

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES ET METALLURGIE

ENSMM-annaba-



DÉPARTEMENT SCIENCE ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

Mémoire de fin d'études

MASTER: Ingénierie des Surfaces

**Thème :**

**Étude des propriétés mécaniques de surface des revêtements organiques des bacs de stockage des hydrocarbures**

**Présenté(e) par :** \*Mlle. BOUTARFA SOUMIA.

**Encadré(e) par :** \*Pr. CHADLI HACENE.

**Membres du jury :**

\* Dr BENOUDIA MOHAMED CHERIF      Président

\* Dr BENJEDOU LWIZA      Rapporteur

Juin 2016

# Table des matières

Introduction générale.....	Erreur ! Signet non défini.
<b>I. Les peintures dans la lutte contre la corrosion :</b> .....	Erreur ! Signet non défini.
II.1. Préparation de surface.....	Erreur ! Signet non défini.
II.1.1. Le Sablage .....	Erreur ! Signet non défini.
II.1.2. La rugosité des surfaces .....	Erreur ! Signet non défini.
II.2. Les peintures .....	Erreur ! Signet non défini.
II.2.1. Définition .....	Erreur ! Signet non défini.
II.2.2. Principaux Constituants des peintures.....	Erreur ! Signet non défini.
II.2.3. Durabilité des peintures.....	8
II.2.4. Les étapes de formation d'un film de peinture .....	Erreur ! Signet non défini.
II.2.5. Système de protection par les peintures .....	Erreur ! Signet non défini.
<b>II. Technique expérimentale</b> .....	Erreur ! Signet non défini.
II.1. Essai quantitatif pull-off.....	12
II.2. Essais de microdureté et dureté.....	Erreur ! Signet non défini.
II.3. Matériaux utilisés.....	Erreur ! Signet non défini.
II.3.1. Les peintures étudiées : .....	Erreur ! Signet non défini.
II.3.2. Préparation des échantillons.....	Erreur ! Signet non défini.
II.3.3. Polissage.....	Erreur ! Signet non défini.
II.4. Mesure de la rugosité .....	Erreur ! Signet non défini.
II.5. L'application de la peinture .....	Erreur ! Signet non défini.
II.6. Essai de scratch test .....	Erreur ! Signet non défini.
i. Principe du Scratch test.....	Erreur ! Signet non défini.
ii. Caractérisation des rayures .....	Erreur ! Signet non défini.
iii. Procédure expérimentale .....	Erreur ! Signet non défini.
II.7. Essai de tribologie.....	Erreur ! Signet non défini.
i. La tribologie.....	Erreur ! Signet non défini.
ii. Mécanismes de frottement.....	Erreur ! Signet non défini.
iii. Mesure du coefficient frottement $\mu$ .....	Erreur ! Signet non défini.
<b>III. Résultats et discussions</b> .....	Erreur ! Signet non défini.
III.1. Essai pull-off.....	Erreur ! Signet non défini.
III.2. Essai de la dureté et la microdureté .....	Erreur ! Signet non défini.
III.3. Mesure de la rugosité des échantillons .....	Erreur ! Signet non défini.
III.4. Application de la peinture.....	Erreur ! Signet non défini.
III.5. Essai de Scratch test .....	Erreur ! Signet non défini.
III.6. Essai de tribologie .....	Erreur ! Signet non défini.
Conclusion.....	Erreur ! Signet non défini.
Les Références bibliographiques .....	Erreur ! Signet non défini.

## Liste des figures :

### I- LA PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Fig. I.1. Préparation du surface avant de faire la protection.....	7
Fig. I.2. Mécanismes de dégradation des films de peinture .....	9
Fig. I.3. Représentation schématique des différentes étapes de formation d'une peinture.....	10
Fig. I.4. Système de protection par les peintures.....	10

### II- LA PARTIE EXPERIMENTALE

Fig. II.1. Essai d'arrachement.....	12
Fig. II.2. Vue d'un microduromètre (a) et le duromètre(b).....	13
Fig. II.3. Vue d'un rugosimètre. ....	15
Fig. II.4. Principe du Scratch Test.....	16
Fig. II.5. Représentation schématique des modes de rupture des revêtements par micro rayage, vue de côté et de dessus. ....	17
Fig. II.6. Vue d'appareil de scratch-test.....	18
Fig. II.7. Vue de Tribomètre.....	20

### III- RESULTATS ET DISCUSSIONS

Fig. III.1 une image par le microscope optique représente l'épaisseur de la couche de revêtement .....	21
Fig. III.2. Micrographies en microscopie optique du sillon sur les quatre échantillons.....	23
Fig. III.3. Courbes obtenues lors de l'essai de micro rayure effectuées sur les quatre échantillons.....	24
Fig. III.4. La variation du coefficient de frottement $\mu$ en fonction de la distance parcourue pour un échantillon nu et autre revêtu.....	26

## ***Liste des tableaux :***

TableauII .1. Composants chimiques de la peinture utilisée. ....	14
TableauIII.1. Résultats de mesure de dureté et microdureté .....	21
TableauIII.2. Valeur de paramètre de rugosité $R_a$ des échantillons.....	22
TableauIII.3. Les épaisseurs de la couche de peinture appliquée.....	22
TableauIII.4. Valeurs des charges critiques obtenues lors de l'essai de scratch sur Les quatre échantillons ..	25
Tableau III.5. Coefficient du frottement d l'acier avant et après l'application de la peinture.....	27

## **Résumé :**

Afin de tester l'adhérence d'une peinture de type époxyde utilisée pour la protection contre la corrosion des installations de stockage des produits hydrocarbures dans la raffinerie de Skikda, et mettre en évidence les principaux facteurs participants à l'adhésion du dépôt sur le substrat, nous nous sommes intéressés dans cette étude à l'évaluation de l'adhérence. Elle se mesure par des essais mécanique visant à évaluer la force nécessaire pour séparer deux matériaux maintenus solidaires par adhésion, parmi ces essais l'essai pull-off qui consiste a mesurer la résistance à la rupture de l'interface entre les deux matériaux, ainsi que l'essai de scratch test pour évaluer la profondeur de pénétration et la profondeur résiduelle lors de l'arrachement de la dépôt de revêtement en fonction de l'état de la surface préparée préalablement. L'étude a porté essentiellement sur des mesures tribologiques, en évaluant le coefficient de frottement de la couche de peinture.

**Mots clés :** l'adhérence, la peinture, rugosité, scratch test, coefficient de frottement.

### Introduction générale:

En raison de leur faible coût et de leur facilité d'utilisation, les revêtements par la peinture sont couramment utilisés dans le milieu marin pour la protection des structures métalliques. Les peintures, essentiellement constituées d'une dispersion de pigments dans un liant dont l'épaisseur varie entre 10 et 200  $\mu\text{m}$ , sont très efficaces contre la corrosion.

Une des conditions de cette protection, le substrat métallique doit être nettoyé de toutes traces de rouille ou de calamine avant recouvrir par le film de revêtement.

L'objectif principal en utilisant le film de revêtement (peinture ou vernis) retarde le processus de corrosion. Ses qualités anticorrosives sont étroitement liées à sa structure tridimensionnelle conditionne les propriétés physico-chimiques du film de telle sorte comme suit: la perméabilité à l'eau, aux gaz, l'adhérence sur le substrat métallique ... etc

Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés à l'évaluation de l'adhérence des peintures anticorrosion de type époxyde utilisé par SONATRACH, lors de la protection de l'acier au carbone.

Ce travail est divisé en deux parties :

- La partie bibliographique sera consacrée sur les notions fondamentales sur les peintures de type époxyde (Principaux Constituants, Durabilité, Système de protection...)
- La partie expérimentale c'est une étude sur l'influence de la rugosité de la surface métallique sur l'adhérence des revêtements époxydes. La rugosité de la surface métallique a été obtenue en polissant des échantillons des aciers par du papier abrasif d'une granulométrie : 120, 400, 1000 et 4000. Après le polissage, les échantillons sont peints par des revêtements époxydes. En suite ils ont été soumis à un scratch test, ainsi que un essai de tribologie.

### **I. Les peintures dans la lutte contre la corrosion :**

Introduction :

En matière de lutte anti-corrosion, il existe à l'heure actuelle, un nombre important de techniques bien ciblées, mais les dégâts occasionnés par la corrosion sont toujours considérables. La protection contre la corrosion comprend les méthodes suivantes :

- ✚ Choix judicieux des matériaux : utilisation des métaux nobles,
- ✚ Utilisation des inhibiteurs de corrosion,
- ✚ Protection électrochimique : protection cathodique ou anodique,
- ✚ **Utilisation des revêtements** (revêtement organique ou inorganique).

La méthode souvent utilisée surtout dans l'industrie de pétrole, comme les installations de stockage des produits hydrocarbure c'est l'utilisation des peintures époxyde.

Les peintures sont appliquées sur un large éventail de surfaces dans le monde entier et assurent la protection des substrats car elles sont efficaces et peu coûteuses. La gamme des produits est extrêmement large et permet de répondre à des cas de corrosion très particuliers. Sur l'ensemble des peintures, celles en solvants sont les plus utilisées. Près de la moitié des peintures employées en milieu industriel fait partie de cette catégorie.

#### **II.1. Préparation de surface :**

La préparation des surfaces joue un rôle majeur dans la détermination de la valeur protectrice d'un revêtement. Pour les couches métalliques elle fait en général partie du procédé de fabrication et est prévue par des normes. Parmi les méthodes utilisées pour enlever la rouille, avant l'application d'un revêtement sur les bacs de stockage c'est le sablage.

##### **II.1.1. Le Sablage :**

C'est une méthode extrêmement efficace pour enlever la calamine et la rouille. De la grenaille ou des billes de fonte, sont projetées par jet d'air ou par la force centrifuge. C'est un procédé relativement peu onéreux, mais se révèle coûteux sur site. Il n'est pas toujours praticable sur des structures existantes.

La propreté des surfaces en termes d'efficacité avec laquelle la calamine et la rouille ont été enlevées est couverte par les illustrations de la norme ISO 8501 [1].



*Fig. I.1. Préparation du surface avant de faire la protection*

### **II.1.2. La rugosité des surfaces :**

Elle est importante par rapport à l'état de surface obtenu par sablage qui donne de la rugosité à la surface de l'acier. La norme ISO 8503, définit des étalons d'état de surface comme moyen de définir la rugosité des surfaces [2]. Ces étalons permettent des comparaisons visuelles et tactiles de la surface sablée.

### **II.2. Les peintures :**

#### **II.2.1. Définition : [3]**

Une peinture est une préparation fluide (liquide, pâteuse ou pulvérulente) qui peut s'étaler en couche mince sur toutes sortes de matériaux pour former, après séchage ou réticulation un revêtement mince. Pour remplir son rôle, le système de peinture doit être adhérent, continu, imperméable et durable dans le temps. Son aspect esthétique (brillance, couleur) doit être conservé.

Dans sa conception, la peinture est un matériau composite particulier puisqu'elle comporte généralement, dans sa composition de nombreux éléments, qui confèrent au produit des propriétés physico-chimiques spécifiques.

#### **II.2.2. Principaux Constituants des peintures : [4]**

Un revêtement comporte en général, différents éléments qui, outre un rôle protecteur, sont susceptibles de remplir des fonctions adaptées.

##### **a. Le liant :**

Il forme un réseau tridimensionnel et constitue l'élément majeur de la peinture par son rôle filmogène. Il est responsable de l'accrochage de la peinture sur son support métallique ou polymère. Le liant polymère est dissout dans un mélange de solvants afin, de favoriser d'une part, la dispersion des pigments et des charges et d'autre part, de donner au mélange la viscosité nécessaire à l'application de la peinture. Les caractéristiques physico-chimiques du liant conditionnent les



## **PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE**

---

propriétés mécaniques (dureté, souplesse, adhérence, résistance à l'usure) et les propriétés chimiques.

### **b. Les solvants :**

Le solvant est un véhicule de la peinture, qui permet sa fabrication et son utilisation est d'obtenir la viscosité adéquate pour une application correcte et aisée. Les solvants sont des produits chimiques organiques liquides et volatils qui sont incorporés au moment de la fabrication de la peinture. Ce sont des composés qui servent à solubiliser le liant polymère pour s'étaler sur le support. Ils sont éliminés du film de peinture par évaporation pendant le séchage.

### **c. Les pigments :**

Les pigments sont des poudres finement broyées insolubles dans le milieu de suspension (liant polymère et solvant) qui apportent au revêtement sa couleur, son pouvoir isolant, son pouvoir couvrant. Ces pigments peuvent être de nature minérale ou organique. Ils sont utilisés pour apporter la résistance aux rayons ultraviolets et la résistance à la corrosion.

**Le phosphate de zinc dans L'anticorrosion :** Les pigments de zinc sont actuellement les plus utilisés dans les peintures anticorrosives, son action protectrice consiste en la phosphatation de substrat métallique et également la formation des complexes avec les composantes de la résine avec lesquelles peuvent réagir les produits de la corrosion, pour donner une fine couche qui adhère fortement au substrat.

### **d. Les charges :**

Les charges sont des substances à l'état de fine poudre ou des solides pulvérulents, de granulométrie supérieure à celle des pigments, insoluble dans les milieux utilisés, principalement d'origine minérale, de couleur blanche. Leur rôle est notamment d'abaisser le prix de revient de la peinture. Elles peuvent également modifier certaines caractéristiques mécaniques, chimiques, électriques.

### **e. Les additifs :**

Les additifs sont des substances ajoutées en faible quantité qui jouent des rôles divers pour développer certaines qualités propres et améliorer soit les conditions de fabrication, soit certaines propriétés spécifiques. Ce sont, par exemple, les agents de mouillage et de dispersion des charges et des pigments, les agents anti sédimentation, les agents anti-peux, les fluidifiants, les épaississants.

### **II.2.3. Durabilité des peintures : [5]**

La corrosion des métaux peints apparaît généralement lorsque le film de peinture se dégrade. Plusieurs mécanismes peuvent contribuer à la perte des propriétés protectrices des peintures:

## PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Le vieillissement de la peinture, la formation de cloques, les défauts d'application ou les endommagements mécaniques.

Le vieillissement des peintures (Fig. I.2 (a)) est dû aux effets physiques et chimiques du milieu. La formation de cloques (Fig. I.2 (b)) peut avoir différentes origines. Le plus souvent, elle est liée à un phénomène osmotique. En effet, le film fonctionne comme une membrane semipermeable, laissant passer l'eau mais pas les composants ioniques. En présence de l'eau de condensation, les contaminants ioniques situés à l'interface métal-film engendrent une pression osmotique. Il en résulte un flux d'eau à travers le film, de l'extérieur vers l'intérieur, provoquant la formation d'une cloque et sa croissance. A un certain stade, la cloque se rompt et le métal de base se trouve en contact direct avec le milieu.

Bon nombre de dégâts de corrosion observés sur les surfaces peintes proviennent de défauts d'application (porosité) ou d'endommagements mécaniques (rayures). Ces défaillances du film provoquent des piles de corrosion entre les endroits protégés et ceux non protégés. La figure (fig.I.2 (c)) représente schématiquement un cas similaire: le décollement cathodique d'une peinture lors de la corrosion atmosphérique de l'acier.

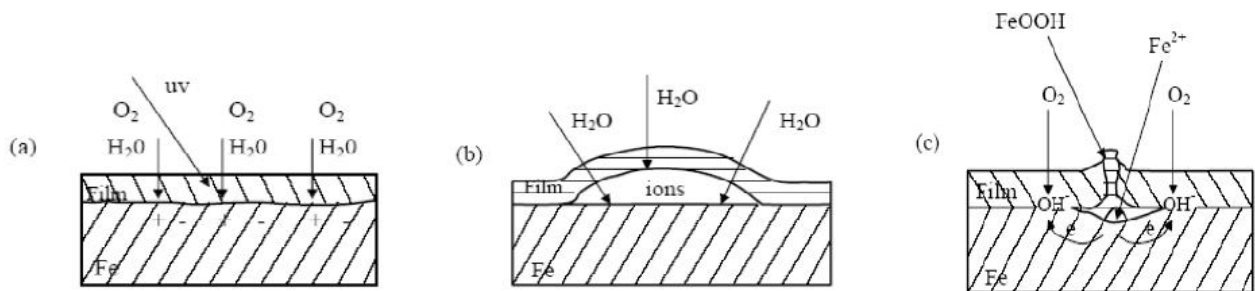


Fig. I.2. Mécanismes de dégradation des films de peinture.

### II.2.4. Les étapes de formation d'un film de peinture

Les peintures présentent un mode de séchage en plusieurs étapes. Le processus final de coalescence peut durer, à température ambiante, de quelques semaines à plusieurs mois (fig.I.3). [6]

- 1- Concentration des particules: L'évaporation de solvant concentre les particules de polymère.
- 2- Formation du film : L'arrangement des particules est modifié et le volume libre est diminué.
- 3- Processus de coalescence : Cette étape peut durer longtemps (une semaine à plusieurs mois).

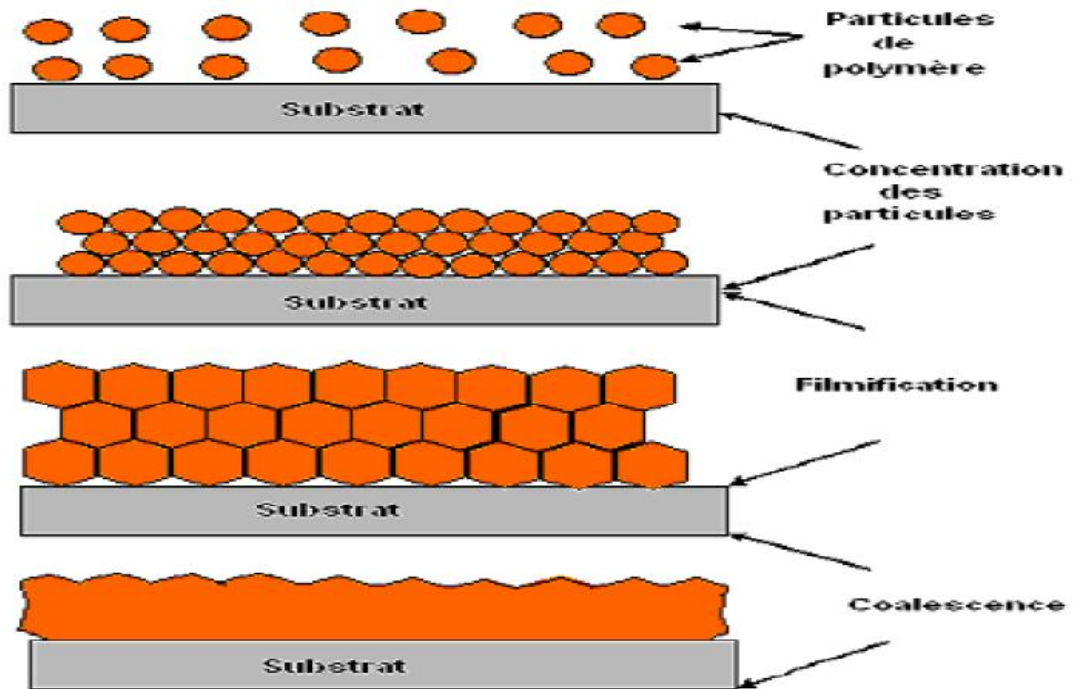


Fig. I.3. Représentation schématique des différentes étapes de formation d'une peinture.

### II.2.5. Système de protection par les peintures :

Un système de protection par les peintures est généralement constitué de plusieurs couches qui ont chacune un but bien précis. Il se compose d'un primaire, d'une couche ou plusieurs couches intermédiaires et d'une couche de finition (fig.I.4).

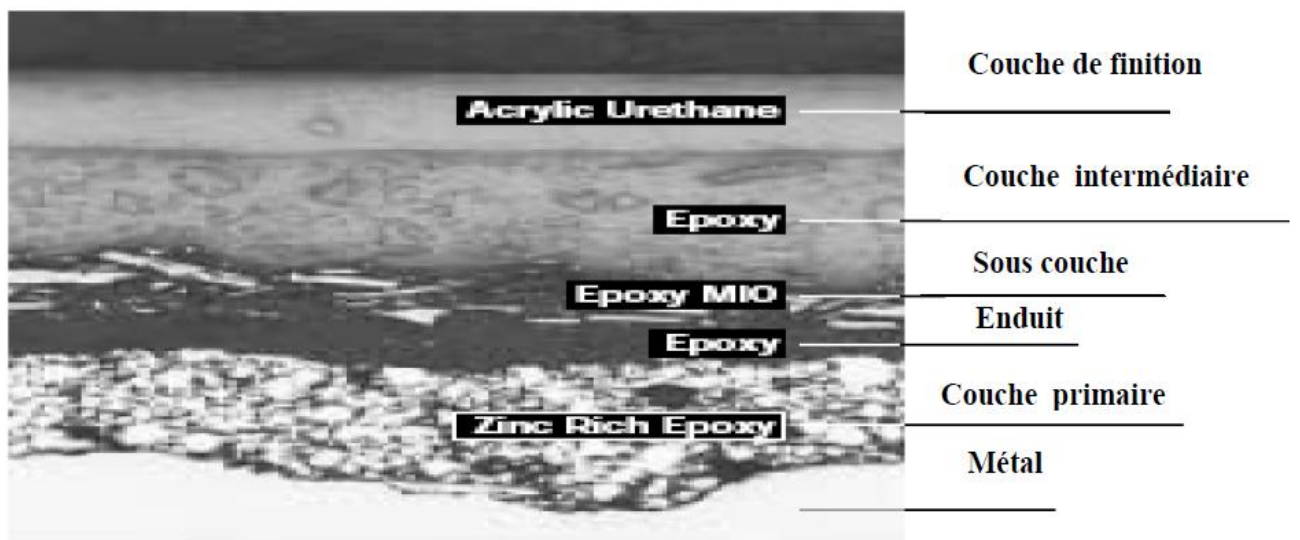


Fig. I.4 Système de protection par les peintures [7]

#### a. Couche de primaire

## PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

---

Un primaire assure l'adhésion avec le métal, le lien avec la couche immédiatement supérieure. Un primaire assure aussi la mouillabilité au support et possède souvent des propriétés d'inhibition aux endroits où la couche se détériore afin de limiter la propagation de la dégradation.

Les primaires destinés au traitement des surfaces métalliques sont habituellement formulés pour inhiber la corrosion. Il y a deux types de base de primaires :

Des primaires pigmentés avec des éléments métalliques anodiques à l'acier, Lorsque le revêtement est endommagé et que le substrat en acier est exposé, le pigment se comporte comme une anode sacrificielle et ceci jusqu' à son épuisement. Les primaires à base de zinc (40 à 80 % de zinc) sont les plus utilisés.

Des primaires ayant une bonne adhérence et des propriétés de résistance chimique élevées et dont le type est l'époxy à deux composantes. L'adhérence nécessaire est obtenue seulement sur une surface complètement nettoyée. Ces primaires peuvent contenir des pigments inhibiteurs de corrosion. Le phosphate de zinc est largement répandu dans des formulations modernes de primaires.

### **b. Couches intermédiaires :**

Ce sont des couches d'étanchéité qui protègent le primaire contre un accès d'eau, d'oxygène et d'ions. Elles sont placées entre la couche du primaire et la couche de finition. Ces couches intermédiaires sont appliquées pour donner une épaisseur finale au film du système

### **c. Couche de finition :**

C'est la dernière couche d'un système de peinture, tout en complétant l'étanchéité, elle joue plusieurs rôles: Forte résistance aux chocs mécaniques, thermiques, abrasions, attaques chimiques ou physique (Hydrocarbures, solvants), aspect décoratif. [8]

### II. Technique expérimentale :

Pour qu'un revêtement remplisse durablement ses fonctions décoratives et protectrices, il est fondamental qu'il adhère correctement à son support. Plusieurs essais normalisés ou faisant référence dans le domaine permettent d'évaluer l'adhérence d'une peinture.

#### II.1. Essai quantitatif pull-off :

Ce test a été effectué au niveau de la Raffinerie de Skikda (SONATRACH), il consiste à évaluer la force d'arrachement d'un revêtement soumis à un effort de traction appliqué perpendiculairement à la surface. Cette force est transmise via un plot métallique de 20 mm de diamètre collé à la surface de la peinture (fig.II.1). Une fois la colle sèche, le revêtement est découpé sur la périphérie du plot jusqu'au support avant d'être soumis à une force de traction. Quand le revêtement se détache de la surface, un indicateur sur la graduation montre la valeur numérique de l'adhérence (force requise pour détacher le plot). La rupture peut se manifester soit dans l'un des deux matériaux (rupture cohésive), soit à l'interface (rupture adhésive), soit dans les deux éléments à la fois (rupture mixte). En complément de la force déterminée, l'examen du faciès de rupture est nécessaire pour pouvoir tirer des conclusions quant à l'adhérence de la peinture.



*Fig. II.1 Essai d'arrachement.*

Le test est mené dans les conditions ambiantes dans des limites de température et d'humidité relative similaires :

- Le système puisse sécher à une température supérieure à 15 °C et à une humidité relative inférieure à 85 %
- Une période d'au moins 28 jours avant d'être soumis à l'essai.

### II.2. Essais de microdureté et dureté :

La mesure de la dureté de la couche de peinture a été faite à l'aide d'un duromètre de la marque INNOVATEST (fig. II.2.b) dont la charge appliquée est 1Kgf.

La mesure de la microdureté suivant la profondeur de la couche a été faite à l'aide d'un microduromètre de la marque INNOVATEST (fig. II.2.a).

L'essai a été réalisé au niveau du laboratoire de département Science et Génie des Matériaux (SGM) à l'ENSMM. La microdureté a été réalisée en allant de la couche de revêtement vers le cœur de l'acier dans différents endroits sur la surface de l'échantillon, en évitant la superposition de deux empreintes. L'empreinte est mesurée par ces deux côtes  $d_1$ ,  $d_2$ .

- ✓ Le pénétrateur est une pyramide à base carrée au sommet  $136^\circ$ , en diamant.
- ✓ La charge 100 gf.



(a)



(b)

Fig. II.2 : Vue d'un microduromètre (a) et le duromètre(b).

### II.3. Matériaux utilisés :

Nous allons contenir notre étude dans cette partie, sur des échantillons prélevés d'un tôle de construction du bac de stockage (fond de réservoirs) en acier au carbone (A283 grade C) dont l'analyse chimique est déjà effectuée précédemment.

#### II.3.1. Les peintures étudiées :

La peinture est un système bi-composant. La base est une résine époxyde liquide et le durcisseur est une polyamidoamine (type versamid). La préparation des revêtements a été effectuée suivant les

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

indications données par la fiche technique de chaque produit, dont les pourcentages de chaque élément dans la peinture sont présentés sur le tableau ci-dessous :

Tableau II .1. : Composants chimiques de la peinture utilisée.

La couche	Composants	Pourcentage en poids %
<b>Le primaire Epoxamine</b>	Résine époxy	30,5
	<b>Agent anticorrosion (phosphate de zinc)</b>	7,5
	Pigments	21
	Charges	19,5
	Additifs	5,7
	Mélange de solvants	15,8
<b>le primaire Primepox</b>	Résine époxy	16,5
	<b>Agent anticorrosion (phosphate de zinc et l'oxyde de fer rouge)</b>	22
	Charges 29	29
	Additifs	16,2
	Mélange de solvants	16,3
<b>Le revêtement (couche finale)</b>	Résine époxy 51	51
	Charges 30	30
	Additifs 0.3	0,3
	Mélange de solvants 18.7	18,7

### II.3.2. Préparation des échantillons :

Les échantillons sont des plaques en acier au carbone (A283 Gd C) de forme rectangulaire. Afin d'assurer la reproductibilité et la validité des essais, la préparation de la surface des échantillons est un élément capital. Avant l'application des revêtements, les échantillons sont polies à l'aide d'une polisseuse en utilisant du papier abrasif de différentes granulométries et suivant cet ordre 120°, 400°, 1000°, et 4000°.

### II.3.3. Polissage :

L'objectif est ensuite d'obtenir une surface plane et polie avec différents états de surface. On réalise:

### **i. Pré-polissage :**

Nous avons commencé par dresser la surface que nous voulons observer à la meule en conférant une Planéité aussi parfaite que possible. Ensuite nous avons utilisé des papiers émeri de plus en plus fines Allant du n° 120.

### **ii. Finissage :**

Un seul échantillon qu'il faut obtenir un poli analogue à celui d'un miroir, et pour cela l'opération consiste à frotter l'échantillon sur un feutre tournant lubrifié sur lequel il y a une pâte diamantée, les particules en diamant ont pour but d'éliminer les fines rayures qui subsistent après pré-polissage. Les échantillons seront lavés et rincés à l'eau puis séchés.

### **II.4. Mesure de la rugosité :**

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'étude de la variation de l'état de surface des échantillons avant l'application de revêtement et après un polissage de différentes granulométries.

La mesure de la rugosité de la surface des échantillons est effectuée à l'aide de rugosimètre de type TR220 dans laboratoire de l'école (SGM).



Fig. II.3. Vue d'un rugosimètre.

### **II.5. L'application de la peinture :**

L'application de la peinture dans l'entreprise est effectuée par un pistolet pneumatique à air déshuilé, déshydraté, dépoussiéré comprimé à la pression 2.5 bar, dans une cabine d'application.

Mais dans notre cas l'application de la peinture sur les échantillons se fait manuellement en utilisant un pinceau, après la préparation de mélange dont 80% (liant, additive, Les pigments) et 20% de solvant. Les épaisseurs des films du revêtement, obtenus après séchage (à l'air libre), sont mesurées à l'aide d'un microscope optique.



### II.6. Essai de scratch test :

#### i. Principe du Scratch test :

Le test consiste, comme illustre la figure (Fig.II.4), à déplacer sur la surface du revêtement à caractériser une pointe en diamant qui peut avoir différentes géométries (Rockwell, Berkovich). Au cours de ce déplacement, une force normale croissante est appliquée sur la pointe jusqu'à ce que l'endommagement du dépôt soit constaté. Le niveau de force produisant un endommagement est détecté afin d'identifier la charge critique à l'endommagement du dépôt, notée usuellement LC « critical load » [9].

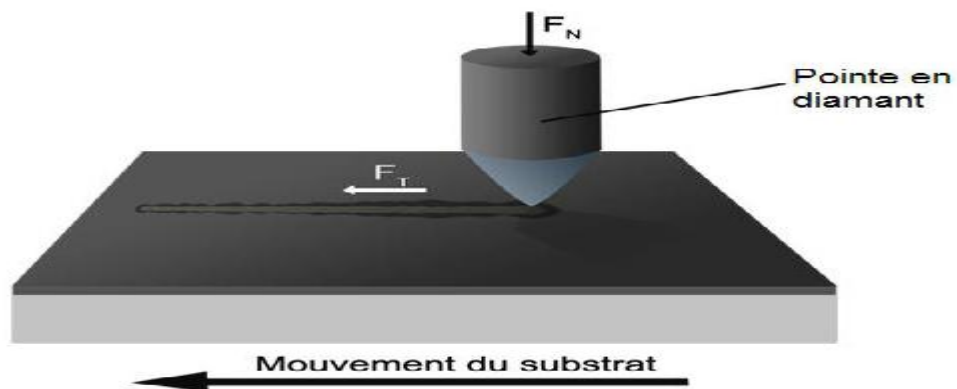


Fig. II.4. Principe du Scratch Test.

#### ii. Caractérisation des rayures :

La mesure de l'adhérence nécessite la caractérisation de la trace par microscopie optique. Les modes d'endommagement ainsi observés permettent d'identifier la charge critique, en suivant l'évolution de la charge appliquée en fonction du déplacement de la pointe pendant la rayure. Des appareils utilisés actuellement pour cet essai permettent d'enregistrer et de suivre l'évolution du signal acoustique émis lors de l'essai, le coefficient de frottement ou bien la topographie en fond de rayure, ce qui permet de détecter d'une façon plus précise les niveaux d'endommagement. En fait, différents types d'endommagement peuvent être observés à la surface des dépôts durs au cours d'un scratch test [10]. Une représentation schématique des différents modes de rupture est illustrée dans la figure (fig. II.5.).

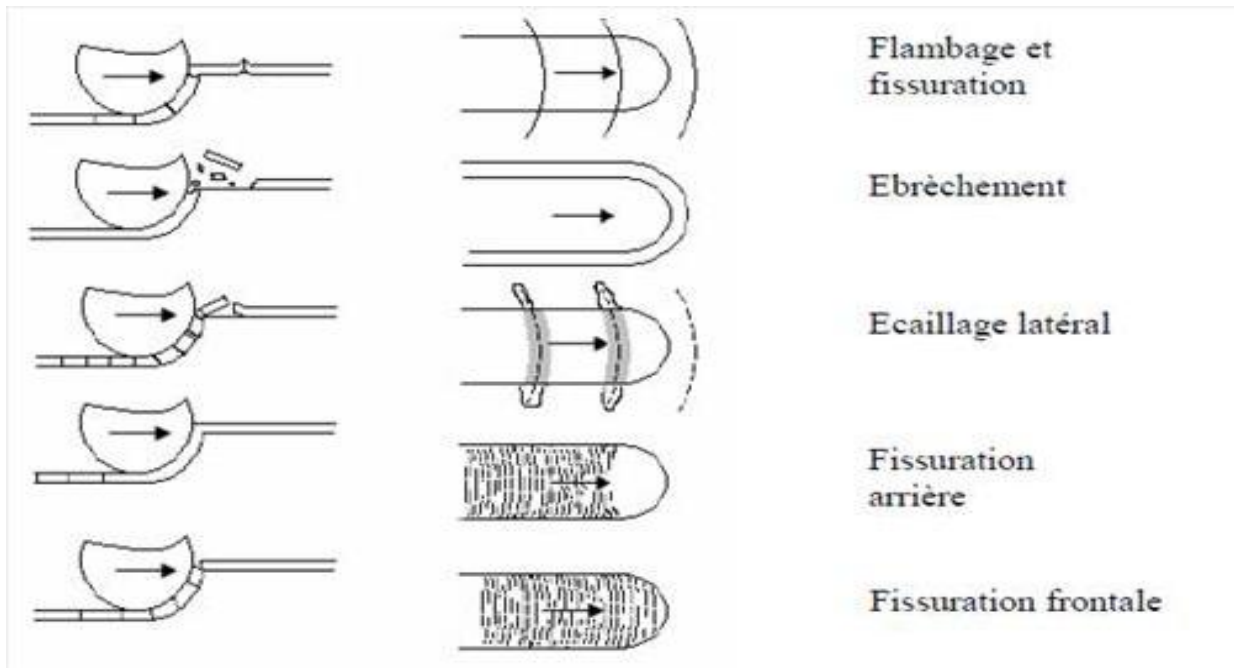


Fig. II.5 Représentation schématique des modes de rupture des revêtements par micro rayage, vue de côté et de dessus [11].

D'une manière générale, trois modes de dégradation des dépôts durs peuvent être induits par le scratch test : fissuration, écaillage, délaminage. Ces types d'endommagement dépendent essentiellement des propriétés du substrat et du dépôt, en particulier de leurs duretés [12].

### iii. Procédure expérimentale :

Un scratch-test a été réalisé à l'aide d'un Microscratch Tester de type « CSM » au sein du Laboratoire de l'Ecole (fig. II.6).

Cet équipement est doté d'un microscope optique, d'un capteur de force et d'un indenteur diamant Rockwell de rayon de pointe 100  $\mu\text{m}$ . Il possède plusieurs fonctions permettant de réaliser des essais de rayure et des mesures de topographie. La procédure utilisée pour la caractérisation de l'adhérence comporte trois étapes distinctes: la mesure du profil initial de la surface à rayer, appelée « pre-scratch », l'étape de rayure, la mesure du profil final en fond de rayure « post-scratch ».

Dans la première étape, la pointe balaye toute la trajectoire à rayer avec une très faible charge, pour mesurer la topographie de la surface. Suite à ce balayage, la pointe effectue la rayure tout en corrigeant la mesure de sa pénétration  $P_d$  par rapport au profil initial. Ce qui permet de prendre en considération les défauts de surface et de planéité dans la courbe de pénétration. À la fin de rayage, la pointe balaye la trajectoire parcourue avec une faible charge pour mesurer la topographie finale en fond de rayure. Ce qui permet de connaître la profondeur résiduelle  $P_r$  et donc de visualiser le retour élastique de la matière après correction avec le profil initial.

Au cours de rayure l'appareil enregistre également la force tangentielle  $F_T$  qui peut être utile pour identifier un changement du coefficient de frottement en réponse d'un endommagement ou à la pénétration dans le substrat. Une rayure de 5 mm a été effectuée sur la surface du revêtement de la couche de la peinture avec les paramètres d'essai suivants :

- Type : Progressif
- Charge de balayage (N) : 1
- Vitesse (mm/min) : 5
- Longueur (mm) : 5



*Fig. II.6. Vue d'appareil de scratch-test.*

### **II.7. Essai de tribologie :**

#### **i. La tribologie :**

Un système tribologique se définit comme un système mécanique, formé de deux matériaux antagonistes en contact, animé de mouvements relatifs. Ces deux solides évoluent dans un milieu ambiant et peuvent être séparés par un film intercalaire appelé troisième corps. Sur le plan tribologique, le troisième corps [13] est un opérateur qui transmet la charge d'un premier corps sur l'autre et accommode en s'écoulant (débit) d'une façon dissipative (frottement) l'essentiel de la différence de vitesse entre deux corps. Les troisièmes corps séparent partiellement ou entièrement les premiers corps. L'interface d'un tel système devient alors le siège de phénomènes dissipatifs d'énergie, regroupés sous le terme générique de frottement.

## ii. Mécanismes de frottement :

Le frottement entre deux corps solides en mouvement relatif de glissement est produit principalement par le cisaillement des aspérités, le labourage et la déformation des aspérités, La force de frottement s'écrit donc sous la forme :

$$F = F_{cis} + F_{lab} + F_{pot}$$

Où  $F_{cis}$  est la force de cisaillement des aspérités après formation de jonctions ponctuelles,  $F_{lab}$  la force de déformation des surfaces,  $F_{pot}$  la force potentielle.

Des méthodes expérimentales permettent de séparer ces forces. L'utilisation de deux surfaces lisses permet d'éliminer la force de déformation, l'utilisation d'un lubrifiant permet d'éliminer la force d'adhésion. Sous l'action de la charge normale, les surfaces métalliques adhérentes, le mouvement relatif provoque le cisaillement de l'interface. La force d'adhésion dépend donc de la contrainte de cisaillement et s'écrit sous la forme :

$$F_{cis} = A.$$

Où  $A$  : est la surface réelle de contact.

Le contact peut produire une déformation plastique des aspérités, qui dépend des caractéristiques mécaniques et géométriques des corps en contact. Ce mécanisme est appelé Labourage, il peut se produire lorsque les duretés des deux corps sont différentes. La force du labourage est donnée, par Moore en fonction de la forme géométrique du frotteur :

$$F_{lab} = \frac{2\delta}{\pi R} \quad \text{pour cylindre /plan}$$

$$F_{lab} = \frac{2R^2}{\pi d^2} (2\theta - \sin 2\theta) \quad \text{pour bille /plan}$$

où  $\delta$  est l'enfoncement du frotteur dans la surface frottée,  $R$  le rayon du frotteur,  $d$  le diamètre de l'aire de la surface de contact et  $\theta$  l'angle au centre du frotteur entre la normale à la surface de contact et la droite passant par le centre du frotteur et la frontière de cette surface.

La formation du troisième corps à l'interface influence le frottement [14]. Les particules d'usure résistent au mouvement et le coefficient de frottement total s'écrit sous la forme :

$$\mu = \mu_{cis} + \mu_{par} + \mu_{lab}$$

Où,  $\mu_{par}$  celui produit par la présence du troisième corps.

## iii. Mesure du coefficient frottement $\mu$ :

**Principe de tribomètre :** Pour étudier le comportement de frottement des aciers, nous avons utilisé un tribomètre pion- disque, (fig. II.7.) c'est la méthode la plus courante. La méthode consiste à mettre en rotation un disque à surface plane, formant le partenaire de frottement mobile. Le

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

---

partenaire de frottement fixe présente une surface sphérique (pion ou bille). Il appuie sur le disque de manière excentrique.

L'usure générée se manifeste par l'apparition d'un sillon circulaire sur le disque. Différents contacts peuvent être étudiés, dans notre cas il s'agit d'un contact céramique/acier, le pion est une bille en Alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de 6 mm diamètre et le disque est l'échantillon étudié.

La force appliquée est constante et perpendiculaire au disque elle est générée par un poids et mesurée à l'aide d'un dynamomètre. La vitesse de glissement est maintenue constante, la rotation est poursuivie jusqu'à ce que le pion ait parcouru une distance déterminée par passages successifs sur le disque. Nos conditions de travail de tribomètre lors de test tribologique sont les suivantes :

- Rayon : 3,50 [mm]
- Vitesse : 3,00 [cm/s].
- Force normale : 5,00 [N].
- Condition d'arrêt : 25 [m].



Fig II.7. Vue de tribomètre.

## RESULTATS ET DISCUSSIONS

### III. Résultats et discussions :

#### III.1. Essai pull-off :

D'après essai quantitatif 'pull-off' la force d'arrachement d'un revêtement pour évaluée la performance de la peinture anticorrosion (l'adhérence de la peinture) a été évaluée par : **37 Kg/Cm<sup>2</sup>** Cette valeur montre que la peinture est bien accrochée sur le substrat du métal du moment qu'on a utilisé une force élevée pour obtenir un arrachement.

L'épaisseur de la couche de revêtement (couche primaire, intermédiaire, et la couche de finition) a été mesurée par le microscope optique représenté sur la figure (fig. III.1) ci-dessous. Les résultats sont représentés sur la figure ci-dessous :

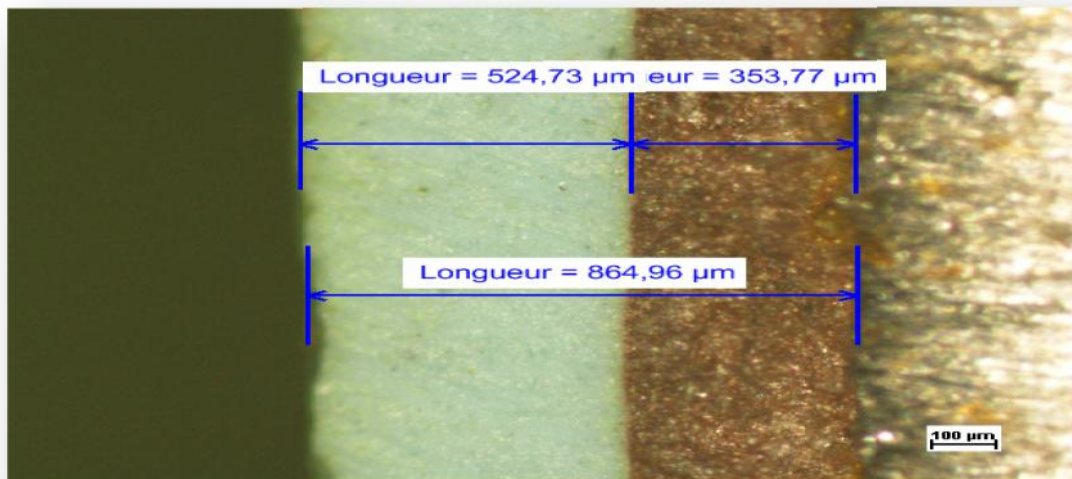


Fig.III.1 une image par le microscope optique représente l'épaisseur de la couche de revêtement

#### III.2. Essai de la dureté et la microdureté :

Tableau III.1. Résultats de mesure de dureté et microdureté sur l'échantillon revêtu.

	l'empreinte 1	l'empreinte 2	l'empreinte 3	La valeur moyenne
<b>La dureté HV</b>	14,2	13,9	13,7	13,93
<b>La micro dureté HV</b>	16,9	16,6	17,9	17,13

On peut noter que la dureté et la microdureté pour un échantillon revêtu sont des valeurs très faibles ce qui revient à la souplesse, et la nature maniable de la couche de peinture.

## RESULTATS ET DISCUSSIONS

### III.3. Mesure de la rugosité des échantillons :

La rugosité d'une surface donnée peut être déterminée par la mesure d'un certain nombre de paramètres. Pour distinguer la différence de la rugosité entre les surfaces de nos échantillons après un polissage, étude on utilise la moyenne arithmétique  $R_a$ , les résultats sont montrés sur le tableau ci-dessous :

Tableau III.2. Valeur de paramètre de rugosité  $R_a$  des échantillons.

Grade de polissage	Mesure $R_{a1}$ ( $\mu\text{m}$ )	Mesure $R_{a2}$ ( $\mu\text{m}$ )	Mesure $R_{a3}$ ( $\mu\text{m}$ )	La moyenne ( $\mu\text{m}$ )
120°	1,097	1,087	1,147	1,110
400°	0,253	0,199	0,247	0,233
1000°	0,121	0,088	0,111	0,106
4000°	0,036	0,041	0,033	0,036

$R_a$  : Écart moyen, ou moyenne arithmétique des distances entre pics et creux successifs. "Ra" correspond à la différence entre cette distance moyenne et la "ligne centrale". Ce paramètre "moyen" permet de donner une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité ( $R_p$ ,  $R_t$ ,  $R_c$ ) d'une surface donnée, et est par conséquent fréquemment utilisé.

D'après le tableau ci-dessus on note que les valeurs de paramètre  $R_a$  est inversement proportionnelle avec les grades de polissage dont le quel l'échantillon a été polis, c'est à dire qu'à chaque fois qu'on augmente le grade de polissage la moyenne arithmétique des distances entre pics  $R_a$  est diminué. Cependant  $R_a$  prend une valeur très faible quand la surface est bien polis.

### III.4. Application de la peinture :

Après qu'on a appliqué le revêtement manuellement on a été obtenus une hétérogénéité des épaisseurs de la couches de peinture pour les quatre échantillons. Les résultats obtenus par le microscope optique pour les quatre échantillons sont donné dans le tableau ci-dessous :

## RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau III.3. Les épaisseurs de la couche de peinture appliquée.

Echantillon	1	2	3	4
Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	34 : 36	38 : 45	30 : 40	33 : 51

### III.5. Essai de Scratch test :

Les résultats de micro-rayage du revêtement sont illustrés dans les figures qui présentent une superposition des courbes obtenues lors de l'essai sur les quatre échantillons de différent état de surface :

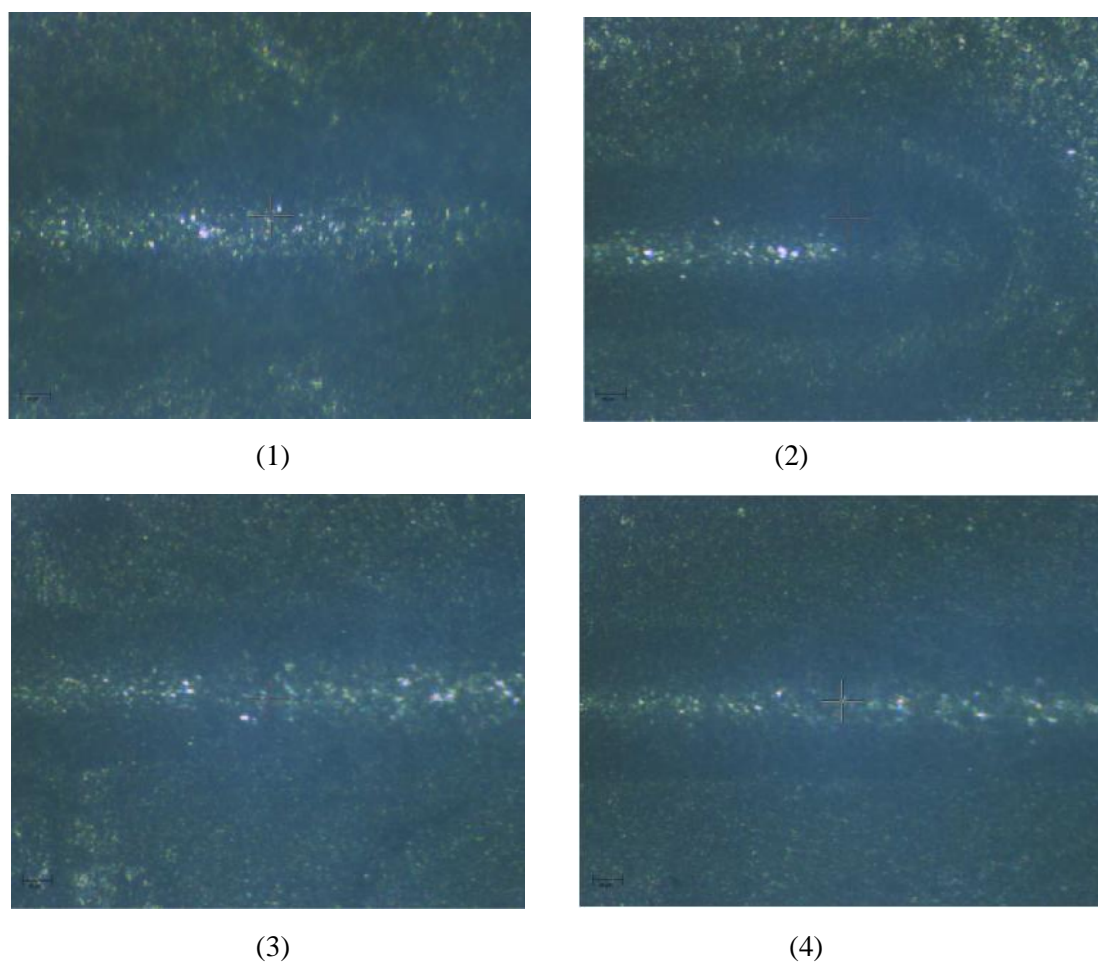


Fig. III.2. Micrographies en microscopie optique du sillon sur les quatre échantillons.



## RESULTATS ET DISCUSSIONS

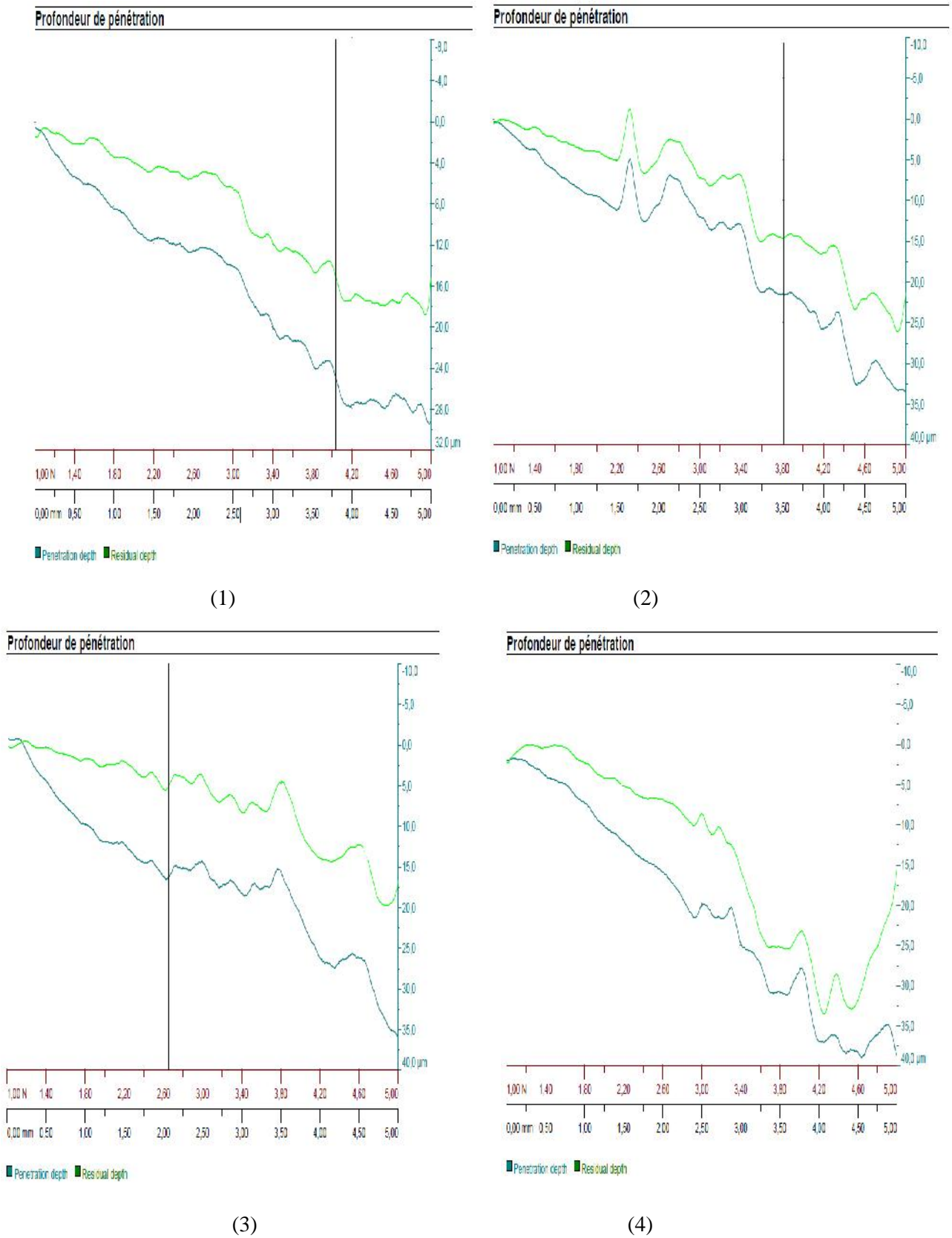


Fig.III.3. Courbes obtenues lors de l'essai de micro rayure effectuées sur les quatre échantillons.

## RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau III.4. Valeurs des charges critiques obtenues lors de l'essai de scratch sur les quatre échantillons.

Echantillon	1	2	3	4
Charge critique (N)	4,03	3,82	2,65	2,43
Epaisseur pénétré ( $\mu\text{m}$ )	30	35	37	40

### Discussion :

D'après les diagrammes représentés sur la (fig. III.3.) montrant la variation de la profondeur de pénétration Pd et la profondeur résiduelle Pr en fonction de la charge appliqué progressivement de 1 à 5N et en fonction de la distance parcourue qui est de l'ordre de 5mm.

On note que les quatre courbes présentent une évolution de Pd et Pr proportionnelle à la distance et la charge appliqué mais de manière différente sur les quatre échantillons. Cependant Pd peut atteindre une valeur d'épaisseur plus grande lors de l'essai de rayage de l'échantillon 4 ou la surface présentait une valeur de rugosité la plus petite. D'où l'on définit la charge critique de l'arrachement de la peinture appliqué.

Par contre pour le premier échantillon qui a un état de surface rugueuse, la profondeur de pénétration atteindre une épaisseur de 30 $\mu\text{m}$  c'est la valeur la plus faible.

On peut constater aussi d'après les courbes qu'il y a une différence entre la profondeur résiduelle et la profondeur de pénétration lors du quatre essais, dont cet écart atteindre une valeur max au quatrième essai.

La figure (fig.III.2) représente les micrographies en microscopie optique du sillon sur les quatre échantillons, L'arrachement de la matière est représenté en clair sur cette figure.

L'endommagement de revêtements dépend essentiellement des propriétés du substrat et des revêtements, en particulier de leurs duretés. En effet, la dégradation du revêtement est contrôlée par la déformation plastique que subit ce dernier. La dureté du substrat ainsi que celle du dépôt joue un rôle important dans la déformation plastique du dépôt.

Ces résultats montrent que l'adhérence de la peinture est directement proportionnelle à l'état de surface, c'est-à-dire lorsqu'on a une surface rugueuse la peinture est bien accrochée avec le substrat qu'on veut revêtir. La rugosité du substrat peut modifier la tenue d'un revêtement de plusieurs façons. La rugosité cause une concentration de contrainte facilitant l'amorçage des fissures, ce qui mène à une réduction considérable de la charge critique.

D'autres facteurs influencent aussi sur la charge critique comme le coefficient de frottement entre la couche et la pointe, la vitesse de chargement et de déplacement de la pointe, le rayon de courbure de

## RESULTATS ET DISCUSSIONS

la pointe et son usure, et les contraintes internes du revêtement, Plusieurs auteurs montrent que la charge critique mesurée augmente lorsque la vitesse de glissement, et est plus lente lorsque la vitesse de chargement est plus élevée.

### III.6. Essai de tribologie :

La figure (fig.III.4.) représente la variation des coefficients de frottement des deux échantillons un acier nu et autre revêtu.

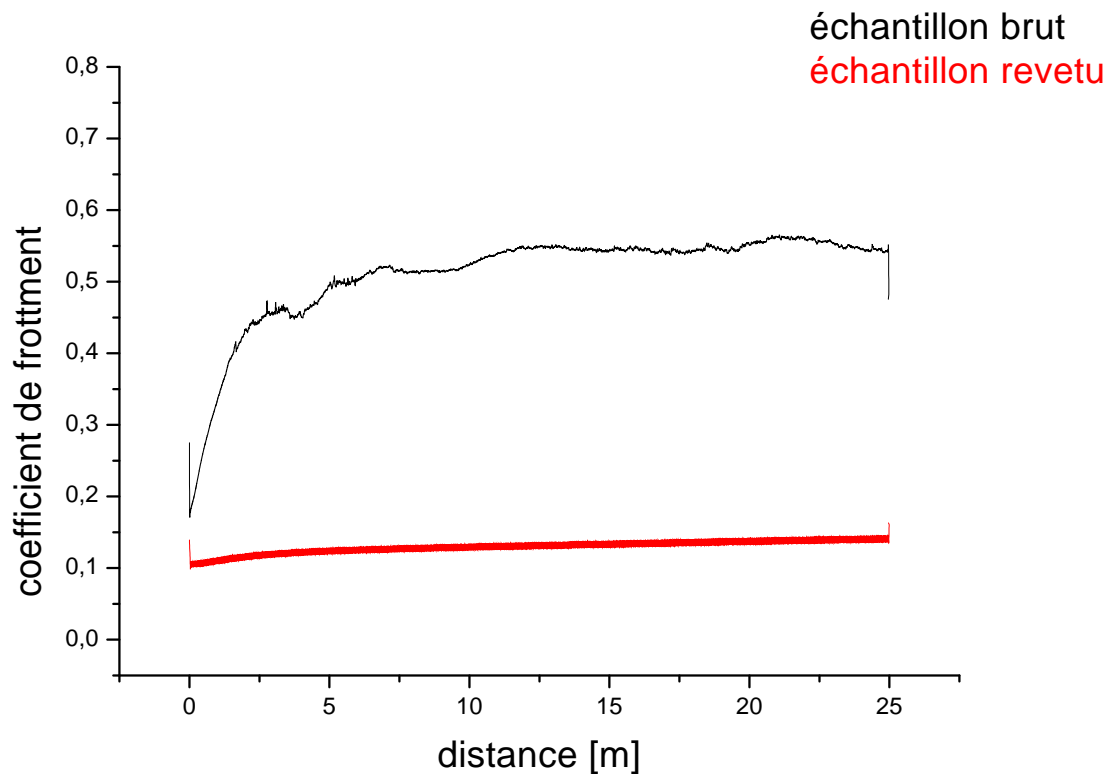


Fig.III.4. La variation du coefficient de frottement  $\mu$  en fonction de la distance parcourue pour un échantillon nu et autre revêtu.

Les valeurs moyennes du coefficient de frottement des échantillons sont illustrées sur le tableau ci-dessous :

## RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau III.5. Coefficient du frottement d l'acier avant et après l'application de la peinture.

Echantillon	$\mu$ départ	$\mu$ Min	$\mu$ Max	coefficient de frottement $\mu$ moyenne
1. Echantillon nu	0,011	0,011	0,566	0,511
2. Echantillon revêtu	0,024	0,024	0,143	0,130

### Discussion :

D'après la courbe de  $\mu = f(d)$  ainsi que le tableau représentent les valeurs moyennes du coefficient de frottement.

On remarque que dans les deux échantillons le coefficient de frottement démarre par une très faible valeur, se stabilisant en suite à une valeur max, cette variation à lieu sur deux zones :

La première caractérisée par une augmentation de coefficient de frottement proportionnelle avec la distance, la deuxième partie indiquant une stabilisation de  $\mu$ .

Le résultat de l'essai de tribologie montre que le coefficient de frottement pour l'échantillon recouvert par une couche de peinture de type époxyde est suffisamment adéquate.

Si on faire une rappel sur les bacs d'essence qui ont un toit flottant ce dernier est en mouvement continue suite à la variation du niveau de produit stocké a cause de la nature de l'essence qui est léger et volatil,

On peut déduire, que cette peinture est convenable pour la protection de la virole et le fond du réservoir de stockage de l'usure, et aussi la protection contre la corrosion.

## **Conclusion:**

L'objectif fixé au début de ce travail consistait à évaluer l'adhérence du revêtement déposé sur un substrat en acier.

Soit par l'essai pull-off, nous avons vérifié l'adhérence de la couche par une forte force à la rupture, soit par un essai de scratch test, par rapport différents état de surface et on a déduit les principaux facteurs qui influent sur l'adhérence de la peinture de revêtement de substrat.

Nous avons complété cet étude par une caractérisation tribologique par l'évaluation du coefficient de frottement de la couche de peinture afin d'avoir des informations complémentaires sur l'usure de la couche de revêtement. Nous avons constaté que le dépôt de la couche de protection présente un état favorable dans les conditions tribologiques sévères.

## Les Références bibliographiques :

- [1] ISO 8501 Préparation du substrat en acier avant l'application des peintures et produits associés. Vérification visuelle de la propreté des surfaces.
- [2] ISO 8503 Préparation du substrat en acier avant l'application de peintures et produits associés. Caractéristiques du grain du substrat en acier nettoyé par sablage.
- [3] RODOLPHE LEBRETON, MICHEL ECUYER, THIERRY PORTAZ. Peintures en solvants: Composition, risques toxicologiques, mesures de prévention, INRS, ED 971, Paris 2005. PP.1-20, disponible sur:  
[www.inrsfr/inrs-pub/inrs01.nsj1/IntranetObject/accesParReference/ED%20971/\\$Fileled971.pdf](http://www.inrsfr/inrs-pub/inrs01.nsj1/IntranetObject/accesParReference/ED%20971/$Fileled971.pdf)
- [4] N. BOUDIEB Mémoire de Magister « évaluation des performances des peintures par des techniques électrochimiques » 2008
- [5] A. ZEGHLOUL, M. TOUAT/. Dégradation du matériel: Action correctives et préventives. PP.90-145. Disponible sur: [www.luno-edu.net/offre/index.php?mode=impression&idmodule=209](http://www.luno-edu.net/offre/index.php?mode=impression&idmodule=209) –
- [6] CHRISTOPHE LE PEN, COLETTE LA CAABANNE, NADINE PEBERE. Caractérisation de peinture hydrodiluable par spectroscopie d'impédance électrochimique et de courants thermostimulés. CIRIMATT, de toulouse. Matériaux 2002. PP.1-5
- [7] R. HUDSON. Coating for the protection of structural steel work. NPL, 2003. PP.1-7, disponible sur: <http://www.npl.co.uk/ncs/docs/steelwork.pdf>
- [8] JEAN-CLAUDE LAOUT Protection et décoration par peintures. Technique d'ingénieur, disponible sur :  
[www.techniqueingénieur.fr/dossier/Protection \\_ et decoration \\_par \\_\\_peinture/M 15 05.](http://www.techniqueingénieur.fr/dossier/Protection_et_decoration_par_peinture/M1505)
- [9] D. S. Rickerby, Surface and Coatings Technology 36 (1988) 541-557.
- [10] S.J. Bull, E.G. Berasetegui, An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing, Tribology International, 39,2 (2006), 99-114.
- [11] P.R. Chalker, S.J. Bull, D.S. Rickerby, Materials Science and Engineering , A, Volume 140, (1991) 583-592.
- [12] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, Thin Solid Films, 15 (1987) 403-416
- [13] GERALD ZAMBELLI & LEO VINCENT: « Matériaux Et Contacts», Une approche tribologique.
- [14] D. F. Moore, Principles and applications of tribology, edit. PERGAMON PRESS (1975).