, vitesse ou pression du fluide, etc.

Il existe également des produits dits « inhibiteurs de corrosion » pour ces contextes. Ce type d'approche est de fait inapplicable en milieu ouvert.

d. Les inhibiteurs

Les inhibiteurs de corrosion sont des composés chimiques qui, ajoutés à faible concentration au milieu corrosif, ralentissent ou stoppent le processus de corrosion d'un métal placé au contact de ce milieu [28].

Ces dernières peuvent agir en formant une barrière protectrice à la surface du métal ou en modifiant les conditions chimiques du milieu pour réduire la vitesse de corrosion [28], [29].

e. Traitements thermiques ou mécaniques

Ces méthodes visent à modifier les propriétés superficielles des pièces finies, telles que la dureté, la rugosité, la structure cristalline et les contraintes résiduelles, afin de rendre le matériau moins susceptible à la corrosion.

f. Protection cathodique

Cette technique consiste à réduire le potentiel de corrosion du métal à protéger, ce qui le place en position de cathode et ralentit ou empêche ainsi sa dégradation. Deux approches peuvent être utilisées :

- Par courant imposé : une source externe de courant électrique est utilisée pour polariser la surface du métal à protéger, abaissant ainsi son potentiel et le positionnant en cathode [30].
- Par anode sacrificielle : il suffit de fixer une anode sacrificielle (Figure I.5), moins noble, sur la pièce à protéger. Généralement en zinc ou magnésium, cette dernière abaisse le potentiel électrochimique de la pièce à protéger et subit une oxydation préférentielle à sa place [30], [31], [32].



Figure I.5. Protection cathodique des navires par anode sacrificiel de zinc

g. Protection anodique

Une source externe de courant électrique est utilisée pour polariser la surface du métal à protéger, le positionnant ainsi en anode et dans son domaine de passivité. Cela entraîne une oxydation rapide du métal, conduisant à la formation d'une couche d'oxyde protectrice à sa surface qui le préserve de la corrosion (Figure I.6).

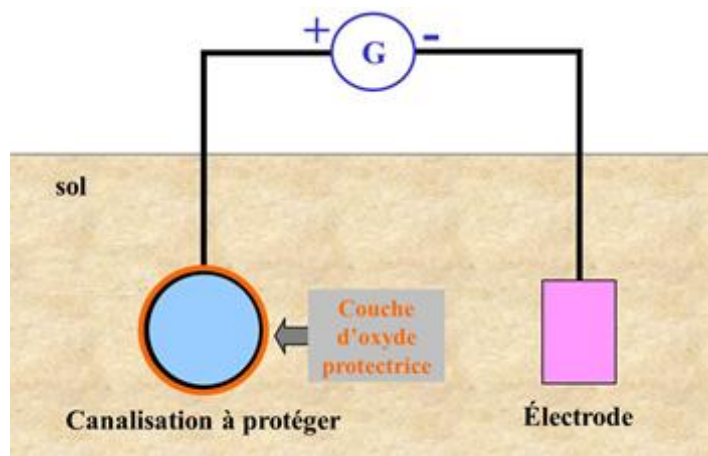


Figure I.6. Protection anodique par courant imposé

h. Les revêtements

La protection contre la corrosion par revêtements consiste à appliquer une barrière physique entre un substrat métallique et un environnement corrosif. Ces revêtements peuvent se présenter sous forme de peintures ou de matières plastiques, céramique ou métalliques.

Les revêtements métalliques sont largement utilisés en raison de leurs nombreuses propriétés mécaniques et physiques. Selon le mode de protection contre la corrosion, ces revêtements se divisent en deux catégories :

- Protection par anode sacrificielle (revêtement anodique) : le métal du revêtement est moins noble que le métal de base. L'exemple le plus répandu est la galvanisation de l'acier, où le zinc agit comme une anode sacrificielle (Figure I.7). Ce processus offre une protection qui associe barrière physique et protection cathodique du métal de base [32].

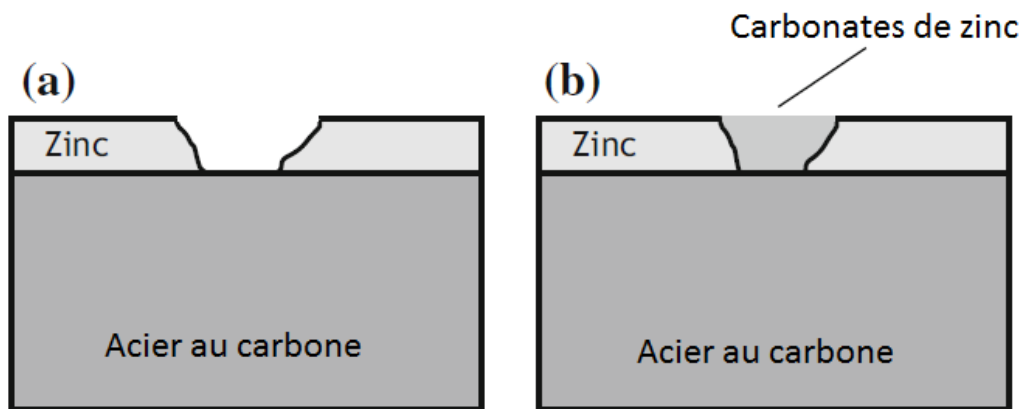


Figure I.7. Effet d'un endommagement sur un revêtement anodique : a. endommagement ; b. étanchéité par les produits de corrosion [33]

- Protection par barrière physique (revêtement cathodique) : le métal du revêtement est plus noble que le métal de base. L'exemple le plus répandu est le chromage de l'acier, où le chrome, étant lui-même non corrosif, assure la protection du substrat en formant une barrière physique contre les agents corrosifs. Cependant, la moindre rayure peut avoir des conséquences catastrophiques, car le substrat devient vulnérable et constituera alors une anode sacrificielle pour le chrome, accélérant considérablement la corrosion localisée du substrat à cet endroit (Figure I.8) [33]. Ce type de revêtement est généralement choisi pour sa capacité à associer une protection contre la corrosion avec d'autres propriétés, telles que la résistance élevée à l'usure offerte par le chrome.

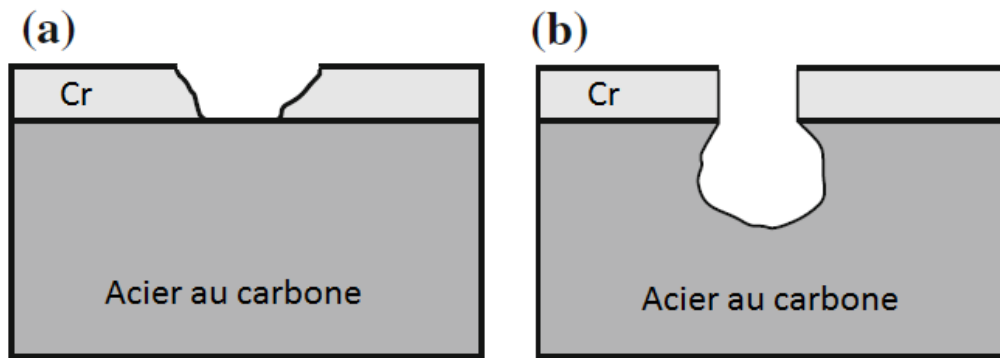


Figure I.8. Effet d'un endommagement dans un revêtement cathodique : a. endommagement ; b. corrosion localisée du substrat [33]

I.4 Chromage

I.4.1 Généralité

Le chromage est un procédé de revêtement par électrolyse permettant de déposer du chrome métallique (Cr) sur les surfaces à traiter pour leur conférer les propriétés de ce métal. On distingue deux applications importantes : le chromage décoratif et le chromage dur, pour lesquelles la couche déposée ne diffère essentiellement que par son épaisseur.

- Le chromage décoratif, caractérisé par une épaisseur inférieure à 8 μm , a pour but d'améliorer l'aspect esthétique des pièces en leur conférant un fini brillant qui peut être entretenu pendant de longues années. Les chromes brillants des automobiles et motos d'antan (Figure I.9.a), toujours visibles à l'heure actuelle, en sont un témoignage [34], [35].
- Le chromage dur, caractérisé par une épaisseur supérieure à 8 μm , trouve son utilité dans les applications mécaniques où les conditions sont sévères, comme revêtement anti-usure et anti-corrosion. Il permet ainsi d'augmenter la durée de vie et la fiabilité des composants. Il est très utilisé pour les pièces en rotation ou translation (Figure I.9.b), telles que les vérins des appareillages mécaniques (appareils de levage ou engins de travaux publics...) [34], [35].

De nombreux secteurs industriels, tels que l'aéronautique, l'automobile et la construction, recourent au chromage afin d'améliorer les performances de leurs pièces.

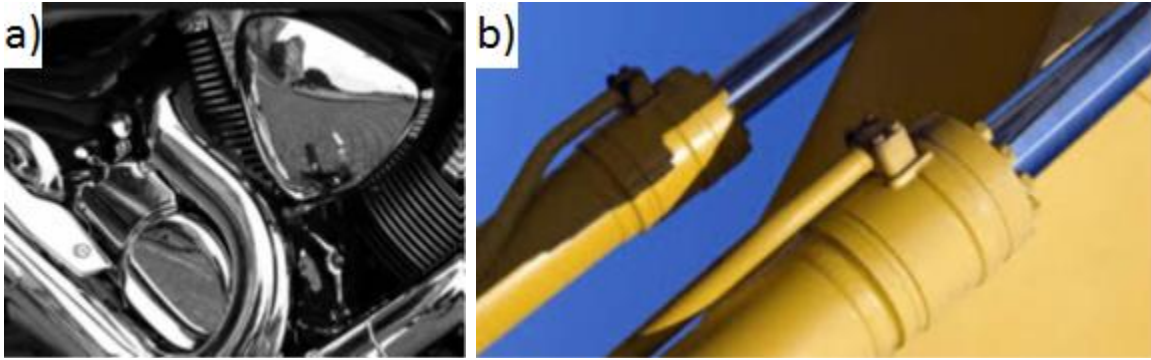


Figure I.9. Revêtement de chrome : a. décoratif sur une moto ; b. dur sur un vérin hydraulique [36]

I.4.2 Propriété du chrome

- **Electrochimique** : le chrome se passive très facilement en milieu oxydant par création à la surface d'une couche d'oxydes ou d'hydroxydes insolubles. Cette faculté explique le comportement du chrome qui est à la fois attaquable en milieu acide (considéré comme réducteur pour le chrome), et qui résiste bien à la corrosion en milieu neutre, basique (considéré comme oxydant pour le chrome). Ce métal est connu pour son comportement noble par rapport à de nombreux autres métaux [37], [38].
- **Mécanique** : la caractéristique essentielle de ce matériau est sa dureté élevée et son coefficient de frottement bas (qui dépend des conditions de température, force appliquée, nature du lubrifiant et l'antagoniste dans lequel il est mesuré), comparativement à d'autres métaux [37], [39].

I.4.3 Applications

Le chromage est principalement utilisé pour bénéficier de plusieurs de ses propriétés. Le Tableau I.3 regroupe la répartition de ses usages, mettant en évidence les principales applications pour lesquelles il est sollicité.

Tableau I.3. Répartition de l'utilisation du chromage [34]

Fonction	Pourcentage du total
Anti usure (frottement, abrasion, érosion)	53
Anti corrosion	22
Amélioration des caractéristiques de glissement	11

Amélioration de l'aspect	8
Autres (isolation, propriétés optiques, ...)	6

I.4.4 L'électrodéposition du chrome

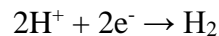
a. Principe

L'électrodéposition, également appelée galvanoplastie, est un procédé d'obtention d'un dépôt métallique sur une surface conductrice par électrolyse. Dans ce processus, le métal à déposer est présent sous forme de cations en solution dans un solvant (généralement l'eau), en présence d'additifs jouant un rôle important dans l'efficacité du procédé. Ce milieu est communément appelé bain électrolytique.

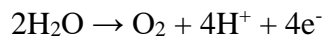
L'électrodéposition se produit lorsqu'on fait circuler un courant électrique entre deux électrodes, à savoir la cathode et l'anode, immergées dans un bain électrolytique d'une cellule d'électrolyse (Figure I.10). Dans ce contexte, la pièce à revêtir constitue la cathode qui est le siège des réactions de réduction métallique entraînant le dépôt du métal, ainsi que la réduction des ions H^+ générant un dégagement d'hydrogène [34], [40], [41]. De l'autre côté, l'anode, généralement en matériaux inertes comme le graphite ou le platine, est le siège de réactions d'oxydation.

Les réactions globales aux électrodes peuvent être schématisées comme suit :

- A la cathode [34], [40]:



- A l'anode [34], [40]:



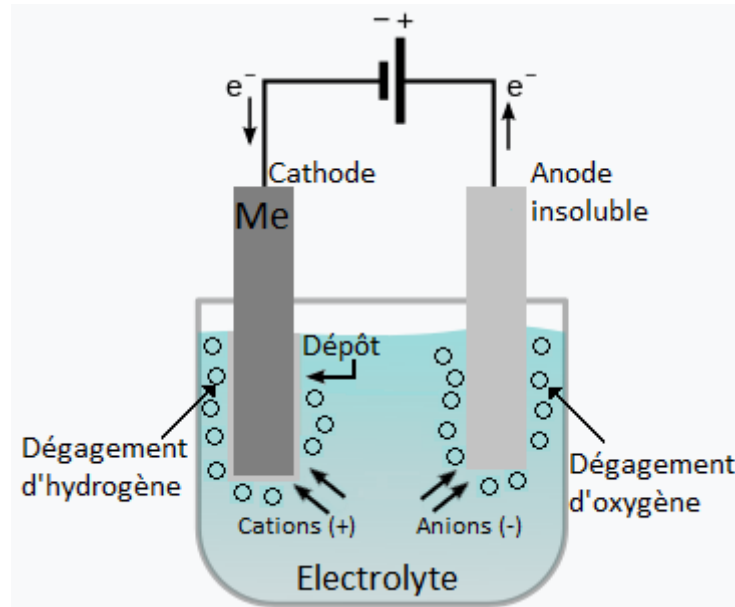


Figure I.10. Schéma du principe de l'électrodéposition [40], [41]

Avant de procéder à l'électrodéposition, il est nécessaire de nettoyer les surfaces des pièces à revêtir pour qu'elles soient aptes à recevoir le dépôt.

La vitesse de dépôt est directement liée à la densité du courant et à la composition du bain, qui ont une influence importante sur la microstructure et la composition des dépôts obtenus [42].

b. Bain de chromage

La nature du dépôt dépend principalement de la composition du bain électrolytique nécessaire pour sa stabilité et son bon fonctionnement. L'électrodéposition du chrome peut être réalisée à partir de solutions dans lesquelles le chrome est au degré d'oxydation six (Cr^{6+}), dit hexavalent, ou trois (Cr^{3+}), dit trivalent.

- Chrome hexavalent

De manière générale, industriellement, le chromage des pièces est réalisé au moyen de solutions dans lesquelles le chrome est au degré d'oxydation six. À ce degré d'oxydation, le chrome est toxique et cancérigène [43], [44]. Cependant, il est plus efficace pour l'obtention de dépôts épais ou pour traiter des formes complexes.

Les ions de chrome hexavalent sont générés à partir du trioxyde de chrome CrO_3 [45]. La réduction à l'état métallique du chrome hexavalent par électrolyse ne se réalise qu'en présence d'ions catalyseurs tels que SO_4^{2-} généré à partir d'acide sulfurique (H_2SO_4).

- Chrome trivalent

L'électrodéposition du chrome à partir des bains de chrome trivalent a été développée principalement dans le but de substituer les bains de chrome hexavalent, en raison de la toxicité de ce dernier pour l'environnement et la santé humaine. Par ailleurs, plusieurs inconvénients liés au chromage avec des solutions de chrome trivalent ont limité son déploiement à grande échelle, notamment :

- La limitation de l'épaisseur de dépôt qui ne dépasse pas 20 μm et qui ne peut pas, en conséquence, être employée pour la plupart des applications de chromage dur [46], [47] ;
- La résistance à la corrosion est inférieure, à épaisseur égale, à celle des dépôts obtenus en chrome hexavalent ;
- La vitesse d'usure du dépôt est trois à quatre fois supérieure à celle des dépôts obtenus en chrome hexavalent ;
- Le fort dégagement d'hydrogène gazeux à la surface de la cathode qui peut fragiliser le substrat et diminuer sa résistance à la fatigue ;
- La forte présence de microfissures dans le dépôt [48] ;
- L'aspect en tant que couleur des dépôts est plus sombre et moins bleuté que l'aspect habituel du chrome hexavalent ;
- Sensibilité à la présence d'ions Cr^{6+} obtenus lors de l'oxydation du Cr^{3+} auprès de l'anode [49], [50].

Les ions de chrome trivalent sont générés principalement à partir de chlorures de chrome trivalent CrCl_3 ou de sulfate de chrome trivalent $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ [51], [52]. Les bains électrolytiques de chrome trivalent sont généralement additionnés de sels conducteurs (NaCl, KCl), d'agents tampons (généralement l'acide borique), d'agents complexant (généralement les formiates) et éventuellement d'additifs organiques [51].

c. Influence des paramètres de l'électrolyse

L'obtention d'un dépôt uniforme et de bonne qualité dépend de plusieurs paramètres de l'électrolyse, y compris la concentration des composants de la solution électrolytique. Par conséquent, il est essentiel d'étudier l'effet de chaque paramètre sur la qualité du dépôt et de faire le choix des conditions optimales pour garantir des résultats satisfaisants.

- Température du bain

La température est un paramètre essentiel pour le bon fonctionnement du bain électrolytique, elle porte une influence considérable sur la nature et la qualité du dépôt. Un contrôle continu de ce paramètre est essentiel pour garantir la performance du processus.

Le principal avantage d'une élévation de la température réside dans l'accroissement de la mobilité et de la diffusion des ions, provoqué par la réduction de la viscosité. De plus, elle contribue à réduire les contraintes internes dans le revêtement [53]. Toutefois, un excès de température conduit inévitablement à une microstructure grossière non souhaitée [54]. Un écart de plus de 5 °C par rapport à la température optimale peut altérer la qualité du dépôt et d'autres propriétés [55].

Yang et al. [56] ont montré que l'augmentation de la température du bain au-delà de 35 °C diminue la dureté du dépôt de Cr-Ni, principalement en raison de la baisse de la teneur en chrome et de l'augmentation de la taille des grains du dépôt.

- Densité de courant

La densité de courant est un paramètre essentiel dans l'électrolyse, elle est directement liée à la vitesse de formation des dépôts. Son augmentation entraîne un accroissement dans la réduction des ions métalliques par unité de surface à la cathode. Toutefois, une augmentation excessive de ce paramètre favorise davantage le dégagement d'hydrogène à la cathode, entraînant une fragilisation du substrat et la formation de dépôts pulvérulents moins adhérents, ainsi que l'apparition de contraintes internes dans le dépôt [53], [57], [58].

Le choix de la densité de courant est aussi fonction de la température du bain et des propriétés du dépôt souhaité (Figure I.11). Par conséquent, il est essentiel de travailler dans des conditions optimales pour garantir la qualité des dépôts.

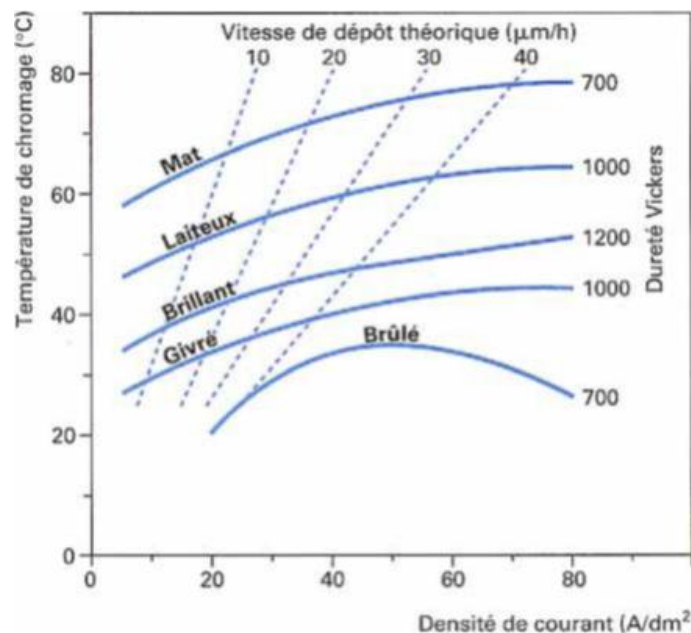


Figure I.11. Variation des caractéristiques des dépôts en fonction des paramètres de chromage pour un bain standard (250g/l CrO₃ et 2,5g/l H₂SO₄) [59]

- Agitation du bain

Au cours de l'électrodéposition, la concentration de l'électrolyte au niveau de la cathode diminue. Afin d'homogénéiser les concentrations et d'assurer ainsi un dépôt continu et uniforme, il est indispensable de maintenir une agitation constante du bain.

Cette agitation a également pour effet d'éliminer les bulles de gaz formées à la surface de l'électrode, lesquelles sont responsables d'une mauvaise adhérence et de l'apparition de piqûres sur le dépôt.

I.4.5 Méthodes de mesure de l'épaisseur du dépôt

a. Méthode basée sur la différence de poids

La méthode de différence de masse est très répandue et permet une précision suffisante pour calculer l'épaisseur de la couche de chrome déposée.

G. Qiu et al. [60] ont adopté cette formule dans leur étude sur l'électrodéposition de chrome nanocristallin à partir d'un bain de chrome trivalent.

$$\Delta m = m_2 - m_1$$

$$e = \frac{\Delta m}{S \times \rho} \times 10^4$$

Où :

Δm : différence de masse de la pièce avant et après dépôt en (g) ;

e : épaisseur de dépôt, en micromètre (μm) ;

S : surface à revêtir en (cm^2) ;

ρ : masse volumique du métal à déposer ; $\rho(\text{Cr})=7,2 \text{ g/cm}^3$.

b. Méthode par induction magnétique

La méthode par induction magnétique est employée pour mesurer l'épaisseur des revêtements non magnétiques sur des substrats ferromagnétiques. Ces revêtements peuvent être des isolants électriques tels que la peinture ou le plastique, ainsi que des métaux non magnétiques comme le zinc, le chrome, le cuivre, le laiton, le bronze, l'aluminium et le titane, appliqués sur du fer ou de l'acier.

Cette méthode est souvent utilisée pour des mesures rapides d'épaisseurs de revêtements. Elle implique simplement l'application de la sonde sur la surface du revêtement à mesurer, comme illustré dans la Figure I.12. Il est essentiel que le point de mesure soit propre et sec, étant donné qu'il s'agit d'une méthode à contact. La plage de mesure s'étend du micromètre à quelques millimètres. Un étalonnage doit être réalisé si une bonne précision (jusqu'à 1 %) est souhaitée.

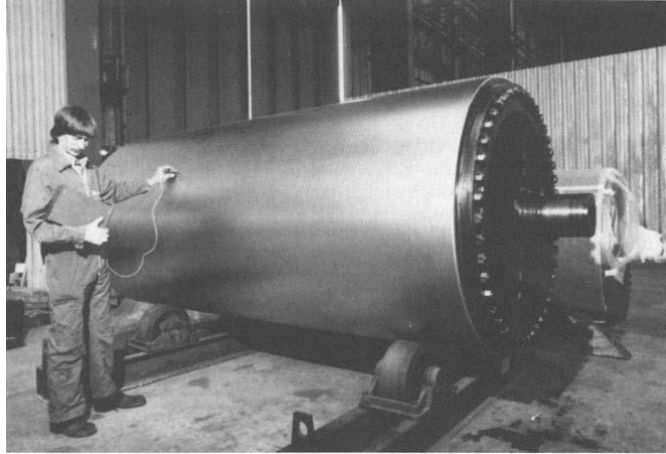


Figure I.12. Contrôle de l'épaisseur du revêtement de chrome dur sur un rouleau de laminage en acier [61]

I.4.6 Problématique

Malgré les multiples atouts associés aux dépôts de chrome, quelques désagréments viennent diminuer cette panoplie d'avantages. En effet, de manière générale, tous les dépôts de chrome présentent des microfissures [34], [61]. La Figure I.13 montre un dépôt d'une épaisseur de 70 μm obtenu avec des solutions standards de chrome hexavalent. La Figure I.13.a présente l'aspect de la surface où l'on distingue nettement les fissurations. Le taux de fissuration doit être quantifié sur une coupe polie (Figure I.13.b) et est exprimé en nombre de fissures par unité de longueur [34].

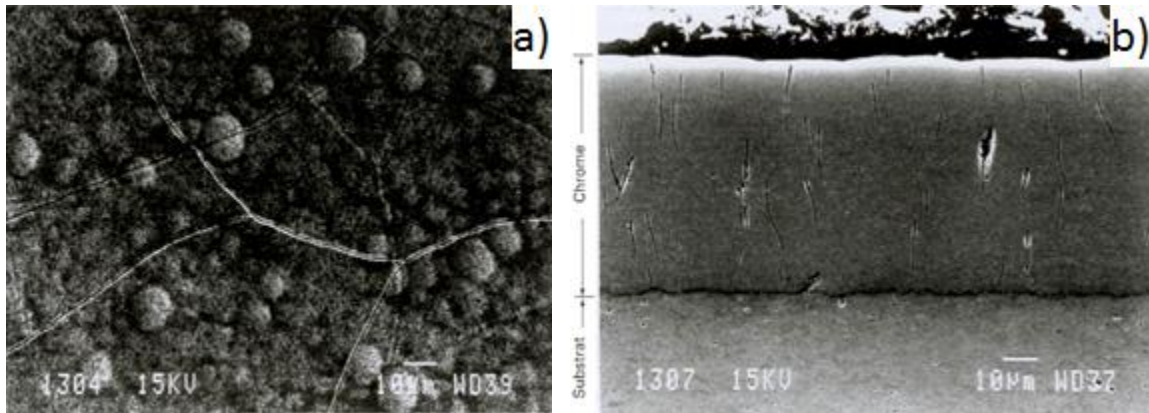


Figure I.13. Mise en évidence des fissurations sur un dépôts de chrome dur et épais obtenus à partir de chrome hexavalent : a. aspect de surface ; b. section [34]

Un autre point à prendre en compte est le dégagement d'hydrogène à la cathode pendant le chromage, phénomène responsable de la fragilisation du substrat et de la diminution de sa résistance à la fatigue. Ainsi, il est souvent indispensable d'appliquer un traitement mécanique de surface préalable au chromage, tel que le grenailage de précontrainte ou le brunissage, pour remédier à cette problématique [62], [63].

Un aspect supplémentaire à prendre en considération est la nécessité pour le substrat de ne pas présenter une trop faible dureté par rapport au revêtement de chrome. Dans le cas contraire, les pièces revêtues pourraient rencontrer des difficultés à résister aux chocs ou aux fortes pressions. Cette problématique est particulièrement observable lors du chromage de l'aluminium, une opération souvent réalisée dans le but de réduire la friction.

Il est toutefois utile de préciser que depuis de nombreuses années, l'utilisation de chrome hexavalent pour le chromage, produit réputé toxique, est mis sous haute surveillance en raison de son impact environnemental [44].

I.5 Intégrité de surface

Les performances des composants mécaniques, en termes de corrosion et d'adhérence des revêtements, sont étroitement liées à l'intégrité de surface.

L'intégrité de surface se définit par les caractéristiques intrinsèques d'une surface obtenue par un procédé d'usinage ou de mise en forme. Elle comporte plusieurs aspects [64]:

- Caractéristiques topographiques (rugosité, géométrie, ...).
- Caractéristiques mécaniques de la couche superficielle (dureté, contraintes résiduelles, ...).

- Caractéristiques métallurgiques de la couche superficielle (structure cristalline, phases, taille de grains, ...).

I.5.1 Caractéristiques topographiques

La topographie de surface désigne l'ensemble des irrégularités présentes sur la surface. Ces irrégularités sont le résultat des procédés de fabrication et influencent directement les propriétés fonctionnelles de la pièce.

Sur la surface, les irrégularités peuvent être classées en 3 types, illustrés sur la Figure I.14 [65]:

- Irrégularités de forme (défauts macroscopiques) : ce sont des écarts par rapport à la forme idéale de la pièce, souvent visibles à l'œil nu. Ils peuvent inclure des défauts tels que la planéité, la cylindricité, le parallélisme ou la perpendicularité. Ces défauts sont généralement introduits lors des processus de fabrication.
- Irrégularité d'ondulation (défauts microscopiques) : les ondulations sont des variations de la surface qui sont plus grandes que la rugosité. Elles sont souvent dues aux vibrations des machines d'usinage ou aux processus de fabrication comme le laminage. Les ondulations sont caractérisées par des longueurs d'onde intermédiaires entre celles des défauts de forme et de rugosité.
- Irrégularité de rugosité (défauts microscopiques) : la rugosité fait référence aux petites imperfections de la surface dues à l'usinage ou à la finition de la pièce. Elle est caractérisée par des irrégularités de petite échelle, souvent de l'ordre du micromètre.

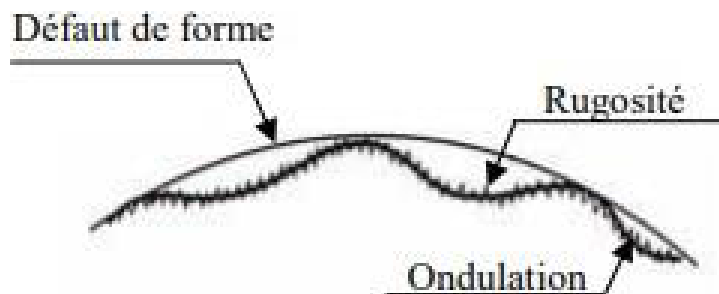


Figure I.14. Différents défauts de surface [65]

Les irrégularités de rugosité sont définies par rapport à une ligne "moyenne" et se divisent en deux catégories : les aspérités ou "pics" et les cavités ou "creux", illustrées sur la Figure I.15. L'ensemble de ces aspérités et cavités constitue la rugosité de surface.

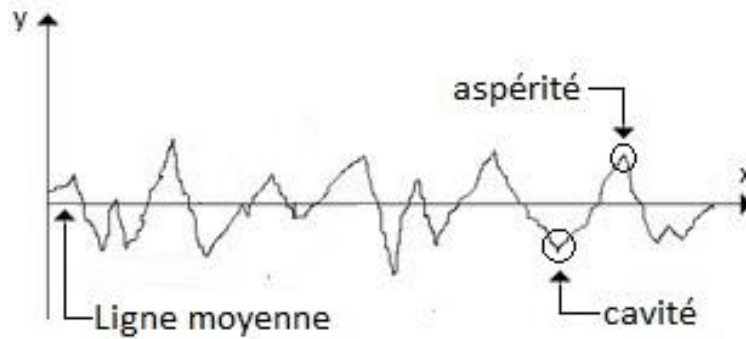


Figure I.15. Schéma représentatif du profil de rugosité [66]

La rugosité d'une surface donnée peut être déterminée par la mesure d'un certain nombre de paramètres correspondant soit à des profils "2D" ou à une topographie de surface "3D" [67].

Dans cette étude, nous avons choisi certains paramètres qui, selon la littérature, permettent de bien décrire la rugosité.

a. Hauteur moyenne arithmétique du profil "Ra"

C'est la moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts du profil par rapport à la ligne moyenne, comme illustrée sur la Figure I.16 [67]. Ce paramètre est largement utilisé dans l'industrie pour évaluer l'état de surface, car il fournit des résultats stables, peu affectés par les rayures et le bruit de mesure.

$$Ra = \frac{1}{l} \int_0^l |z(x)| dx$$

Toutefois, il n'est pas toujours le plus approprié. En effet, les surfaces peuvent présenter des aspects très différents tout en ayant une valeur "Ra" identique.

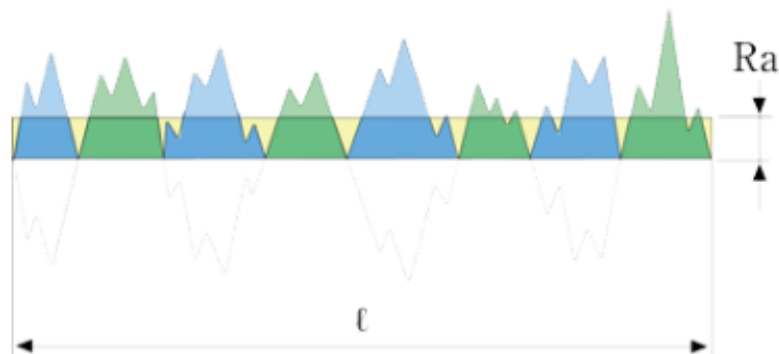


Figure I.16 Hauteur moyenne arithmétique du profil "Ra"

b. Hauteur maximale du profil "Rz"

Le paramètre Rz se réfère à la rugosité maximale d'une surface. Il est défini comme la somme de la valeur absolue de la hauteur maximale d'une crête "Pi" et de la profondeur maximale d'une cavité "Vi" par rapport à la ligne moyenne, comme illustré sur la Figure I.17.

Bien que cette mesure soit couramment utilisée, il convient de noter que la hauteur maximale peut être significativement influencée par les rayures et les bruits de mesure.

$$Rz = \frac{(|P_1| + |V_1|) + (|P_2| + |V_2|) + \dots + (|P_n| + |V_n|)}{n}$$

À noter que "n" représente le nombre de divisions du profil d'évaluation en composantes, basées sur la longueur de l'échantillonnage.

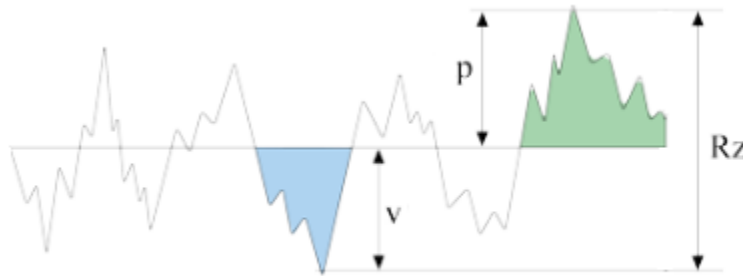


Figure I.17. Hauteur maximale du profil "Rz"

I.5.2 Caractéristiques mécaniques

a. Dureté

La dureté d'un matériau est sa capacité à résister à la pénétration et à la déformation permanente, généralement causées par pénétration ou rayure [66]. Cette propriété est mesurée au moyen de divers essais, adaptés selon le matériau considéré, tels que les essais de dureté Brinell, Vickers ou Rockwell, chacun utilisant des méthodes et des échelles différentes pour quantifier la résistance du matériau.

Le principe est toujours identique : un pénétrateur (cône ou sphère) est enfoncé à la surface du matériau à tester avec une force connue pendant un temps donné. Les dimensions de l'empreinte ainsi créée sont mesurées pour en déduire la dureté du matériau [66]. Une empreinte plus petite indique un matériau plus dur.

En pratique, les essais de dureté sont catégorisés en macro et micro dureté. La macro-dureté concerne les essais avec des charges supérieures à 1 kg, tandis que la micro-dureté implique des charges de 1 kg ou moins. Cette dernière est souvent utilisée pour évaluer la dureté des couches superficielles ou des revêtements.

Le domaine de la nano-dureté est apparu dans les années 80, impliquant des charges appliquées inférieures à 1 gf. Cette technique est particulièrement intéressante dans le contexte des films minces [68].

L'objectif de la mesure de dureté est d'évaluer l'efficacité d'un traitement ou de déterminer l'adéquation d'un matériau à une application donnée. De plus, la mesure de la dureté peut fournir des informations sur d'autres propriétés du matériau.

En raison de sa facilité d'utilisation, le test de dureté est devenu la méthode d'inspection la plus couramment utilisée pour les métaux et alliages destinés à des applications mécaniques.

b. Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont des tensions internes qui subsistent dans un matériau après le retrait d'une contrainte externe. Elles résultent généralement d'une hétérogénéité de déformation introduite dans la structure [69].

Les traitements de mise en précontrainte visent à introduire des contraintes de compression dans une couche superficielle d'épaisseur plus ou moins importante. La mise en compression des couches superficielles a toujours pour origine un allongement irréversible de ces couches, incompatible avec le reste de la pièce qui demeure soit non déformée, soit peu déformée (Figure I.18) [70].

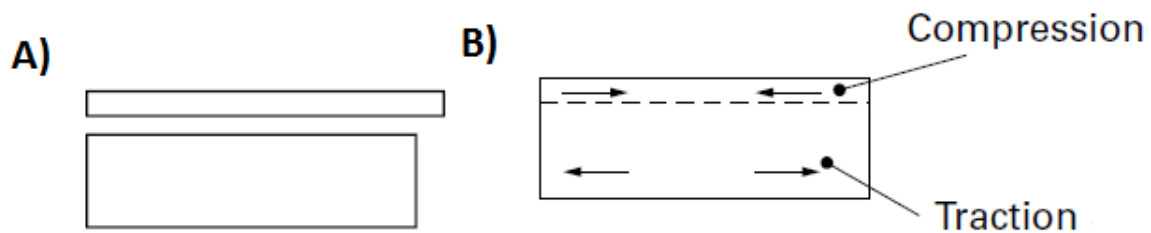


Figure I.18. a. Allongement plastique de la surface non liée au cœur ; b. Allongement plastique de la surface liée au cœur [70]

L'objectif de l'introduction d'un champ de contraintes résiduelles est d'améliorer essentiellement la tenue à la fatigue des pièces et des structures, tant dans le domaine de la construction mécanique que dans celui de la construction métallique. De plus, ces

contraintes sont également exploitées pour augmenter la résistance à la corrosion et à l'usure, elles contribuent aussi à prévenir les phénomènes d'écaillage et de fissuration.

Le Tableau I.4 regroupe les traitements de précontrainte selon le type de traitement.

Tableau I.4. Traitements de précontraintes [70]

Type de traitement	Origines principales des contraintes	Noms des traitements
Mécanique	Déformation plastique locale	Sablage, grenailage, galetage, etc.
Thermique	Dilatation différentielle	Trempe et trempe superficielle
Thermochimique	Diffusion et dilatation différentielle	Cémentation, carbonitruration, nitruration, etc.

I.6 Traitements mécaniques de surface

I.6.1 Introduction

Pour améliorer les performances d'une surface, sans affecter les propriétés du cœur du matériau, deux techniques sont généralement utilisées : les traitements de surface et l'application des revêtements. Le choix du traitement de surface approprié n'est pas un sujet assez évident. En effet, la pertinence d'un traitement de surface doit prendre en compte divers aspects, notamment les propriétés et la composition du matériau.

Les traitements mécaniques de surface sont largement utilisés dans l'industrie en raison de leur coût d'utilisation généralement bas. Ils consistent en des procédés basés sur la déformation plastique hétérogène de la surface, entraînant ainsi un durcissement superficiel et la génération de contraintes résiduelles de compression le long de la profondeur de la zone affectée [71]. Ces changements confèrent au matériau un avantage significatif, renforçant ainsi ses propriétés face aux sollicitations telles que la fatigue, l'usure et la corrosion.

I.6.2 Brunissage

Le brunissage est un procédé de finition très utilisé en raison de sa forte productivité et de sa facilité de mise en œuvre (Figure I.19). Comparé aux procédés conventionnels de finition par abrasion, il permet une économie de matière significative [67].



Figure 1.19. Procédé de brunissage à bille [72]

Le principe de ce procédé repose sur l'application d'une pression sur les crêtes de rugosité à l'aide d'une bille, comme illustré dans la Figure I.20. Cette action induit une déformation plastique du matériau et bouche les creux au fur et à mesure de la progression de l'outil. Par conséquent, en plus d'améliorer la dureté superficielle et d'introduire des contraintes résiduelles de compression, le brunissage se distingue des autres procédés de traitements mécaniques de surface par sa capacité à améliorer l'état de surface des pièces traitées.

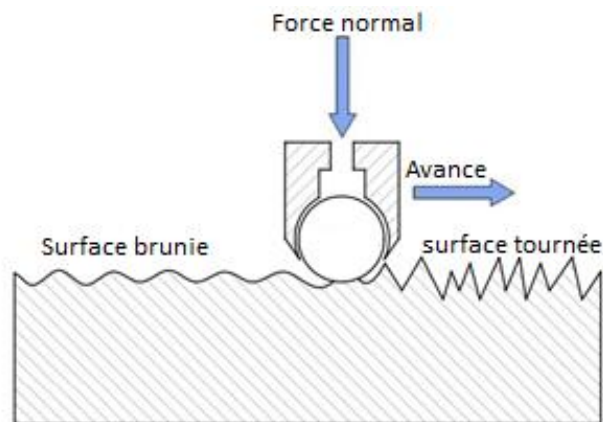


Figure I.20. Schéma du principe du brunissage à bille

Cependant, l'efficacité de ce traitement est conditionnée par deux points à prendre en compte :

- La capacité du matériau à subir une déformation plastique : il est généralement recommandé que l'allongement du matériau soit d'au moins 5 % [73]. D'autres recommandations spécifient que la résistance à la rupture et la dureté du matériau doivent respectivement être inférieures à 1400 MPa et 45 HRC pour que le matériau soit déformable par brunissage [73];
- L'optimisation des paramètres de brunissage : la charge appliquée, le diamètre de la bille, l'avance, la vitesse de rotation et le nombre de passes doivent être ajustés en fonction des caractéristiques du matériau à traiter et des résultats recherchés.

a. Effet du brunissage sur la rugosité

La rugosité est le premier facteur fortement affecté par le brunissage. Différents travaux ont montré cet effet.

Cagan et al. [74] ont utilisé la méthode de Taguchi afin d'évaluer l'effet des paramètres de brunissage à bille et du milieu utilisé sur la rugosité de l'alliage de magnésium AZ91D. L'analyse de la variance (ANOVA) a indiqué que la force est le paramètre le plus influent sur la rugosité de surface. Une force plus élevée (400 N), associée à une faible vitesse d'avance (0.05 mm/min) et trois passes, permet une diminution maximale de la rugosité. Les meilleures valeurs de rugosité ont été générées en utilisant l'huile de bore comme environnement.

Attabi et al. [75] ont mené une étude portant sur le procédé de brunissage à bille appliqué à l'acier inoxydable AISI 316L en utilisant la méthode de Box Behnken. Leurs travaux ont montré une amélioration de la rugosité de surface "Ra" de plus de 90% en utilisant une bille de taille moyenne, une faible avance et une charge de brunissage élevée, avec trois passes.

Laouar et al. [76] ont expérimenté le brunissage sur l'acier XC48 afin d'améliorer l'état de surface. Les résultats obtenus ont montré une amélioration de 50% à 83% de la rugosité Ra. Les auteurs ont souligné l'importance du choix des variables pour chaque paramètre. En effet, l'utilisation du plan d'expérience de Box-Behnken a permis de déterminer que des valeurs moyennes de l'avance ($f = 0,091 \text{ mm/tr}$) et de la force ($P_y = 120 \text{ N}$), ainsi qu'une bille de grand rayon ($r = 3 \text{ mm}$), sont recommandées pour une réduction maximale de la rugosité Ra.

Une étude de Hassan [77] a montré que le brunissage de l'aluminium entraîne une diminution de la rugosité Ra lorsque la force de brunissage et le nombre de passes sont augmentés. De même, il a également étudié le laiton [78] et a confirmé ce résultat.

Gharbi et al. [79] ont utilisé la méthode de Taguchi pour étudier l'effet de la vitesse de rotation, de la force et de l'avance de brunissage sur la rugosité Ra d'une surface plane en acier AISI 1010. Les résultats ont montré qu'une force de brunissage excédant les 400 N entraîne un écaillage de la surface. Les paramètres de brunissage optimaux pour les plaques d'acier étaient une combinaison d'une vitesse de rotation de 235 tr/min, d'une force de 400 N et d'une avance de 0,18 mm/tr. En appliquant ces paramètres, la rugosité de surface Ra a été améliorée de 49%, passant de Ra = 2,48 à Ra = 1,75 μm .

L'étude menée par Li et al. [80] a porté sur le brunissage des alliages AISI 5140 et AA 7075, en prenant en compte divers paramètres. Leur analyse a mis en évidence que la force de brunissage constitue le paramètre le plus déterminant dans la réduction de la rugosité. Cette dernière, évaluée par l'indicateur Rz (hauteur maximale du profil), a enregistré une baisse de 25 %. En outre, les auteurs ont proposé une expression décrivant la relation entre la rugosité Rz et la force appliquée.

Bourebia et al. [81] ont utilisé l'approche fractale pour évaluer l'effet du brunissage sur l'état de surface d'un alliage d'aluminium. En utilisant le plan d'expérience de Box-Behnken, ils ont pu conclure que le diamètre de la bille est le facteur le plus influent sur la dimension fractale, et par conséquent, sur l'état de la surface. En adoptant le régime optimal (bille de diamètre 13,5 mm ; charge de 50 N ; avance de 0,22 mm/tr) combiné avec 3 passes, les auteurs ont observé la diminution la plus importante de la rugosité Ra, passant de 1,06 μm pour la surface usinée à 0,27 μm pour la brunie.

b. Effet du brunissage sur la micro-dureté

Nguyen et al. [82] ont optimisé les paramètres de brunissage appliqués à l'acier H13 sur une fraiseuse. Les résultats ont révélé une augmentation de la dureté Brinell de 29.61% en utilisant une fréquence de rotation de 719 tr/min, une avance de 431 mm/min, une profondeur de pénétration de 0.12 mm.

Bourebia et al. [83] ont mené une étude expérimentale sur l'acier S355JR soumis au brunissage à bille. Les résultats ont montré une augmentation de la microdureté en surface de 30,46 % lors de l'application d'une force de 10 kgf et 3 passes. Il a été constaté que le nombre de passes est le paramètre le plus influent sur la dureté Hv.

L'étude menée par El tayeb et al. [84] s'est concentrée sur l'analyse des paramètres de brunissage en vue d'accroître la dureté de l'alliage d'aluminium 6061. Leurs résultats ont montré que le brunissage à une vitesse de 110 tr/min engendre la plus importante amélioration de la dureté, avec une augmentation de 39 %. De plus, ils ont observé qu'une bille de faible diamètre conduit à un durcissement de la surface, indépendamment de la force et de la vitesse appliquées.

Revankar et al. [85] ont trouvé que l'optimisation du brunissage du Ti-6Al-4V par la méthode de Taguchi permet une augmentation significative de la microdureté, atteignant jusqu'à 17 %. De plus, ils ont souligné l'effet significatif de la force de brunissage et le nombre de passes sur la microdureté.

L'étude menée par Hamadache et al. [86] visait à optimiser le processus de brunissage afin de maximiser la dureté de l'alliage 36CrNiMo6. Leurs résultats ont montré une augmentation de la dureté, passant de 66,35 HRA à 71,3 HRA. Les observations métallographiques et les mesures de micro-dureté ont révélé une déformation plastique pouvant atteindre 100 μm de pénétration. L'analyse des résultats a montré que la force de brunissage, le rayon de la bille et le nombre de passes de l'outil de brunissage sont les paramètres ayant les effets les plus significatifs sur la dureté HRA.

Gharbi et al. [87] ont souligné l'effet du brunissage sur la dureté superficielle des plaques d'acier AISI 1010, mettant en évidence l'influence prédominante de la force, suivie de la vitesse, et dans une moindre mesure, de l'avance. Un modèle de prédiction de second ordre a été développé pour déterminer le régime optimal visant à maximiser la dureté. Selon cette étude, la dureté de l'acier passe de 59 à 65,5 HRB, à condition que la force n'excède pas 400 N ; au-delà de cette valeur, un phénomène d'écaillage du métal se produira. Il est cependant à noter que l'augmentation de la force de brunissage entraîne une augmentation de la profondeur de la couche durcie.

c. Effet du brunissage sur les contraintes résiduelles

Dans l'étude menée par Rodríguez et al. [88], la surface de l'acier AISI 1045 subit une déformation qui est ensuite caractérisée par des mesures aux rayons X afin de quantifier les contraintes résiduelles qui en résultent. Les auteurs ont observé qu'après l'opération de tournage, des contraintes résiduelles de traction sont présentes à la surface. Cependant, le processus de brunissage les a transformées en contraintes résiduelles de compression, se développant jusqu'à une profondeur de 1 mm.

Abrão et al. [89] ont remarqué que l'acier AISI 1060 répond positivement au brunissage. En effet, des contraintes résiduelles de compression sont produites à l'extrême de la surface. Ces contraintes augmentent proportionnellement à la pression appliquée, atteignant jusqu'à -1730 MPa avec une pression de 300 bars et trois passes de brunissage.

Chomienne et al. [90] ont étudié l'effet des paramètres de brunissage sur les profils de contraintes résiduelles d'un acier inoxydable martensitique 15-5PH. Leurs résultats mettent en évidence que le brunissage induit une couche compressive intense d'une profondeur de 0,3 mm. Parmi les différents paramètres étudiés, il a été constaté que la force normale exerce l'effet le plus significatif sur l'épaisseur de la couche affectée, tandis que la

vitesse de rotation, l'avance et le nombre de passes ont une influence limitée sur les profils des contraintes résiduelles.

García-Granada et al. [91] ont entrepris une étude portant sur l'acier AISI 1038 et l'alliage d'aluminium AA2017-T4II afin d'évaluer l'effet du brunissage sur les contraintes résiduelles. Les résultats obtenus à travers deux méthodes de mesure distinctes, confirment que le brunissage engendre des contraintes résiduelles de compression jusqu'à une profondeur de 0,5 mm.

Salahshoor et al. [92] ont affirmé que le brunissage d'un alliage Magnésium-Calcium (Mg-Ca), utilisé dans l'industrie biomédicale, confère à ce dernier une meilleure intégrité de surface. Cette amélioration se caractérise par des contraintes résiduelles de compression élevées, un écrouissage prolongé, ainsi qu'un changement de granulométrie sur une profondeur conséquente de la surface.

d. Effet du brunissage sur la corrosion

Saldaña-Robles et al. [93] ont réalisé une étude portant sur l'effet du brunissage à billes sur la rugosité, la dureté et la résistance à la corrosion de l'acier AISI 1045. Leurs résultats ont révélé une amélioration significative de 83 % pour la rugosité Ra et de 14 % pour la dureté HB. L'analyse statistique a révélé la force de brunissage comme le facteur le plus influent sur ces propriétés. De plus, l'échantillon bruni a montré une résistance à la corrosion 12 fois supérieure à celle de l'échantillon usiné, amélioration attribuée à l'affinement du grain induit par ce procédé.

Kovács et al. [94] ont utilisé la méthode de Taguchi afin d'évaluer l'effet du brunissage à billes sur la résistance à la corrosion de l'acier C45. Leur étude a révélé que la rugosité de la surface avant brunissage est le paramètre le plus significatif sur la corrosion, soulignant que l'amélioration de la résistance à la corrosion est directement liée à une faible rugosité.

Denkena et al. [95] précisent que les contraintes résiduelles élevées de compression, générées par brunissage à bille, ont significativement réduit la vitesse de corrosion de l'alliage de magnésium MgCa3.0.

Santos et al. [96] ont fourni une vue d'ensemble des plus récents procédés de traitement mécanique de surface appliqués sur différents alliages de magnésium. Ils ont rapporté que le brunissage améliore la finition de surface, augmente la microdureté et introduit des contraintes résiduelles de compression en subsurface. De plus, l'affinement des grains, résultant de ce traitement, augmente la résistance à la corrosion des alliages de magnésium.

Silva-Álvarez et al. [97] ont rapporté que le procédé de brunissage à bille, appliqué à l'alliage CoCrMo, entraîne une recristallisation dynamique conduisant à un affinement des grains en subsurface. Les plans d'expérience et l'analyse ANOVA ont montré que la force de brunissage est le principal paramètre qui affecte la dureté, la rugosité et le comportement à la corrosion. Dans les meilleures conditions expérimentales, la dureté a été augmentée de 41.4 %, la rugosité et le taux de corrosion ont été réduits respectivement de 72.7 % et 92.4 %.

Tang et al. [98] ont analysé l'intégrité de surface et la résistance à la corrosion de l'alliage de titane Ti-6Al-4V après brunissage cryogénique. Les résultats ont montré une diminution de la rugosité et un affinement des grains dans les couches superficielles du matériau. L'augmentation du nombre de passes à un impact significatif sur l'uniformité des grains. Une amélioration de la résistance à la corrosion a été obtenue grâce à l'affinement des grains.

Uddin et al. [99] ont étudié l'effet du processus combiné du meulage-brunissage à bille sur l'intégrité de surface, les performances tribologiques et la corrosion des alliages Stellite 21. Il a été rapporté que, par rapport à la rectification, le meulage-brunissage avec une force de 509 N réduit la rugosité moyenne "Ra" de 72%, augmente la microdureté de surface de 16%, améliore la résistance à l'usure de 29% et à la corrosion de 97%.

e. Effet du brunissage sur l'adhérence des revêtements

Dans leur étude, Brostow et al. [100] ont rapporté l'effet positif du brunissage sur l'adhérence des revêtements de chrome dur appliqués sur l'acier à outils Vanadis. Les auteurs ont constaté une amélioration de la résistance aux rayures et une diminution du nombre de microfissures dans le revêtement de chrome.

Uddin et al [101] ont observé que le brunissage favorise le dépôt du revêtement d'hydroxyapatite (HA) sur l'alliage Mg AZ31B. Ce dépôt se caractérise par une densité et une compacité augmentées, comparativement à celui réalisé sur une surface non brunie. De plus, les résultats du test d'arrachement du revêtement HA par traction ont montré une meilleure performance de la surface brunie. En effet, la force d'adhérence de HA sur la surface brunie a été mesurée à 13,2 MPa, tandis que celle de la surface non brunie était de 9,87 MPa.

I.7. Conclusion

D'après la littérature présentée, il est possible de conclure que la résistance à la corrosion et l'adhérence des revêtements sont étroitement liées à l'intégrité de surface. De plus, il est montré que le traitement par brunissage est efficace pour améliorer les propriétés de surface, augmentant ainsi la durabilité et la fiabilité des composants mécaniques. Les

recherches bibliographiques indiquent que le brunissage ne peut atteindre cet objectif que s'il est correctement optimisé. Le chapitre suivant aborde en détail cette problématique.

Chapitre II

Matériels & techniques expérimentales

II.1 Introduction

La réussite du traitement par brunissage, en termes d'amélioration des propriétés, dépend du choix approprié des paramètres et du régime utilisé. Pour garantir des résultats pertinents, il est nécessaire d'optimiser le procédé.

Dans ce chapitre, nous présentons d'abord le matériau utilisé pour cette étude, ainsi que la technique d'usinage et de brunissage à bille, avec les paramètres expérimentaux. Ensuite, nous décrivons la méthodologie des plans d'expérience adoptée pour évaluer l'effet des paramètres de brunissage sur la rugosité de surface "Ra". Enfin, nous détaillons les techniques d'investigation employées pour la caractérisation microstructurale, mécanique et électrochimique, tant du substrat que du dépôt de chrome.

II.2 Matériau d'étude

II.2.1 Composition chimique

Le matériau utilisé dans cette étude est l'acier de construction S235JR, selon la norme européenne EN 10025-2, fourni sous forme de barres cylindriques par le complexe sidérurgique Sider El-hadjar (Annaba). La composition chimique de cet acier, déterminée par spectroscopie optique à l'aide d'un spectromètre Thermo Scientific modèle ARL 3460 Metals Analyzer (Figure II.1), est présentée dans le Tableau II.1.



Figure II.1. Spectromètre Thermo Scientific ARL 3460 Metals Analyzer

Tableau II.1. Composition chimique de l'acier S235JR en % massique

C	Mn	Si	Cu	Cr	P	S
0.18	0.66	0.14	0.06	0.01	0.01	0.006

Chaque élément d'addition présent dans cet acier a un effet sur ses différentes propriétés :

- Carbone (C) : constitue l'élément principal qui confère à l'acier sa dureté. Une augmentation de sa teneur entraîne une élévation de la résistance à la traction.
- Manganèse (Mn) : se combine avec le soufre pour former des inclusions de sulfure de manganèse qui améliorent l'usinabilité. Le manganèse augmente également la capacité de durcissement de l'acier.
- Silicium (Si) : utilisé principalement comme désoxydant lors de la fabrication de l'acier, le silicium contribue également à améliorer la résistance à l'oxydation à haute température.
- Cuivre (Cu) : ajouté en petites quantités, le cuivre peut améliorer la résistance à la corrosion de l'acier.
- Phosphore (P) et le Soufre (S) : généralement considérés comme des impuretés dans l'acier, ils sont maintenus à des niveaux faibles.

II.2.2 Caractéristiques mécaniques et microstructurales

Les caractéristiques mécaniques, fournies par le fabricant, des barres S235JR sont présentées dans le Tableau II.2.

Tableau II.2. Propriétés mécaniques de l'acier S235JR utilisé

Re [Mpa]	Rm [Mpa]	A %	Hv
318	446	33,9	148

Pour ses caractéristiques microstructurales, une analyse métallographique a été réalisée. La préparation de la surface a suivi les étapes suivantes :

- Échantillonnage : un échantillon de dimensions $\varnothing = 30 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ a été découpé sous lubrification abondante à l'aide d'une tronçonneuse métallographique.
- Polissage de dégrossissage : la surface à observer a été polie sur une polisseuse à plateau rotatif avec du papier abrasif en carbure de silicium successivement jusqu'au papier de granulométrie 4000.
- Polissage de finition : la surface pré-polie a ensuite été polie avec du papier feutre en utilisant une suspension d'alumine, conférant à la surface un aspect miroir.
- Attaque chimique : une solution de nital à 3 % a été utilisée pour révéler les joints de grains. La surface a été attaquée pendant 20 secondes, puis nettoyée avec de l'eau distillée et séchée à l'air.

- Observation métallographique : un microscope optique de marque Optika, modèle B-810 (Figure II.2), connecté à un ordinateur, permet l'observation et l'enregistrement des micrographies à l'aide du logiciel Proview.



Figure II.2. Microscope optique Optika B-810

L'observation métallographique nous a permis d'examiner la microstructure de l'acier S235JR, illustrée à la Figure II.3. Comme pour tous les aciers à faible teneur en carbone, cet acier est principalement composé de ferrite avec une faible teneur en perlite.

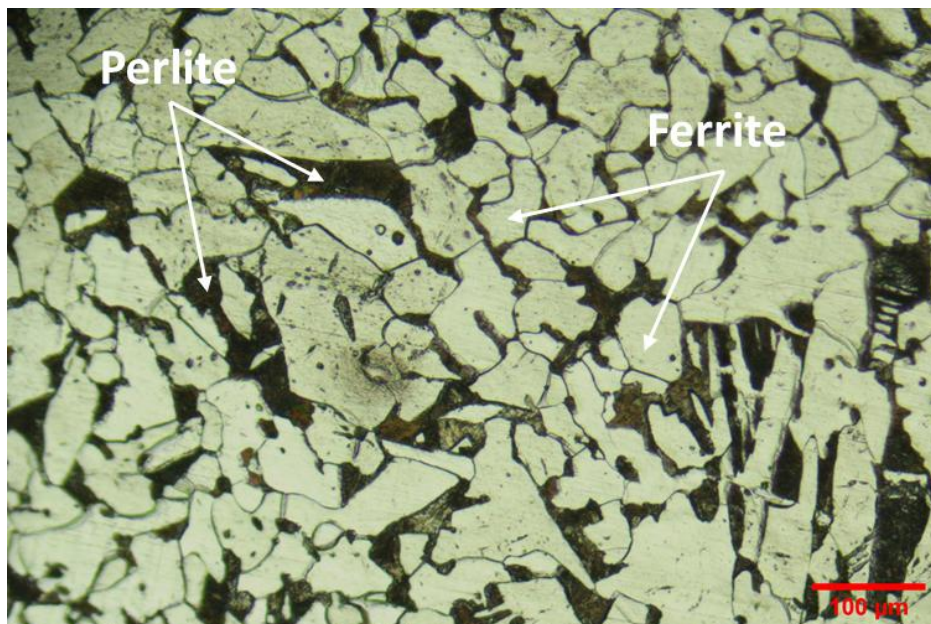


Figure II.3. Microstructure de l'acier S235JR

II.3 Méthodologie expérimentale

La démarche expérimentale repose sur le traitement par brunissage à la bille qui a pour objectif d'améliorer l'état de surface. L'effet sur la rugosité de surface a d'abord été étudiée et les paramètres de brunissage ont été optimisés en vue d'améliorer la qualité de surface qui présente une influence significative sur le comportement à la corrosion [102].

La méthodologie adoptée pour la réalisation de ce travail expérimental est basée sur les plans d'expériences de surface de réponse. Ces plans, comme le montre la Figure II.4, permettent de définir une relation entre une grandeur d'intérêt, appelée réponse de sortie (y), et un ensemble de variables d'entrée, appelées facteurs (x_i), en établissant un modèle fonctionnel du type : $y = f(x_i)$. L'utilisation des plans d'expériences offre plusieurs avantages :

- Maximiser les informations obtenues tout en minimisant le nombre d'expériences, ce qui permet une réduction significative du temps, des coûts et des ressources nécessaires à la recherche.
- Générer un modèle prédictif représentant la relation entre les variables d'entrée et la réponse de sortie.
- Évaluer l'effet individuel et les interactions de chaque variable d'entrée sur la réponse de sortie.
- Générer des surfaces de réponses permettant d'identifier les valeurs optimales des variables d'entrée pour maximiser ou minimiser la réponse de sortie.

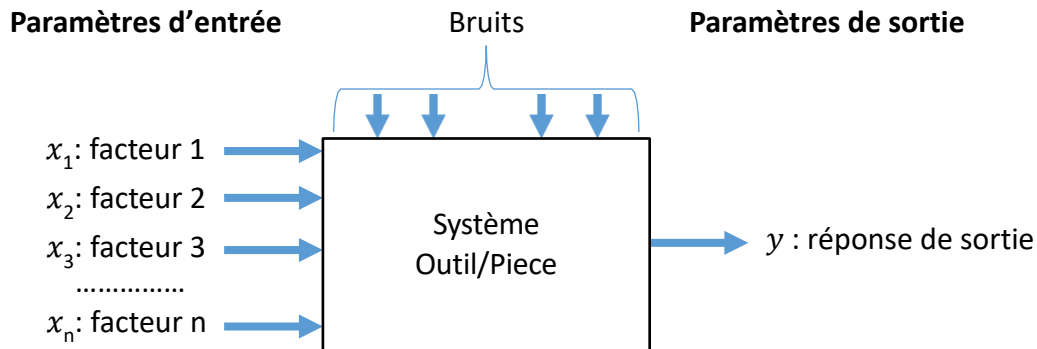


Figure II.4. Diagramme de l'expérimentation

Les essais expérimentaux ont été effectués selon la méthode de surface de réponse basée sur les plans de Box-behnken [103]. Ces plans permettent d'établir un modèle mathématique du second degré avec les interactions d'ordre deux, illustré par l'équation suivante :

$$\hat{y} = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_4 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{14}x_1x_4 + a_{23}x_2x_3 + a_{24}x_2x_4 + a_{34}x_3x_4 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + a_{44}x_4^2$$

Où :

- \hat{y} : est la réponse prédite.
- x_1, x_2, x_3, x_4 : sont les facteurs d'entrées.
- $a_0, a_1, a_2, a_3, a_4, a_{12}, a_{13}, a_{14}, a_{23}, a_{24}, a_{34}, a_{11}, a_{22}, a_{33}, a_{44}$: sont les coefficients du modèle mathématique calculés à partir des résultats des expériences.

Les plans de Box-Behnken pour quatre facteurs à trois niveaux nécessitent 27 expériences, comme illustrée dans le Tableau II.3.

Tableau II.3. Matrice d'expériences de Box-Behnken pour quatre facteurs en valeurs centrées réduites

Essai N°	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Facteur 4
1	-1	-1	0	0
2	1	-1	0	0
3	-1	1	0	0
4	1	1	0	0
5	0	0	-1	-1
6	0	0	1	-1
7	0	0	-1	1
8	0	0	1	1
9	-1	0	0	-1
10	1	0	0	-1
11	-1	0	0	1
12	1	0	0	1
13	0	-1	-1	0
14	0	1	-1	0
15	0	-1	1	0
16	0	1	1	0
17	-1	0	-1	0
18	1	0	-1	0
19	-1	0	1	0
20	1	0	1	0
21	0	-1	0	-1
22	0	1	0	-1
23	0	-1	0	1
24	0	1	0	1
25	0	0	0	0
26	0	0	0	0
27	0	0	0	0

Le traitement des données a été réalisé à l'aide de Matlab, via un programme développé par Laouar et al. [76], conformément à l'organigramme présenté à la Figure II.5.

Ce programme permet de générer un modèle prédictif des réponses et de calculer le coefficient de détermination (R^2) ainsi que le coefficient de Fisher (F) afin d'évaluer la qualité du modèle. Selon la littérature, une valeur de R^2 proche de 1 indique un bon ajustement du modèle, de plus, une valeur du coefficient de Fisher supérieure à celle théorique atteste de haute significativité du modèle [103].

Après la validation théorique du modèle, une étape d'optimisation des paramètres d'entrée est réalisée afin de minimiser la réponse. Une validation expérimentale est ensuite effectuée en utilisant le régime optimal et en comparant la réponse prédite et mesurée.

Enfin, le programme génère les surfaces de réponse, permettant ainsi d'étudier l'effet des paramètres et leurs interactions sur la réponse de sortie.

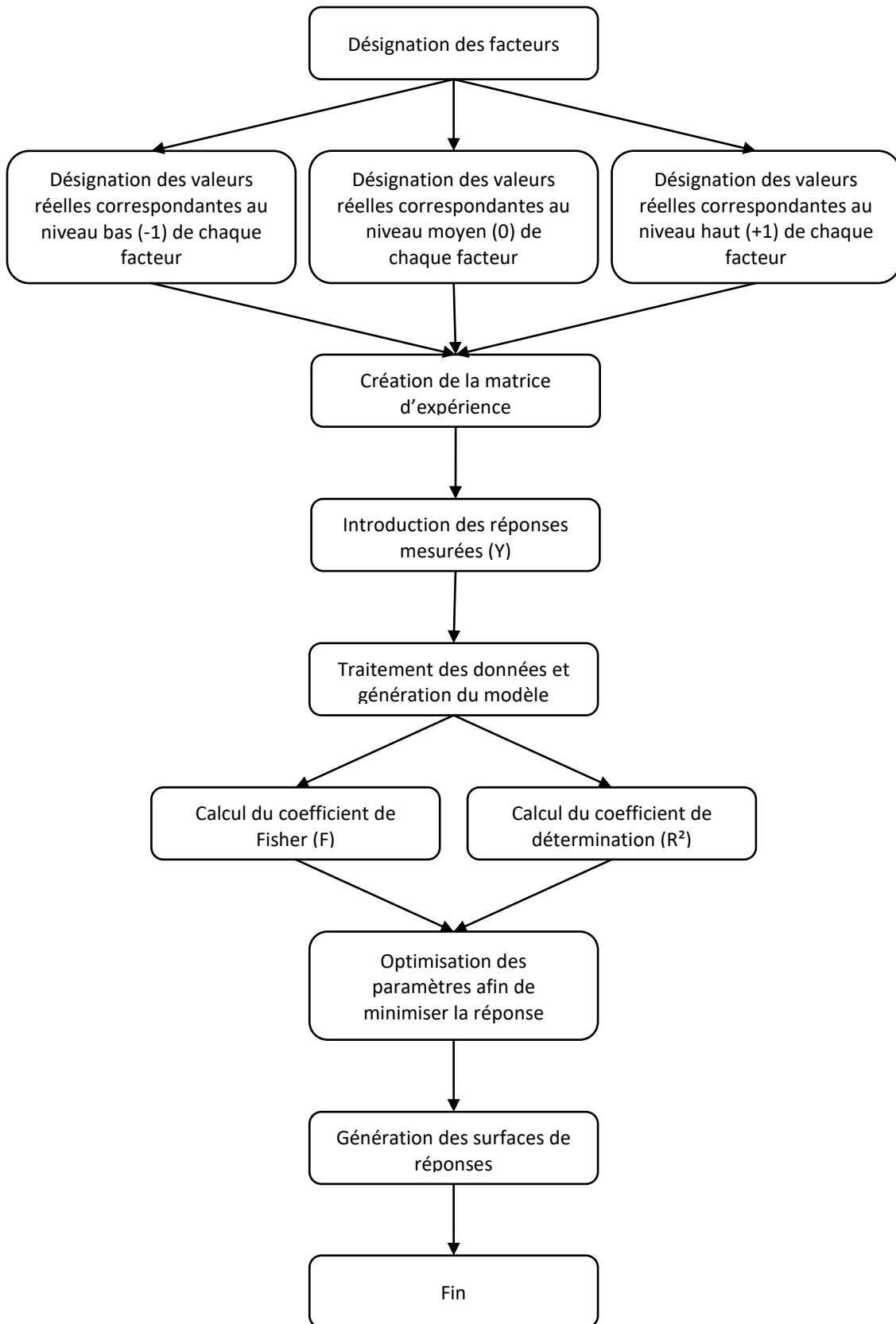


Figure II.5. Organigramme de calcul [76]

II.4 Préparation des échantillons

II.4.1 Matériels utilisés

a. Machine-outil

La préparation des échantillons par usinage ainsi que leur traitement par brunissage ont été réalisés sur un tour Stanko, modèle 1A616 (Figure II.6).



Figure II.6. Tour Stanko 1A616

b. Outil de coupe

Les opérations de tournage ont été réalisées au moyen d'un outil de coupe de la marque Teknik, modèle SCLCR 2020 K09 (Figure II.7), dont les caractéristiques sont détaillées dans le Tableau II.4. Cet outil est équipé d'une plaquette en carbure de marque Sandvik, modèle CCMT 09T3.

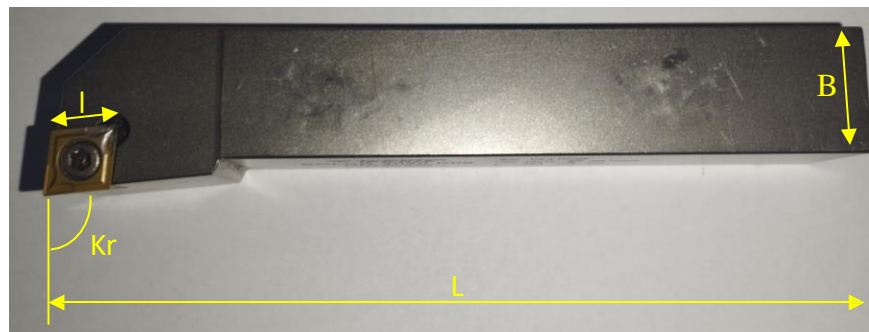


Figure II.7. Outil de coupe

Tableau II.4. Caractéristiques de l'outil de coupe

L	B	Kr	l
125 mm	20 mm	95°	9 mm

c. Outil de brunissage

Le traitement mécanique de surface a été effectué à l'aide d'un outil de brunissage, représenté à la Figure II.8. Trois billes en acier 100C6, de diamètres respectifs 7 mm, 10 mm et 13,5 mm, ont été utilisées. Leurs duretés superficielles sont respectivement de 886,7 Hv (Db7), 611,9 Hv (Db10) et 712,1 Hv (Db13,5), comme indiqué à la Figure II.9. La bille, libre en rotation (Figure II.10), est maintenue en position par un ressort assurant l'application de la charge. Sous l'effet de cette charge, elle exerce une déformation continue sur la surface de la pièce.

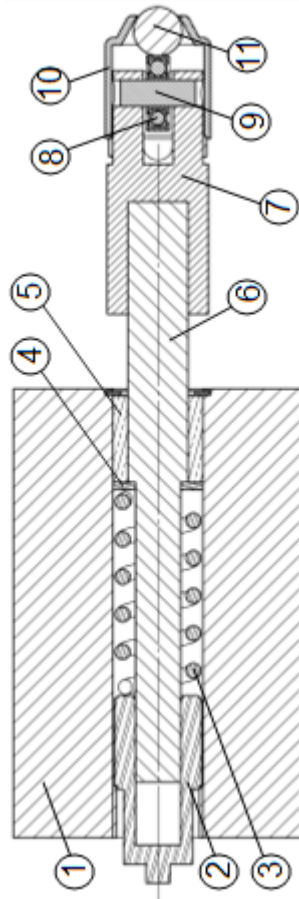


Figure II.8. Dispositif de brunissage



Figure II.9. Bille de brunissage, diamètre 7, 10 et 13 mm, utilisée

La Figure II.10 présente une coupe transversale du dessin d'assemblage de l'outil de brunissage. La vis de réglage (2) permet d'ajuster la rigidité du ressort.



1. support de base prismatique ;
2. vis de réglage ;
3. ressort ;
4. rondelle plate ;
5. palier lisse en bronze ;
6. tige de poussée ;
7. support amovible ;
8. roulement à bille ;
9. goujon ;
10. couvercle de retenue ;
11. bille de brunissage

Figure II.10. Coupe transversale du dessin d'assemblage de l'outil de brunissage

L'étalonnage de l'outil de brunissage est réalisé à l'aide d'un dynamomètre numérique. L'effort appliqué sur la bille pendant l'opération correspond au déplacement de la tige (6). Ainsi, en faisant tourner la pièce à une fréquence déterminée et en combinant l'avance de l'outil communiquée par le chariot longitudinal, on obtient la déformation plastique de la surface.

II.4.2 Procédure expérimentale

La procédure expérimentale adoptée pour la préparation et le brunissage des échantillons s'est déroulée en deux phases distinctes.

La première phase consiste en l'usinage de la pièce par chariotage sur tour en vue de préparer la surface cylindrique pour le traitement par brunissage. L'objectif de cette phase est d'identifier au moyen des plans de Box-Behnken, le régime optimal de brunissage, en l'occurrence une rugosité minimale de la surface.

La seconde phase comprend l'application du régime optimal de brunissage sur des surfaces planes de la barre qui ont été préalablement usinée par une opération de dressage sur le tour. Ces surfaces planes sont destinées pour différents essais dans cette étude

(mesure du profil de dureté, diffraction des rayons X (DRX), essai de corrosion, dépôt de chrome et scratch test).

a. Préparation et brunissage de la surface cylindrique

- **Préparation par tournage**

Conformément aux plans de Box-Behnken, trois pièces cylindriques de 10 segments chacune (Figure II.11) ont été usinées sur tour, en utilisant un montage mixte pour le maintien des pièces. Afin de standardiser les conditions initiales de brunissage, le même régime, tel qu'indiqué dans le Tableau II.5, a été appliqué pour l'opération de chariotage. Ce régime a été sélectionné sur la base des abaques d'usinage et de plusieurs essais préliminaires.

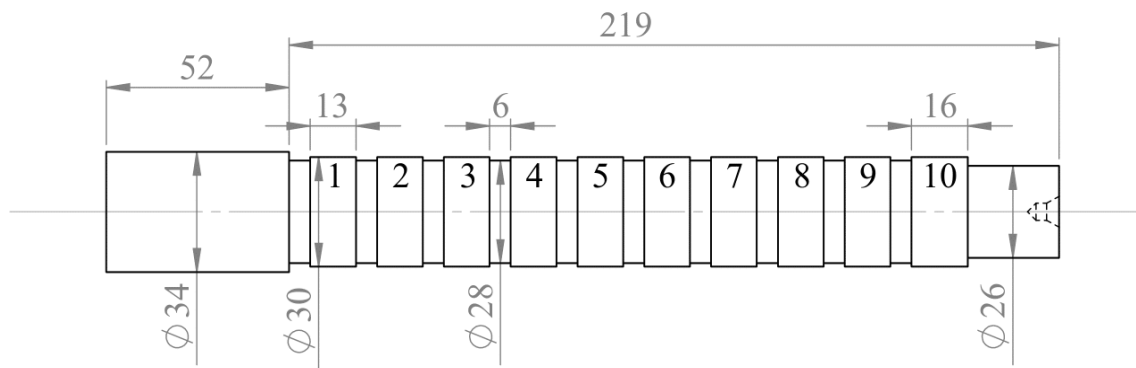


Figure II.11. Dessin de définition de l'échantillon

Tableau II.5. Régime de coupe pour l'opération de chariotage

Fréquence de rotation "N" [tr/min]	Avance de l'outil "f" [mm/tr]	Profondeur de passe "ap" [mm]
1400	0,11	0,5

- **Traitement par brunissage**

Le traitement par brunissage est appliqué sur la surface préalablement préparée par chariotage. Les segments 1 à 9 (Figure II.11) ont été usinés puis immédiatement brunis, tandis que le segment 10 a été uniquement usiné. Le processus de brunissage est réalisé suivant le plan de Box-Behnken en considérant quatre paramètres de brunissage, comme illustré dans le diagramme de la Figure II.12, avec la moyenne arithmétique de la rugosité "Ra" comme paramètre de sortie. Le paramètre de rugosité "Rz" a également été mesuré afin de donner une indication sur la hauteur maximale des irrégularités de surface, permettant ainsi une évaluation plus détaillée de la rugosité. Étant donné que "Ra" est le paramètre de rugosité de surface le plus largement utilisé [104], il a été le seul à être étudié et optimisé.

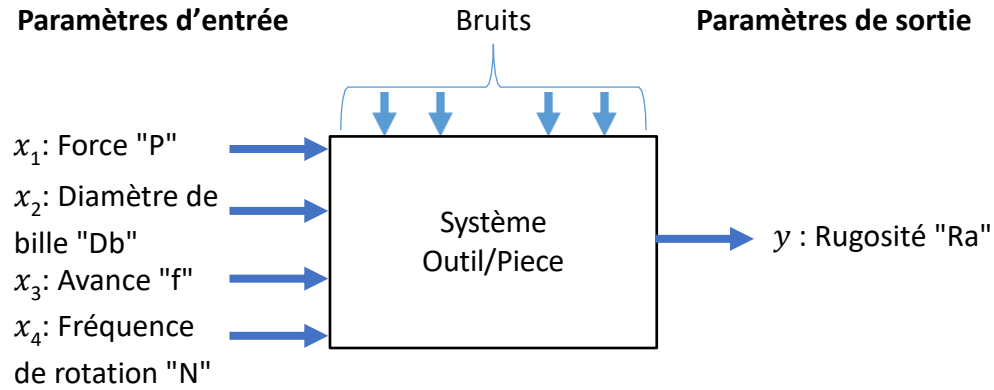


Figure II.12. Diagramme du processus de brunissage

Les quatre paramètres de brunissage considérés (P, Db, f et N), ont été variés sur trois niveaux chacun, comme présenté dans le Tableau II.6. Ces régimes ont été sélectionnés conformément à la littérature [66], [67] et des essais préliminaires.

Tableau II.6. Niveaux des paramètres de brunissage

Paramètres d'entrée	Niveaux		
	-1	0	+1
X ₁ : Force "P" en [N]	80	160	240
X ₂ : Diamètre de la bille "Db" en [mm]	7	10	13
X ₃ : Avance "f" en [mm/tr]	0,054	0,091	0,128
X ₄ : Fréquence de rotation "N" en [tr/min]	355	560	765

Les essais ont été réalisés conformément aux différentes combinaisons de la matrice de Box Behnken (Tableau II.7), sous une lubrification abondante. Sur la Figure II.13 est montrée l'opération de brunissage de la surface cylindrique.

Tableau II.7. Matrice d'expérience de Box-Behnken pour quatre facteurs en valeurs réelles

Exp N°	X ₁ : P	X ₂ : Db	X ₃ : f	X ₄ : N
1	80	7	0,091	560
2	240	7	0,091	560
3	80	13	0,091	560
4	240	13	0,091	560
5	160	7	0,054	560
6	160	13	0,054	560
7	160	7	0,128	560
8	160	13	0,128	560

9	80	10	0,054	560
10	240	10	0,054	560
11	80	10	0,128	560
12	240	10	0,128	560
13	80	10	0,091	355
14	240	10	0,091	355
15	80	10	0,091	765
16	240	10	0,091	765
17	160	7	0,091	355
18	160	13	0,091	355
19	160	7	0,091	765
20	160	13	0,091	765
21	160	10	0,054	355
22	160	10	0,128	355
23	160	10	0,054	765
24	160	10	0,128	765
25	160	10	0,091	560
26	160	10	0,091	560
27	160	10	0,091	560

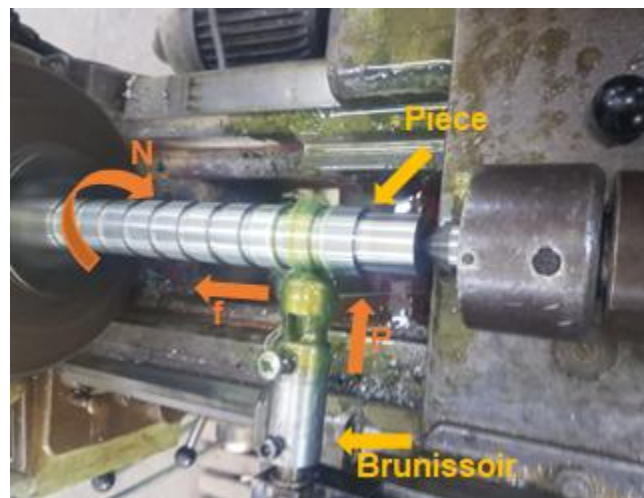


Figure II.13. Brunissage de la surface cylindrique

b. Préparation et brunissage de la surface plane

- Préparation par tournage

La préparation de la surface plane est effectuée sur tour par une opération de dressage (Figure II.14), en utilisant le même régime de coupe précédemment utilisé (Tableau II.5).

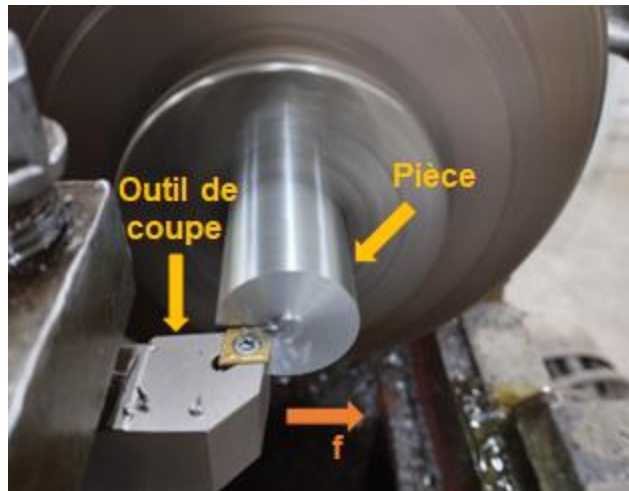


Figure II.14. Préparation de la surface par opération de dressage sur tour

- **Traitement par brunissage**

Le traitement par brunissage (Figure II.15) est réalisé en utilisant le régime optimal offrant la rugosité "Ra" minimale, en l'occurrence, la force de 210 N, le diamètre de bille de 10 mm, l'avance de 0,091 mm/tr et la fréquence de rotation de 560 tr/min.

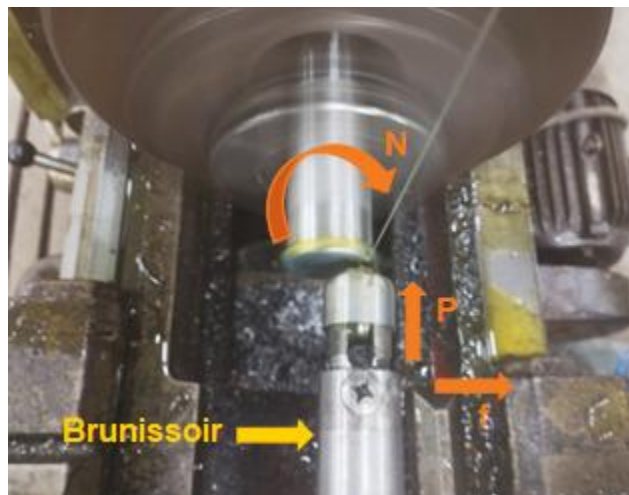


Figure II.15. Brunissage de la surface plane

Suite à l'opération de brunissage, chaque échantillon est tronçonné sous forme de pastille de 10 mm d'épaisseur à l'aide d'une tronçonneuse métallographique, sous lubrification abondante. Les échantillons ainsi traités sont désignés sous l'appellation "échantillon bruni".

Les échantillons préparés par usinage et non traités par brunissage sont désignés sous l'appellation "échantillons usinés".

Les échantillons préparés par usinage et finis par polissage sont désignés sous l'appellation "échantillons polis". Le polissage des échantillons a été fini par papier abrasif successivement jusqu'au SiC 4000 sur une polisseuse automatique afin d'arriver à une rugosité de surface similaire à celle des échantillons "brunis" et ainsi être utilisées à des fins de comparaison.

II.5 Mesures et caractérisation

II.5.1 Rugosité

a. Mesure de rugosité 2D

Les rugosités "Ra" et "Rz" ont été mesurées, sur les surfaces cylindriques, au moyen d'un profilomètre Time® modèle TR220 (Figure II.16), un appareil portatif qui fonctionne selon le principe du palpé mécanique d'un stylet fin sur la surface du matériau.

Les paramètres de l'appareil ont été configurés conformément au Tableau II.8 en utilisant un filtre Gaussien. Une moyenne de trois mesures par segment fut effectuée.



Figure II.16. Profilomètre Time® modèle TR220

Tableau II.8. Paramètres par défaut pour Ra, Rz basés sur la limite de tolérance supérieure

Paramètre	Limite de tolérance du paramètre		
	$0.02 < Ra \leq 0.10$	$0.10 < Ra \leq 2.0$	$2.0 < Ra \leq 10$
Ra (μm)	$0.02 < Ra \leq 0.10$	$0.10 < Ra \leq 2.0$	$2.0 < Ra \leq 10$
Rz (μm)	$0.16 < Rz \leq 0.80$	$0.80 < Rz \leq 16.0$	$16.0 < Rz \leq 80$
Cut-off λ_s (mm)	0.25	0.8	2.5
Nombre de section	5	5	5
Longueur d'évaluation (mm)	1.25	4	12.5

b. Topographie 3D

La topographie 3D de la surface cylindrique non brunie (usinée) et de la surface cylindrique brunie avec le régime optimal a été observée à l'aide d'un profilomètre optique sans contact, modèle CT100, de la société cyberTECHNOLOGIES (Figure II.17).



Figure II.17. CT100 de cyberTECHNOLOGIES company

II.5.2 Diffraction des rayons X (DRX)

Des mesures de diffraction des rayons X (DRX) ont été réalisées sur la surface plane de l'échantillon "bruni" ainsi que l'échantillon "poli" de référence, dans le but d'évaluer d'éventuels changements de structure et d'analyser toute modification dans les pics de diffraction.

Le diffractomètre PANalytical EMPYREAN (Figure II.18) a été utilisé avec un rayonnement $\text{Cu-}\alpha$ ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) et un pas de 0.013° .



Figure II.18. Diffractomètre PANalytical EMPYREAN

II.5.3 Mesure de micro-dureté Vickers

Des mesures de micro-dureté Vickers, selon la norme ISO 6507, en subsurface ont été réalisées pour établir le profil de micro-dureté (Figure II.19) sur la section perpendiculaire à la surface plane de l'échantillon "bruni" ainsi que l'échantillon "poli" de référence. Les échantillons ont été sectionnés, perpendiculairement à leur surface plane, à l'aide d'une tronçonneuse métallographique sous une lubrification abondante.

Le profil de dureté a été mesuré au moyen d'un micro duromètre Innovatest model 412D (Figure II.20) en utilisant une charge de 10 gf et un pas de 10 μm pour chaque mesure à partir de la surface, les mesures sont accomplies sur trois profils et une valeur moyenne a été notée.

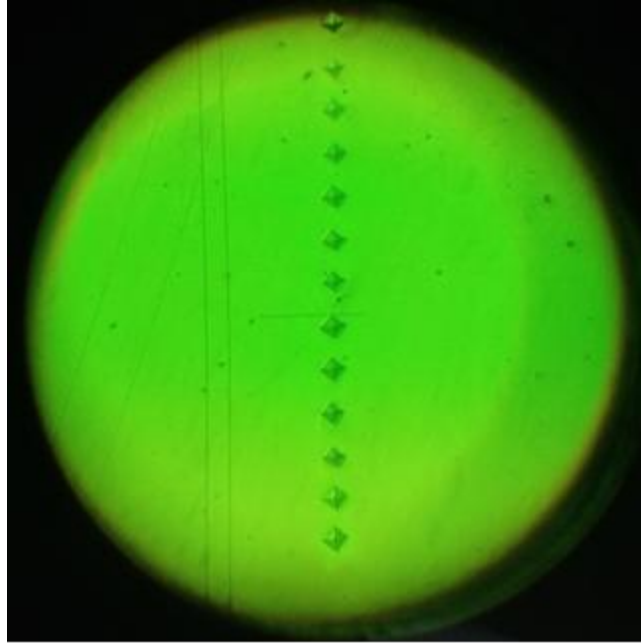


Figure II.19. Profil de micro-dureté Vickers



Figure II.20. Duromètre Innovatest model 412D

II.6 Essai de corrosion et caractérisation

II.6.1 Essais de corrosion

Afin d'évaluer la tenue à la corrosion de l'échantillon "bruni" ainsi que les échantillons "usiné" et "poli", un potentiostat Reference 600+ de Gamry Instruments Inc a été utilisé.

L'étude a été réalisée à l'aide de la technique de polarisation (Tafel) et de la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS), en utilisant une solution NaCl à 3.5 % en poids dans une cellule conventionnelle à 3 électrodes à la température ambiante. la Figure II.21 montre le montage électrochimique utilisé.

Une électrode Ag/AgCl (3.5M KCl) et une autre de platine ont été utilisées comme électrode de référence et contre-électrode respectivement. Les surfaces planes brunie, usinée et polie ont été utilisées comme électrodes de travail et toutes leurs surfaces latérales ont été recouvertes de résine époxy avant d'être exposées à la solution de test.

Avant d'effectuer les mesures, un potentiel de circuit ouvert (OCP) a été surveillé pendant 60 minutes pour stabiliser la solution et atteindre un état d'équilibre. Pour le test d'impédance, un signal AC sinusoïdal d'une amplitude de 5 mV (rms) et un balayage de 100 000 à 0.1 Hz ont été utilisés. Les tracés de Tafel ont été obtenus en un seul balayage commençant à -250 mV jusqu'à +250 mV par rapport au potentiel à circuit ouvert (Eocp), avec une vitesse de balayage de 0,5 mV/s.

Remarque : tous les échantillons ont été nettoyés à l'acétone, un solvant très efficace pour éliminer les contaminants tels que les huiles et les graisses. Ils ont ensuite été rincés à l'eau distillée et séchés à l'air libre avant de procéder aux essais de corrosion.



Figure II.21. Montage électrochimique

II.6.2 Microscopie électronique à balayage (MEB) et spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS)

La morphologie des échantillons, avant et après corrosion, a été observée à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB) Quanta 250 de la société FEI (Figure II.22). L'imagerie en mode électrons secondaires a été utilisée. Étant donné que ces électrons proviennent des couches superficielles, ils sont très sensibles aux variations de la surface de l'échantillon. Cela permet de visualiser avec une grande résolution la topographie et les produits de corrosion présents sur la surface.

En complément de ces observations, une analyse des éléments chimiques sur les surfaces corrodées a été réalisée grâce au module de spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) intégré au microscope électronique à balayage.

Remarque : tous les échantillons ont été rincés à l'eau distillée puis séchés à l'air libre avant d'être observés au microscope électronique à balayage (MEB).



Figure II.22. Microscope électronique à balayage, modèle Quanta 250

II.7 Caractérisations de la cinétique de corrosion

Il est possible de caractériser la cinétique des réactions électrochimiques par l'étude de la densité de courant et du potentiel électrochimique mis en jeu lors des réactions de corrosion. Les méthodes électrochimiques, largement privilégiées à cet effet, permettent de générer des graphiques facilitant la compréhension des mécanismes de corrosion et la détermination de leur vitesse. Ces méthodes sont essentielles pour développer des stratégies de prévention de la corrosion.

Cette section a pour objectif de rappeler les principes des différentes techniques utilisées dans notre étude.

II.7.1 Potentiel à circuit ouvert (OCP)

Le potentiel de corrosion (E_{corr}), également appelé potentiel libre ou potentiel à circuit ouvert noté E_{OCP} , représente le potentiel établi entre l'électrode de travail (la surface métallique à étudier) et le milieu (électrolyte), par rapport à une électrode de référence sans qu'aucun courant externe ne soit appliqué au système [105]. Plus ce potentiel est élevé, plus le métal est considéré comme noble. En corrosion, la partie du système la moins noble constitue l'anode, tandis que la partie la plus noble constitue la cathode. Cette approche permet de prédire le sens de la réaction mise en jeu dans un milieu où plusieurs métaux coexistent [14].

Le suivi du potentiel d'abandon au cours du temps $E = f(t)$ permet d'avoir des informations sur le processus effectué à l'interface métal/électrolyte et de déterminer le temps nécessaire pour l'obtention d'un régime stationnaire.

Les différentes allures de l'évolution du potentiel de corrosion en fonction du temps sont représentées sur la Figure II.23.

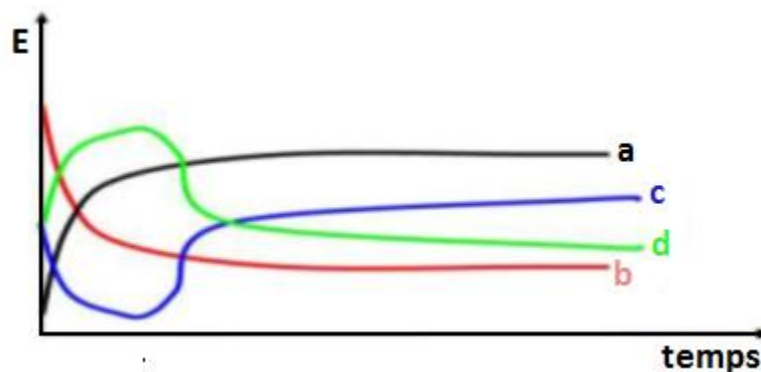


Figure II.23. Différentes allures du potentiel de corrosion d'une électrode de travail [18]

- a- Le potentiel de l'électrode devient de plus en plus noble, il y a une passivation du métal par formation à la surface d'un produit de corrosion insoluble protecteur.
- b- Le potentiel devient de moins en moins noble ou plus négatif, il y a une attaque du métal (dissolution).
- c- Le potentiel devient d'abord plus négatif, puis tend vers des valeurs plus positives, il y a une attaque suivie d'une passivation.
- d- Le potentiel devient plus noble puis se déplace vers des valeurs plus négatives, le cas d'un film protecteur préexistant avant immersion qui disparaît.

II.7.2 Polarisation potentiodynamique

C'est une méthode qui consiste à faire varier le potentiel de l'électrode de travail (la surface métallique à étudier) par rapport à l'électrode de référence de manière continue, du domaine cathodique (valeurs les plus négatives du potentiel) au domaine anodique, tout en mesurant la densité de courant correspondante [106]. Cette méthode permet d'obtenir des

courbes de polarisation qui fournissent des informations sur la vitesse de corrosion (j_{corr}), le potentiel de corrosion (E_{corr}) et la résistance de polarisation (R_p) du métal.

- **Méthode d'extrapolation des droites de Tafel**

La représentation graphique de la courbe logarithmique de la valeur absolue de la densité de courant en fonction du potentiel, soit $\log|i|=f(E)$, permet l'extrapolation des droites de Tafel (Figures II.24). L'intersection de ces deux droites permet de déterminer le courant de corrosion (I_{corr}) en ordonnée et le potentiel de corrosion (E_{corr}) en abscisse [18]. La mesure des pentes des droites de Tafel, fournit les valeurs des constantes β_a et β_c , qui renseignent sur les réactions électrochimiques anodiques et cathodiques mises en jeu dans le processus de corrosion [107].

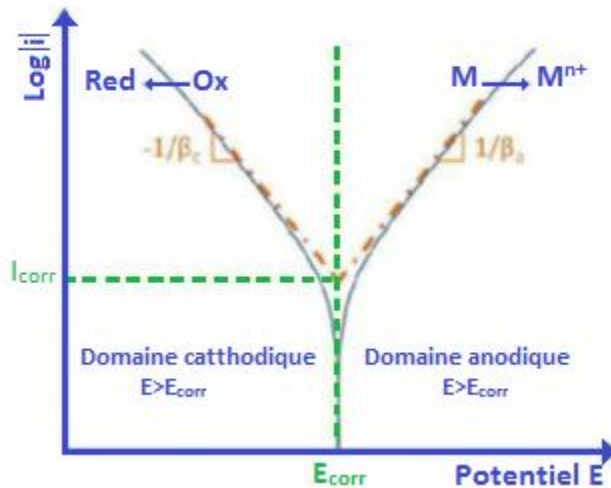


Figure II.24. Mesure de la densité de courant de corrosion par extrapolation des droites de Tafel [108]

- **Méthode de STERN**

La représentation graphique de la courbe de densité de courant en fonction du potentiel, soit $i=f(E)$, permet de tracer la droite tangente de courbe au voisinage de E_{corr} , où $i=0$, Figures II.25. La résistance de polarisation R_p est alors donnée par la pente de la droite tangente [18].

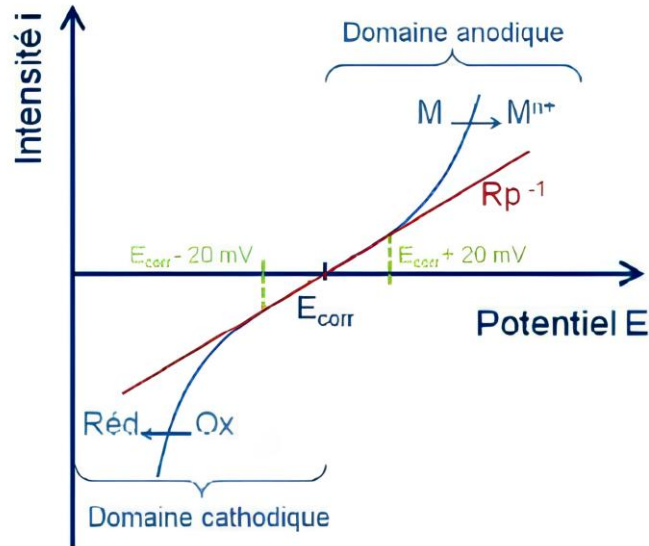


Figure II.25 Mesure de la densité de courant de corrosion par la méthode de STERN [108]

La densité de courant de corrosion I_{corr} peut être ainsi calculée par la relation :

$$I_{corr} = B / R_p$$

Où :

i_{corr} : la densité de courant de corrosion ;

R_p : la résistance de polarisation ;

B : une constante dépendante des coefficients de Tafel.

$$B = \frac{(\beta_a \cdot \beta_c)}{2,303 (\beta_a + \beta_c)} [108]$$

On peut ainsi conclure que plus la résistance de polarisation est grande, plus la densité de courant de corrosion est faible, ainsi que la vitesse de corrosion. La valeur de R_p traduit donc la résistance du matériau à la corrosion.

II.7.3 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) permet d'identifier et de renseigner sur les mécanismes réactionnels se déroulant à l'interface électrode/électrolyte. Cette méthode est largement utilisée dans le domaine de la corrosion en raison de son caractère non destructif [109].

Expérimentalement, cette méthode consiste à imposer à une cellule électrochimique une tension sinusoïdale E de pulsation $\omega=2\pi f$ et à mesurer le courant résultant I .

L'impédance électrochimique $Z(\omega)$ est définie comme étant le rapport entre le signal de perturbation et la réponse associée :

$$Z(\omega) = \Delta E(\omega) / \Delta I(\omega)$$

L'impédance $Z(\omega)$ peut être écrite sous la forme complexe :

$$Z(\omega) = Z_r(\omega) + j Z_i(\omega)$$

Pour représenter les diagrammes d'impédance, le plan complexe de Nyquist est utilisé en plaçant la partie réelle de l'impédance ($Z_r(\omega)$) en abscisse et la partie imaginaire ($-Z_i(\omega)$) en ordonnée, comme l'illustre la Figure II.26.

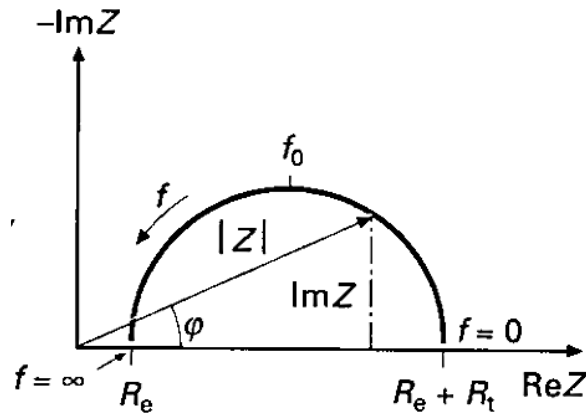


Figure II.26. Représentation des diagrammes d'impédance dans le plan de Nyquist

La représentation de Nyquist permet de voir les différentes boucles et droites du diagramme et permet de modéliser le système étudié en circuit électrique équivalent, dit circuit de "Randles". Ce dernier inclut des composants tels que des résistances (R), des condensateurs (C) et des inductances (L), ce qui permet de déterminer les différents phénomènes qui ont lieu à l'interface électrode/électrolyte.

Dans le cas d'un transfert de charge avec une homogénéité à la surface de l'électrode et en l'absence d'inhibiteur, le circuit de "Randles" s'apparente à la Figure II.27. Dans ce schéma, R_e correspond à la résistance de l'électrolyte entre les deux électrodes de mesure, C_d représente la capacité de la double couche et R_t est une résistance pure de transfert de charge [110].

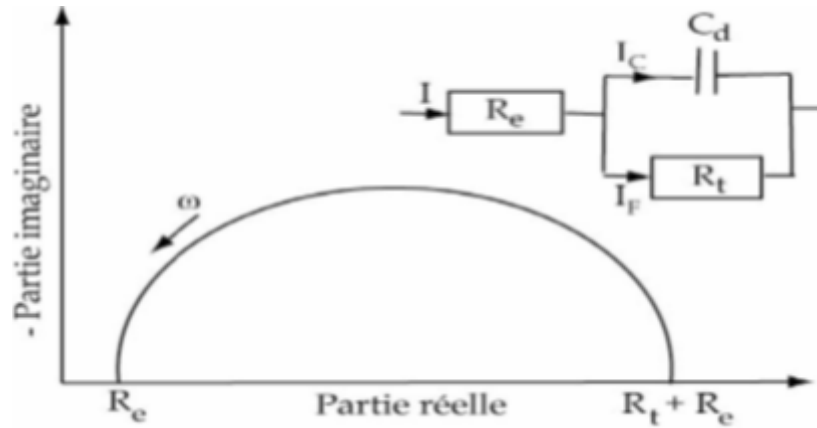


Figure II.27. Diagramme de Nyquist et son circuit électrique équivalent d'une électrode de surface homogène [18]

Il convient de noter que C_d et R_t sont disposées en parallèle afin de refléter le fait que, au niveau de l'interface, l'établissement de la double couche (modification de la répartition des charges électriques à l'interface) et du transfert de charge (transfert d'électrons à travers l'interface lors des réactions électrochimiques) s'effectuent simultanément.

Dans le cas d'un transfert de charge avec hétérogénéité à la surface de l'électrode (irrégularité de la rugosité ou bien hétérogénéité du milieu), les diagrammes d'impédance électrochimique montrent une dispersion en fréquence (non idéal). Le demi-cercle, représentant la résistance de transfert de charges et la capacité de la double couche dans le plan de Nyquist, est souvent aplati (Figure II.28). Dans ce cas, la modélisation du comportement de la double couche par une capacité C_d devient imparfaite. Un élément de phase constante CPE a été introduit pour prendre en compte la non idéalité des capacités [111].

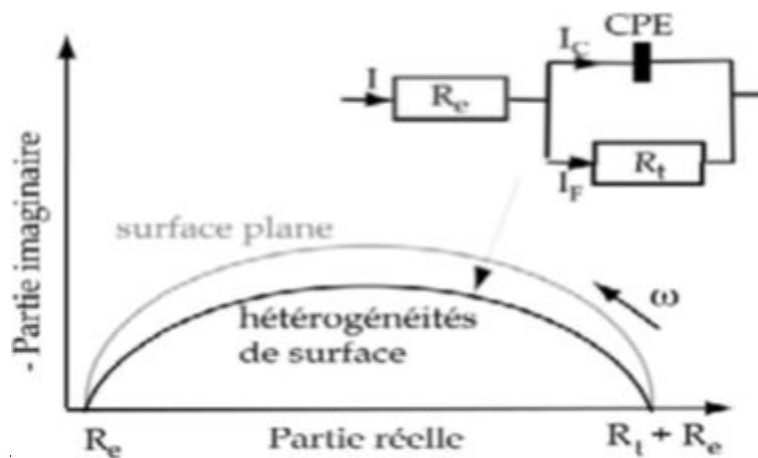


Figure II.28. Diagramme de Nyquist et son circuit électrique équivalent d'une électrode de surface hétérogène [18]

Il existe divers types de circuits équivalents, chacun décrivant un système particulier. La disposition de chaque composant ainsi que l'ordre de leur apparition sont essentielles pour la lisibilité du modèle. Il est crucial de respecter la logique physique du système : les processus successifs sont branchés en série, alors que les processus simultanés sont branchés en parallèle.

Pour le système électrochimique présenté sur les figures précédentes, l'impédance s'écrit :

$$Z = Re + \frac{1}{\frac{1}{Rt} + j Cd(\omega)} \quad [106], [108]$$

La vitesse de corrosion peut être reliée à la résistance de transfert de charges R_t . Cependant, la résistance de transfert de charges ne correspond à la résistance de polarisation R_p que lorsque les processus anodique et cathodique sont tous deux contrôlés par le transfert de charge. Dans la plupart des cas, R_t reste liée à la vitesse de corrosion par la relation $I_{corr} = B/R_t$ [106].

II.8 Chromage et caractérisation

II.8.1 Electrodeposition du chrome

L'électrodeposition du chrome a été réalisée par SARL Chromage Industriel Algérie, située à Meftah, Alger. Les échantillons "bruni", "usiné", et "poli" ont été chromés dans un bain de chrome hexavalent avec les conditions opératoires suivantes :

- Composition du bain :
 - 300 g/l d'acide chromique (CrO_3) de la marque Biochem Chemopharma
 - 3 g/l d'acide sulfurique (H_2SO_4) de la marque Merck
- Densité de courant : 0,45 A/cm² en courant continu
- Température : 45°C
- Agitateur électromagnétique : 100 tr/min
- Temps : 150 min

Un chromage dur de 35 μ m d'épaisseur a été appliqué aux échantillons en utilisant une cellule conventionnelle à compartiment unique (Figure II.29) et une tige en graphite comme contre-électrode (anode). Les surfaces planes brunie, usinée et polie ont été utilisées comme électrodes de travail (cathode), et toutes leurs surfaces latérales ont été recouvertes de résine époxy avant d'être immergées dans le bain électrolytique, séparées de l'anode par une distance de 0,5 à 1 cm.

À la fin du processus, l'épaisseur du revêtement de chrome a été vérifiée par la méthode de différence de poids et par induction magnétique.

Remarque : tous les échantillons ont été nettoyés à l'acétone, un solvant très efficace pour éliminer les contaminants tels que les huiles et les graisses. Ils ont ensuite été rincés à l'eau distillée et séchés à l'air libre avant de procéder à l'électrodéposition du chrome.

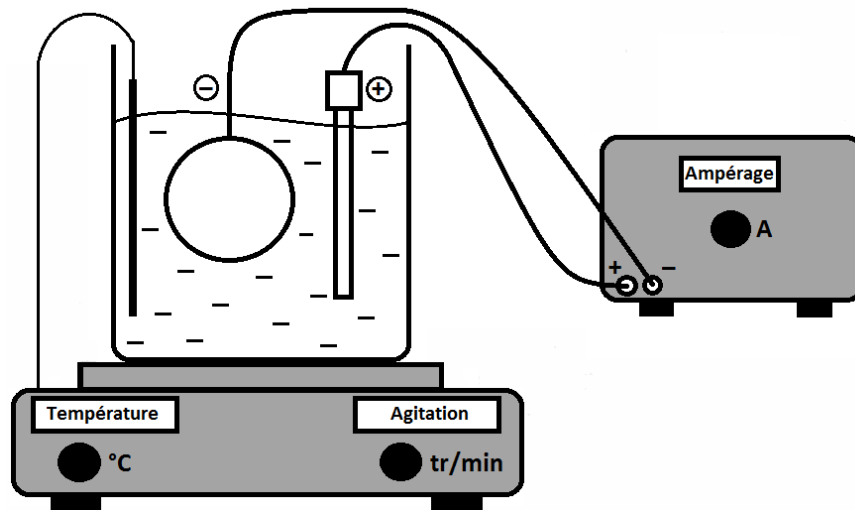


Figure II.29. Schéma du procédé d'électrodéposition par courant continu

II.8.2 Caractérisation

a. Microscopie

Afin d'observer la section des revêtements de chrome et de vérifier leur épaisseur, une coupe des échantillons revêtus a été réalisée à l'aide d'une tronçonneuse métallographique sous lubrification abondante. Cette opération a été suivie d'un polissage de dégrossissage et de finition avec du papier abrasif en carbure de silicium (SiC).

Les observations ont été réalisées à l'aide du microscope optique de marque Optika, modèle B-810, déjà utilisé précédemment (Figure II.2).

b. Scratch test

Afin d'évaluer l'adhérence du revêtement de chrome sur un substrat en acier, la méthode du test de rayure (scratch test) est utilisée. Cette méthode consiste à tracer une rayure sur la surface du revêtement à l'aide d'une pointe en diamant, qui se déplace à une vitesse constante tout en augmentant progressivement la charge normale appliquée, notée L.

Le scratch tester utilisé dans notre cas est un appareil de marque CSM Instruments, modèle Revetest Xpress Plus (Figure II.30). Cet appareil est équipé d'une pointe en diamant de type Rockwell, d'un rayon de 200 μm , d'un microscope optique et d'un capteur de pénétration de la pointe. Une charge progressive de 1N à 180N a été appliquée sur une

longueur de 3mm. La qualité de l'adhérence du revêtement est évaluée par des observations optiques et la mesure de la profondeur de pénétration de la pointe.



Figure II.30. Scratch tester Revetest Xpress Plus

II.9 Conclusion

Dans ce chapitre, nous détaillons l'ensemble des équipements utilisés ainsi que la méthodologie expérimentale adoptée.

Un traitement mécanique par déformation plastique superficielle (brunissage à bille) a été appliqué sur l'acier S235JR conformément au plan d'expérience de Box-Behnken à quatre facteurs. Cette approche permet d'étudier l'effet du brunissage sur la rugosité "Ra" et de l'optimiser afin d'améliorer la résistance à la corrosion de l'acier et l'adhérence du revêtement de chrome au substrat.

Pour une meilleure compréhension du déroulement de l'expérimentation, un résumé de toutes les étapes est présenté dans la Figure II.31. Le chapitre suivant présentera les résultats obtenus à partir de cette procédure expérimentale.

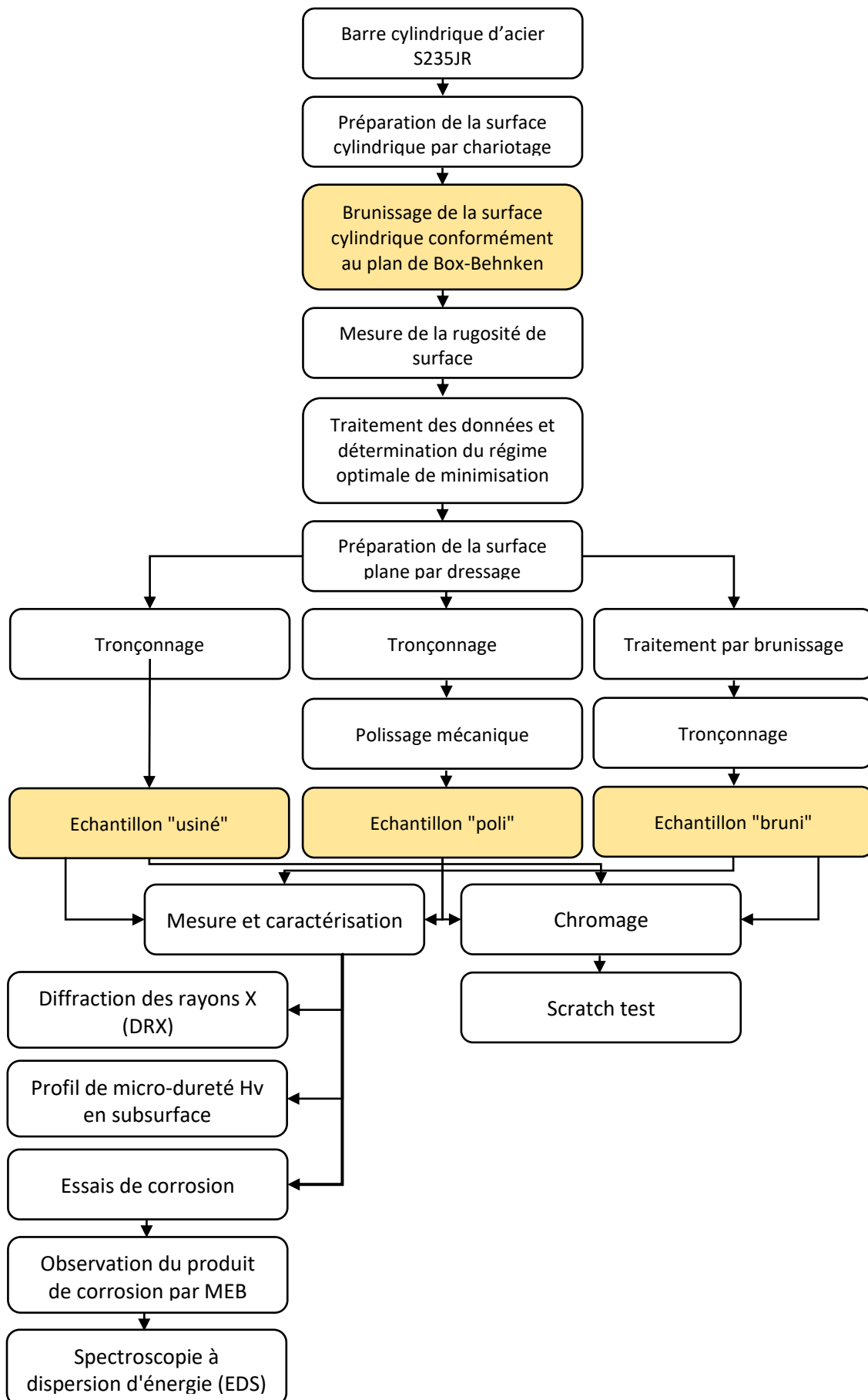


Figure II.31. Démarche expérimentale

Chapitre III
Résultats & Discussions

III.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus. Le chapitre est scindé en deux parties principales.

Dans un premier temps, la rugosité de surface sera étudiée et optimisée en raison de son influence significative sur le comportement à la corrosion [102]. Ainsi, les résultats des mesures de rugosité de surface "Ra" obtenues après traitement par brunissage à la bille de la surface cylindrique des barres d'acier S235JR seront présentés. Selon les plans d'expériences de Box-Behnken, la rugosité "Ra" sera modélisée et optimisée.

Dans un second temps, l'effet du brunissage à la bille sera mis en relief avec une étude sur les surfaces planes en utilisant le régime optimal précédemment obtenue. L'étude s'articule sur la résistance à la corrosion et l'adhérence du revêtement de chrome sur les surfaces réalisées (usinées, brunies et polies). En outre, les caractéristiques de la surface avant et après traitement par brunissage seront examinées à l'aide de techniques de caractérisation complémentaires, permettant une compréhension approfondie des phénomènes observés.

III.2 Brunissage de la surface cylindrique

L'objectif de ce traitement est de déterminer le régime optimal de brunissage permettant de minimiser la rugosité "Ra" grâce à la méthodologie des plans d'expérience. La Figure III.1 illustre l'ensemble des surfaces préparées et brunies.

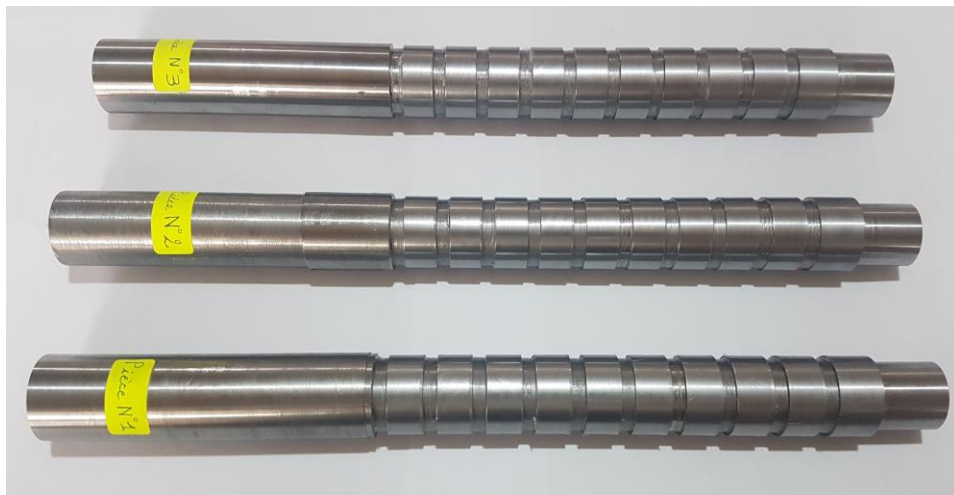


Figure III. 1. Surfaces cylindriques préparées par brunissage

Les rugosités de surface "Ra" et "Rz" ont été mesurées. Les valeurs de rugosité "Ra" ont été introduites dans un programme développé sous Matlab par Pr. Laouar et al. [76], conformément au plan d'expérience de Box-Behnken, pour le traitement des données.

III.2.1 Mesures de rugosité

Les résultats des mesures de la rugosité, exprimées par les paramètres "Ra" et "Rz", sont présentés dans le Tableau III.1.

Tableau III.1. Matrice de Box-Behnken et les mesures de rugosité "Ra" et "Rz"

Exp N°	X ₁ : P	X ₂ : Db	X ₃ : f	X ₄ : N	Ra (µm)	σ _{Ra} (µm)	Rz (µm)	σ _{Rz} (µm)
1	-1	-1	0	0	0.439	0.032	2.091	0.279
2	1	-1	0	0	0.139	0.004	0.737	0.095
3	-1	1	0	0	1.499	0.102	7.465	0.493
4	1	1	0	0	0.239	0.004	1.475	0.083
5	0	-1	-1	0	0.151	0.026	0.825	0.157
6	0	1	-1	0	0.425	0.041	2.041	0.253
7	0	-1	1	0	0.239	0.002	1.100	0.082
8	0	1	1	0	0.766	0.035	3.744	0.338
9	-1	0	-1	0	1.077	0.060	5.019	0.499
10	1	0	-1	0	0.122	0.009	0.567	0.098
11	-1	0	1	0	1.146	0.089	5.435	0.497
12	1	0	1	0	0.158	0.021	0.897	0.152
13	-1	0	0	-1	0.581	0.037	2.989	0.312
14	1	0	0	-1	0.130	0.002	0.705	0.117
15	-1	0	0	1	0.658	0.032	3.324	0.353
16	1	0	0	1	0.165	0.012	0.944	0.099
17	0	-1	0	-1	0.168	0.009	1.049	0.159
18	0	1	0	-1	0.326	0.044	1.978	0.268
19	0	-1	0	1	0.128	0.018	1.307	0.242
20	0	1	0	1	0.276	0.015	1.862	0.298
21	0	0	-1	-1	0.108	0.005	0.709	0.128
22	0	0	1	-1	0.169	0.026	0.889	0.198
23	0	0	-1	1	0.158	0.005	0.803	0.174
24	0	0	1	1	0.204	0.015	0.996	0.182
25	0	0	0	0	0.148	0.019	0.858	0.134
26	0	0	0	0	0.142	0.002	0.735	0.091
27	0	0	0	0	0.141	0.011	0.769	0.101
Non bruni	/	/	/	/	2.102	0.096	11.103	0.559

III.2.2 Analyse des mesures de rugosités "Ra" et "Rz"

Les mesures de "Ra" et "Rz", consignées dans le Tableau III.1, montrent une diminution de la rugosité des surfaces brunies par rapport à celle usinée, mettant en

évidence l'effet bénéfique du brunissage à bille sur cette dernière. Les écarts types (σ) correspondants sont relativement faibles, attestant ainsi d'une faible dispersion et d'une grande précision et fiabilité dans les mesures effectuées. On peut remarquer que la rugosité produite varie avec la variation des régimes d'entrée.

La Figure III.2 illustre la distribution des valeurs de rugosité "Ra" et "Rz" pour chacune des expériences du Tableau III.1. Une relation quasi-linéaire positive entre ces deux paramètres est observée. Il apparaît ainsi possible de conclure que, pour les intervalles de variation des paramètres de brunissage à bille considérés dans cette étude, les interprétations portées pour le paramètre "Ra" peuvent être extrapolées à "Rz" et inversement.

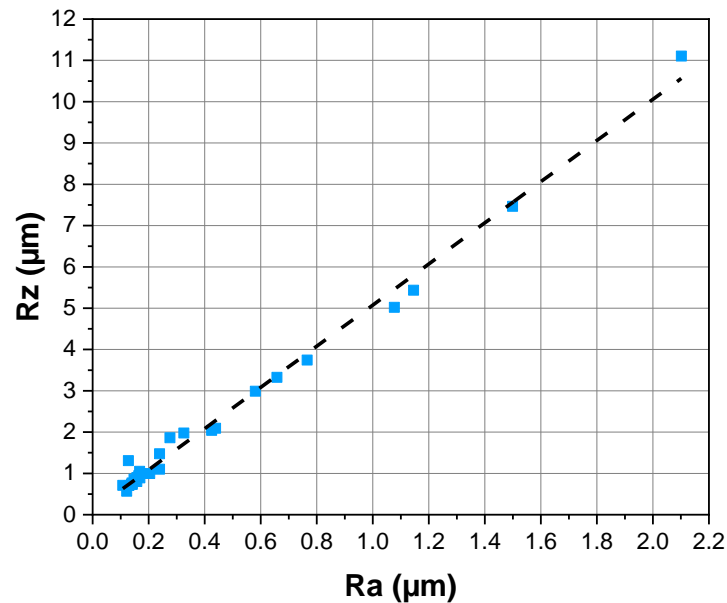


Figure III.2. Distribution des paramètres de rugosité de surface "Ra" et "Rz" pour chaque expérience

III.2.3 Modélisation de la rugosité et analyse de la variance (ANOVA)

Le traitement des données "Ra" du Tableau III.1 a permis d'obtenir un modèle de régression du second degré avec les interactions d'ordre deux (Eq. (1)) permettant de prédire et d'optimiser la réponse de sortie \widehat{Ra} en tout point du domaine d'étude.

$$\begin{aligned} \widehat{Ra} (\mu\text{m}) = & 0.1437 - 0.3706X_1 + 0.1889X_2 + 0.0534X_3 + 0.0089X_4 + 0.3277X_1^2 \\ & + 0.1329X_2^2 + 0.1239X_3^2 - 0.0826X_4^2 - 0.24X_1X_2 - 0.0082X_1X_3 \\ & - 0.0105X_1X_4 + 0.0632X_2X_3 - 0.0025X_2X_4 - 0.0037X_3X_4 \end{aligned} \quad (1)$$

Le coefficient de détermination R^2 du modèle est de 0.926, ceci atteste de la bonne qualité de l'ajustement et montre ainsi que 92.6 % de la variation de la rugosité est expliquée par les paramètres de brunissage sélectionnés.

L'analyse de la variance (Tableau III.2) révèle que le modèle est hautement significatif, étant donné que la valeur du test de Fisher (F-model = 10.75) est nettement supérieure à la valeur de F-tabulaire pour un niveau de confiance de 95% (F-tabulaire = 2.53).

On peut ainsi conclure que ce modèle est robuste et approprié pour prédire la rugosité de surface en fonction des paramètres de brunissage, offrant ainsi un outil avantageux pour optimiser ces paramètres et améliorer la qualité des surfaces obtenues.

Tableau III.2. Analyse de la variance (ANOVA) du modèle de Box-Behnken

Source de variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	Valeur de F
Model	3.20042	14	0.22860	10.75
Erreur	0.25514	12	0.02126	
Total	3.45556	26		

$F_{0.05}(14,12)$ tabular = 2.53

Remarque :

- La somme des carrés correspond à la somme des carrés des écarts par rapport à la moyenne. L'objectif de ce calcul est de mesurer la variation par rapport à la moyenne.
- Le carré moyen est obtenu en divisant la somme des carrés par les degrés de liberté. Ce calcul vise à estimer la variance.
- La valeur de F (Fisher) est le rapport entre le carré moyen du modèle et le carré moyen de l'erreur. Elle permet de déterminer si le modèle est significatif d'un point de vue statistique.

III.2.4 Effets des paramètres de brunissage sur la rugosité

Les effets individuels des paramètres de brunissage, ainsi que leurs interactions, peuvent être estimés à partir du modèle de régression et du test t de Student [112]. Pour cela, la valeur t de chaque terme a été déterminée. Si la valeur t est égale ou supérieure à t-tabulaire pour un niveau de confiance de 95% (t-tabulaire = 2.179), ce terme aura ainsi un effet statistiquement significatif sur la réponse [112]. Le diagramme de Pareto (Figure III.3) représente ces effets et révèle que plusieurs termes ont un effet significatif sur la réponse "Ra".

D'après ce diagramme, la force "P" se distingue comme étant le terme le plus influent, ce qui est cohérent avec les conclusions obtenues par [3][4], suivie par l'effet quadratique de la force, le diamètre de la bille "Db" et l'interaction entre la force et le diamètre de la bille "P.Db". En revanche, l'avance "f" et la fréquence de rotation "N" ne présentent pas d'effet significatif. Ainsi, on peut conclure que la force et le diamètre de la bille sont les principaux paramètres influent sur la rugosité "Ra" lors du processus de brunissage.

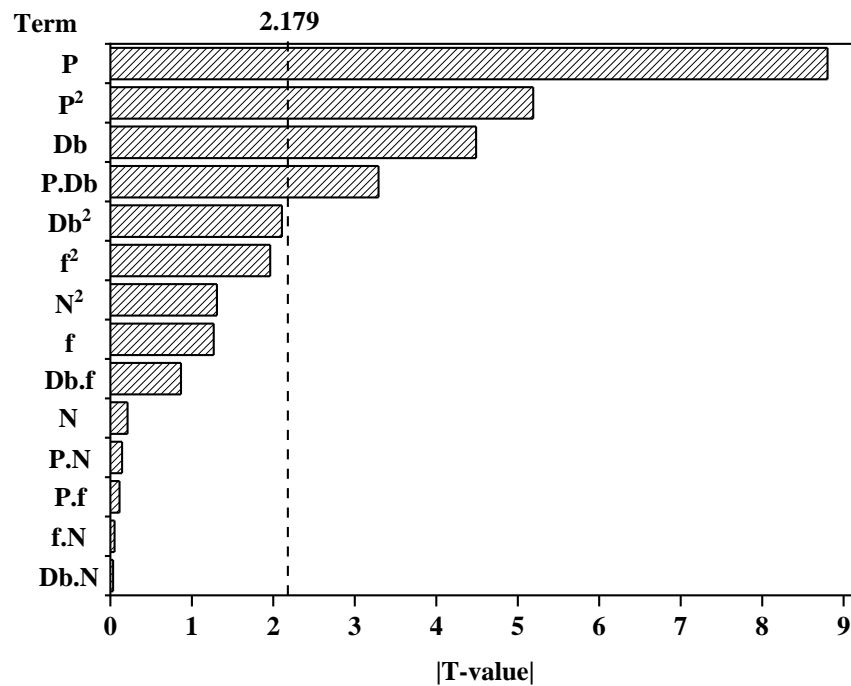


Figure III.3. Diagramme de Pareto montrant l'effet des variables indépendantes et leur interaction sur la rugosité

III.2.5 Surfaces de réponse et graphiques de contour de la rugosité

Les surfaces de réponse et les graphiques de contour (Figure III.4) ont été générés afin d'analyser et d'interpréter la variation de la rugosité de surface "Ra" en fonction des paramètres de brunissage.

La Figure III.4a présente l'interaction entre les paramètres les plus significatifs du procédé de brunissage, à savoir la force "P" et le diamètre de bille "Db", obtenus en maintenant une avance de 0.091 mm/tr et une fréquence de rotation de 560 tr/min. En effet, il est constaté deux tendances relatives à l'efficacité du procédé de brunissage sur l'amélioration de l'état de surface par rapport à la surface usinée ($Ra = 2.1 \mu\text{m}$) :

- D'une part, lorsque la force est réduite et que le diamètre de bille est augmenté, l'amélioration de l'état de surface est moins importante. Ce constat est corroboré par l'essai numéro 3 (Tableau III.1), où "Ra" atteint une valeur de $1.499 \mu\text{m}$.

- D'autre part, lorsque la force est augmentée et que le diamètre de la bille est réduit, l'amélioration de l'état de surface est plus importante, comme en témoigne l'essai numéro 2 avec $Ra = 0.139 \mu\text{m}$.

Ce résultat peut s'expliquer par le fait que l'augmentation du diamètre de la bille entraîne une augmentation de la surface de contact [113], associée à une force réduite, elle génère une faible pression de contact exercée par la bille sur la surface de la pièce, ce qui induit une déformation moins importante des crêtes de rugosité. En revanche, dans le second cas, la pression de contact devient plus élevée, provoquant ainsi un écrasement plus efficace des crêtes de surface et donc une réduction plus importante de la rugosité.

Par ailleurs, la Figure III.4b illustre l'interaction entre l'avance "f" et la fréquence de rotation "N", générée en maintenant une force de 160 N et un diamètre de bille de 10 mm. L'analyse de ces graphiques montre que ces deux paramètres ne présentent pas d'effet significatif sur la variation de la rugosité. En effet, quel que soit le régime de l'avance et la fréquence de rotation choisi, la rugosité "Ra" demeure pratiquement inchangée. Ceci corrobore les résultats du test t de Student obtenus précédemment.

Ainsi, il est évident que l'optimisation du procédé de brunissage pour améliorer la qualité de surface doit principalement se concentrer sur la gestion de la force appliquée et du diamètre de la bille, tandis que l'avance et la fréquence de rotation jouent un rôle mineur dans ce contexte.

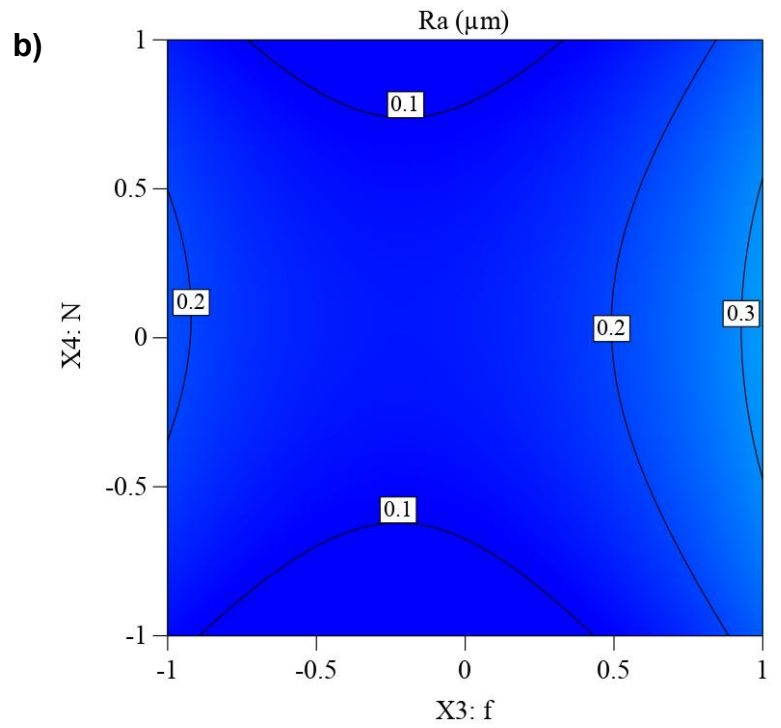
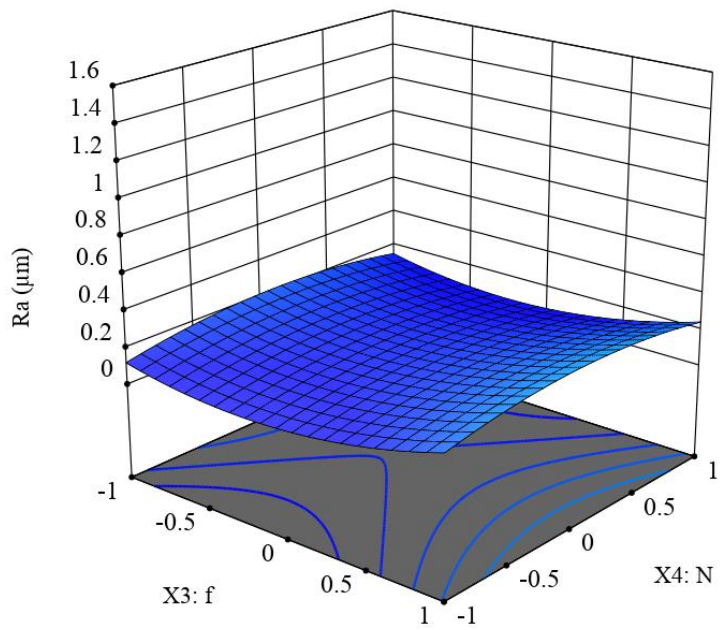
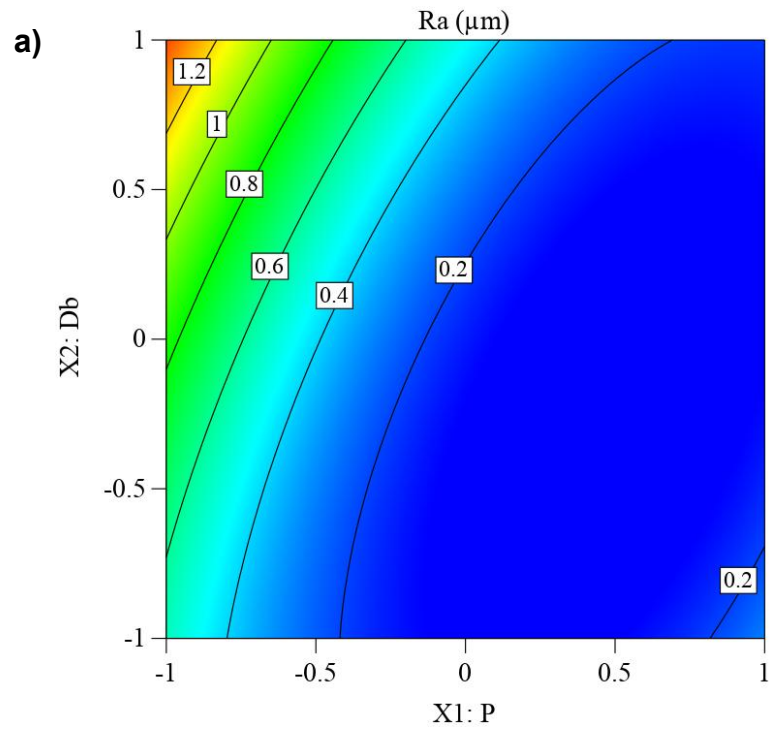
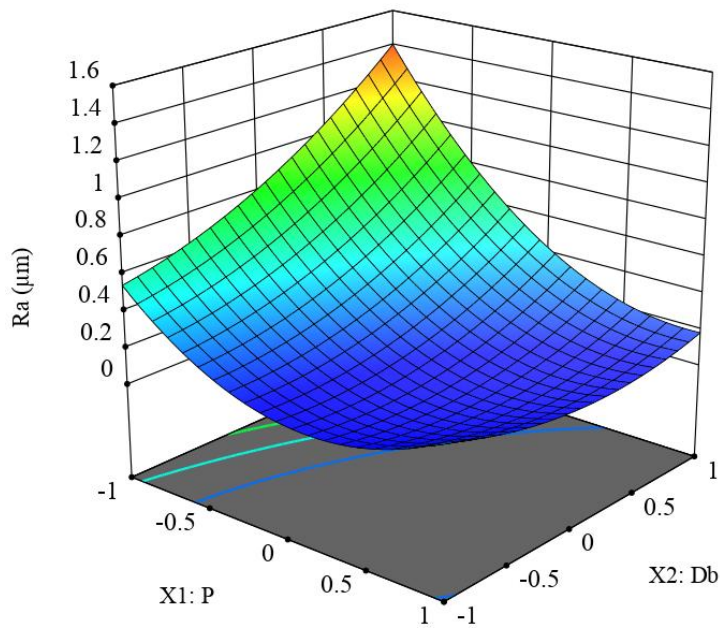


Figure III.4. Surfaces de réponse et graphiques de contour de la rugosité pour l'interaction entre : a) la force "P" et le diamètre de la bille "Db" ; b) l'avance "f" et la fréquence de rotation "N"

III.2.6 Régime optimal de la rugosité

Le régime optimal de brunissage, permettant d'atteindre une réduction maximale de la rugosité "Ra", déterminé à partir du modèle de régression (Eq. (1)) et des graphiques de la Figure III.4, est noté dans le Tableau III.3.

Tableau III.3. Régime optimal de brunissage pour minimiser la rugosité "Ra"

P_{opt} [N]	$D_{b_{opt}}$ [mm]	f_{opt} [mm/tr]	N_{opt} [tr/min]	\widehat{Ra}_{opt} [μm]
210	10	0,091	560	$0.04^{\pm 0.07}$

Après vérification par un essai expérimental supplémentaire, la rugosité "Ra" mesurée est de $0.081 \mu\text{m}$ avec un écart type de $0.002 \mu\text{m}$ (la mesure de "Rz" révèle une valeur de $0.323 \mu\text{m}$ avec un écart type de $0.009 \mu\text{m}$). Cette valeur appartient à l'intervalle prédit par le modèle, ce qui confirme l'adéquation du modèle avec les observations expérimentales.

En comparaison à la surface uniquement usinée (segment non bruni dans le Tableau III.1), le régime optimal a permis de diminuer la rugosité "Ra" et "Rz" de plus de 96% et 97% respectivement.

La Figure III.5a présente la topographie tridimensionnelle de la surface usinée, mettant en évidence les marques d'usinage avec la présence de pics et de vallées très prononcés. En revanche, la topographie de surface après brunissage avec le régime optimal (Figure III.5b), révèle une surface lisse et uniforme. Cette amélioration est attribuée au passage de la bille qui, sous l'effet de la force, réduit considérablement les aspérités. En effet, Les mesures de rugosité en 3D confirment cette évolution, la rugosité arithmétique "Sa" passe de $2,94 \mu\text{m}$ pour la surface usinée à $0,092 \mu\text{m}$ pour la surface brunie. Ceci confirme clairement l'effet bénéfique du brunissage sur l'amélioration de l'état de surface.

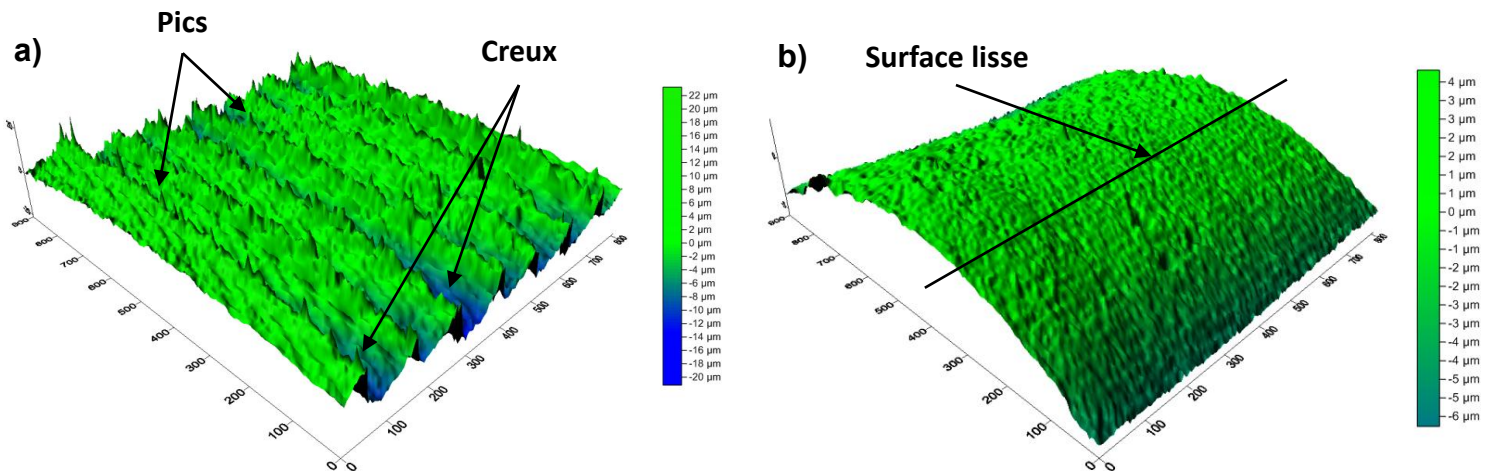


Figure III.5. Topographie 3D de la surface après : a) usinage ; b) brunissage optimal

III.3 Brunissage de la surface plane

L'objectif de ce traitement est de produire des surfaces planes traitées par brunissage, destinées à être utilisées pour l'ensemble des essais de cette étude (mesure de dureté, diffraction des rayons X (DRX), essai de corrosion, dépôt de chrome et scratch test). La Figure III.6 illustre l'ensemble des surfaces préparées.

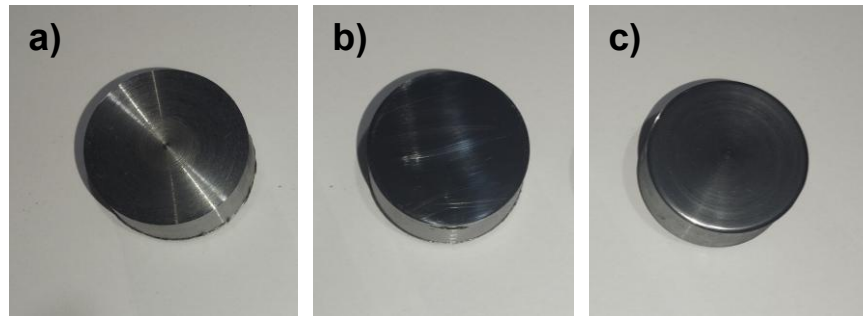


Figure III.6. Surfaces planes préparées : a) usiné ; b) usiné puis poli ; c) usiné puis bruni

III.3.1 Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

L'analyse par diffraction des rayons X est utilisée dans le but d'évaluer d'éventuels changements de structure et de phase induits par le traitement de brunissage du S235JR.

La Figure III.7a illustre les diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) de l'échantillon "bruni" ainsi que l'échantillon "poli" de référence. Les deux diagrammes présentent trois pics distincts à des angles (2θ) de 44.6° , 64.8° et 82.2° , indiquant ainsi que le brunissage n'a provoqué aucun changement de phase dans l'acier S235JR.

Selon la carte 2300200 [114] de la Crystallography Open Database (COD), ces angles de diffraction sont attribués respectivement aux plans cristallins (110), (200) et (211) de la structure cristalline cubique centrée (groupe spatial $Im\bar{3}m$). Cependant, les pics de diffraction de l'échantillon bruni ont été élargis et leurs intensités affaiblies par rapport à ceux de l'échantillon poli.

La Figure III.7b présente les valeurs de la largeur à mi-hauteur (FWHM) mesurées pour chaque pic de diffraction. Comparé à l'échantillon poli, la FWHM des pics de l'échantillon bruni est plus élevée, indiquant que le traitement a provoqué une légère diminution de la taille des grains. Des résultats similaires ont été trouvés dans les travaux de Attabi et al. [113] et Su et al. [102].

Cet affinement des grains pourrait être attribué à la déformation plastique induite par le brunissage.

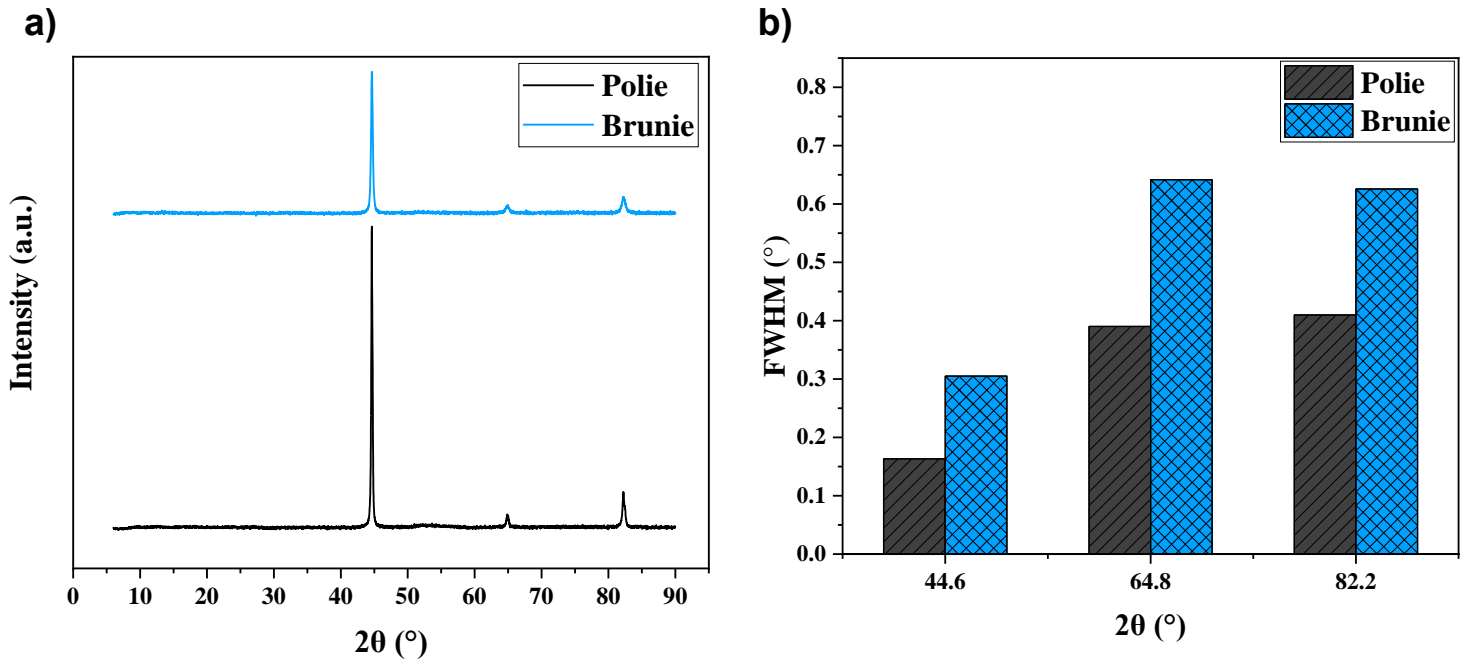


Figure III.7. Résultats XRD : a) Diagrammes de diffraction des rayons X (XRD) des échantillons "poli" et "bruni" ; b) Diagramme à barres des largeurs à mi-hauteur (FWHM) des échantillons sélectionnés

III.3.2 Effet du brunissage sur la micro-dureté en subsurface

La Figure III.8 montre l'échantillon "bruni" ainsi que l'échantillon "poli" de référence, sectionnés perpendiculairement à leur surface plane à l'aide d'une tronçonneuse métallographique sous lubrification abondante. Cette préparation permet de réaliser des mesures de micro-dureté en subsurface et d'établir le profil de micro-dureté.

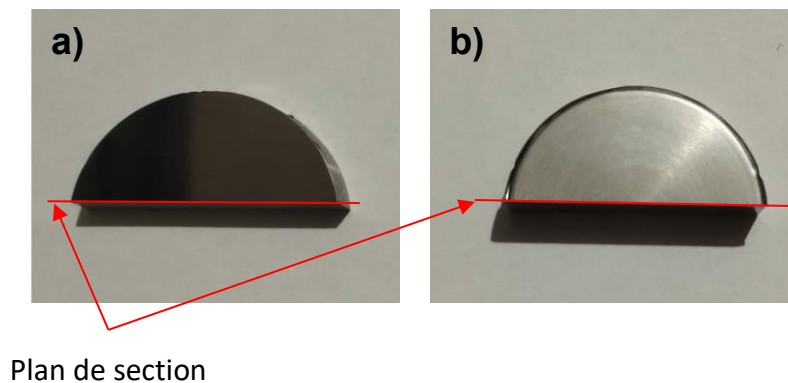


Figure III.8. Section perpendiculairement à la surface plane : a) poli ; b) brunie

La Figure III.9 montre la distribution de la micro-dureté H_v en profondeur de la couche en subsurface du matériau. Les valeurs de la micro-dureté en subsurface de

l'échantillon "bruni" sont plus élevées que celles de l'échantillon "poli" de référence, avec une augmentation atteignant jusqu'à 22%. Au-delà d'une profondeur d'environ 40 μm , la différence de micro-dureté devient négligeable, suggérant ainsi une couche brunie d'épaisseur équivalente. Ces résultats concordent avec les travaux de [113], [115].

L'augmentation de la micro-dureté de l'échantillon bruni est attribuée à la diminution de la taille des grains obtenue à la suite du processus de brunissage. Ceci est en adéquation avec la loi de Hall-Petch, qui suggère une relation entre la taille des grains et la dureté. Dans leurs travaux, [102], [113], [116] ont également attribué l'augmentation de la dureté à l'affinement des grains.

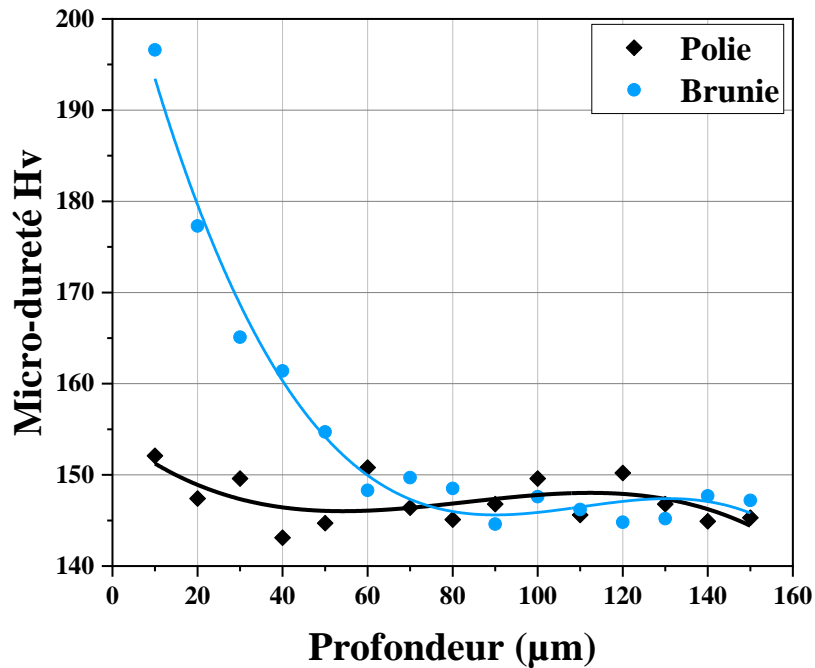


Figure III.9. Variation de micro-dureté en profondeur à partir de la surface

III.3.3 Effet du brunissage sur la résistance à la corrosion

a. Suivi du potentiel à circuit ouvert (OCP)

La Figure III.10 présente le diagramme du potentiel de corrosion à circuit ouvert (OCP) des surfaces planes brunie, usinée et polie, après une immersion de 1 heure dans une solution de NaCl à 3,5 % en poids, à température ambiante.

Toutes les courbes montrent une évolution du potentiel vers des valeurs de plus en plus négatives, qui se stabilise après un certain temps. Cette allure est caractéristique d'une attaque du métal par dissolution sans aucune passivation.

Les résultats montrent que le potentiel à circuit ouvert de la surface usinée se stabilise à -687,42 mV, tandis que la surface polie se stabilise à -668,91 mV. Le brunissage déplace le potentiel vers des valeurs moins négatives, atteignant -639,61 mV.

Ainsi, on conclut que le brunissage entraîne un déplacement du potentiel vers des valeurs plus nobles, indiquant que la surface brunie est moins susceptible à la corrosion.

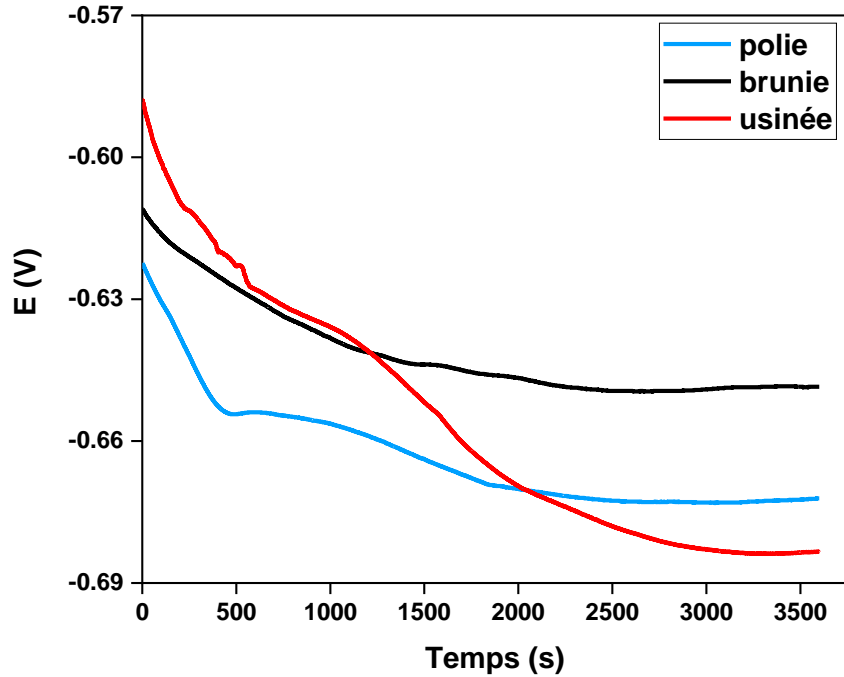
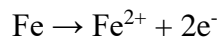


Figure III.10. Diagramme du potentiel à circuit ouvert (OCP) en fonction du temps

b. Polarisation potentiodynamique

Les courbes de polarisation à l'interface métal/solution constituent une caractéristique essentielle de la cinétique électrochimique. Les droites de Tafel fournissent des informations sur l'activité de la surface de l'acier et le mécanisme de réaction, tels qu'inférés des branches anodiques et cathodiques. Cette méthode permet de déterminer avec précision les paramètres électrochimiques d'un métal en contact avec un électrolyte.

Les courbes de polarisation potentiodynamique (Tafel), présentées sur la Figure III.11, révèlent une allure des branches anodiques caractéristiques d'une dissolution de l'acier par oxydation sans aucune passivation, conformément à la réaction suivante :



Les paramètres électrochimiques déduits des courbes de polarisation sont regroupés dans le Tableau III.4. Les courbes montrent un déplacement du potentiel de corrosion de l'échantillon "bruni" ($E_{\text{corr}} = -647,84 \text{ mV}$) vers des valeurs plus nobles comparé aux

échantillons "usinés" ($E_{corr} = -683,93 \text{ mV}$) et "polis" ($E_{corr} = -671,75 \text{ mV}$), ceci révèle que la surface brunie est moins sujette à la corrosion [101], [117].

De plus, il est constaté une diminution des densités de courant sur les deux branches cathodique et anodique de l'échantillon "bruni", passant d'un courant de corrosion (J_{corr}) de $11,02 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ pour celui "usiné" et $7,32 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ pour le "poli" à $2,52 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ pour le "bruni". Ce dernier est donc le plus résistant à la corrosion, présentant un transfert de charge 4 fois moins élevé que celui "usiné" et 3 fois moins élevé que le "poli", ce qui est cohérent avec les résultats des travaux de [93], [101]. Les valeurs de résistance de polarisation (R_p) corroborent ces résultats.

D'après la littérature, cette diminution de la densité de courant peut être attribuée à l'affinement des grains, qui favorise la dissolution des impuretés au niveau des joints de grains, contribuant ainsi à une meilleure résistance à la corrosion [117], [118]. Dans leurs recherches, Marulanda Cardona et al. [119] ont rapporté que la corrosion des alliages à base de fer produit une expansion volumétrique et qu'une structure à grains fins améliore la résistance à la corrosion.

Par ailleurs, la diminution de la densité de courant de l'échantillon "poli", suggérant une meilleure résistance à la corrosion de ce dernier par rapport à l'échantillon "usiné", peut être attribuée à la rugosité plus faible de la surface polie qui a tendance à diminuer la surface réelle, contribuant ainsi à une meilleure résistance à la corrosion [120].

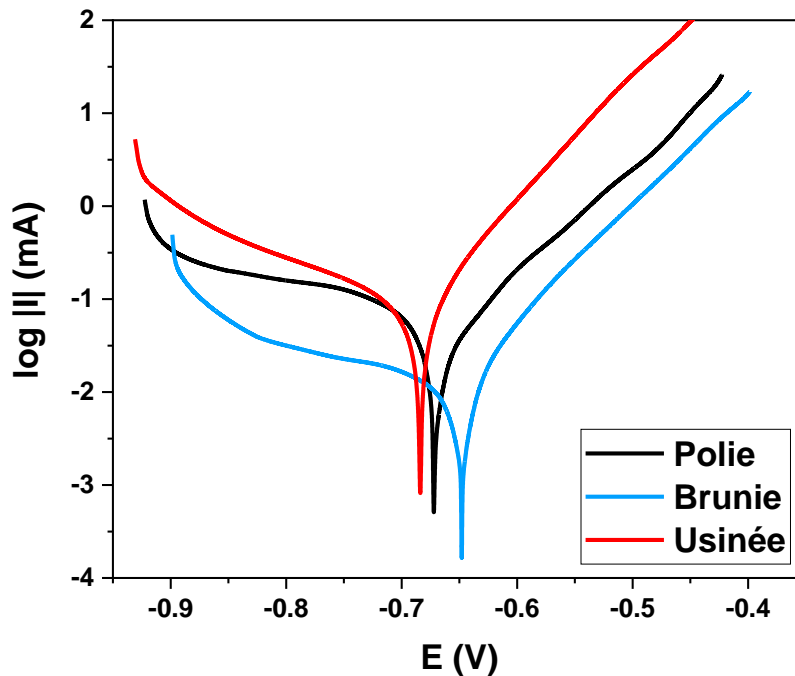


Figure III.11. Courbes de polarisation potentiodynamique des surfaces planes brunie, usinée et polie

Tableau III.4. Paramètres électrochimiques déduits des courbes de polarisation potentiodynamique des surfaces planes brunie, usinée et polie

Paramètres	E_{corr} (mV)	I_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	R_p (Ω/cm^2)
Surface			
Usinée	-683,93	11,02	47,73
Polie	-671,75	7,32	71,52
Brunie	-647,84	2,52	208,49

c. Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

Les diagrammes d'impédance électrochimique en représentation Nyquist sont présentés dans la Figure III.12. Toutes les courbes sont composées d'une seule boucle capacitive aux hautes fréquences, attribuée à la capacité de la double couche et à la résistance de transfert de charge.

Selon la littérature, le diamètre de l'arc capacitif aux hautes fréquences est proportionnel à la résistance de transfert de charge, de sorte qu'un plus grand diamètre de l'arc capacitif indique une meilleure résistance à la corrosion [93], [117]. Ainsi, la Figure III.12 révèle clairement un diamètre de l'arc capacitif de l'échantillon "bruni" plus grand par rapport aux échantillons "poli" et "usiné" respectivement, confirmant ainsi que le brunissage confère à la surface une meilleure résistance à la corrosion [93], [118].

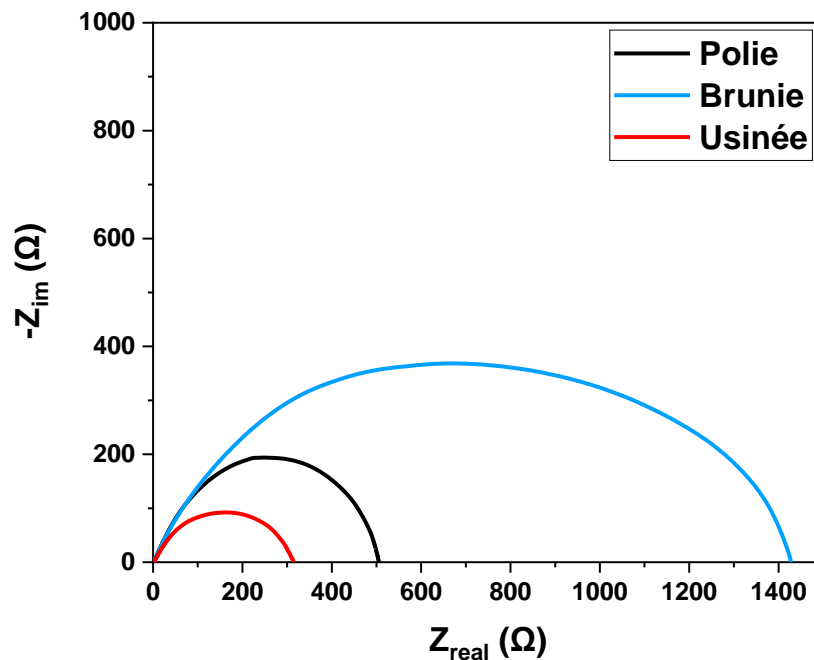


Figure III.12. Diagrammes d'impédance électrochimique (EIS) des surfaces planes brunie, usinée et polie

Les demi-boucles capacitives obtenues ne sont pas parfaites, ce qui peut être attribué à l'effet de dispersion de fréquence résultant de la rugosité de la surface de l'électrode de travail. Par conséquent, au lieu de modéliser la double couche par la capacité C_{dl} , il est préférable d'utiliser un élément à phase constante (CPE).

Les courbes d'impédance en représentation de Nyquist ont été modélisées et ajustées avec le circuit électrique équivalent présenté dans la Figure III.13. Ce dernier est constitué d'une résistance électrolytique (R_s) en série avec un élément à phase constante (CPE), lequel est en parallèle avec une résistance de transfert de charge (R_{ct}).

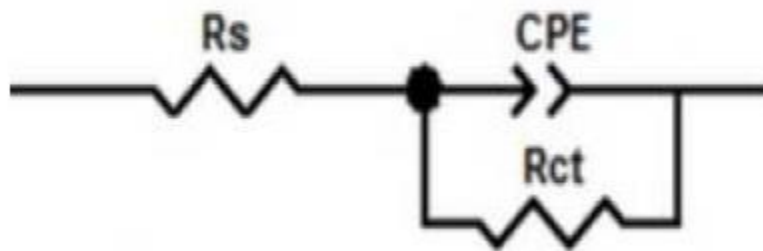


Figure III.13. Circuit électrique équivalent utilisé pour l'ajustement des courbes d'impédance électrochimique (EIS) des surfaces planes brunie, usinée et polie

Les valeurs des différents paramètres électrochimiques, déduites de l'ajustement paramétrique des spectres d'impédance, sont reportées dans le Tableau III.5. Ces valeurs montrent que la résistance de transfert de charge (R_{ct}) de l'échantillon "bruni" est nettement plus grande par rapport aux échantillons "poli" et "usiné" respectivement. Cela confirme que le brunissage améliore la résistance à la corrosion de la surface.

Tableau III.5. Paramètres électrochimiques déduits de l'ajustement paramétrique des spectres d'impédance en représentation Nyquist

Paramètres	R_s (Ω/cm^2)	R_{ct} (Ω/cm^2)	CPE ($\mu\text{F}/\text{cm}^2$)
Surface			
Usinée	0,26	44,53	197,45
Polie	0,18	77,60	50,09
Brunie	0,11	199,71	40,15

d. Observation au Microscope électronique à balayage (MEB)

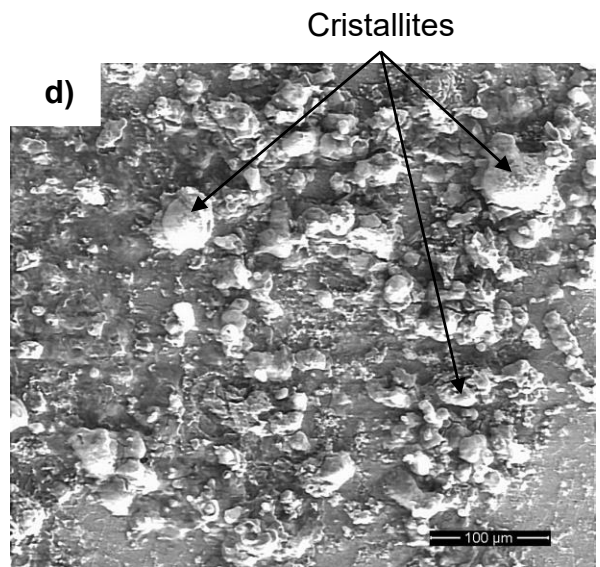
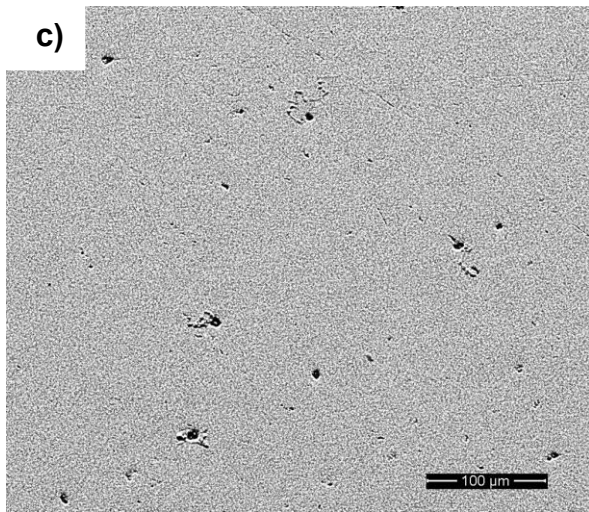
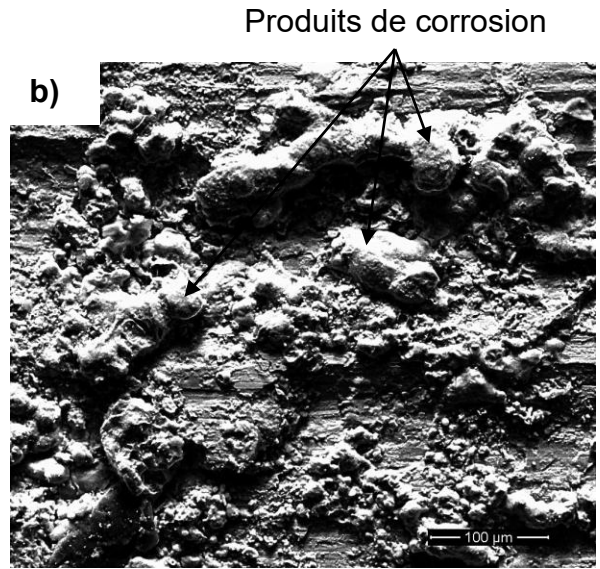
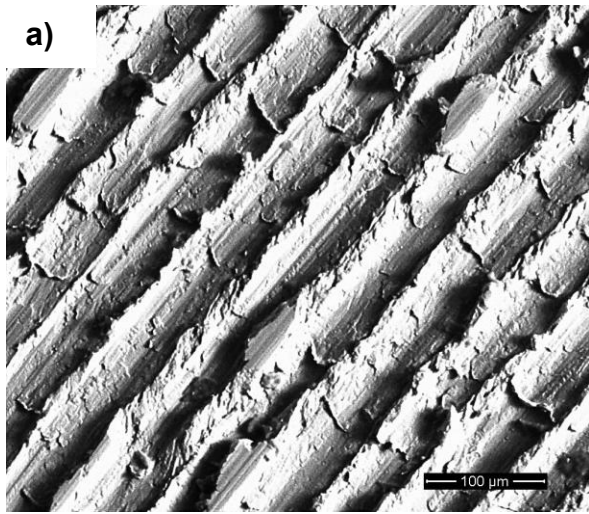
La Figure III.14 présente les micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) des échantillons "usiné", "poli" et "bruni", avant et après les essais de corrosion électrochimique. Ces figures permettent une observation détaillée des surfaces et des effets de la corrosion.

La micrographie (MEB) de la surface plane usinée avant corrosion (Figure III.14a) met en évidence les marques d'usinage, caractérisées par des pics et vallées très prononcés. En revanche, la surface plane brunie (Figure III.14c) et polie (Figure III.14e) présentent des surfaces lisses et uniformes.

Après les essais de corrosion électrochimique, une corrosion généralisée est observée sur les surfaces "usinée" et "polie" (Figure III.14b et d), avec la formation d'une couche d'oxyde composée de grosses cristallites et une détérioration importante de la surface usinée.

La surface brunie (Figure III.14f) présente également une corrosion généralisée, mais avec une quantité réduite de produits de corrosion. Ces observations sont cohérentes avec nos résultats précédents des essais électrochimiques et les travaux de Uddin et al. [101] et Ramesh et al. [117].

La capacité de l'échantillon bruni à mieux résister à la corrosion est confirmée par ces observations, suggérant que le brunissage peut être une méthode efficace pour améliorer la durabilité des matériaux dans des environnements corrosifs.



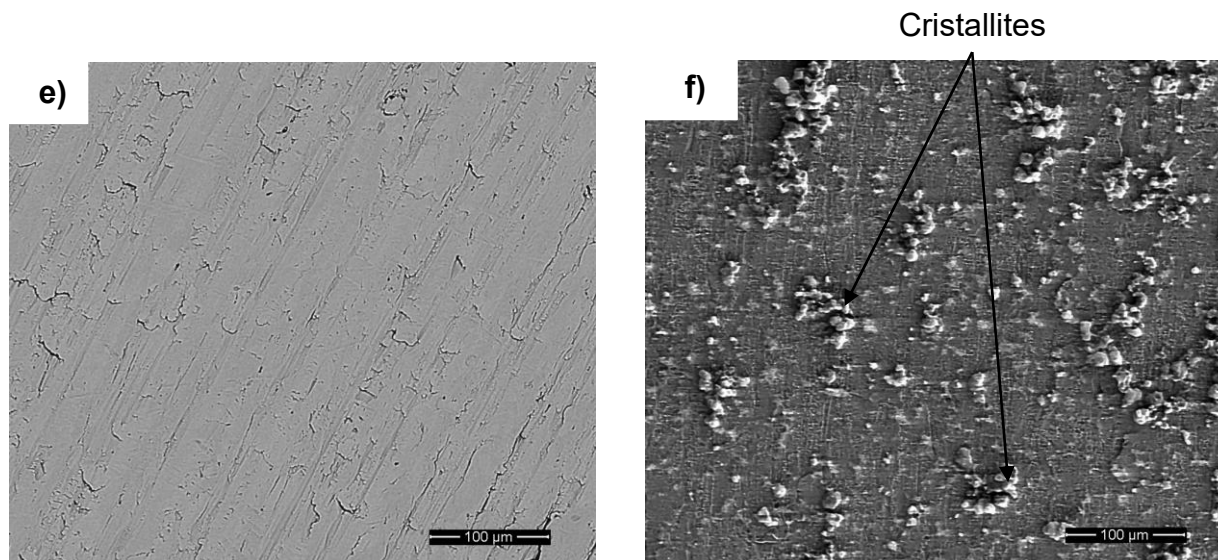


Figure III.14. Observation MEB des surfaces : a) "usinée" avant corrosion ; b) "usinée" après corrosion ; c) "polie" avant corrosion ; d) "polie" après corrosion ; e) "brunie" avant corrosion ; f) "brunie" après corrosion

e. Analyse par spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS)

La spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS) couplée au microscope électronique à balayage (MEB) permet la détermination des éléments chimiques sur les surfaces. Cette technique analyse les rayons X émis par la surface lorsqu'elle est exposée au faisceau d'électrons du MEB. Le rayonnement émis est retranscrit sous forme de spectre, où apparaissent des pics d'intensité variable, caractéristiques des éléments chimiques ou minéraux présents.

La Figure III.15 présente les spectres EDS obtenus des échantillons "usiné", "poli" et "bruni" après les essais de corrosion électrochimique.

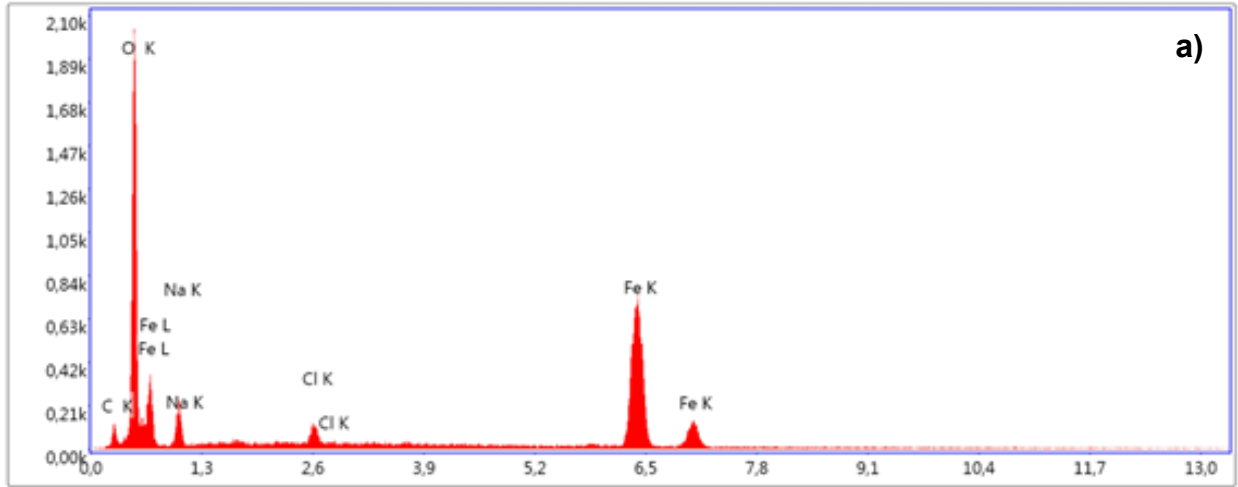
Tous les spectres révèlent des pics d'oxygène, indicatifs de la formation d'oxyde de fer, un produit de corrosion présent sur la surface.

Les résultats montrent que l'échantillon bruni possède la plus faible proportion en oxygène, ce qui indique une quantité réduite de produits de corrosion à sa surface et, par conséquent, une meilleure résistance à la corrosion. En revanche, l'échantillon poli présente une proportion en oxygène plus élevée, tandis que l'échantillon usiné affiche la plus grande proportion d'oxygène, ce qui traduit une corrosion plus importante. Ces résultats sont cohérents avec les travaux de Uddin et al. [101] et Ramesh et al. [117].

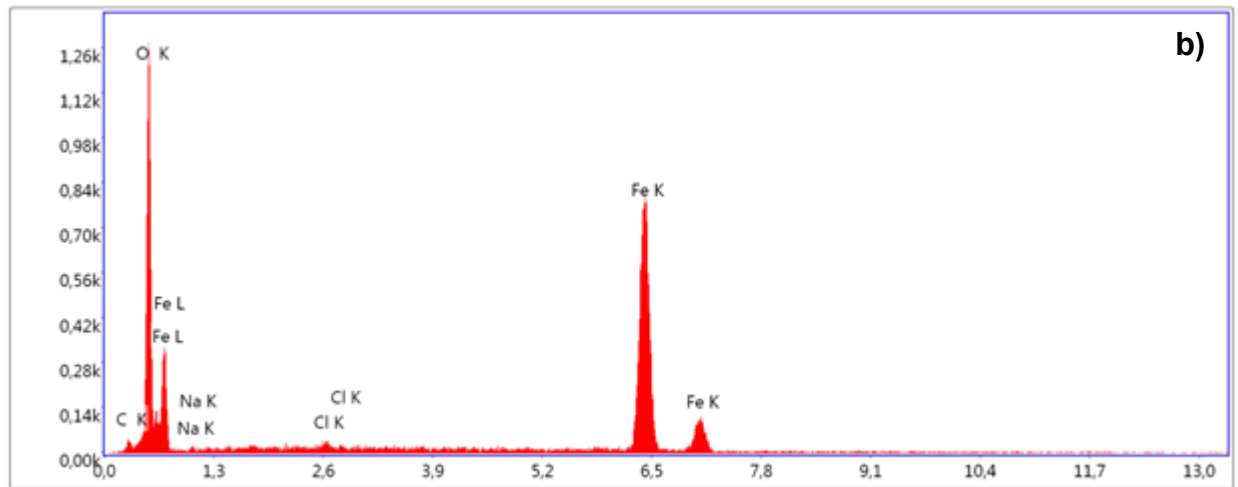
De même, l'analyse de la quantité de fer à la surface des échantillons révèle que l'échantillon bruni présente la plus forte proportion de fer, suivi par l'échantillon poli.

L'échantillon usiné présente la plus faible proportion de fer en surface, confirmant ainsi une corrosion accrue.

En résumé, l'échantillon bruni montre la meilleure résistance à la corrosion, suivi par l'échantillon poli, tandis que l'échantillon usiné est le plus susceptible à la corrosion.



Lsec: 30.0 0 Cnts 0.000 keV Dét: Octane Pro A



Lsec: 20.0 0 Cnts 0.000 keV Dét: Octane Pro A

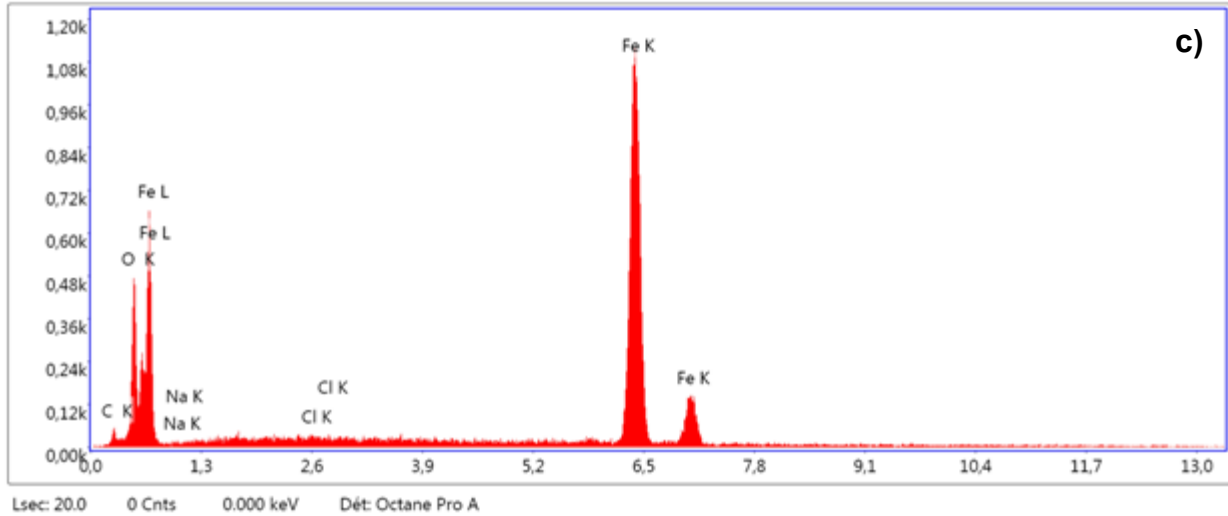


Figure III.15. Analyse EDS des surfaces corrodées : a) échantillon "usiné" ; b) échantillon "poli" ; c) échantillon "bruni"

III.3.4 Chromage dur

L'objectif de l'électrodéposition d'une couche de chrome sur les surfaces planes "brunie", "polie" et "usinée" est de caractériser l'effet du brunissage sur l'adhérence du revêtement de chrome. Les revêtements de chrome dur sont reconnus pour leur efficacité à protéger les surfaces contre la corrosion. La Figure III.16 présente l'ensemble des surfaces chromées.

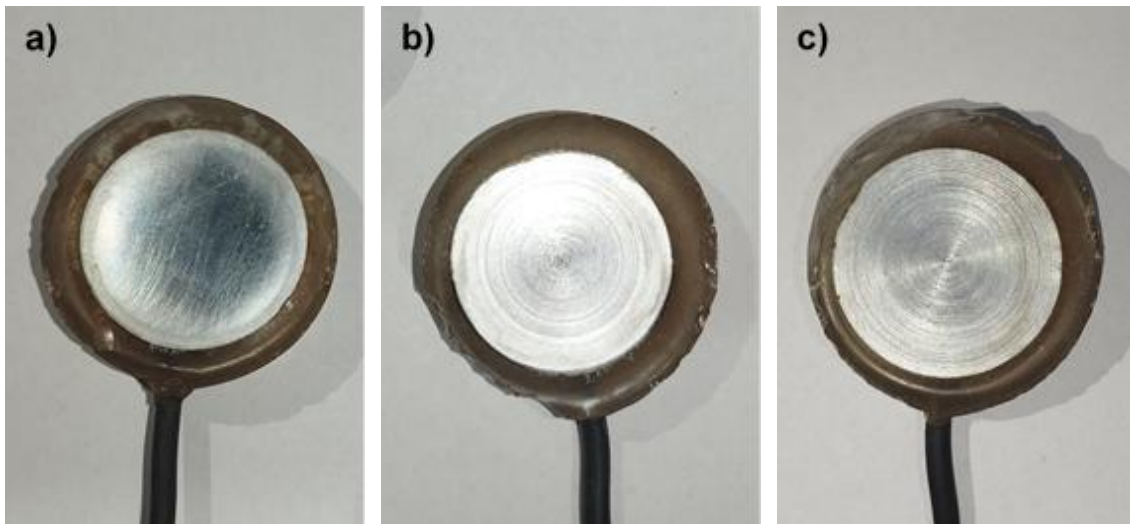


Figure III.16. Surfaces planes chromées : a) polie ; b) brunie ; c) usinée

a. Mesure de l'épaisseur du revêtement de chrome

Les Figure III.17, 18 et 19 présentent les micrographies obtenues par microscopie optique des sections des échantillons revêtus. Ces figures révèlent une épaisseur constante et uniforme du dépôt de chrome sur l'ensemble des surfaces examinées.

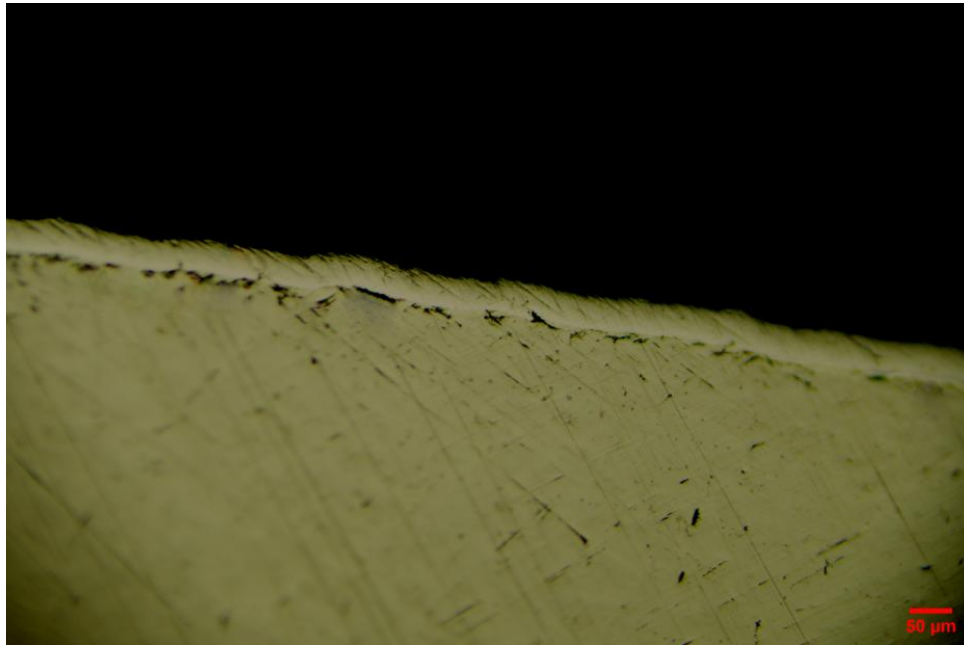


Figure III.17. Section de la surface usinée et chromée

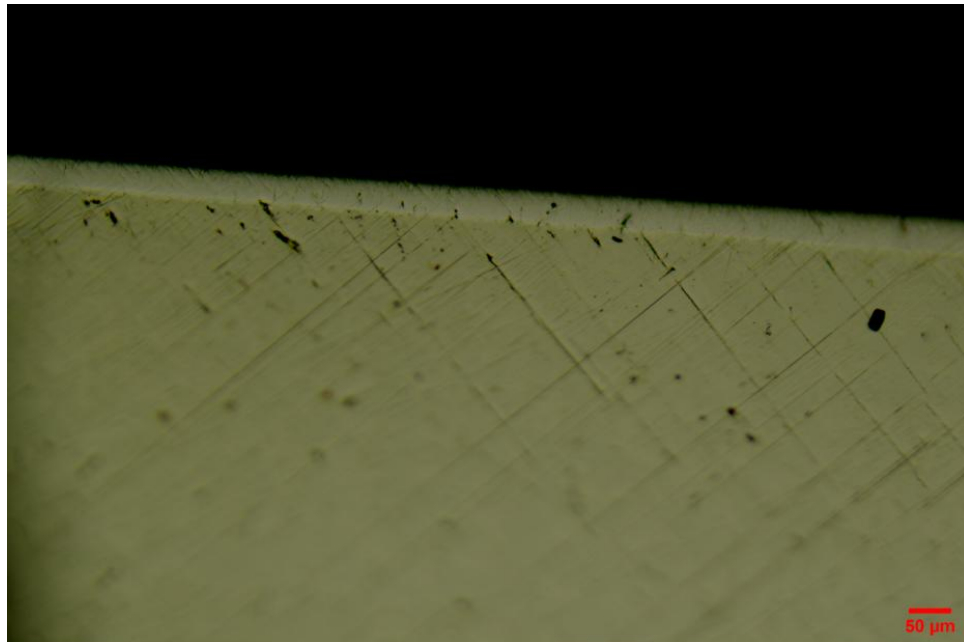


Figure III.18. Section de la surface polie et chromée

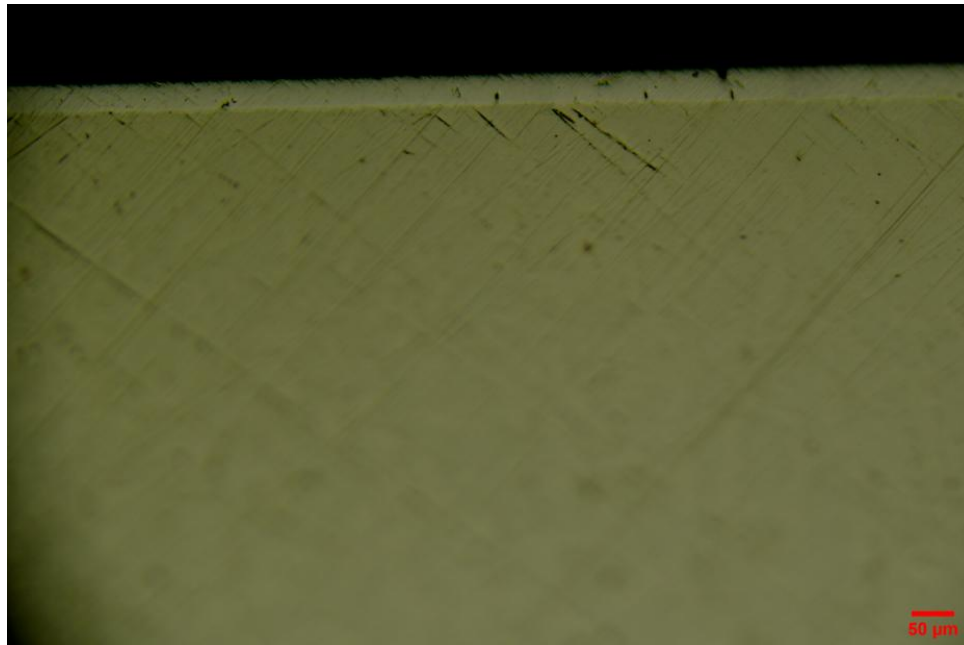


Figure III.19. Section de la surface brunie et chromée

L'épaisseur de la couche du revêtement en chrome a été mesurée lors de l'observation au microscope optique à l'aide du logiciel PROView. Les résultats de ces mesures sont consignés dans le Tableau III.6. Tous les échantillons présentent une épaisseur approximative de 35 μm .

Tableau III.6. Epaisseur du dépôt de chrome mesuré sur microscope optique par le logiciel PROView

Echantillon	Épaisseur du dépôt de chrome en [μm]			
	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 3	Moyenne
Usiné	36,32	35,68	35,41	35,80
Poli	35,86	35,92	36,43	36,07
Bruni	36,95	37,74	37,52	37,40

b. Effet du brunissage sur l'adhérence du revêtement de chrome

Les Figures III.20, 21 et 22 illustrent les courbes de profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée lors des essais de rayure (scratch tests) effectués sur les dépôts de chrome des échantillons "bruni", "poli" et "usiné". Les Figures III.23, 24 et 25 montrent les micrographies optiques correspondantes.

L'augmentation progressive de la charge appliquée entraîne une augmentation de la profondeur de pénétration, laquelle est associée à une densité croissante de fissuration et à

une déformation plastique du revêtement. Par conséquent, cela conduit à l'apparition de différents modes d'endommagement.

Les charges critiques sont déterminées à partir de l'évolution des courbes de profondeur de pénétration et des micrographies optiques. L'ensemble des figures illustre deux charges critiques : Lc1, correspondant à l'endommagement par fissuration, et Lc2, correspondant à l'endommagement par écaillage.

Les courbes de profondeur de pénétration montrent un premier pic correspondant à la charge critique de fissuration (Lc1), à partir de laquelle se produit l'amorçage des premières microfissures observées. Ces microfissures s'intensifient progressivement avec l'augmentation de la charge appliquée jusqu'à provoquer l'écaillage du revêtement, ce qui est représenté par un second pic sur les courbes, correspondant à la charge critique d'écaillage (Lc2). Aucune rupture interfaciale du revêtement (décohésion par flambage) n'a été observée. Les valeurs des charges critiques sont présentées dans le Tableau III.7.

Des valeurs plus élevées de charges critiques indiquent que le revêtement de chrome peut supporter des charges normales plus importantes avant de s'endommager, ce qui favorise son application dans des conditions tribologiques sévères.

La charge critique de fissuration (Lc1) ainsi que la charge critique d'écaillage (Lc2) du dépôt de chrome sur la surface brunie sont supérieures à celles du dépôt sur la surface usinée et sur la surface polie, respectivement.

La profondeur de pénétration de la pointe est nettement plus faible sur le dépôt de chrome de la surface brunie, tandis que les surfaces "usinée" et "polie" montrent des profondeurs de pénétration similaires.

Les micrographies optiques des rayures, Figures III.23, 24 et 25, montrent une diminution des microfissures sur le dépôt de chrome suite à l'application du procédé de brunissage au substrat.

Selon les résultats obtenus, il est évident que le dépôt de chrome sur la surface brunie offre une résistance aux rayures supérieure à celle observée sur les surfaces "usinée" et "polie", respectivement. Cette performance est attribuée à la dureté accrue du substrat bruni, permettant ainsi une meilleure résistance à la déformation. Ces observations sont cohérentes avec les résultats rapportés par Brostow et al. [100], qui ont mis en évidence l'effet positif du brunissage sur l'adhérence des revêtements de chrome dur appliqués sur l'acier à outils Vanadis.

La performance du dépôt de chrome sur la surface usinée, comparée à la surface polie, peut être attribuée à la rugosité de la surface du substrat usiné. Cette rugosité accroît la surface réelle de contact, conférant ainsi une meilleure adhérence.

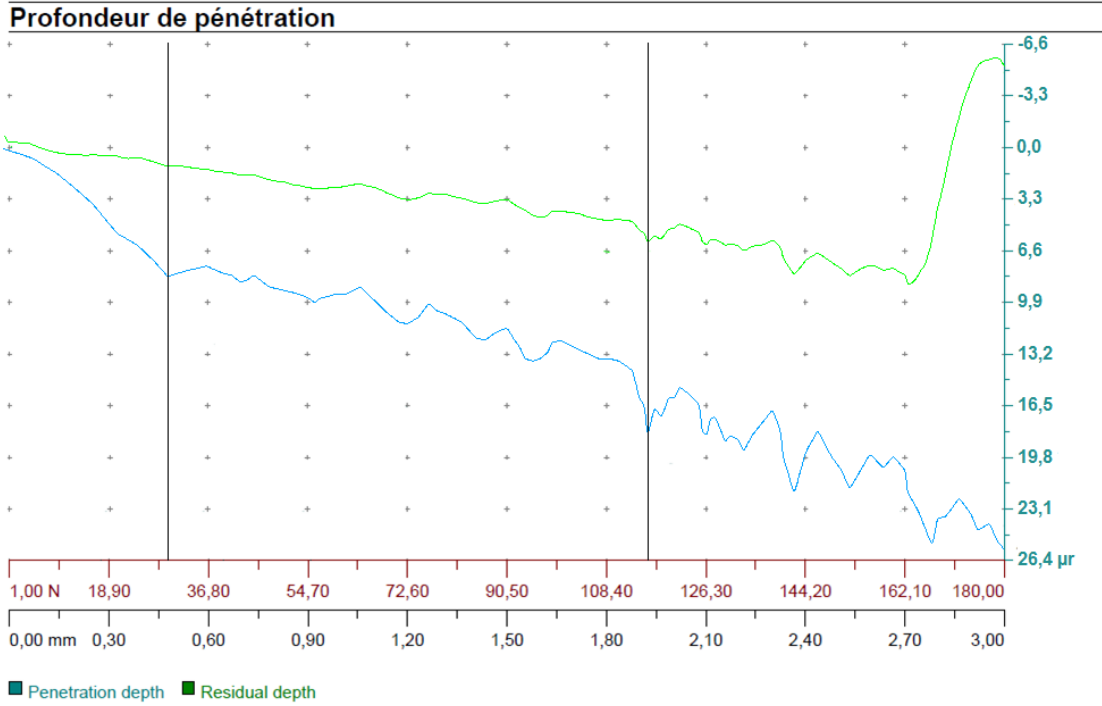


Figure III.20. Profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée et de la distance de rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface brunie

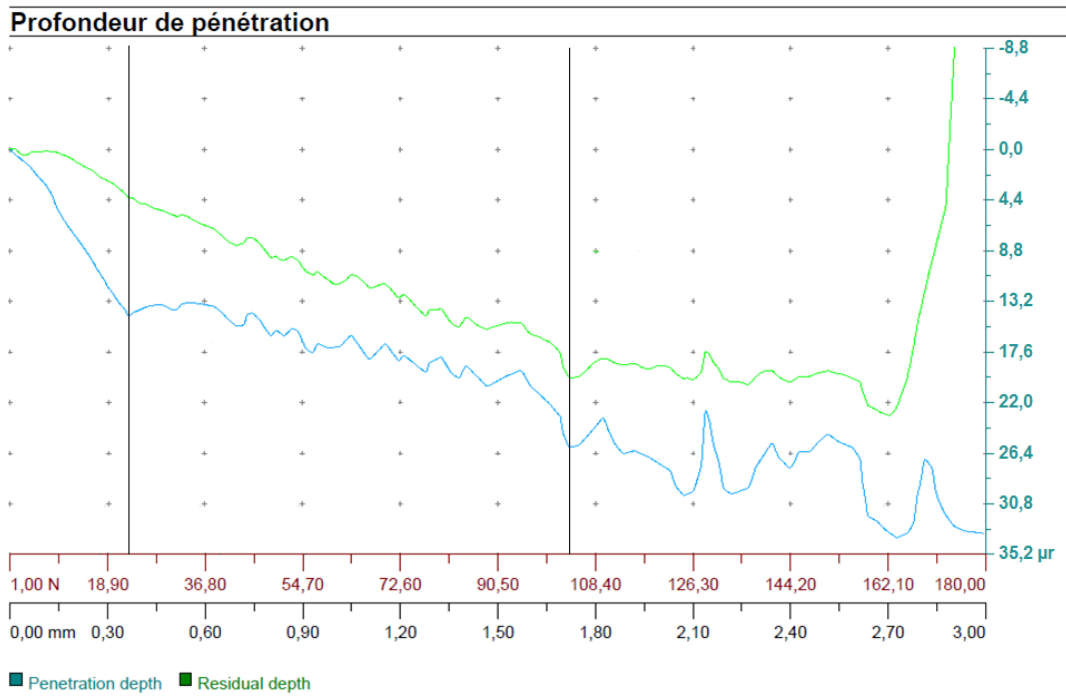


Figure III.21. Profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée et de la distance de rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface polie

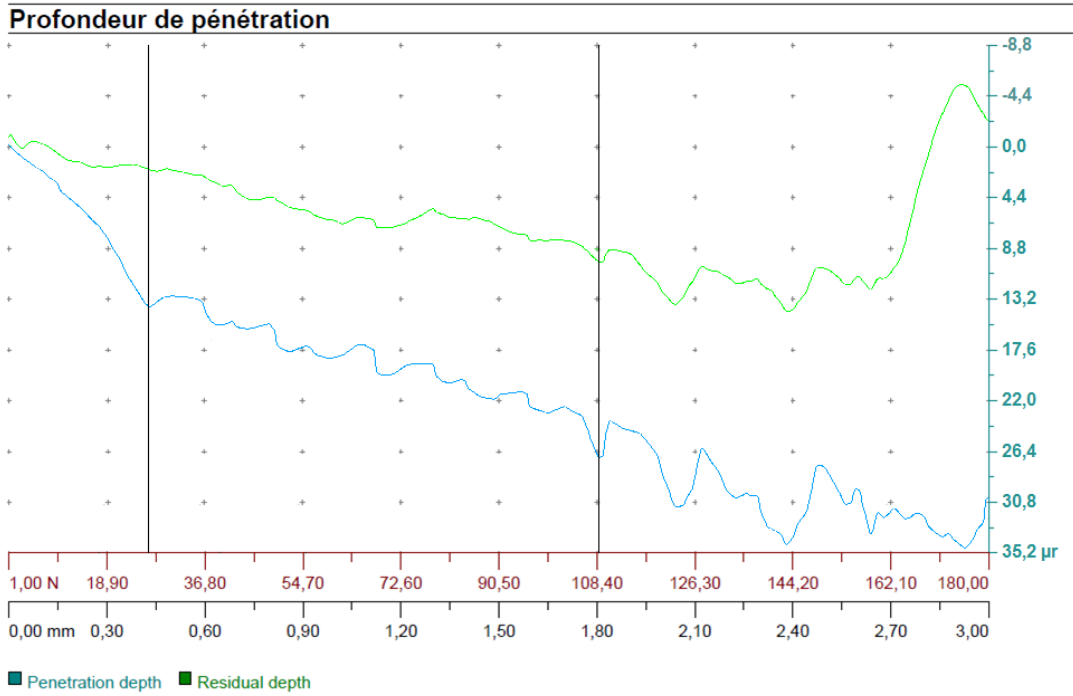


Figure III.22. Profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée et de la distance de rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface usinée

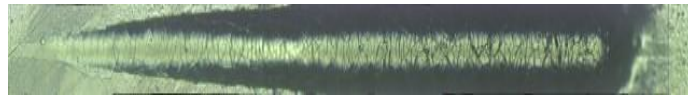


Figure III.23. Micrographie optique de la rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface brunie



Figure III.24. Micrographie optique de la rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface polie

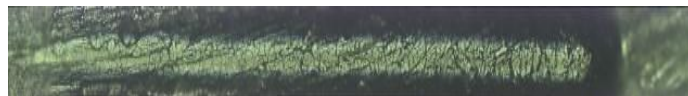


Figure III.25. Micrographie optique de la rayure lors de l'essai de rayure (scratch test) du dépôt de chrome sur la surface usinée

Tableau III.7. Résultats des essais de rayures (scratch test) du dépôt de chrome sur les surfaces brunie, polie et usinée

	Dépôt de chrome sur surface brunie			Dépôt de chrome sur surface polie			Dépôt de chrome sur surface usinée		
	Charge [N]	Profondeur de pénétration [μm]	Déplacement [mm]	Charge [N]	Profondeur de pénétration [μm]	Déplacement [mm]	Charge [N]	Profondeur de pénétration [μm]	Déplacement [mm]
Fissuration (Lc1)	30,48	8,31	0,49	23,18	14,45	0,37	26,96	13,83	0,43
Ecaillage (Lc2)	115,94	18,25	1,92	103,77	26,13	1,72	108,64	27,05	1,80

III.4 Conclusion

Ce travail expérimental étudie l'effet du brunissage à bille sur la rugosité de surface, le comportement à la corrosion et l'adhérence du revêtement de chrome dur sur l'acier S235JR. Les principales conclusions tirées de cette étude sont les suivantes :

- La distribution des valeurs de rugosité "Ra" et "Rz" montre une relation quasi-linéaire positive entre ces deux paramètres.
- L'analyse statistique révèle que la force de brunissage et le diamètre de la bille sont les principaux paramètres influents sur la rugosité "Ra", alors que l'avance et la fréquence de rotation ne présentent pas d'effet significatif.
- Les améliorations les plus importantes de l'état de surface sont constatées lorsque la force est augmentée et le diamètre de la bille réduit.
- Le modèle mathématique de Box Behnken a permis de prédire les paramètres optimaux de brunissage à bille, garantissant une réduction maximale de la rugosité. L'application de ce régime optimal a conduit à une diminution de plus de 96% et 97% respectivement de "Ra" et "Rz" par rapport à la surface usinée, induisant ainsi une topographie lisse et uniforme.
- L'analyse par diffraction des rayons X révèle un affinement des grains en surface sans changement de phase, suite au traitement par brunissage.

- Les mesures de microdureté révèlent une augmentation de cette dernière en subsurface de l'échantillon bruni, attribuée principalement à l'affinement des grains. Au-delà d'une profondeur d'environ 40 μm , la différence de microdureté entre l'échantillon "bruni" et l'échantillon "polis" de référence devient négligeable, suggérant ainsi une couche brunie d'épaisseur équivalente.
- Les essais de corrosion électrochimique montrent que la résistance à la corrosion de la surface brunie est nettement améliorée, attribuée principalement à l'affinement des grains. Ceci est confirmé par les observations au microscope électronique à balayage et les analyses par spectroscopie à dispersion d'énergie qui montrent une quantité réduite de produit de corrosion dans la surface brunie.
- Les essais de rayures (scratch tests) réalisés sur les dépôts de chrome révèlent une amélioration significative de l'adhérence du revêtement de chrome sur les surfaces bruniées. Cette amélioration est principalement attribuée à la dureté accrue du substrat bruni. Ceci est confirmé par les micrographies optiques des rayures, qui montrent une réduction des microfissures dans le dépôt de chrome appliqué sur la surface brunie.

Conclusion générale

Cette étude porte sur la corrosion de l'acier S235JR, un acier à faible teneur en carbone couramment utilisé dans la fabrication de pièces mécaniques telles que les arbres, les supports et les composants de machines. Comme tous les aciers au carbone, il est vulnérable à la corrosion, ce qui peut entraîner de nombreuses défaillances et ruptures, nécessitant des réparations coûteuses et entraînant des pertes de productivité.

Les performances des composants mécaniques, en termes de résistance à la corrosion et d'adhérence des revêtements, sont étroitement liées à l'intégrité de leur surface, nécessitant ainsi une attention particulière à celle-ci. Ainsi, l'objectif principal de cette thèse est d'évaluer l'impact éventuel du traitement mécanique de surface, en l'occurrence le brunissage à bille, sur la résistance à la corrosion de l'acier S235JR et sur l'adhérence du dépôt de chrome.

Dans un premier temps, il a été jugé nécessaire d'étudier la rugosité de surface, étant donné que le brunissage est essentiellement un procédé de finition qui agit sur les aspérités de surface par déformation plastique.

Dans ce contexte, au regard des résultats expérimentaux obtenus, le traitement par brunissage a réduit la rugosité des surfaces brunies par rapport à celles usinées, mettant en évidence l'effet bénéfique de ce traitement et montrant que l'acier S235JR répond convenablement au brunissage.

La distribution des valeurs de rugosité "Ra" et "Rz" a révélé une relation quasi-linéaire positive entre ces deux paramètres, permettant de conclure que, dans les intervalles de variation des paramètres de brunissage à bille considérés dans cette étude, les interprétations portées pour le paramètre "Ra" peuvent être extrapolées à "Rz" et inversement.

Le traitement par brunissage a été effectué conformément au plan d'expérience de Box-Behnken, permettant ainsi de modéliser la rugosité "Ra" en fonction des paramètres de brunissage, à savoir : la force "P", le diamètre de la bille "Db", l'avance "f" et la fréquence de rotation "N". Un modèle mathématique de second degré, intégrant les interactions de deuxième ordre, a été établi pour prédire et optimiser la rugosité.

Les effets individuels des paramètres de brunissage, ainsi que leurs interactions, ont été évalués à l'aide du modèle de régression et du test t de Student. Les résultats révèlent que la force de brunissage "P" et le diamètre de la bille "Db" sont les principaux paramètres influents sur la rugosité "Ra", alors que l'avance "f" et la fréquence de rotation "N" ne présentent pas d'effet significatif.

Les surfaces de réponse et les graphiques de contour ont permis de constater que les améliorations les plus importantes de l'état de surface sont observées lorsque la force est augmentée et que le diamètre de la bille est réduit. Cette observation s'explique par une pression de contact augmentée dans ces conditions, entraînant un écrasement plus efficace des crêtes de rugosité.

Le modèle mathématique de Box-Behnken a permis de prédire les paramètres optimaux de brunissage à bille, assurant une réduction maximale de la rugosité en raison de son influence significative sur le comportement à la corrosion. L'application de ce régime optimal a conduit à une diminution de plus de 96 % et 97 % respectivement de "Ra" et "Rz" par rapport à la surface usinée. De plus, la topographie tridimensionnelle met en évidence des marques d'usinage avec des pics et des vallées très prononcés sur la surface usinée, tandis que le brunissage a permis de supprimer ces traces en révélant une topographie lisse et uniforme attribuée au passage de la bille.

Au cours de cette étude, il est également apparu intéressant de mesurer l'épaisseur de la couche brunie. Ainsi, les mesures de microdureté révèlent une augmentation de cette dernière en subsurface de l'échantillon bruni, attribuée principalement à l'affinement des grains révélé par diffraction des rayons X. Au-delà d'une profondeur d'environ 40 μm , la différence de microdureté entre l'échantillon "bruni" et l'échantillon "polis" de référence devient négligeable, suggérant ainsi une couche brunie d'épaisseur équivalente.

Les essais de corrosion montrent que la résistance à la corrosion de la surface brunie est nettement améliorée, attribuée principalement à l'affinement des grains. Ces essais ont été réalisés par différentes méthodes : suivie du potentiel à circuit ouvert (OCP), spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) et polarisation potentiodynamique. Ils ont été complétés par des observations au microscope électronique à balayage (MEB) couplé à un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS). Les principales conclusions sont les suivantes :

- Les diagrammes du potentiel de corrosion à circuit ouvert (OCP) montrent une allure caractéristique d'une attaque du métal par dissolution sans aucune passivation, ainsi qu'un déplacement du potentiel de la surface brunie vers des valeurs plus nobles, indiquant que la surface brunie est moins susceptible à la corrosion.
- Les courbes de polarisation potentiodynamique confirment le déplacement du potentiel de corrosion de l'échantillon bruni vers des valeurs plus nobles ainsi qu'une diminution des densités de courant sur les branches cathodique et anodique. Le courant de corrosion (J_{corr}) de l'échantillon bruni est quatre fois inférieur à celui de l'échantillon usiné et trois fois inférieur à celui de l'échantillon poli.
- Les diagrammes d'impédance électrochimique en représentation Nyquist présentent une seule boucle capacitive aux hautes fréquences, attribuée à la capacité de la

double couche et à la résistance de transfert de charge. Le diamètre de l'arc capacitif de l'échantillon bruni est plus grand comparé aux échantillons "poli" et "usiné" respectivement, de même pour les valeurs de la résistance au transfert de charge (R_{tc}), confirmant ainsi que le brunissage confère à la surface une meilleure résistance à la corrosion.

- Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) et les analyses par spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) montrent une quantité réduite de produits de corrosion sur la surface brunie, corroborant ainsi les conclusions précédentes.

Les essais de rayures (scratch tests) réalisés sur les dépôts de chrome révèlent une amélioration significative de l'adhérence du revêtement de chrome sur la surface brunie, principalement attribuée à la dureté accrue du substrat. Les résultats des essais montrent des valeurs de la charge critique de fissuration (L_{c1}) et de charge critique d'écaillage (L_{c2}) du dépôt de chrome sur la surface brunie supérieures à celles observées sur les surfaces "usinée" et "polie" respectivement. De plus, la profondeur de pénétration de la pointe est nettement réduite. Ceci est corroboré par les micrographies optiques des rayures, montrant une diminution des microfissures dans le dépôt de chrome appliqué sur la surface brunie.

En raison de sa facilité de mise en œuvre, il est recommandé d'adopter le brunissage à bille comme procédé efficace pour améliorer l'état de surface, la résistance à la corrosion et l'adhérence des dépôts de chrome sur l'acier S235JR.

Les résultats de cette étude permettent d'envisager les perspectives suivantes :

- Il serait intéressant d'élargir l'étude en intégrant d'autres paramètres du processus de brunissage, tels que le nombre de passes et la lubrification ;
- Compléter l'étude par une analyse des contraintes résiduelles ;
- Caractériser le produit de corrosion par diffraction des rayons X (DRX) ;
- Une étude de l'usure, en utilisant les régimes présentés dans ce travail, compléterait un aspect essentiel pour une utilisation appropriée.

Références bibliographiques

- [1] G. Murry, « Aciers. Généralités », *Étude Propr. Métaux*, oct. 1993, doi: 10.51257/a-v1-m300.
- [2] J. D. Verhoeven, *Steel Metallurgy for the Non-Metallurgist*. ASM International, 2007. doi: 10.31399/asm.tb.snm.9781627082648.
- [3] V. Tsonev, N. Nikolov, et Y. Marcheva, « Influence of plastic deformation of S235JR steel rods on their mechanical properties and corrosion behavior in NaCl solution », *MATEC Web Conf.*, vol. 234, p. 04001, 2018, doi: 10.1051/mateconf/201823404001.
- [4] F. Potecaşu, C. Istrate, et O. Potecaşu, « The influence of vacuum degassing on improving the quality of ship's steels », *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 485, p. 012025, mars 2019, doi: 10.1088/1757-899X/485/1/012025.
- [5] T. Lipinski, « Corrosion effect of 20 % NaCl solution on basic carbon structural S235JR steel », présenté à 16th International Scientific Conference Engineering for Rural Development, mai 2017. doi: 10.22616/ERDev2017.16.N225.
- [6] M. G. Golafshani et H. Tavakoli, « Corrosion and Electrochemical Characterization of St37 in the Presence of Quince Extract as a Green and Sustainable Inhibitor », *Electrocatalysis*, vol. 14, n° 2, p. 279-293, mars 2023, doi: 10.1007/s12678-022-00788-6.
- [7] T. Lipinski et D. Karpisz, « Effect of animal slurry on carbon structural S235JR steel at 303 K », présenté à 19th International Scientific Conference Engineering for Rural Development, mai 2020. doi: 10.22616/ERDev.2020.19.TF368.
- [8] G. Singh, D. Singh, G. S. Dhindsa, G. Singh, et P. Singh, « Corrosion in Aircraft Components: Types, Impacts and Protection Measures », vol. 29, n° 10, 2020.
- [9] N. Bogatu *et al.*, « The Influence of Different Type Materials of Grit Blasting on the Corrosion Resistance of S235JR Carbon Steel », *Inventions*, vol. 8, n° 1, p. 39, févr. 2023, doi: 10.3390/inventions8010039.
- [10] *Corrosion of metals and alloys - Vocabulary.*, 8044, février 2020. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.iso.org/standard/71134.html>
- [11] B. Okba, « Comportement à la corrosion électrochimique de l'acier 32CrMoV13 nitruré par procédé plasma », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2008.
- [12] E. E. Stansbury et R. A. Buchanan, *Fundamentals of electrochemical corrosion*. Materials Park, OH: ASM International, 2000.
- [13] A. Kahlouche, « Comportement de l'acier inoxydable ferritique épais (fcr22a15) en corrosion humide dans différents milieux », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2012.
- [14] A. Fouchereau, « Influence des paramètres des procédés de fabrication additive métallique sur le comportement en corrosion de l'acier inoxydable 316L », Université de Sorbonne, 2023.
- [15] V. Cicek et B. Al-Numan, *Corrosion chemistry*. Salem, Mass: Scrivener, 2011.
- [16] C. Gabrielli et H. Takenouti, « Méthodes électrochimiques appliquées à la corrosion - Techniques stationnaires », *Corros. Vieil.*, juin 2010, doi: 10.51257/a-v1-cor810.
- [17] R. W. Revie et H. H. Uhlig, *Corrosion and corrosion control: an introduction to corrosion science and engineering*, 4. ed. Hoboken, NJ: Wiley-Interscience, 2008.
- [18] R. Boulmerka, « Etude De La Corrosion Des Instruments Chirurgicaux Dentaires Lors De La Stérilisation », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2022.

- [19] P. Pedferri, *Corrosion Science and Engineering*. in Engineering Materials. Cham: Springer International Publishing, 2018. doi: 10.1007/978-3-319-97625-9.
- [20] A. Kissoum, « Caractérisation de l'acier etame. analyse des défauts et comportement vis-à-vis de la corrosion », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2018.
- [21] A. Jarrah, « Développement de méthodes statistiques et probabilistes en corrosion par piqûres pour l'estimation de la profondeur maximale: application à l'aluminium A5 », Ecole nationale supérieure d'arts et métiers (Paris), 2009.
- [22] S. Boukerche, « Caractérisation des revêtements sol-gel à base de nanoparticules de ZnO/TiO₂ sur support en acier inoxydable 304. Application à l'anticorrosion », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2021.
- [23] J. Le Coze, « Mines d'acier, magnesia nigra – le manganèse dans les aciers, depuis quand ? », *Matér. Tech.*, vol. 101, n° 4, p. 404, 2013, doi: 10.1051/mattech/2013073.
- [24] M. Iannuzzi, M. Salasi, et E. Hornus, « Crevice corrosion », 10 octobre 2019. doi: 10.31224/osf.io/fj3xq.
- [25] R. Leite de souza moreira, « Etude électrochimique des mécanismes de la biocorrosion à l'interface de l'acier au carbone en présence de bactéries ferri-réductrices et hydrogénotrophes dans le contexte de stockage des déchets nucléaires. », Université Pierre et Marie Curie, 2013.
- [26] M. Alnajjar, « Corrosion properties of 17-4 PH martensitic stainless steel obtained by additive manufacturing », Université de Lyon, 2019.
- [27] V. Cicek, *Corrosion engineering and cathodic protection handbook: with extensive question and answer section*. Hoboken, NJ, USA: Wiley, : Scrivener, 2017.
- [28] « Fundamentals of Corrosion and Corrosion Inhibition », in *Green Corrosion Inhibition*, The Royal Society of Chemistry, 2022, p. 1-34. doi: 10.1039/9781839167461-00001.
- [29] R. Boulmerka et S. Abderrahmane, « Opuntia ficus-indica as a durable and eco-friendly corrosion inhibitor on AISI 410 stainless steel in 0.5MH₂SO₄ », *Bull. Mater. Sci.*, vol. 43, n° 1, p. 242, déc. 2020, doi: 10.1007/s12034-020-02132-4.
- [30] P. A. Schweitzer, *Corrosion engineering handbook: cathodic and inhibitor protection and corrosion monitoring. Corrosion of linings and coatings*, 2nd ed. Boca Raton: CRC Press, 2007.
- [31] M. TRAMPERT, « Properties of sputter deposited zinc and zinc alloy coatings », Université de la Sarre, 2006.
- [32] A. Medjaldi, « Elaboration et caractérisation de revêtements polyconstitués », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2023.
- [33] P. Pedferri, « Corrosion Prevention by Coatings », in *Corrosion Science and Engineering*, in Engineering Materials. , Cham: Springer International Publishing, 2018, p. 327-361. doi: 10.1007/978-3-319-97625-9_17.
- [34] P. Benaben, « Chromage », *Trait. Métaux*, juin 1997, doi: 10.51257/a-v2-m1615.
- [35] Y. Badé, « Chromage », *Trait. Métaux*, juill. 1987, doi: 10.51257/a-v1-m1615.
- [36] T. Derabla, « Elaboration électrolytique et étude des propriétés physico-chimiques des dépôts et codépôts de chrome », Université 8 Mai 1945 - Guelma, 2019.

- [37] R. Weiner et A. Walmsley, *Chromium Plating*. Teddington, Middlesex, England: Finishing Publications, 1980.
- [38] C. Langer, W. Wendland, K. Honold, L. Schmidt, J. S. Gutmann, et M. Dornbusch, « Corrosion analysis of decorative microporous chromium plating systems in concentrated aqueous electrolytes », *Eng. Fail. Anal.*, vol. 91, p. 255-274, sept. 2018, doi: 10.1016/j.engfailanal.2018.04.031.
- [39] C. A. Huang, C. K. Lin, et Y. H. Yeh, « Increasing the wear and corrosion resistance of magnesium alloy (AZ91D) with electrodeposition from eco-friendly copper- and trivalent chromium-plating baths », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 205, n° 1, p. 139-145, sept. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.06.012.
- [40] M. Paunovic, M. Schlesinger, et D. D. Snyder, « Fundamental Considerations », in *Modern Electroplating*, 1^{re} éd., M. Schlesinger et M. Paunovic, Éd., Wiley, 2010, p. 1-32. doi: 10.1002/9780470602638.ch1.
- [41] N. Kanani, « Processes for the Deposition of Metallic Coatings », in *Electroplating*, Elsevier, 2004, p. 87-140. doi: 10.1016/B978-185617451-0/50004-X.
- [42] B. Li, A. Lin, X. Wu, Y. Zhang, et F. Gan, « Electrodeposition and characterization of Fe–Cr–P amorphous alloys from trivalent chromium sulfate electrolyte », *J. Alloys Compd.*, vol. 453, n° 1-2, p. 93-101, avr. 2008, doi: 10.1016/j.jallcom.2006.11.162.
- [43] *CHROMIUM IN PLANTS AND ENVIRONMENT*. S.I.: SPRINGER INTERNATIONAL PU, 2024.
- [44] B. Saha, A. Amine, et F. Verpoort, « Special Issue: Hexavalent Chromium: Sources, Toxicity, and Remediation », *Chem. Afr.*, vol. 5, n° 6, p. 1779-1780, déc. 2022, doi: 10.1007/s42250-022-00443-z.
- [45] N. V. Mandich et D. L. Snyder, « Electrodeposition of Chromium », in *Modern Electroplating*, 1^{re} éd., M. Schlesinger et M. Paunovic, Éd., Wiley, 2010, p. 205-248. doi: 10.1002/9780470602638.ch7.
- [46] Y. B. Song et D.-T. Chin, « Current efficiency and polarization behavior of trivalent chromium electrodeposition process », *Electrochimica Acta*, vol. 48, n° 4, p. 349-356, déc. 2002, doi: 10.1016/S0013-4686(02)00678-3.
- [47] Z. Zeng, A. Liang, et J. Zhang, « A Review of Recent Patents on Trivalent Chromium Plating », *Recent Pat. Mater. Sci.*, vol. 2, n° 1, p. 50-57, janv. 2010, doi: 10.2174/1874465610902010050.
- [48] R. Guillon, O. Dalverny, B. Fori, C. Gazeau, et J. Alexis, « Mechanical Behaviour of Hard Chromium Deposited from a Trivalent Chromium Bath », *Coatings*, vol. 12, n° 3, p. 354, mars 2022, doi: 10.3390/coatings12030354.
- [49] Z. Zeng, Y. Sun, et J. Zhang, « The electrochemical reduction mechanism of trivalent chromium in the presence of formic acid », *Electrochem. Commun.*, vol. 11, n° 2, p. 331-334, févr. 2009, doi: 10.1016/j.elecom.2008.11.055.
- [50] B. Li, A. Lin, et F. Gan, « Preparation and characterization of Cr–P coatings by electrodeposition from trivalent chromium electrolytes using malonic acid as complex », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 201, n° 6, p. 2578-2586, déc. 2006, doi: 10.1016/j.surfcoat.2006.05.001.

- [51] T. Derabla, A. M. Affoune, et M. L. Chelaghmia, « Effects of PEG, PVP and SDS on the Properties of Chromium Coatings Prepared from Trivalent Chromium Chloride Baths Using Experimental Design and Multi-Response Optimisation », *Surf. Eng. Appl. Electrochem.*, vol. 55, n° 3, p. 304-316, mai 2019, doi: 10.3103/S1068375519030062.
- [52] G. R. Nablo et E. M. Dela Pena, « A black chrome plating process using trivalent chromium and water-tolerant, ethaline-based ionic liquid baths », *Chem. Pap.*, vol. 75, n° 9, p. 4887-4897, sept. 2021, doi: 10.1007/s11696-021-01716-6.
- [53] E. S. Güler, « Effects of Electroplating Characteristics on the Coating Properties », in *Electrodeposition of Composite Materials*, A. M. A. Mohamed et T. D. Golden, Éd., InTech, 2016. doi: 10.5772/61745.
- [54] F. Jiang, T. Zhu, H. Wu, et S. Li, « Temperature dependence of deposition behavior and corrosion resistance of zinc coatings electroplated on copper substrates from ethaline electrolyte », *Chem. Pap.*, vol. 77, n° 6, p. 3201-3212, juin 2023, doi: 10.1007/s11696-023-02697-4.
- [55] A. Franczak, « Experimental and theoretical studies of the electrodeposition mechanism of Co-based films: modeling and structure-properties relationship by a multi-scale approach », Université de Reims Champagne-Ardenne, 2013.
- [56] Y. Yang, Z. Gong, L. Deng, B. Luo, Y. Ma, et Z. Yang, « Electrodeposition of Ni-Cr alloy on aluminum substrate », *J. Cent. South Univ. Technol.*, vol. 13, n° 3, p. 219-224, juin 2006, doi: 10.1007/s11771-006-0134-1.
- [57] S. Pathak *et al.*, « Influence of lower current densities on the residual stress and structure of thick nickel electrodeposits », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 205, n° 12, p. 3651-3657, mars 2011, doi: 10.1016/j.surfcoat.2011.01.012.
- [58] I. Mizushima, P. T. Tang, H. N. Hansen, et M. A. J. Somers, « Residual stress in Ni-W electrodeposits », *Electrochimica Acta*, vol. 51, n° 27, p. 6128-6134, août 2006, doi: 10.1016/j.electacta.2005.11.053.
- [59] P. Morisset, *Chromage dur et décoratif*, 4e éd. Senlis (Oise): CETIM, 1993.
- [60] G. QIU, B. CHEN, N. ZHOU, L. WU, et L. XU, « Process of pulse electrodeposition nanocrystalline chromium from trivalent chromium bath », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2007.
- [61] J. K. Dennis, J. K. Dennis, T. E. Such, et T. E. Such, *Nickel and chromium plating*, 3rd ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 1993.
- [62] W. Qian, Y. Wang, K. Liu, X. Yin, X. He, et L. Xie, « Experimental Study on the Effect of Shot Peening and Re-Shot Peening on the Residual Stress Distribution and Fatigue Life of 20CrMnTi », *Coatings*, vol. 13, n° 7, p. 1210, juill. 2023, doi: 10.3390/coatings13071210.
- [63] R. Avilés, J. Albizuri, A. Rodríguez, et L. N. López De Lacalle, « Influence of low-plasticity ball burnishing on the high-cycle fatigue strength of medium carbon AISI 1045 steel », *Int. J. Fatigue*, vol. 55, p. 230-244, oct. 2013, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2013.06.024.
- [64] A. Rami, « Contributions expérimentales et numériques pour la compréhension de l'intégrité des surfaces induite par un outil combiné usinage – galetage », 2017.

- [65] L. Laouar, « Traitement mécanique de surface par brunissage des aciers XC48 et XC18 – Optimisation et caractérisation », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2007.
- [66] S. Attabi, « Caractérisation des surfaces du biomatériau 316L, modifiées par brunissage. », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2022.
- [67] M. Bourebia, « Effet de la rugosité sur les performances d'un système mécanique - approche par fractale », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2017.
- [68] A. Cornet et J.-P. Deville, *Physique et ingénierie des surfaces*. Les Ulis: EDP sciences, 1998.
- [69] A. Simon, « Introduction au thème « contraintes résiduelles » », *Rev. Métallurgie*, vol. 94, n° 2, p. 151-156, févr. 1997, doi: 10.1051/metal/199794020151.
- [70] G. Maeder, L. Castex, V. Djafari, et P. Poupeau, « Précontraintes et traitements superficiels », *Trait. Métaux*, janv. 1991, doi: 10.51257/a-v1-m1180.
- [71] J. Lu, « Traitements de surface mécaniques - Principes », *Trait. Métaux*, déc. 2006, doi: 10.51257/a-v2-m1190.
- [72] M. Bourebia, « Influence des procédés d'usinage sur les rugosités de surface et leurs répercussions sur un contact mécanique », Université Badji Mokhtar - Annaba, 2010.
- [73] D. A. Rigney, « The roles of hardness in the sliding behavior of materials », *Wear*, vol. 175, n° 1-2, p. 63-69, juin 1994, doi: 10.1016/0043-1648(94)90169-4.
- [74] S. C. Cagan, C. I. Pruncu, et B. B. Buldum, « An investigation into ball burnishing process of magnesium alloy on CNC lathe using different environments », *J. Magnes. Alloys*, vol. 8, n° 4, p. 1061-1070, déc. 2020, doi: 10.1016/j.jma.2020.06.008.
- [75] S. Attabi, A. Himour, L. Laouar, et A. Motallebzadeh, « Effect of Ball Burnishing on Surface Roughness and Wear of AISI 316L SS », *J. Bio- Tribo-Corros.*, vol. 7, n° 1, p. 7, mars 2021, doi: 10.1007/s40735-020-00437-9.
- [76] L. Laouar, H. Hamadache, S. Saad, A. Bouchelaghem, et S. Mekhilef, « Mechanical surface treatment of steel-Optimization parameters of regime », *Phys. Procedia*, vol. 2, n° 3, p. 1213-1221, nov. 2009, doi: 10.1016/j.phpro.2009.11.084.
- [77] A. M. Hassan, « The effects of ball- and roller-burnishing on the surface roughness and hardness of some non-ferrous metals », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 72, n° 3, p. 385-391, déc. 1997, doi: 10.1016/S0924-0136(97)00199-4.
- [78] A. M. Hassan et O. M. A. Al-Wahhab, « Surface Characteristics of Some Roller Burnished Non-ferrous Components », *Mater. Manuf. Process.*, vol. 13, n° 4, p. 505-515, juill. 1998, doi: 10.1080/10426919808935272.
- [79] F. Gharbi, S. Sghaier, K. J. Al-Fadhalah, et T. Benameur, « Effect of Ball Burnishing Process on the Surface Quality and Microstructure Properties of AISI 1010 Steel Plates », *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 20, n° 6, p. 903-910, août 2011, doi: 10.1007/s11665-010-9701-6.
- [80] F. L. Li, W. Xia, Z. Y. Zhou, J. Zhao, et Z. Q. Tang, « Analytical prediction and experimental verification of surface roughness during the burnishing process », *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 62, p. 67-75, nov. 2012, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2012.06.001.
- [81] M. Bourebia, L. Laouar, H. Hamadache, et S. Dominiak, « Improvement of surface finish by ball burnishing: approach by fractal dimension », *Surf. Eng.*, vol. 33, n° 4, p. 255-262, avr. 2017, doi: 10.1080/02670844.2016.1232778.

- [82] T.-T. Nguyen, L.-H. Cao, T.-A. Nguyen, et X.-P. Dang, « Multi-response optimization of the roller burnishing process in terms of energy consumption and product quality », *J. Clean. Prod.*, vol. 245, p. 119328, févr. 2020, doi: 10.1016/j.jclepro.2019.119328.
- [83] M. Bourebia *et al.*, « Effect of ball burnishing process on mechanical properties and impact behavior of S355JR steel », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 116, n° 3-4, p. 1373-1384, sept. 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07454-z.
- [84] N. S. M. El-Tayeb, K. O. Low, et P. V. Brevern, « Influence of roller burnishing contact width and burnishing orientation on surface quality and tribological behaviour of Aluminium 6061 », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 186, n° 1-3, p. 272-278, mai 2007, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2006.12.044.
- [85] G. D. Revankar, R. Shetty, S. S. Rao, et V. N. Gaitonde, « Analysis of surface roughness and hardness in ball burnishing of titanium alloy », *Measurement*, vol. 58, p. 256-268, déc. 2014, doi: 10.1016/j.measurement.2014.08.043.
- [86] H. Hamadache, Z. Zemouri, L. Laouar, et S. Dominiak, « Improvement of surface conditions of 36 Cr Ni Mo 6 steel by ball burnishing process », *J. Mech. Sci. Technol.*, vol. 28, n° 4, p. 1491-1498, avr. 2014, doi: 10.1007/s12206-014-0135-1.
- [87] F. Gharbi, S. Sghaier, F. Morel, et T. Benameur, « Experimental Investigation of the Effect of Burnishing Force on Service Properties of AISI 1010 Steel Plates », *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 24, n° 2, p. 721-725, févr. 2015, doi: 10.1007/s11665-014-1349-1.
- [88] A. Rodríguez, L. N. López De Lacalle, A. Celaya, A. Lamikiz, et J. Albizuri, « Surface improvement of shafts by the deep ball-burnishing technique », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 206, n° 11-12, p. 2817-2824, févr. 2012, doi: 10.1016/j.surfcoat.2011.11.045.
- [89] A. M. Abrão, B. Denkena, B. Breidenstein, et T. Mörke, « Surface and subsurface alterations induced by deep rolling of hardened AISI 1060 steel », *Prod. Eng.*, vol. 8, n° 5, p. 551-558, oct. 2014, doi: 10.1007/s11740-014-0539-x.
- [90] V. Chomienne, F. Valiorgue, J. Rech, et C. Verdu, « Influence of ball burnishing on residual stress profile of a 15-5PH stainless steel », *CIRP J. Manuf. Sci. Technol.*, vol. 13, p. 90-96, mai 2016, doi: 10.1016/j.cirpj.2015.12.003.
- [91] A. A. García-Granada, G. Gomez-Gras, R. Jerez-Mesa, J. A. Travieso-Rodriguez, et G. Reyes, « Ball-burnishing effect on deep residual stress on AISI 1038 and AA2017-T4 », *Mater. Manuf. Process.*, vol. 32, n° 11, p. 1279-1289, août 2017, doi: 10.1080/10426914.2017.1317351.
- [92] M. Salahshoor, C. Li, Z. Y. Liu, X. Y. Fang, et Y. B. Guo, « Surface integrity and corrosion performance of biomedical magnesium-calcium alloy processed by hybrid dry cutting-finish burnishing », *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 78, p. 246-253, févr. 2018, doi: 10.1016/j.jmbbm.2017.11.026.
- [93] A. Saldaña-Robles, H. Plascencia-Mora, E. Aguilera-Gómez, A. Saldaña-Robles, A. Marquez-Herrera, et J. A. Diosdado-De La Peña, « Influence of ball-burnishing on roughness, hardness and corrosion resistance of AISI 1045 steel », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 339, p. 191-198, avr. 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.02.013.

- [94] Z. F. Kovács, Z. J. Viharos, et J. Kodácsy, « The Effect of Magnetic Assisted Ball Burnishing on the Corrosion Resistance of C45 Steel », in *Advances in Manufacturing Engineering and Materials II*, S. Hloch, D. Klichová, F. Pude, G. M. Krolczyk, et S. Chattopadhyaya, Éd., in Lecture Notes in Mechanical Engineering. , Cham: Springer International Publishing, 2021, p. 236-248. doi: 10.1007/978-3-030-71956-2_19.
- [95] B. Denkena et A. Lucas, « Biocompatible Magnesium Alloys as Absorbable Implant Materials – Adjusted Surface and Subsurface Properties by Machining Processes », *CIRP Ann.*, vol. 56, n° 1, p. 113-116, 2007, doi: 10.1016/j.cirp.2007.05.029.
- [96] V. Santos, M. Uddin, et C. Hall, « Mechanical Surface Treatments for Controlling Surface Integrity and Corrosion Resistance of Mg Alloy Implants: A Review », *J. Funct. Biomater.*, vol. 14, n° 5, p. 242, avr. 2023, doi: 10.3390/jfb14050242.
- [97] D. F. Silva-Álvarez *et al.*, « Improving the surface integrity of the CoCrMo alloy by the ball burnishing technique », *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, n° 4, p. 7592-7601, juill. 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.05.038.
- [98] J. Tang, H. Y. Luo, et Y. B. Zhang, « Enhancing the surface integrity and corrosion resistance of Ti-6Al-4V titanium alloy through cryogenic burnishing », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 88, n° 9-12, p. 2785-2793, févr. 2017, doi: 10.1007/s00170-016-9000-y.
- [99] M. Uddin, R. Santifoller, C. Hall, et T. Schlaefler, « Effect of Combined Grinding–Burnishing Process on Surface Integrity, Tribological, and Corrosion Performance of Laser-Clad Stellite 21 Alloys », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 25, n° 8, 2023, doi: 10.1002/adem.202201332.
- [100] W. Brostow, K. Czechowski, W. Polowski, P. Rusek, D. Toboła, et I. Wronska, « Slide diamond burnishing of tool steels with adhesive coatings and diffusion layers », *Mater. Res. Innov.*, vol. 17, n° 4, p. 269-277, juin 2013, doi: 10.1179/1433075X12Y.0000000060.
- [101] M. Uddin, C. Hall, V. Santos, R. Visalakshan, G. Qian, et K. Vasilev, « Synergistic effect of deep ball burnishing and HA coating on surface integrity, corrosion and immune response of biodegradable AZ31B Mg alloys », *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 118, p. 111459, janv. 2021, doi: 10.1016/j.msec.2020.111459.
- [102] H. Su, X. Shen, C. Xu, J. He, B. Wang, et G. Su, « Surface characteristics and corrosion behavior of TC11 titanium alloy strengthened by ultrasonic roller burnishing at room and medium temperature », *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, n° 4, p. 8172-8185, juill. 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.05.059.
- [103] J. Goupy, *Plans d'expériences pour surfaces de réponse*. in Technique et ingénierie Série Génie industriel. Paris: Dunod, 1999.
- [104] J. Marteau, M. Bigerelle, P.-E. Mazeran, et S. Bouvier, « Relation between roughness and processing conditions of AISI 316L stainless steel treated by ultrasonic shot peening », *Tribol. Int.*, vol. 82, p. 319-329, févr. 2015, doi: 10.1016/j.triboint.2014.07.013.
- [105] S. Mischler et A. I. Munoz, « Tribocorrosion », in *Encyclopedia of Interfacial Chemistry*, Elsevier, 2018, p. 504-514. doi: 10.1016/B978-0-12-409547-2.13424-9.
- [106] A. Romaine, « Rôle des espèces sulfures dans la corrosion des aciers non alliés: hétérogénéités de la couche de produits de corrosion et couplages galvaniques », Université de La Rochelle, 2014.

- [107] D. Landolt, *Corrosion et chimie de surfaces des métaux*, Réimpr. corr. in *Traité des matériaux*, no. 12. Lausanne: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2003.
- [108] C. Rochaix, *Electrochimie: thermodynamique, cinétique*. Paris: Nathan, 1996.
- [109] A. J. Bard et L. R. Faulkner, *Electrochemical methods: fundamentals and applications*, 2nd ed. New York: Wiley, 2001.
- [110] C. Gabrielli, « Méthodes électrochimiques - Mesures d'impédances », *Corros. Vieil.*, avr. 1994, doi: 10.51257/a-v1-p2210.
- [111] P. Singh, D. S. Chauhan, S. S. Chauhan, G. Singh, et M. A. Quraishi, « Chemically modified expired Dapsone drug as environmentally benign corrosion inhibitor for mild steel in sulphuric acid useful for industrial pickling process », *J. Mol. Liq.*, vol. 286, p. 110903, juill. 2019, doi: 10.1016/j.molliq.2019.110903.
- [112] M. Berkani, M. K. Bouchareb, M. Bouhelassa, et Y. Kadmi, « Photocatalytic Degradation of Industrial Dye in Semi-Pilot Scale Prototype Solar Photoreactor: Optimization and Modeling Using ANN and RSM Based on Box–Wilson Approach », *Top. Catal.*, vol. 63, n° 11-14, p. 964-975, oct. 2020, doi: 10.1007/s11244-020-01320-0.
- [113] S. Attabi, A. Himour, L. Laouar, et A. Motalebzadeh, « Mechanical and wear behaviors of 316L stainless steel after ball burnishing treatment », *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 15, p. 3255-3267, nov. 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.09.081.
- [114] I. G. Wood *et al.*, « Thermoelastic properties of magnesiowüstite, $(\text{Mg}_{1-x}\text{Fe}_x)\text{O}$: determination of the Anderson–Grüneisen parameter by time-of-flight neutron powder diffraction at simultaneous high pressures and temperatures », *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 41, n° 5, p. 886-896, oct. 2008, doi: 10.1107/S0021889808025417.
- [115] J. Kalisz, K. Žak, S. Wojciechowski, M. K. Gupta, et G. M. Krolczyk, « Technological and tribological aspects of milling-burnishing process of complex surfaces », *Tribol. Int.*, vol. 155, p. 106770, mars 2021, doi: 10.1016/j.triboint.2020.106770.
- [116] Z. Wang, Z. Xiao, C. Huang, L. Wen, et W. Zhang, « Influence of Ultrasonic Surface Rolling on Microstructure and Wear Behavior of Selective Laser Melted Ti-6Al-4V Alloy », *Materials*, vol. 10, n° 10, p. 1203, oct. 2017, doi: 10.3390/ma10101203.
- [117] S. Ramesh, G. Anne, N. Bhat, G. Aithal, H. Shivananda Nayaka, et S. Arya, « Surface modification of multi-directional forged biodegradable Mg-Zn alloy by ball burnishing process: Modeling and analysis using deep neural network », *J. Manuf. Process.*, vol. 68, p. 423-434, août 2021, doi: 10.1016/j.jmapro.2021.05.049.
- [118] Z. Pu *et al.*, « Grain refined and basal textured surface produced by burnishing for improved corrosion performance of AZ31B Mg alloy », *Corros. Sci.*, vol. 57, p. 192-201, avr. 2012, doi: 10.1016/j.corsci.2011.12.018.
- [119] D. M. Marulanda Cardona et F. E. Castillejo Nieto, « An Overview on the Corrosion Behavior of Steels Processed by Severe Plastic Deformation », *Mater. Trans.*, vol. 64, n° 7, p. 1317-1324, juill. 2023, doi: 10.2320/matertrans.MT-MF2022030.
- [120] G. Chi, D. Yi, et H. Liu, « Effect of roughness on electrochemical and pitting corrosion of Ti-6Al-4V alloy in 12 wt.% HCl solution at 35 °C », *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, n° 2, p. 1162-1174, mars 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2019.11.044.

