



N° d'ordre:

UNIVERSITE DE M'SILA

Faculté des Sciences et des Sciences de l'Ingénieur

Département de : Génie Mécanique

MEMOIRE en vue de

L'obtention du diplôme de

Magister

Spécialité: génie mécanique

Option: construction mécanique

SUJET

Influence du recuit et de la rugosité de substrat d'acier sur les composés intermétalliques des couches de galvanisation

Présenté par : **RAOUACHE El hadj**

Soutenu publiquement le devant le jury composé de:

M. BOUAMAR	M.C	Université de M'sila	Président
Y. BENARIOUA	M.C	Université de M'sila	Rapporteur
N. BOUAOUADJA	P.r	Université de Sétif	Examineur
M. HAMIDOUCHE	M. C	Université de Sétif	Examineur
A. MERROUCHE	M.C	Université de M'sila	Examineur
C. FARSI	M.A.C.C	Université de M'sila	Examineur

الخلاصة:

إن مشروعنا هذا يركز على دراسة تشكيل طبقات مكلفنة عن طريق الغطس الكيميائي من جهة ، ومن جهة أخرى على دراسة خصائصها الفيزيوكيميائية والميكانيكية أثناء عملية غطس المادة المتفاعلة في حمام الزنك وخلال عملية الكلفنة تشكل حركية ما بين المعدنين (الحديد والزنك) وهي مميزات الأبحاث الأكثر شيوعا في المجال الصناعي . وهذه الدراسة تحمل في بدايتها الحصول على طبقات المكلفنة عن طريق عوامل تجريبية مختارة هي :

- مدة المعالجة .
- طبيعة المادة المتفاعلة .

ويتم تحضير طبقات المكلفنة في حمام من الزنك درجة حرارته 460 °م في مدة زمنية محددة و بتأثير إنصهار حمام خلائط الزنك و الحديد) و لإجراء تحاليل على هذه العينات نستعمل مجهر بصري و المادة المستعملة) انستطيع الحصول على تشكيل مركبات معدنية في الحديد والزنك . ميكولور صلب و جهاز الأشعة السينية ، وهذه الأنواع للتحليل نستطيع أن نرى بها مختلف الطبقات المشكلة للكلفنة ، و لقياس سمك وصلابة المادة

Résumé

Pour améliorer les propriétés de surface, lors de sollicitations divers (thermiques, mécanique,...) les pièces sont souvent revêtues de dépôts métallique ou autre, sous forme de monocouche et multicouches mince.

Le travail s'est agencé sur l'étude de formation et de caractérisation des composés intermétalliques de couches de galvanisation à chaud. Ces composés sont généralement des solutions solides zinc-fer formées sous l'effet de diffusion – précipitation entre le bain d'alliage de zinc et le fer de substrat d'acier. Cet effet pourra être favorisés par une énergie environnant conditionnée au paramètre bien désiré de temps et de température de traitement. La caractérisation physique, chimique, structurale et mécanique trouvera son essor lors de cette étude. La nature et le taux de précipitation des composées intermétalliques seront en corrélation des conditions expérimentales comme le cas du temps de traitement et l'état de surface du substrat. Les échantillons (revêtement/substrat) pourront être caractérisés par plusieurs méthodes d'analyse. Microscopie optique, Diffraction des rayons X et Microdureté vickers

Mots clés : galvanisation, diffusion, précipitation, composés intermétalliques, acier, zinc

Abstract

To improve the properties of surface, at the time of requests various (thermal, mechanics...) the parts are often covered deposits metal or different, in forms of full-course and multi-layer thin.

Work was arranged on the study of formation and characterization of the intermetallic compounds of layers of hot galvanization. These compounds are general solid solutions zinc-iron formed by the effect of diffusion – precipitation between the zinc alloy bath and the iron of steel substrate. This effect could be supported by an energy surrounding conditioned with the quite desired parameter of time and temperature treatment. The characterization physical, chemical, structural and mechanical will find its rise at the time of this study. The nature and the rate of precipitation of made up intermetallic will be in correlation of the experimental conditions like the case of the processing time, the surface quality of the substrate. The samples (revêtement/substrat) could be characterized by several methods analysis. Optical microscopy, Diffraction of x-rays and Vickers Microhardness.

Key words: intermetallic galvanization, diffusion, precipitation, compounds, steel, zinc

Table des matières

Introduction générale	1
Chapitre I Dépôts et propriétés de galvanisation	3
I.1 Introduction	4
I.2 Les techniques de revêtements et traitements de surface.....	4
I.3 -Revêtement métallique en phase liquide	5
I.3.1- Voie électrolytique	5
I.3.2- Réduction chimique	6
I.4- Protection anticorrosion des aciers par le zinc	6
I.4.1 - Propriétés physiques	7
I.4.2 - Réactivité chimique.....	7
I.4.3-Protection électrochimique	8
I.5-Procédés divers de galvanisation.....	9
I.5.1-Procédé au plomb	9
I.5.2-Procédé de galvanisation en continu.(procédé sendzimir).....	10
I.5.3-Procédé <i>Cook Nortman</i>	10
I.6-Les différents phases d'une couche de galvanisation.....	10
I.7 - Diagrammes d'équilibre	13
I.7.1-Diagramme Fe-Zn.....	13
I.7.2-Diagramme Fe-Zn-Al.....	14
I.8-Propriétés mécaniques	15
I-9- Conclusion.....	16
Chapitre II Galvanisation à chaud	17
I-Introduction.....	18
II.2-Préparation de surface.....	19
II.2.1-Accrochage.....	19
II.2.2-Dégraissage.....	20
II.2.2-1-Dégraissage alcalin.....	20
II.2.2-2-Dégraissage acide.....	20
II.2.2-3-Dégraissage à la vapeur de solvant.....	20

II.2.3-Décapage.....	20
II.2.3-1-Décapage par voie sèche.....	20
II.2.3-1-Décapage par voie humide.....	21
II.2.4-Fluxage.....	21
a-Fluxage pour galvanisation par voie sèche.....	23
b-Fluxage pour galvanisation par voie humide.....	24
II.3.Galvanisation.....	24
II.4.Les facteurs influencent sur la galvanisation.....	25
II.4.1-Action de l'Aciers	25
a – Aciers courants de construction.....	25
b – Aciers à haute résistance.....	26
II.4.2-Action de fluxage.....	26
II.4.3-Influence de la température.....	27
II.4.4-Chauffage des cuves à zinc.....	28
II.4.5-Influence de la durée d'Immersion	29
II.4.6-Influence de la vitesse d'immersion des pièces	29
II.4.7-Action de la refroidissement	30
II.4.8-Influence la Composition du bain	31
a- le plomb.....	31
b- Aluminium.....	31
c- le fer.....	31
II.5-Conclusion.....	31
Chapitre III Procédure expérimentale	33
III. 1- Introduction.....	34
III. 2 - Préparation des échantillons.....	34
III. 3-Pretraitement	35
III. 4-Technique de post traitement.....	36
III.5-Caracterisation des produits obtenus.....	37
III.5. 1-mesure l'épaisseur de la couche déposée	37
III.5. 2 -Analyse métallographique	37
III.5. 3-Micro dureté.....	38
III.4. 4-Diffraction des rayons X	38

Chapitre IV Résultats et discussion	40
IV- Aspects de surface galvanise.....	41
IV.1-Le fleurage normal	41
IV.2-Le fleurage minimisé	41
V.2-Analyse métallographique	41
IV.2.1-Influence de la rugosité sur la couche de galvanisation	42
IV.2.2-Influence du temps de recuit sur la couche de galvanisation.....	44
IV.3-Essai de micro dureté.....	45
IV.3.1-Influence de la rugosité	45
V.3.2-Influence du recuit.....	46
IV.4-Analyse par RX	47
IV-4-1 Influence du recuit.....	47
IV-4-2 Influence de la rugosité	50
IV.5 Conclusion.....	51
Conclusion général	55
Annexe	57
Recherche bibliographie	60

Liste des tableaux

Tableau I-1. représente les caractéristiques de Fe-Zn.

Tableau III .1 Représente les compositions chimiques du matériau

Tableau III .2 Représentation des valeurs de la rugosité

Tableau.IV.1. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (temps de recuit 1heure).

Tableau.IV.2. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (temps de recuit 2heures).

Tableau.IV.3. Caractéristique de spectre de diffraction de RX

(échantillon témoin Ra = 0.89).

Liste des figures

Chapitre I

Fig.I.1.Comparaison entre la protection active (Zn) et passive (Cu, Sn)

Fig.I.2. Représentation les différentes couches obtenues après la galvanisation

Fig.I.3. Diagramme d'équilibre Fe-Zn caractéristique de phases

Fig.I.4. Diagramme d'équilibre Fe-Zn-Al caractéristique de phases

Chapitre II

Fig. II.1. Les principales étapes de galvanisation

Fig. II.2. attaque de l'acier pour le flux

Fig. (II.3-a). Représentation schématique d'une procédé de galvanisation au trempé

Fig. (II.4.b). Représentation schématique d'une procédé de galvanisation à la trempé

Fig. II.5 .Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc

Fig. .II.6. Influence de vitesse d'immersion sur la masse de revêtement

Chapitre III

Fig. III. 1. Représentation les profils de la rugosité

Chapitre IV

Fig. IV.1. Aspect du fleurage des tôles galvanisées

Fig. .IV.2. Ra =0 ,08 Agrandissement 500

Fig. .IV.3. Examen au microscope électronique à balayage des divers cas de réactivité des alliages fer-zinc à l'interface grossissement 150

Fig. IV.4. Ra = 1,63 agrandissement 500

Fig. IV.5 Ra = 0,08 agrandissement 500

Fig. IV.6. Comparaison entre échantillon témoin et échantillon subit à recuit 2 heures.

Fig.IV.7.Profil de dureté de la couche de galvanisation pour différente rugosité Groupe recuit 1h

Fig. IV.8 : Profil de dureté de la couche de galvanisation pour différent rugosité Groupe recuit témoin

Fig.IV.9.Profil de dureté de la couche de galvanisation pour différent recuit Groupe Ra = 0 ,08

Fig.IV.10.Profil de dureté de la couche de galvanisation pour différente rugosité Groupe recuit une heure

Fig.IV.11.Profil de dureté de la couche de galvanisation pour différente rugosité Groupe recuit une heure /30minutes

Fig. .IV.12. Spectre de diffraction rayon X (temps de recuit 1heure)

Fig.IV.13. Spectre de diffraction rayon X (temps de recuit 2heure)

Fig.IV.14. Spectre de diffraction rayon X (échantillon témoin rugosité 1,89)

Introduction

La protection anticorrosion du fer par une couche de zinc obtenue par immersion dans un bain de métal fondu a fait son apparition vers la fin du XVIII^e siècle. Avant l'introduction du terme de « galvanisation » par Stanislas Sorel dans ses brevets déposés avec son associé Hector Ledru en 1837, on parlait du procédé sous l'appellation d'« étamage au zinc ». Le terme de galvanisation fait référence aux découvertes de Galvani dont le nom est associé à l'action d'un courant électrique. Sorel s'inspira des observations de Davy qui constata que dans la pile Volta, constituée d'électrodes de zinc et de cuivre, il y en avait une qui était toujours protégée. Sorel proposa ce principe pour « la conservation » du fer par le zinc. Chaque fois que l'on a besoin d'une protection anticorrosion de longue durée et que l'état de surface ne requiert pas une régularité parfaite, on peut utiliser la galvanisation au trempé. La contrepartie est un aspect de surface parfois irrégulier. Si le client le souhaite, les pièces peuvent être peintes soit en atelier immédiatement après galvanisation, soit ultérieurement après un traitement de surface approprié. Cette technique concerne deux types d'activités :

1. initialement, elle est destinée à des pièces ou des ensembles prêts à l'utilisation (produits finis). Le traitement se fait en atelier et s'applique à des pièces telles que : poteaux télégraphiques, éléments de pylônes de grande hauteur, glissières de sécurité, trémies de silos agricoles, rambardes de protection, éléments de charpentes métalliques, éléments de wagons, etc. ;
2. par la suite, on l'utilisons dans des ateliers de galvanisation intégrés (en général sur des demi-produits) : ils complètent des lignes de fabrication où le produit peut être systématiquement galvanisé comme dans les boulonneries, les tréfileries, les forges d'estampage, les tuberies, etc.

Ce travail de recherche s'articule sur l'étude de composés intermétalliques obtenus par galvanisation à chaud dans un bain de zinc chauffé à une température voisine de 450°C°. Les couches de galvanisation obtenues présentent les phases η , ζ , δ et Γ . La technique de galvanisation utilisée nécessite une préparation préalable de surface (variation de rugosité) des pièces d'aciers. Le dégraissage, le décapage, le fluxage et le séchage sont les étapes de prétraitement qui ont été effectuées sur les substrats en acier avant d'être immergé dans les bains de galvanisation. Les échantillons obtenus sont caractérisés du point de vue physico-chimique et mécanique respectivement par l'analyse métallographique (microscopie optique), structurale (diffraction des rayons X) et par l'indentation vickers microduromère.

Le premier chapitre, maintenant classique, propose dans une première partie un état des lieux sur les procédés de déposition des couches à base de zinc et présente dans une seconde les différentes propriétés de couches de galvanisations tant du point de vue physico-chimique que mécanique. Le deuxième chapitre traite les procédés de galvanisation et les différents paramètres influençant la couche obtenue. Dans le troisième chapitre, on trouve une description des techniques expérimentales en proposant tout d'abord les méthodes de l'obtention et de caractérisation des composés intermétalliques lors de la galvanisation. Le quatrième chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus. Le mémoire est clôturé par une conclusion générale, une liste de références bibliographiques et une annexe représente des fiches ASTM.

Chapitre I

Dépôts et propriétés de galvanisation

I.1 Introduction

De nombreux matériaux sont liés à leur surface : aspect, résistance à la corrosion, résistance à l'usure, résistance à la fatigue thermique, aptitude au collage, aptitude au frottement. Une surface est préparée pour lui conférer une fonctionnalité donnée, devant satisfaire un cahier des charges. Si la surface nue, même conditionnée, ne satisfait pas les critères requis, on va devoir la traiter ou la revêtir. Ce secteur d'activité industrielle, donc économique, justifie un grand nombre d'emploi, soit dans des petites et moyennes entreprises, soit dans des grands groupes industriels, qui tous amènent à la valeur ajoutée aux biens de consommation.

Pendant longtemps, ce secteur de la « maîtrise des surfaces » et de leurs procédés de traitement était du domaine de l'art où le savoir-faire prenait toute son importance. Cette activité artisanale, parfois très ancienne, a connu au cours de ces dernières décennies, une évolution considérable, pour laisser place à des développements technologiques majeurs, grâce à la mise en oeuvre de procédés et de produits performants et adaptés, à travers une connaissance approfondie des surfaces.

I.2 Les techniques de revêtements et traitements de surface

Les critères de choix, de mise en oeuvre, et de fiabilité d'un traitement de surface ou d'un revêtement sont nombreux. Toute sélection devient délicate, dans la mesure où ces critères vont dépendre, non seulement des conditions de réalisation, mais aussi des conditions d'utilisation en service. On réalise généralement un compromis entre quelques unes des propriétés suivantes :

- Aspect (mat, brillant, satiné...) [1]
- Propriétés optiques (réflexion, absorption), électriques (conductibilité, résistance de contact) ou thermique (conductibilité, barrière thermique...);
- Propriétés mécaniques (dureté, ductilité, adhérence, résistance à l'abrasion, au frottement, à l'usure, aux déformations, à la fatigue)
- Propriétés chimiques (résistance à la corrosion, à l'oxydation à haute température)

- Tenue au vide
- toxicité
- Réactivité et compatibilité avec le substrat (en particulier lors de traitements et mécaniques)
- Possibilité de déposition (couche uniforme et homogène, d'épaisseur, de composition et de structures contrôlées).

I.3 Revêtement métallique en phase liquide

I.3.1 Voie électrolytique

Réalisé généralement en solution aqueuse et plus rarement en solution organique ou bain de sels fondus, ces dépôts s'effectuent en plaçant la pièce à recouvrir, en situation de cathode, dans un électrolyte contenant, sous forme de sels simple ou complexe, les ions du métal à déposer. La réaction de réduction : $M^{n+} + ne \rightarrow M^0$ est assurée grâce à la présence d'un générateur de courant continu. Elle s'effectue plus ou moins facilement selon la stabilité de l'ion et sa mobilité. De très nombreuses solutions utilisés, et mises au point plus ou moins empiriquement pour chaque type de métal ou d'alliage à déposer. Chacune a pour objet d'obtenir des caractéristiques particulières du dépôt : pureté, brillance, adhérence, action nivelante, contraintes déterminées, dureté, finesse de grain, porosité, rendement, présence contrôlée d'inclusion (oxydes, carbures) etc. Ces particularités et le fait que, sous l'impulsion des pouvoirs publics, un certain nombre d'électrolytes, souples d'emploi mais toxiques, (par exemple bains cyanurés) soient peu à peu remplacés par des bains plus fragiles, qui rendent délicates la mise au point et la maintenance de certains procédés de revêtement électrolytiques. [2]

De nombreux métaux (Cu, Ni, Cr, Zn, Cd, Sr métaux nobles...) ou alliages (à base Cu, Ni, Sn...) peuvent être déposés, avec des épaisseurs comprises entre ($1\mu\text{m}$) et quelques millimètres (mm) . L'utilisation de bains d'acide entraîne, dans certains cas la fragilisation du substrat par l'hydrogène (chromage ou cadmiage des aciers à haute résistance) et la nécessité d'un dégazage thermique sous vide après dépôt électrolytique. L'adhérence du dépôt est souvent bonne, mais dépend beaucoup de la qualité de la préparation préalable de la surface. L'utilisation récente de courant plus permet d'améliorer considérablement la qualité du dépôt et la vitesse d'électro-cristallisation, qui généralement est voisine de $1\mu\text{m}/\text{mm}$ (chrome sur acier, avec diminution de porosité). [4]

I.3.2 Réduction chimique

Grâce à l'ionisation du métal-substrat (dépôt par déplacement) ou à l'oxydation d'une espèce en solution (dépôt chimique auto-catalytique), on peut réaliser des revêtements métalliques homogènes en épaisseur, sans source de courant extérieure, quelque soit la forme des pièces. Dans le dépôt par déplacement, seuls les revêtements sur des substrats moins nobles sont possibles, et les épaisseurs déposées sont faibles ($<0,2\mu\text{m}$). Cette technique est utilisée dans certaines gammes opératoires de traitements de surface (par exemple nickelage déposition avant émaillage de l'acier, zincage ou étamage de l'aluminium avant dépôt électrolytique).

Dans le dépôts chimique auto catalytique, très utilisé pour les couches de nickel, l'agent réducteur est, soit de l'hypophosphite, soit un dérivé du bore (borohydrure ou amine-borane). Le dépôt est en fait un alliage Ni-P(7- 12% de P) ou Ni-B (1 –6% de B). Un traitement thermique permet alors de faire apparaître dans la structure pseudo-amorphe du dépôt brut fine précipitation de composés définis (Ni_3P , Ni_3B) qui augmente la dureté du revêtement jusqu'à environ 11200Hv, améliorant ainsi la résistance à l'usure et au frottement. La vitesse de dépôt dépasse rarement $25\mu\text{m/h}$. Après activation de la surface par un catalyseur puissant (palladium), on peut réaliser des dépôts chimiques sur supports isolants (cuivrage des matières plastiques). Dorure et palladiage sont souvent utilisés. Les dépôts d'alliages sont encore au stade du laboratoire. [4]

I.4 Protection anticorrosion des aciers par le zinc

La corrosion est la destruction des métaux sous l'effet d'un environnement agressif, ce qui correspond en fait au retour spontané d'un métal comme le fer, par exemple, à un état naturel de plus grande stabilité physico-chimique, c'est-à-dire l'état combiné (oxyde, hydroxyde...).Le zinc est un des métaux les plus utilisés comme protection anticorrosion pour la galvanisation mais aussi pour l'électrozingage, la métallisation, les peintures riches en zinc, les dépôts en phase vapeur. [5]

Cela s'explique par deux phénomènes :

1. les caractéristiques des produits de corrosion du zinc ;
2. la protection sacrificielle apportée par le zinc aux substrats ferreux

I.4.1 Propriétés physiques

Lorsque l'on plonge un élément en acier dans un bain de zinc en fusion, différents phénomènes se produisent plus ou moins conjointement :

1. Le mouillage de l'acier par le zinc lié à la composition superficielle de l'acier, sa propreté, sa rugosité d'une part et aux caractéristiques du bain (composition et température) d'autre part
2. Des réactions de diffusion conduisant à la formation d'alliages intermétalliques, dépendant du bain et des conditions opératoires (temps – température), de type Fe-Zn.

Les règles de formation de ces couches sont liées à l'aspect thermodynamique qui donne la possibilité de combinaison des deux éléments ou trois (Fe-Zn et Fe-Zn-Al), et l'aspect cinétique qui détermine les réactions chimiques aux interfaces (solide liquide, solide solide), et la diffusion dans le liquide et dans le solide. [6]

- Ø Symbole : Zn.
- Ø Masse atomique : 65,38
- Ø Masse volumique : 7,14 g /cm³.
- Ø Température de fusion : 419 C°
- Ø Température d'ébullition : 907 C°.

I.4.2 - Réactivité chimique

Le zinc est un métal qui ne présente pas une grande stabilité thermodynamique. En présence d'agents oxydants, même peu violents, il s'oxyde très rapidement, libérant des ions Zn^{++} ($Zn \rightarrow Zn^{++} + 2e^-$). Cependant, les ions Zn^{++} ainsi émis peuvent en général précipiter pour donner avec d'autres espèces chimiques présentes des produits de corrosion peu solubles et ayant donc un rôle protecteur, comme :

- Ø le carbonate de zinc, le plus compact, $ZnCO_3$;
- Ø un hydroxycarbonate, $Zn_5(CO_3)_2(OH)_6$;
- Ø l'hydroxyde de zinc, $Zn(OH)_2$.

On peut aussi avoir des oxy- ou hydrochlorures dont l'effet protecteur est plus faible. La vitesse de corrosion, une fois cette couche de produits formée, sera fonction de la vitesse de diffusion des espèces réactives telles que l'oxygène au travers de la couche et de leur solubilisation éventuelle. [4]. Les conditions atmosphériques, avec alternance de phases sèches et humides, permettent la formation des sels précédemment cités. C'est en fait la compacité de ces couches liée au pH, à la présence de carbonate, etc., qui fera la protection du

zinc, et donc la durabilité (si ces produits ne sont pas éliminés par raclage mécanique, lessivage, etc.) car elles créent un milieu confiné entre zinc et milieu extérieur favorable à la

formation de sels de plus en plus protecteurs. Par contre, la présence de SO_2 dans l'atmosphère conduit à des transformations des produits protecteurs en sulfite de zinc puis en sulfate soluble avec ensuite destruction du revêtement (suppression de la barrière passivante).

I.4.3 Protection électrochimique

La corrosion est la résultante de réactions électrochimiques dues à la formation de piles locales. Il faut trois éléments pour les former :

- Un électrolyte (eau, sol,.....) ;
- Deux électrodes à des potentiels différents ;
- Une connexion électrique.

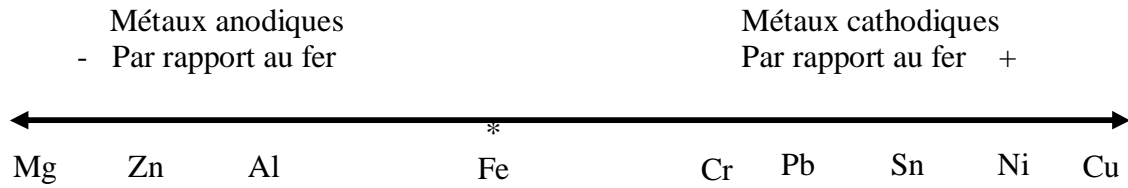
L'électrode ayant le potentiel le plus électronégatif est appelé anode. On y trouve les phénomènes d'oxydation (perte d'électrons) donc de corrosion. L'électrode ayant le potentiel le moins électronégatif est la cathode. On y observe les phénomènes de réduction (gain d'électrons) donc de protection. Chaque métal possède un potentiel électrique propre. Dans un milieu conducteur du courant (eau douce, eau de mer, atmosphère humide), deux métaux de nature différente vont former une pile avec un pouvoir sacrificiel de l'un envers l'autre. Le métal anodique se sacrifie au bénéfice du métal cathodique. La classification ci-dessous, des différents métaux par rapport au fer explique le choix du zinc. [7]

Si le revêtement de zinc se dégrade et le matériau de base (l'acier) on aura toujours une protection jusqu'à dissolution complète du zinc, l'acier est protégé cathodiquement. Dans le cas par contre un revêtement de cuivre, étain et peinture si le revêtement est abîmé l'acier ne sera plus protégé, (figure I.1).

En conclusion un revêtement par galvanisation assure, grâce au recouvrement de l'acier par le zinc, une double protection :

Physico-chimique : effet barrière isolant l'acier de l'atmosphère, cette barrière perdurant à cause de la formation de sels de zinc protecteurs.

2. Electrochimique : due à l'effet de protection cathodique apporté par le zinc vis-à-vis du fer qui se fait sentir à l'aplomb des blessures de revêtement. [7]

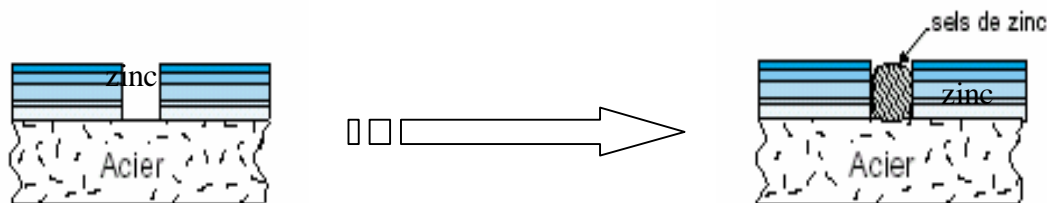


I.5 Procèdes divers de galvanisation

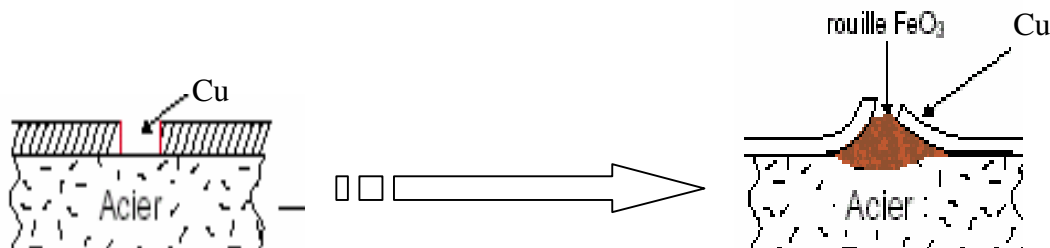
Les procédés utilisés sont, le procédé de galvanisation humide s'applique en général à des différents matériaux (articles ménagers, corps creux, tubes, fils, etc. ...). Et le procédé à sec, qui est un perfectionnement du procédé humide, peut être utilisable aux mêmes applications ; Mais il est rarement utilisé à cause de l'appareillage plus complexe qu'il nécessite. [13]

I.5.1 Procédé au plomb

Ce procédé est anciennement utilisé, son principe est ; la cuve de galvanisation remplie de plomb, le zinc ne constituant qu'une faible partie du volume du métal liquide. Dans ce procédé qui est humide les pièces traversent le flux puis le zinc fondu et se galvanisent après échange thermique en retraversant le zinc fondu pendant l'extraction.



L'acier de base demeure protégé même si le revêtement est endommagé



L'acier de base commence à se corroder une fois le revêtement endommagé

Fig.I.1 Comparaison entre la protection active
(Zn) et passive (Cu, Sn) [13]

I.5.2 Procédé de galvanisation en continu.(procédé sendzimir)

Le procédé *sendzimir* applicable à la tôle jusqu'à 4 mm d'épaisseur, et d'une largeur allant jusqu'à 1,50 m, utilisé également dans la galvanisation des fils, est le procédé de galvanisation en continu le plus connu en France où plusieurs installations fonctionnent. Il est caractérisé par un mode particulier de dégraissage, qui se fait par oxydation, par une réduction des oxydes de fer en atmosphère réductrice, et en outre, par le système de chauffe où l'apport de calories qui est fait par des bandes d'acier à galvaniser, celui-ci ayant d'autre part sa couche de zinc régularisée par des rouleaux à l'extraction.

I.5.3 Procédé Cook Nortman

Le rendement ici est supérieur au procédé *sendzimir* ; il n'y a pas de recuit de l'acier, et celui-ci n'est pas à la base de l'apport de calories qui sont apportées par induction

I.6 Les différentes phases d'une couche de galvanisation

A l'immersion du fer dans la zinc fondu, il se produit une réaction entre ces deux métaux, réaction amenant la diffusion du fer dans le zinc ; Il y a formation de couches d'alliages, les couches se trouvant près du fer sont plus riches en ce métal que les couches

Avoisinant le zinc. Les différentes phases se succédant du fer à la couche superficielle de zinc sont les suivantes [13] :

1. La phase γ (gamma), ou couche d'adhérence,

En formant un composé de $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$ de structure cubique, son épaisseur est de l'ordre de 1 à $2\mu\text{m}$.

2. La phase δ (delta), ou couche en palissade,

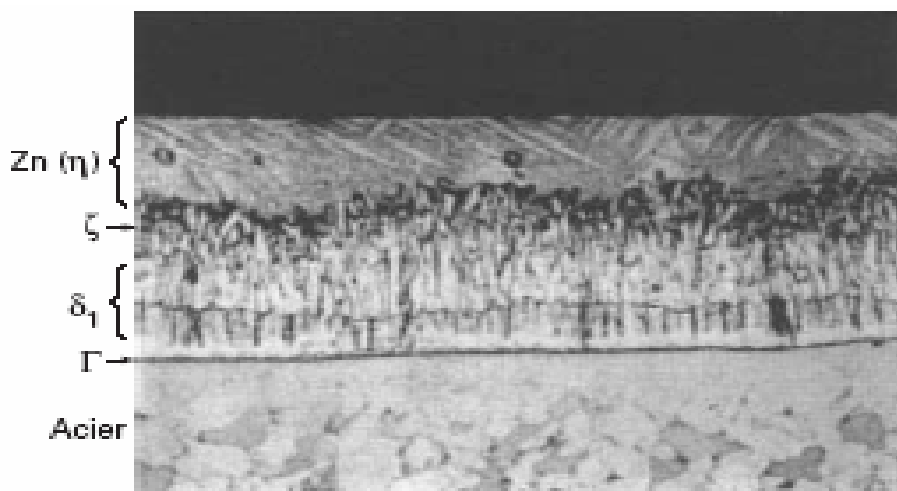
Présentant un alliage de formule FeZn_7 , il se cristallise dans le système hexagonal, son épaisseur est d'environ 30 à $40\mu\text{m}$ – elle est particulièrement fragile.

3. La phase ζ (dzêta),

Elle présente d'un composé FeZn_{13} , sa cristallisation structurale est rhombique, Son épaisseur varie de 7 à $20\mu\text{m}$, elle est également cassante.

4. La phase η (êta), ou zinc pur

Contenant la teneur en fer du bain de galvanisation, c'est-à-dire 0,020%, elle cristallise dans le système hexagonal, son épaisseur est 8 à $12\mu\text{m}$.



Grossissement 620

Fig.I.2 Représentation les différentes couches obtenues après la galvanisation [13]

La phase γ , comme nous l'avons vu, de très faible épaisseur (1 à 2 microns). Elle est difficilement visible et sa diffusion parfois très rapide fait qu'elle est transformée en phase δ . [12]. La phase ζ serait la plus épaisse mais ses cristaux se détachant et se mêlant à la phase η , cette phase paraît plus mince que la phase δ . Ce sont les cristaux de la phase ζ qui se déposent dans le fond de la cuve pour constituer les mattes. Un certain nombre de facteurs, que nous étudierons plus loin influent sur l'épaisseur du revêtement. D'après *K.LEWUS*, l'épaisseur de

la couche d'alliage est déterminée par la durée et l'intensité de la réaction entre l'acier et le zinc. On peut, par la durée et l'intensité, déterminer l'épaisseur obtenue.

L'épaisseur moyenne totale des couches d'alliages dans la galvanisation courante se situe entre 10 et 60 microns.

La durée de la réaction, d'après *K.LEWUS*^[1], sur la formation de la couche d'alliage a beaucoup moins d'influence que l'intensité ; l'épaisseur de la couche formée serait proportionnelle à la racine carrée du temps de réaction ; Comme se présente dans la formule :

$$e = P\sqrt{t}$$

$$e(mm) = 24.6 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)\sqrt{t}$$

Où

- P dépend de coefficient de diffusion et des gradients de concentration ;
- Q énergie d'activation ;
- t temps d'immersion ;
- e l'épaisseur de la couche.

C'est-à-dire que, une immersion de durée quadruple, la couche sera double. Cette règle serait valable pour les températures de galvanisation allant de 430 à 470 C° avec des aciers normaux. De plus, s'il faut un certain temps d'immersion avant que la réaction zinc-fer s'amorce, celle-ci continue après retrait, et dans les pièces de fortes épaisseurs à coefficient thermique élevé la diffusion peut continuer jusqu'à l'apparition de la phase ζ , ce qui traduit par un ternissement (*dégradation*) du dépôt pouvant aller jusqu'au gris mat. Cette diffusion continue jusqu'à ce que la température des pièces galvanisées descende aux environs de 300C°. La nécessité d'arrêter la formation de la couche d'alliage peut amener à refroidir les pièces dès leur sortie de la galvanisation par l'immersion dans l'eau froide additionnée d'huile soluble. Ce traitement n'est pas toujours possible car il peut amener à la déformation d'ensemble, surtout lorsqu'il y a un raccordement d'épaisseurs différentes.

Cette déformation, possible dans ce dernier cas même par l'action du bain de galvanisation du fait de l'inégalité de la répartition thermique dans l'ensemble, peut, être combattue par la mise en place sur la pièce galvanisée, dès la sortie du bain, de contre-poids neutralisant les tensions créées par les épaisseurs différentes des éléments constitutifs de l'ouvrage. Le tableau I-1 représente les caractéristiques de Fe-Zn

Phase	Composé	Fer (% en masse)	Système cristallin	densité
Eta	Zn	≤0.03	Hexagonal a = 0.266nm c= 0.495nm	7.14
Dzêta	FeZn ₁₃	5à6	Monoclinique a= 1.365nm b= 0.761nm c= 0.510nm β= 128°44	7.18
Delta	FeZn ₇	7à12	Hexagonal a=1.28nm c=5.76nm	7.25
Gamma	FeZn ₃ FeZn ₁₀ FeZn ₂₁	21à28	Cubique a=0.9nm	7.36
substrat	Acier	100	Cubique face centrée	7.85

Tableau I-1 représente les caractéristiques de Fe-Zn[13]

I.7 Diagrammes d'équilibre

I.7.1 Diagramme Fe-Zn

Plusieurs auteurs (Schramm, Gellings, Ghoniem...) ont proposé différentes variantes de ce diagramme avec une ou deux phases Γ toujours très fine et difficile à visualiser, ζ sous forme de bâtonnets perpendiculaires au métal support (*figure.I.2*), et la phases $\delta 1$ composée de deux couches de mêmes caractéristiques physiques mais se différenciant par leurs structures métallographiques, $\delta 1K$ compacte (bande continue fine côté Γ), et $\delta 1p$ palissade (bande plus épaisse à l'aspect microfissure au total 15 à 20 % de l'épaisseur du revêtement coté ζ). [8]

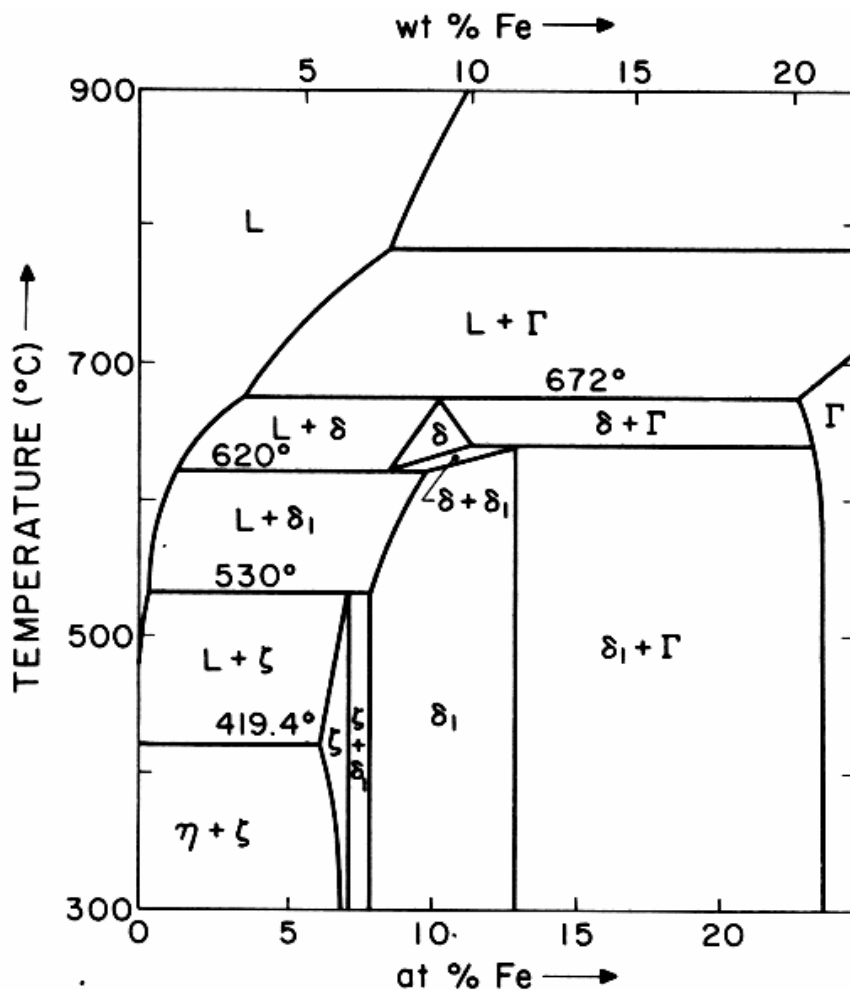


Fig.I.3 Diagramme d'équilibre Fe-Zn caractéristique de phases[8]

I.7.2 Diagramme Fe-Zn-Al

Il existe une grande affinité entre Fe et Al conduisant à la formation d'un grand nombre de composés intermétalliques, Fe_2Al_5 et $FeAl_2$ peuvent contenir du zinc en solution solide en quantité notable (10 à 15 %). La solubilité de l'aluminium dans les phases Γ et ζ est faible, contrairement à la solubilité dans δ_1 , la phase δ (Fe-Zn), n'existant qu'au-dessus de 600 °C, aurait sa température d'apparition abaissée vers 500 °C en présence d'aluminium. [8]

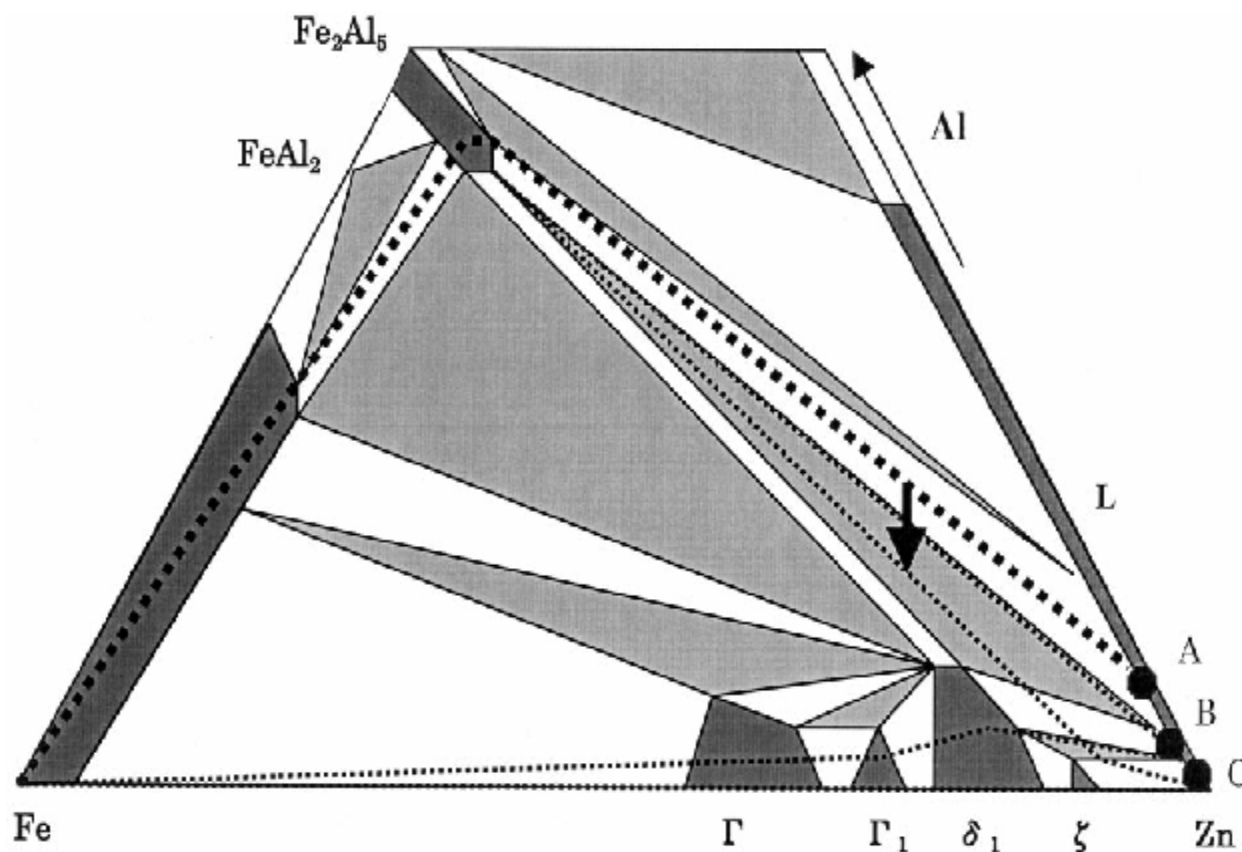


Fig.I.4 Diagramme d'équilibre Fe-Zn-Al caractéristique de phases [8]

I.8 Propriétés mécaniques

A la température de galvanisation, il y a diffusion du zinc dans l'acier et formation de composés intermétalliques fer-zinc qui confèrent au revêtement une bonne adhérence et bonne résistance à l'abrasion, ces derniers ayant une dureté supérieure à celle du zinc et de l'acier. La plupart des revêtements sont effectués dans un but précis, (décoration contre la corrosion), résistance à l'usure. Il est évident que ce but n'est atteint que si le revêtement est bien adhérent au substrat, l'adhérence sanctionne donc la qualité de la préparation des surfaces à revêtir et la qualité de l'opération de traitement de surface pour notre cas (galvanisation), l'adhérence est très élevée par ce qu'il y a le phénomène de diffusion entre les atomes du métal déposé et du métal de base (substrat). [7]

I.9 Conclusion

Les explications données dans ce chapitre concernent particulièrement le traitement de surface, les méthodes de protection les plus utilisées dans le revêtement anticorrosion, et surtout le revêtement par galvanisation et quelques propriétés physico-chimiques et mécaniques. Ces derniers reviendra très souvent dans ce mémoire et, pour certaines, seront reformulées de façon plus rigoureuse. Pour compléter ces généralités, nous présentons dans le chapitre suivant, la galvanisation à chaud principe et différentes étapes principales d'une opération de galvanisation à chaud, l'influence de différents facteurs en galvanisation.

Chapitre II

Galvanisation à chaud

II .I Introduction

La galvanisation à chaud des alliages ferreux est une opération de revêtement par immersion dans un bain de zinc ou d'alliage de zinc en fusion à une température voisine de 460°C. Elle concerne les pièces finies (par exemple : tirefonds), pour la « galvanisation à chaud au trempé », les tôles (cavaliers, plaquettes) et les fils revêtus (tiges et crochets), pour la « galvanisation à chaud en continu ». Le mot « galvanisation » est souvent employé à tort, l'effet galvanique pouvant s'appliquer aux autres applications du zinc, (shérardisation, zingage électrolytique...). L'ambiguïté sur le mot « galvanisation » a conduit à de nombreux problèmes d'interprétation, et la norme française NFA 91-010 interdit l'emploi du mot « galvanisé » lorsqu'il s'agit de pièces électrozinguées (le terme « galvanisation à chaud » est réservé exclusivement au recouvrement par « immersion dans un bain de zinc fondu »).

La galvanisation à chaud est un procédé de revêtement (traitement de surface) anticorrosion traditionnel. Ce traitement n'en est pas moins efficace ! ! En effet, un des principaux avantages du zinc est sa grande électronégativité par rapport à celle de l'acier : il sert ainsi à la protection électrochimique de l'acier contre la corrosion. Les besoins techniques de caractérisation, des propriétés mécaniques de matériaux (substrat/dépôt) se rencontrent. En fabrication pour assurer un contrôle de la qualité des produits revêtus[1]. La réalisation d'un revêtement ayant les plus grandes qualités de résistance à la corrosion atmosphérique urbaine, rurale, industrielle ou marine, doit être l'idée directrice devant présider à l'installation du revêtement de zinc. Nous examinons la galvanisation sous cet angle, et, en conséquence, d'indiquer toutes les opérations utiles ou nécessaires de traitement préalable de surface, et la meilleure façon de les réaliser. Ces différentes opérations sont, dans l'ordre, les suivantes : dégraissage, rinçage, décapage, fluxage, préchauffage, et galvanisation. (figure.II.1).

la qualité du revêtement dépendra de la réactivité du métal vis-à-vis du zinc, donc de l'acier, et des différentes étapes de préparation de sa surface. Elle dépendra également de la durée d'immersion des pièces dans le bain de zinc, de la vitesse d'émersion et des traitements ultérieurs (centrifugation, vibration, refroidissement, etc.).

II.2 Préparation de surface

Elle consiste en une série d'opérations adaptées. Tous les bacs dans lesquels vont s'effectuer les différents traitements ont les mêmes dimensions, calquées sur celles du bain de zinc.

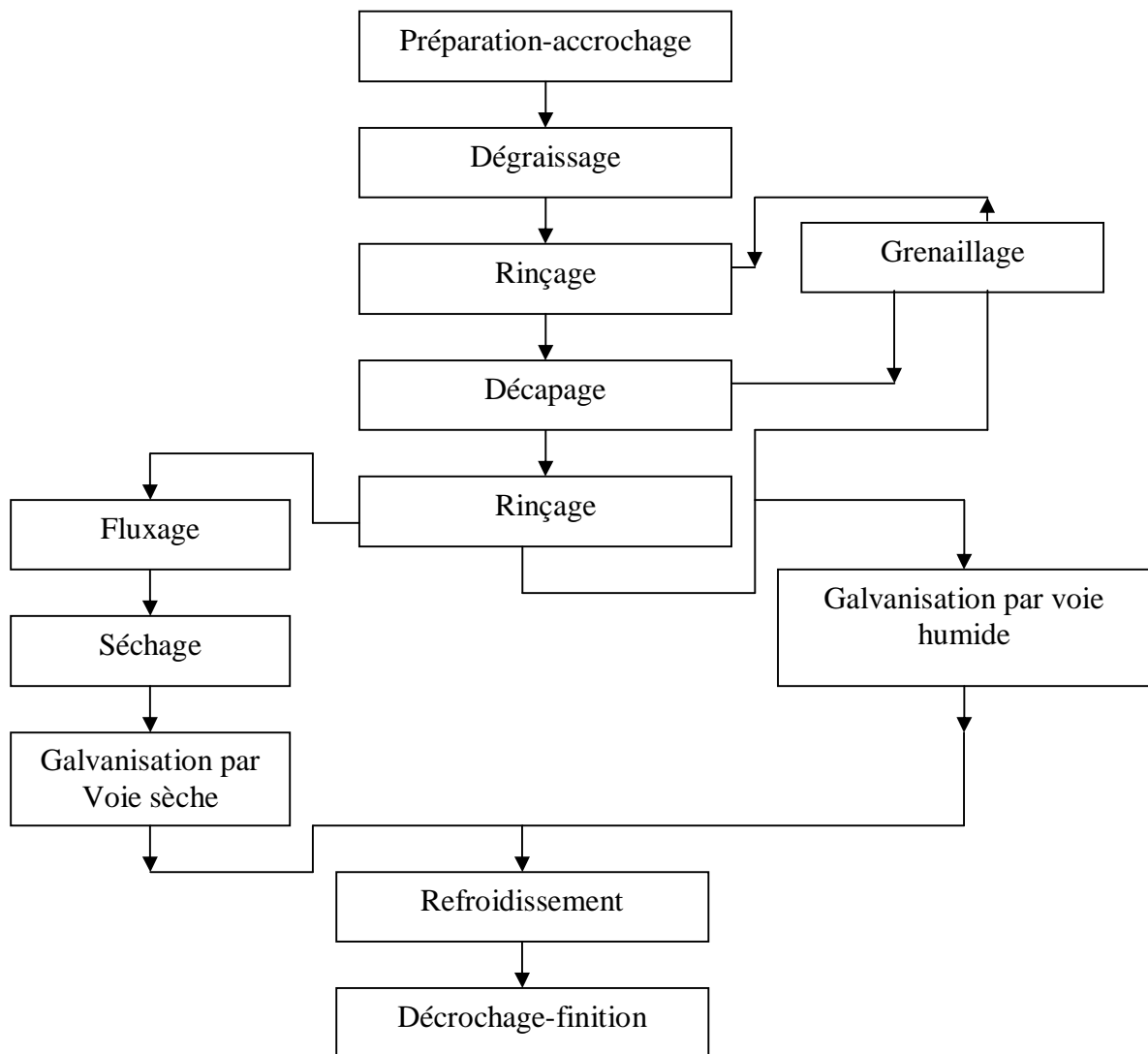


Fig.II.1 Les principales étapes de galvanisation à chaud.[1]

II.2.1 Accrochage

Les pièces sont accrochées à des portiques ou balancelles et vont y rester durant toutes les opérations conduisant à l'obtention de pièces galvanisées. Leur positionnement sur les portiques est primordial et doit assurer la libre circulation des liquides comme prévu à la conception des pièces. L'accrochage est également l'occasion d'examiner les pièces et de déceler la présence de pollutions telles que des traces de peintures, de vernis, de sable sur les pièces de fonderie, etc., qui empêcheront les traitements et, par conséquent, les réactions fer-zinc. Elles devront donc être éliminées avant de commencer les étapes de galvanisation.[16]

II.2.2 Dégraissage

Cette étape est capitale pour la suite. En effet, les traitements se faisant dans des milieux aqueux, il convient d'éliminer toute trace de corps gras susceptible d'empêcher la mouillabilité des pièces par les liquides de traitement et de polluer les bains suivants (décapage, fluxage). Plusieurs moyens existent pour dégraisser les pièces [11].

II.2.2.1 Le dégraissage alcalin

C'est la méthode la plus utilisée. Il se fait dans des bains contenant du carbonate de sodium ou de la soude caustique additionnée de détergents (polyphosphates ou silicates de sodium) et de tensioactifs à une température comprise entre 60 et 80 °C. Il doit être suivi d'un rinçage en eau de ville pour éliminer toute trace de produit ainsi que les corps gras surnageant qui auraient pu être entraînés lors de la sortie des pièces du bain de dégraissage [12].

II.2.2.2 Dégraissage acide

Dans ce cas, on utilise des savons agissant en milieu acide. Ils ont l'avantage de ne pas perturber le décapage en cas de mauvais rinçage et, de plus, d'initier le décapage. Sans être impératif, il est conseillé, après le dégraissage acide, d'opérer un rinçage efficace afin d'éliminer les traces de corps gras comme ci-dessus [12].

II.2.2.3 Dégraissage à la vapeur de solvant

Ce procédé, bien qu'ayant une action sur les peintures, n'est plus utilisé de nos jours pour des raisons de pollution de l'environnement et de sécurité [13].

II.2.3 Décapage

Ces oxydes peuvent provenir des traitements métallurgiques à chaud (calamine), des conditions de stockage de l'acier ou des pièces (rouille) ou de la mise en forme à chaud ainsi que des assemblages par soudure. Il est réalisé soit par voie sèche, par sablage ou grenailage, soit par voie humide en milieu acide chlorhydrique ou acide sulfurique en présence d'inhibiteurs de corrosion [14].

II.2.3.1 Décapage par voie sèche

Il est réalisé généralement par grenailage. Il consiste à projeter de la grenaille métallique sur les pièces en acier ou en fonte. L'action est purement mécanique et permet d'éliminer toutes traces de peinture, de sable de coulée sur les pièces de fonderie ou les restants de laitier sur les cordons de soudure. Il est utilisé pour éliminer les pollutions de surface qui ne peuvent être éliminées par voie chimique [14]. Il crée une certaine rugosité qui conduit à une prise de zinc plus élevée. Il est conseillé de le faire suivre d'un décapage acide qui pourra parfaire la préparation de surface.

II.2.3.2 Décapage par voie humide

Il se fait par immersion des pièces dans un bain d'acide (HCL : 120 à 210). à température ambiante ou légèrement tiédi. L'avantage est de donner des chlorures de fer très solubles, un bon aspect de surface satiné et de ne provoquer qu'un faible risque de fragilisation du métal. Lorsqu'il arrive en fin d'activité, il peut être utilisé pour dézinguer les pièces sortant du bain de zinc avec des défauts, et qu'il faut retraiter. Les chlorures sont facilement récupérables et recyclables [15].

Le décapage en bain d'acide chlorhydrique se faisait par la technique d'utilisation dite du « bain mort », c'est-à-dire que le bain est utilisé jusqu'à épuisement avant d'être remplacé. Aujourd'hui, la technique dite du « décapage activé » tend à se généraliser. Il s'agit d'un bain régénéré en continu par ajustement de la concentration en acide chlorhydrique et de celle en fer ou chlorure ferreux. Un tel bain permet d'avoir une vitesse de décapage optimale et pratiquement constante. On peut utiliser l'acide sulfurique, mais celui-ci nécessite une température d'environ 70 C° et une extraction rigoureuse des fumées. Le décapage sulfurique n'est pratiquement plus utilisé. Le décapage doit être suivi d'un rinçage à l'eau de ville soigné pour éliminer les sels entraînés en sortie de bain et éviter la pollution du bain de fluxage qui le

suit. Le contrôle des bains acides est très facile et permet donc une gestion aisée des bains de décapage et leur neutralisation avant élimination.

II.2.4 Fluxage

L'opération de fluxage a trois objectifs :

1. Parfaire la préparation de surface (dissolution des oxydes de fer reformés à la surface au cours de l'opération de rinçage) ;
2. Protéger la surface de toute oxydation avant immersion dans le bain de zinc ;
3. Assurer une bonne mouillabilité de la surface des pièces par le zinc fondu.

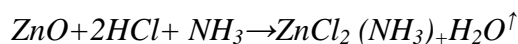
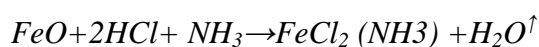
Le bain est préparé à partir de sel double $ZnCl_2, 2(NH_4Cl)$ ou de sel triple $ZnCl_2, 3(NH_4Cl)$. Le flux agit en fournissant une atmosphère décapante de gaz chlorhydrique par décomposition du chlorure d'ammonium lors de l'immersion dans le bain de zinc à une température de l'ordre de 450 C° [16].

Le chlorure de zinc peut avoir un rôle décapant, mais il agit essentiellement en tant qu'agent fondant. Il peut fixer une partie du NH_3 dégagé lors de la décomposition de NH_4Cl , il piège les résidus d'oxydes métalliques ainsi que certaines molécules organiques. Les réactions chimiques globales mises en jeu sont les suivantes :

Décomposition du flux :



Attaques des oxydes :



- Attaque des oxydes :
- Une faible température de fusion : elle est très variable et dépend de la composition en $ZnCl_2$ et en NH_4Cl (de 180 à 230C°) auxquels on ajoute industriellement des chlorures alcalins (KCl, HCl , etc.) qui peuvent diminuer notablement cette température en jouant le rôle de fondants [17]. Le flux a une action décapante et nettoyante sur la surface de l'acier et peut provoquer une érosion superficielle de celui-ci (figure II.2). Cette attaque peut être très supérieure à celle de l'acier par le zinc liquide, conduisant à des modifications de réactivité. Le flux est susceptible d'avoir une action sur la composition du bain de zinc si celui-ci

contient des éléments d'addition (diminution des teneurs en Al, Mg consommés par le flux). Le chlorure de fer, qui provient de l'attaque du fer par le flux, réagit avec le zinc pour produire du chlorure de zinc et du fer. Ce fer naissant, au contact du zinc liquide, réagit immédiatement pour former le composé $FeZn_{13}$ (7% Fe - 93% Zn) et, donc, augmente la formation de mattes.

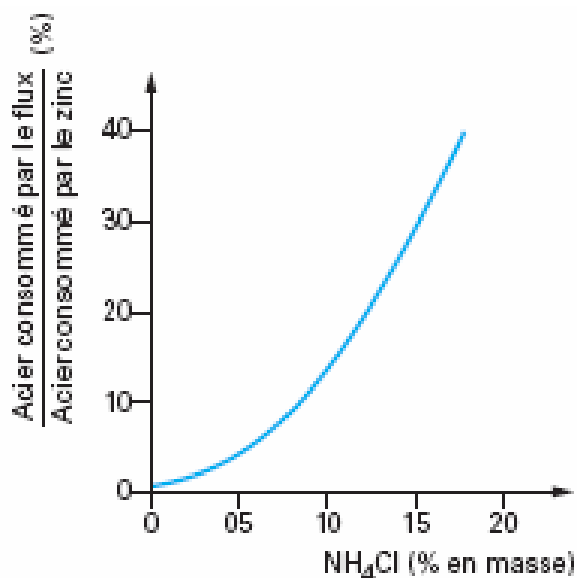


Fig. II.2 attaque de l'acier pour le flux [17].

a) Fluxage pour galvanisation par voie sèche

Les pièces sont plongées dans une solution concentrée de flux dans de l'eau (400 à 600 g/L) puis étuvées dans une zone chauffée par la proximité du bain de zinc pour former une couche de flux à la surface du métal (cet étuvage contribue à élever légèrement la température des pièces avant galvanisation) [18]. (Figure II.3-a).

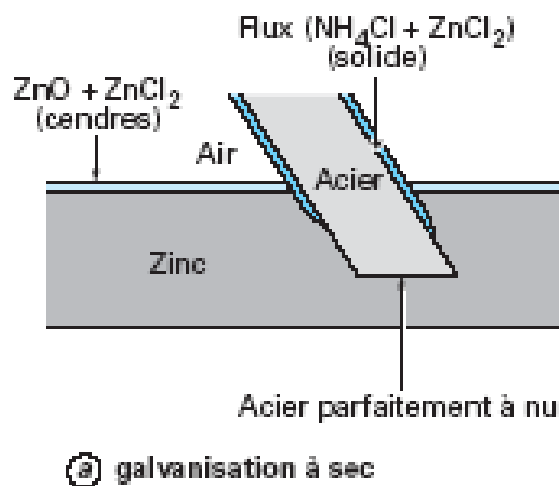


Fig. (II.3.a). Représentation schématique d'un procédé de galvanisation à la trempe [18].

La solution fluxante à une température d'environ 60 C° afin de limiter le temps de séchage des pièces pour éliminer l'eau de constitution des sels. Le séchage doit être complet pour éviter les projections de zinc liquide lors de l'introduction des pièces dans le bain de zinc (L'eau, au contact du bain à 450 C° , se vaporise immédiatement sous la surface bain et provoque des projections de zinc liquide). Le bain de fluxage doit être contrôlé périodiquement (densité, pH et teneur en fer). La purification s'effectue par addition d'eau oxygénée qui précipite les sels de fer ferrique au fond d'une cuve qu'il suffit de siphonner. Ces opérations sont réalisées dans des stations de traitement situées à proximité des halles de galvanisation.

b) Fluxage pour galvanisation par voie humide

Par voie humide, le flux fondu constitue une couche liquide d'une épaisseur d'environ 30 cm à la surface du bain de zinc. Les pièces entrent dans le bain après avoir traversé cette couche et en ressortent dans une zone dépourvue de flux [18]. (figureII.4.b).

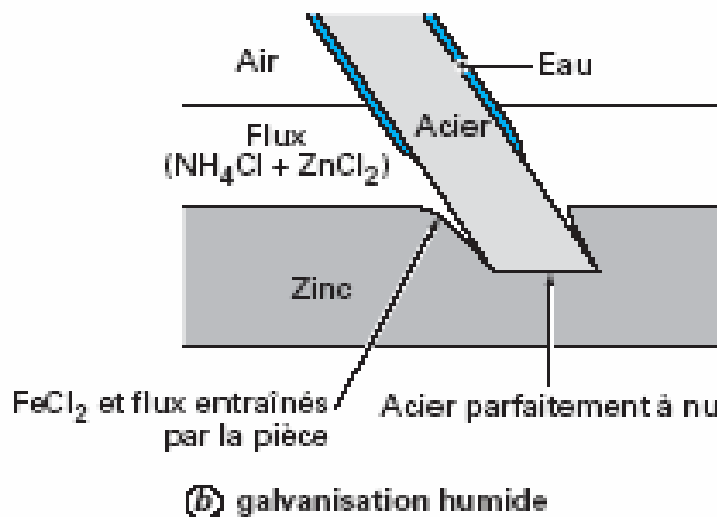


Fig. (II.4.b). Représentation schématique d'un procédé de galvanisation à la trempe [18].

Cette technique n'est utilisable que pour des bains pauvres en Al ($\text{Al} < 0,01 \%$), sinon des réactions préférentielles se produisent (consommation de l'aluminium du bain par le flux), diminuant l'efficacité du flux. La couche de flux s'appauvrit en NH_4Cl du fait des réactions flux métal à traiter. Son entretien se fait par ajouts réguliers de ce sel. La majorité des usines de galvanisation effectue le traitement à sec, la galvanisation humide est réservée pour de petites pièces ou pour la galvanisation de feuillards ou de fils.

II.3 Galvanisation

Après toutes les opérations précédemment décrites, on peut considérer que le contact entre acier et zinc liquide sera assuré de la meilleure façon possible. La galvanisation par elle-même, c'est-à-dire l'immersion dans le zinc liquide, peut être réalisée.

Les principaux paramètres d'une opération réussie sont [19] :

- La qualité de l'acier ;
- La qualité du zinc ;
- La température du bain de zinc ;
- La durée d'immersion ;
- La vitesse d'immersion et de retrait ;
- Le vibrage et la centrifugation ;
- Le refroidissement.

II.4 Les facteurs influencent la galvanisation

II.4.1 Action de l'Aciers

Tous les aciers réagissent avec le zinc pour former un revêtement composé d'alliages fer-zinc. La qualité du revêtement obtenu dépend de la composition de l'acier. Les aciers dont la composition correspond au domaine de Sandelin sont rejetés car les revêtements sont épais, fragiles et peu adhérents [21].

1. Aciers courants de construction

La norme NF A 35-503 définit trois classes d'aciers préconisés pour la galvanisation en fonction de la composition des aciers en silicium et en phosphore [21] :

La classe I : Si + 2,5 P 0,090 % et Si 0,030 % ;

La classe II : Si + 2,5 P 0,110 % et Si 0,040 %

La classe III : Si + 2,5 P 0,325 % et 0,150 % Si 0,250 % et P 0,040 %. Cette norme est susceptible d'évoluer dans les années qui viennent.

2. Aciers à haute résistance

Grâce à l'utilisation d'inhibiteurs de décapage appropriés évitant l'absorption d'hydrogène, donc la fragilisation de l'acier, des aciers à très haute limite d'élasticité (1 600 MPa) peuvent être protégés par galvanisation. C'est le cas plus spécialement des fils formant les câbles des ponts suspendus par exemple. Des précautions lors du refroidissement peuvent aussi être nécessaires.

II.4.2 Action de fluxage

Dans le procédé à sec l'action de flux peut amener des variations sur les résultats obtenus. Prenons par exemple, un flux constitué uniquement par du chlorure de zinc à 100 g/l ; si nous essayons de galvaniser de la tôle de 1 mm d'épaisseur, on constatera, pour des immersions de 10 à 20 secondes des traces de flux non éliminé subsistant sur les plaques. Pour des immersions de 30 à 50 secondes le flux est éliminé, mais des manques de prise subsistent sur la tôle. Si nous effectuons les mêmes essais en substituant à la composition précédente un flux constitué par une solution d'un mélange de 87 g/l de chlorure de zinc, additionné de 13 g/l de Chlorure d'ammonium, on s'aperçoit que, pour 10s d'immersion on a ces légers manques, mais que la galvanisation est sans défaut pour des immersions de 30 et 20 s. Dans ces essais

nous avons considéré le cas de zinc sans addition d'aluminium, dans le cas d'addition de 0.1 % de ce métal, nous avons avec les mêmes essais les résultats suivants [22] :

Fluxage au chlorure de zinc :

- § Immersion de 10 et 20 s : traces de flux sur les plaques ;
- § Immersion de 30 et 40 s : quelques manques ;
- § Immersion de 50 s : pas de manques.

Fluxage avec 87% de chlorure de zinc et 13% de chlorure d'ammonium :

Immersion de 10 s : galvanisation sans manques. Si nous considérons le cas des flux à 40 % de chlorure de zinc et 60% de chlorure d'ammonium, On constate qu'en bain aluminé ou non, une immersion de 10s permet d'obtenir une galvanisation sans manque. Si l'on considère que dans la galvanisation humide où le couvert est nettement plus riche en chlorure d'ammonium que les flux appliqué en galvanisation à sec et en bains aluminés, on voit la raison pour laquelle la teneur en aluminium dans de tels bains se trouve limitée à 0.03% alors qu'en galvanisation à sec elle atteint 0.1% et même légèrement plus si nécessaire.

II.4.3 Influence de la température

La température du bain de zinc sera définie en tenant en compte les différents paramètres de la galvanisation. Le zinc fondu doit avoir une fluidité suffisante pour mouiller correctement les pièces immergées et s'écouler facilement lors de leur sortie du bain pour éviter des épaisseurs de revêtement trop importantes. La fluidité dépend des éléments ajoutés au zinc. Les réactions mises en jeu au cours de la galvanisation sont thermiquement activées (réactions Fe-Zn, décomposition du flux, formation de cendres, etc.). Dans le domaine compris entre 490 et 530 C°, les réactions Fe-Zn sont très intenses avec formation de mattes importante et donnent un revêtement épais et fragile. Si on augmente encore la température, on diminue la durée de vie des creusets en fer. Le meilleur compromis actuel se situe entre 445 et 460 C° pour un bain de zinc classique, ou Technigalva®, et entre 430 et 440 oC pour le Galveco® [20].

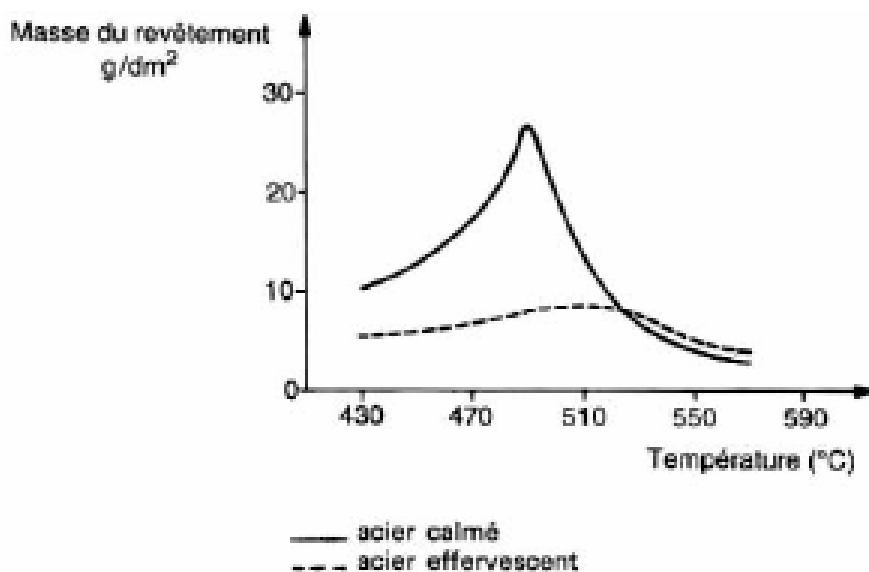


Fig. II.5 Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc [20].

II.4.4 Chauffage des cuves à zinc

Les cuves à zinc fondu sont réalisées soit en fer doux, soit en céramique. La céramique autorise des températures de fonctionnement plus élevées et ne contribue pas à la formation de mattes. La température du bain de zinc doit être la plus homogène possible ; et il est donc nécessaire de bien répartir la chauffe pour éviter les points chauds, les déformations localisées et les percements de cuve. Parmi les procédés de chauffe les plus utilisés on peut citer :

- l'induction ;
- les panneaux de résistances radiants (chauffage électrique) ;
- les brûleurs radiants (fioul, gaz naturel)
- la convection forcée (air chauffé par des brûleurs)
- les voûtes radiant.

II.4.5 Influence de la durée d'immersion

Avant d'immerger les pièces, la surface du bain de zinc doit être nettoyée des oxydes et des cendres surnageant pour éviter leur entraînement sur les pièces à galvaniser. L'immersion des pièces dans le bain de zinc déclenche les réactions de galvanisation. La vitesse, avec laquelle celle-ci a lieu, a donc une influence sur la qualité du revêtement final. Au cours de l'immersion, les pièces commencent à monter en température, le flux fond et

commence à se décomposer et les réactions Fe-Zn s'initient. Si la vitesse est trop lente, le flux fondu va s'écouler à la surface du bain de zinc, laissant les pièces à nu. Celles-ci, non protégées, vont se réoxyder avec risque de défaut de mouillage. Si la vitesse est trop rapide, du flux non fondu risque d'être entraîné. Les cendres résultant de la décomposition du flux vont rester collées aux pièces et générer des défauts dans le revêtement. En pratique, une vitesse de l'ordre de 2 à 3 m/min est un bon compromis pour éviter les défauts décrits ci-dessus et assurer un bon remplissage des corps creux, cela dépendant de la taille des pièces. Lors de l'immersion, les pièces seront agitées pour permettre au bain de zinc de bien entrer en contact avec toutes les parties à galvaniser et favoriser le décrochage des cendres éventuellement entraînées lors de l'immersion. La durée d'immersion varie, en général, entre 4 et 15 min. Elle va dépendre de trois points principaux [22] :

1. La masse et l'épaisseur des pièces : Leur mise en température se fait par transfert d'énergie à partir du bain de zinc liquide ;
2. La position des pièces sur les balancelles : Les systèmes de manutention font que les dernières pièces entrées dans le bain sont les premières sorties. Les pièces situées en haut resteront moins longtemps dans le bain de zinc que celles situées dans le bas ;
3. La taille des pièces. Celle-ci a une grande importance, surtout dans le cas de la galvanisation de pièces de charpentes. La grande taille des pièces combinée à une faible vitesse de sortie pour assurer l'écoulement du zinc peut conduire à des écarts de durée d'immersion de l'ordre d'une dizaine de minutes entre les extrémités.

II.4.6 Influence de la vitesse d'immersion des pièces

La vitesse d'émersion a une influence sur l'épaisseur finale du revêtement obtenu. Elle conditionne essentiellement l'épaisseur de la couche de zinc pur (η) liée à l'écoulement du zinc et à la vitesse de solidification (figure II.6) [24].

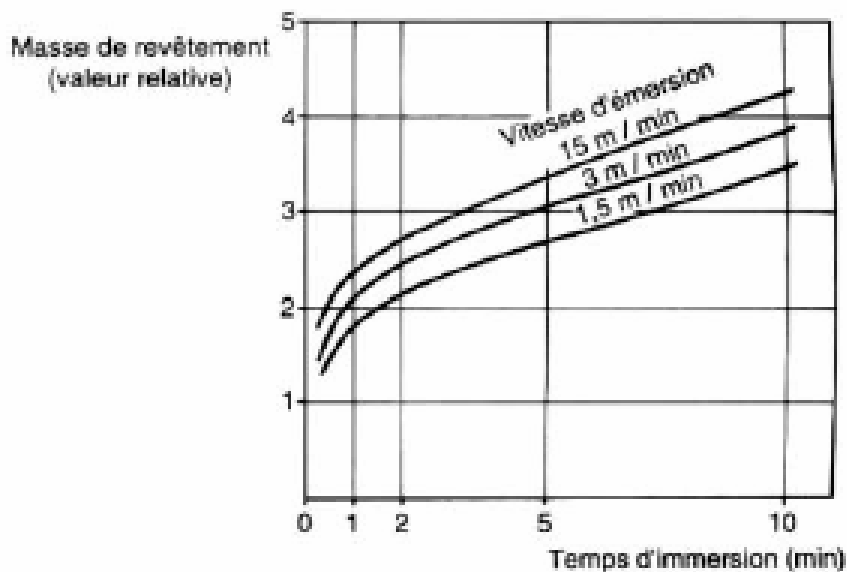


Fig.II.6 Influence de vitesse d'immersion sur la masse de revêtement déposée [24].

En pratique, les vitesses sont de l'ordre de 0,5 à 2 m/min, compromis entre productivité, durée d'immersion et qualité de surface (couleurs, gouttes) en ajustant l'inclinaison des pièces sur le montage en fonction de leur géométrie. Pour de petites pièces comme la boulonnerie, on pratique l'opération de centrifugation qui permet d'éliminer le zinc en excès des parties filetées. Pour cela, le zinc ne doit pas être solidifié et donc le temps entre émergence et centrifugation doit être le plus court possible : la vitesse de rotation des paniers perforés où sont les pièces peut atteindre 700 tr/min. L'émergence peut être assortie d'un vibrage qui contribue :

- A un détachement des sels brûlés ou des oxydes qui retombent dans le bain de zinc
- A un meilleur égouttage à l'émergence, régularisant le dépôt ;
- A éviter des collages de pièces entre elles. Ce vibrage peut être réalisé par un moyen mécanique, électrique ou pneumatique.

II.4.7 Action du refroidissement

Le refroidissement en galvanisation à chaud a des effets visibles sur l'aspect de la galvanisation, et invisibles sur la teneur en fer du zinc déposé.

Effet sur la teneur en fer

Lorsqu'une pièce sort du bain de galvanisation, et jusqu'à son refroidissement aux environs de 300C°, le fer continue à diffuser pour former les alliages δ et ζ . Lorsqu'une pièce a un volant thermique élevé, et donc un refroidissement lent, la couche d'alliage, si la température de galvanisation a été assez élevée et la durée d'immersion suffisante, peut arriver à la surface du revêtement et constitue ce qu'on appelle des taches de chaleur ; ce sont des taches grises apparaissant souvent d'une façon irrégulière sur la surface du zinc. Ici, l'effet d'un refroidissement lent est visible, Dans cet effet nous rejoignons, en ce qui concerne l'aspect, l'effet d'une température élevée (470 C° environ) pendant la galvanisation. Cette diffusion doit, dans plusieurs cas, être arrêtée, ce qui est possible par immersion dans l'eau froide, ou mieux, dans l'eau froide additionnée d'un peu d'huile soluble. Les couches d'alliages trop épaisses ayant pour conséquences la fragilité du revêtement au choc (dans le cas de structures comme la pylônerie) et l'inaptitude à l'emboutissage (dans le cas de la totale). On voit l'intérêt d'un refroidissement rapide empêchant la diffusion du fer [24].

Effet sur l'aspect

Lorsqu'une surface galvanisée refroidit lentement, son aspect varie, outre les grisés, conséquence de la diffusion du fer avec la teneur en impuretés du zinc de galvanisation. Les fleurs de grandes dimensions sont des cristaux d'eutectique ; ces fleurs sont dues à la présence d'étain dans le zinc. A la solidification les cristaux de zinc se séparent, le liquide restant s'enrichit en étain, et lorsque la température est tombée suffisamment, le zinc restant se sépare avec l'étain sous forme d'eutectique étain-zinc. La dimension de ces fleurs dépend du temps de cristallisation, plus le refroidissement est lent, plus les fleurs seront grandes, la vitesse de cristallisation de zinc étant de 100 mm/min. La présence de plomb favorise la croissance des fleurs, il y a aussi les fleurs de cadmium, de petite dimension [24].

II.4.8 Influence la composition du bain

Les éléments présents dans le bain de zinc ont une grande influence sur l'aspect de surface des produits galvanisés obtenus [20]. Parmi ces éléments :

F Le plomb

Le plomb est une addition qui modifie l'aspect extérieur du revêtement. Il est ajouté intentionnellement au bain de zinc. Il permet à la couche de se solidifier sous forme de grands

cristaux à fleurs. Ces dernières sont des cristaux d'eutectiques se formant lors du refroidissement à 318 C°. L'étain favorise également le fleurage, augmente la fluidité du bain et améliore le brillant du revêtement. Si sa teneur dépasse 1%, il neutralise l'effet de l'aluminium. Il influe sur la cristallisation de la phase externe. il forme un eutectique avec le zinc qui provoque durant la solidification (par développement de larges fleurs)[19].

F L'aluminium

Les rôle de l'aluminium sont multiple, entre autre on cite :

- 1- au niveau du creuset : les mattes Fe-Zn qui s'accumulent au fond se transforment en mattes flottantes avec incorporation d'aluminium.
- 2- sur la structure du revêtement : la formation des alliages interfaciaux Fe-Zn est inhibée, on a seulement une très fine couche d'alliage Fe-Al ; les alliages Fe-Zn étant très fragiles, on améliore ainsi la ductilité et l'adhérence du revêtement sur l'acier ; si la réactivité est forte, des alliages Fe-Zn peuvent se former localement ;
- 3- il agit aussi comme un désoxydant énergique en réduisant, lors de la pénétration de la bande dans le bain, les oxydes superficiels formés lors du recuit [18]. De façon générale, l'aluminium a une action très significative sur la ductilité du revêtement, l'adhérence, le fleurage, la brillance, la rugosité, la susceptibilité à la rouille blanche.

F Le fer

Il est apporté par la bande. Sa quantité dépend de la réaction fer-zinc, donc de l'état de la bande lors de son entrée dans le bain.

II.6 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté la méthode de revêtement par galvanisation à chaud au début on a cité les opérations principales de la galvanisation (polissage, décapage, fluxage et rinçage), et ensuite on a débordé les facteurs influencant sur la couche de revêtement. Le problème qui se pose c'est l'influence de l'état de surface de substrat et la température de recuit sur la composée intermétallique de galvanisation pour améliorer la couche de dépôts, donc l'objectif de la partie expérimentale c'est l'étude de l'influence de ces deux paramètres.

Chapitre III

Procédure expérimentale

III. 1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les principales techniques en vue d'obtenir une couche de galvanisation sur des substrats en acier et par la suite nous allons caractériser les revêtements.

Les différents procédés expérimentaux utilisés sont :

1. Technique de préparation des échantillons ;
2. Pré traitement des échantillons ;
3. Technique de déposition d'une couche de galvanisation ;
4. Contrôle de l'épaisseur de la couche déposée ;
5. Techniques de caractérisation des produits obtenus.

III. 2 Préparation des échantillons

Les aciers à revêtir nous ont été fournis par l'entreprise ou l'unité d'annabib de *Bordj Bou Arreridj*, cet acier peut être utilisé après avoir été revêtu pour les accessoires d'arrosage en pivot. La composition chimique indiquée dans le tableau ci dessous.

Nuance	C% Max	Mn% Max	P% Max	S% Max	Si% Max	Al% Max
3C	0.08	0.40	0.025	0.025	0.02	0.02

Tableau III .1 Représente les compositions chimiques du matériau

Les échantillons ont été prélevés d'une tôle de (45mm, 30mm, 4.5mm). Plusieurs échantillons ont été obtenus par découpage. Les substrats d'acier à revêtir sont dressés puis rectifiés pour éliminer les bavures.

Le travail est ciblé en premier lieu sur l'effet de la rugosité de surface de substrat, les échantillons ont subi un polissage mécanique à l'aide de papier abrasif de 180, 320, 500, et 1000g/cm. Le tableau suivant représente les valeurs de la rugosité qu'il sont mesuré à l'aide d'un rugosomètre.

Rugosité (papier abrasif 180)	Rugosité (papier abrasif 320)	Rugosité (papier abrasif 500)	Rugosité (papier abrasif 1000)
Ra = 1.89	Ra = 1.63	Ra = 0.98	Ra = 0.08

Tableau III .2 Représentation des valeurs de la rugosité

La figure suivante représente le profil de la rugosité obtenue à l'aide d'un rugosomètre.

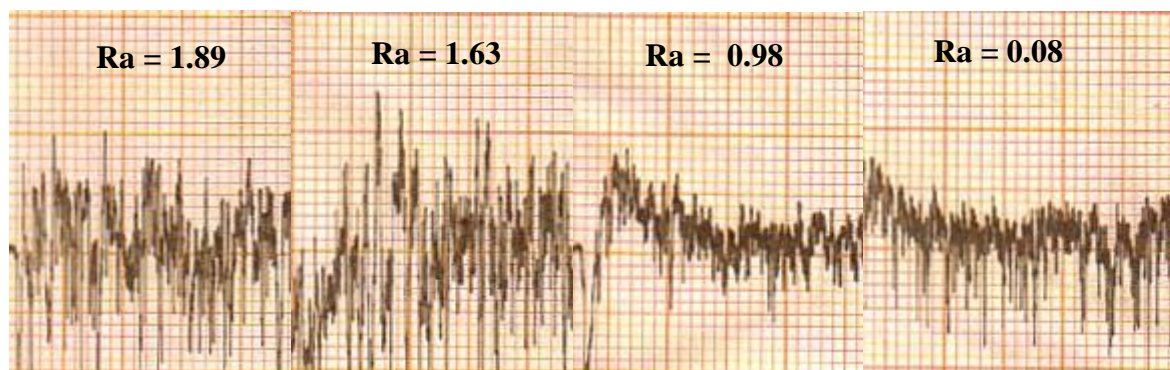


Fig.III. 1 Représentation les profils de la rugosité

III. 3 Prétraitement

Le but principal est de nettoyer la surface de l'acier de ses salissures exogènes (poussières, huiles, fines d'abrasion) et endogènes (oxydes) [21]. Ces opérations donnent la qualité de l'interface (régularité, répartition des alliages) et, par conséquent, concourent à l'adhérence finale du revêtement. Pour éviter tout défaut ultérieur de protection, toute

opération de traitement de surface doit être précédée d'une préparation de surface, qui doit permettre la mise à nu du matériau de base. En effet, l'interposition de matériaux étranges,

plus ou moins localisés, provoque des défauts dans le revêtement, concernant notamment son adhérence au support, sa compacité et sa continuité. Les surfaces solides peuvent ainsi être souillées par des huiles ou des graisses adsorbées, des films d'oxydes ou des produits de corrosion divers. La surface d'une pièce sur laquelle toute trace de graisse n'aura pas été éliminée ne permettra pas un accrochage et une adhérence convenables d'un dépôt. Nous examinons la galvanisation sous cet angle, et, en conséquence, d'indiquer toutes les opérations utiles ou nécessaires de traitement préalable de surface, et la meilleure façon de les réaliser. Ces différentes opérations sont, dans l'ordre, les suivantes :

1. Dégraissage ;
2. Rinçage ;
3. Décapage ;
4. Rinçage ;
5. Fluxage ;
6. Préchauffage ;
7. galvanisation [21].

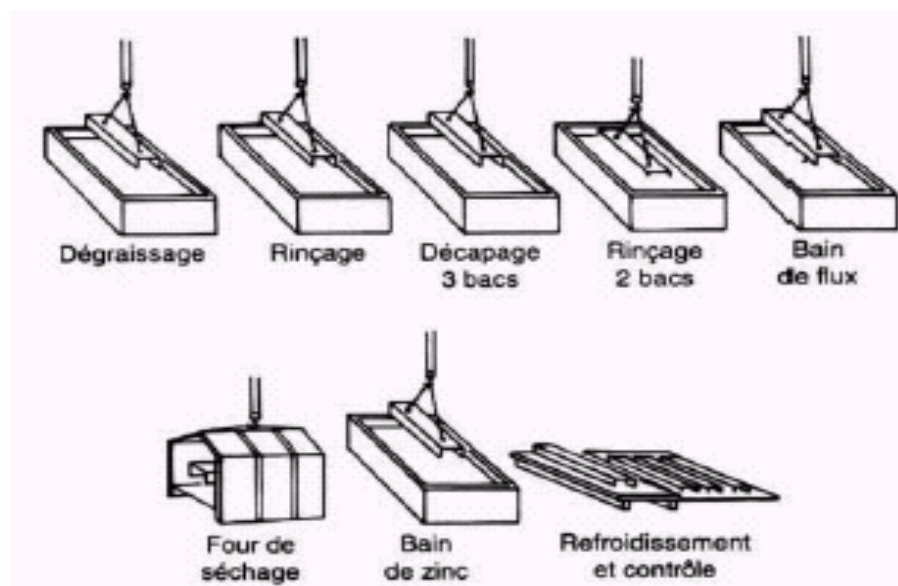


Fig.III .2 Déroulement de prétraitement [21].

III. 4 Technique de post traitement

Cette technique s'arrache sur le traitement des échantillons (dépôt/substrat) par recuit, ces échantillons sont portés à une température de 250°C dans un four (*heraeus*) pendant un intervalle de temps (60-120min) pour un pas de 30 minutes.

III.5 Caractérisation des produits obtenus

Les méthodes et les moyens de caractérisation, sont présentées dans ce qui suit :

III.5.1 Mesure de l'épaisseur de la couche déposée

On a mesuré l'épaisseur de la couche de chaque pièce avec un appareil (*NEO-DELMITUTOYO*).

III.5.2 analyse métallographique

La technique opératoire de l'analyse métallographique consiste en trois opérations successives :

Au début un polissage mécanique pour donner à une surface initiale quelconque. Le polissage Mécanique est réalisé souvent en deux étapes : tout d'abord avec un abrasif grossier (p. ex. carbure de silicium), puis un abrasif fin (p. ex. alumine ou pâte diamantée). Après l'étape de polissage, il est souvent nécessaire, surtout en métallographie, de réaliser une légère attaque chimique qui permet de révéler, par exemple, les différentes phases de la structure, les joints de grains et les précipités. Cette révélation de la surface peut aussi être réalisée par voie électrolytique. L'échantillon est alors placé en anode ou en cathode. Un potentiostat permet de contrôler le potentiel de l'échantillon par rapport à la solution électrolytique. Le polissage, dit débouche, s'effectue sous l'eau pour deux raisons :

I. L'eau entraîne les grains d'abrasifs sur les parties métalliques arrachées au métal, et évite aussi le rayer.

II. L'eau évite aussi l'échauffement superficiel qui pourrait modifier la structure de l'échantillon.

On ne doit passer à un disque à grains plus fins qu'après avoir levé l'échantillon sous l'eau de façon d'éviter d'entraîner les grains d'abrasifs sur l'autre papier et croiser le sens du polissage qu'entre chaque papier. Et enfin; après sciage ou tronçonnage des pièces revêtue en vue d'avoir les échantillons à analyse, durant cette opération les zones choisies des échantillons sont polies à l'aide de papiers abrasifs, les papiers utilisées sont classés par gravure de grains : 120, 320, 500, 1000. Les nombres correspondant au nombre de grains par unité de

surface(cm^2). Après avoir polis les échantillons à l'aide d'une patte de diamant de 6, 3 et 1, et 0.25 ces numéros correspondent à la taille de particule de diamant. Les faces polies doivent être nettoyées soigneusement à l'aide de l'alcool puis séchée pour faciliter l'attaque. Le réactif d'attaque utilisé est nital qui est composé de 5% acide nitrique et 95% alcool éthylique.

A la fin de l'attaque, c'est à dire dès l'apparition de la couche trempée, la pièce est abondamment lavée, puis parfaitement séchée pour être photographiée à l'aide d'un microscope métallographique optique de type (*olympusTH4-200*), l'agrandissement utilisé est de l'ordre de (500).

III.5. 3 Micro durezza

La microdurezza est la méthode la plus répandue pour évaluer les propriétés utilisées que des revêtements minces. La micro-durezza vickers peut être appliquée sur les dépôts minces de quelque micromètre d'épaisseur. Pour notre cas, la couche de galvanisation à une épaisseur de dizaines de micromètres, il est par conséquent nécessaire d'appliquer une faible charge de pénétration. Les indentations sous des faibles charges ont été effectuées grâce à un micromètre qui est équipé microscope optique.

Cet essai consiste à mesurer l'empreinte faite dans une partie du dépôt. Ceci est utile pour estimer la résistance à l'usure et étudier la structure du dépôt. Les mesures de la micro durezza des dépôts ont été effectuées sur des surfaces ou des coupes polies. Elles ont été réalisées avec un indenteur de type Vickers. Des charges de 10 (gf) ont été appliquées pendant 25 secondes pour tous les échantillons. L'appareil utilisé est un duromètre **Olympus TH4-200**.

III.5. 4 Diffraction des rayons X

La technique d'analyse par diffraction de rayons X repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée. La diffraction résultante aboutit à l'obtention d'un diffractogramme et permet la détermination des distances réticulaires des plans de diffraction. La loi de Bragg définit la relation entre la longueur d'onde du faisceau incident (λ), le paramètre réticulaire repéré par les indices de Miller (d_{hkl}) et l'angle de diffraction (θ), l'entier naturel n représentant l'ordre de diffraction. $n\lambda = 2 d_{hkl} \sin(\theta)$.

L'appareillage utilisé est un diffractomètre PHILIPS XPert MPD. Il est couplé à un ordinateur réalisant l'automatisation des balayages angulaires et des enregistrements. La source de rayon X est constituée d'un tube scellé à anticathode de cuivre ($\lambda = 1.5428\text{\AA}$) couplé à un monochromateur arrière en graphite afin de filtrer le raie $K\beta$ du cuivre et éventuellement la fluorescence de l'échantillon. Le montage utilisé permet d'obtenir des spectres par réflexion. Les fentes avant et arrière ont été fixées à 2 mm. Le balayage est de 35-

100° (2θ). Le pas de balayage est de $0,05^\circ$, pour un temps d'acquisition moyen de 1 heure, 10 minutes pour l'identification des composés. L'identification des composés cristallins s'appuie sur la comparaison des valeurs expérimentales des distances réticulaires avec les données de la littérature. Un logiciel de type (X.pert data collector) ; permet d'étudier le spectre de diffraction des RX et d'identifier les phases cristallines de l'échantillon à analyser. Les raies de diffraction sont comparées aux spectres des différentes phases compilées dans les fiches ASTM.

Chapitre IV

Résultats et discussion

IV.1 Introduction

Ce chapitre consacre à l'analyse de l'influence de la rugosité de substrat d'acier sur les composées intermétalliques des couches de revêtement.

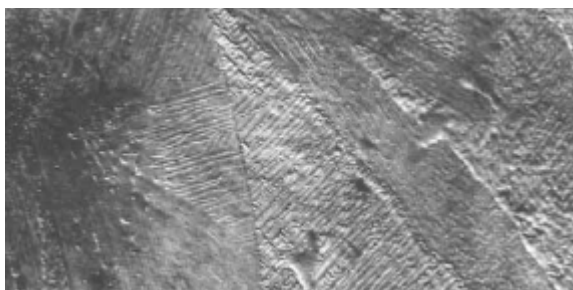
IV.2 Aspects de la surface galvanisée :

IV.2.1 Le fleurage normal :

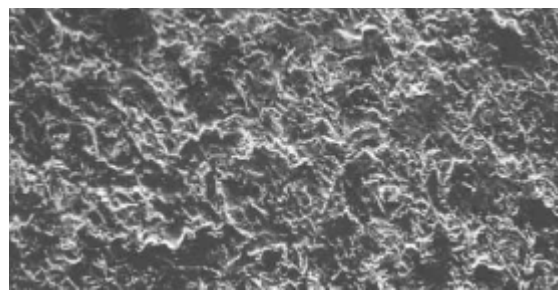
C'est le résultat de la cristallisation naturelle du zinc dans un bain de galvanisation contenant du plomb, responsable de l'apparition de ces fleurs. Cet aspect est considéré comme un critère commercial de qualité pour certains produits.

IV.2.2 Le fleurage minimisé :

Le fleurage normal n'est pas admissible pour des utilisations comme l'automobile ou l'électroménager car il réapparaît sous la peinture (figure.IV.1). On crée alors une minimisation de la taille de ces cristaux de façon à les rendre invisibles à l'œil nu ($\approx 100 \mu\text{m}$), en formant un très grand nombre de germes sur la surface de la tôle recouverte de zinc encore liquide (juste après l'essorage). Ce traitement se fait grâce à la projection d'une poudre de zinc ultrafine sur la tôle recouverte de zinc liquide qui multiplie les germes de cristallisation tout en accélérant la vitesse de refroidissement.



Fleurage normal grossissement 150



Fleurage minimisé grossissement 150

Fig. IV.1. Aspect du fleurage des tôles galvanisées [21].

IV.3 Analyse métallographique :

L'examen métallographique des différentes couches est effectué par microscope optique (*olympus*). La (figure .IV.2) représente la structure obtenue par galvanisation d'un acier (3c) Pendant 15 minute à 450C°. On observe du bas vers le haut du substrat, les composés intermétalliques γ , δ , ζ , et la phase η . On observe aussi la diminution de l'épaisseur de la couche de galvanisation avec la diminution de la rugosité de substrat. Le grossissement utilisé est 500 pour tous les échantillons.

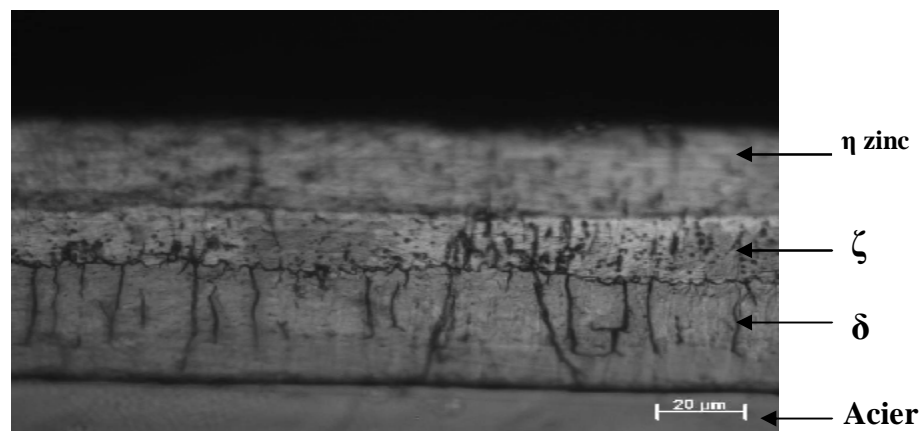
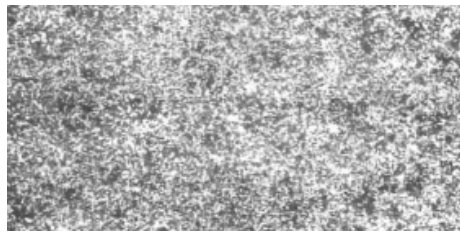


Fig. .IV.2 Ra =0 ,08 Agrandissement 500

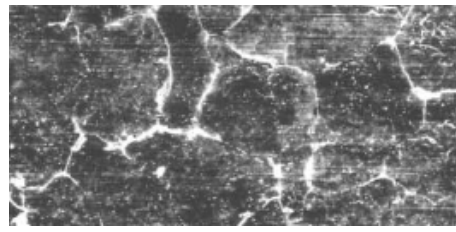
IV.3.1 Influence de la rugosité sur la couche de galvanisation :

Les mesures de rugosité ont été réalisées suivant des moyennes de mesures perpendiculairement au tir. En effet, les dépôts présentent du fait de leur mode de construction des rugosités différentes [21]. Les surfaces obtenues après différentes opérations de polissage sont très différentes dans leur caractéristique de celles décrites pour les surfaces. Il convient de prendre en compte une épaisseur plus important de couche de galvanisation. Pour observer précisément la métallographie de cette couche obtenue ; par le microscope optique on pourra trouver par exemple :

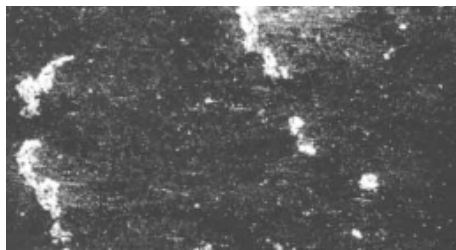
- F** sur la réactivité à la galvanisation (figure IV. 3).
- F** sur la répartition de l'épaisseur.



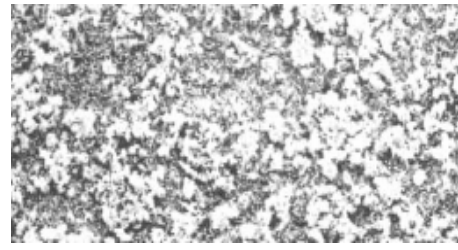
Répartition homogène
grossissement 150



Répartition hétérogène (joints de
grains de zinc grossissement 150



Fortes réactivité (excroissance d'alliage
l'ocalisées) grossissement 150



Forte réactivité (excroissance d'alliage
l'ocalisées grossissement 150

Fig .IV.3 Examen au microscope électronique à balayage des divers cas de réactivité des alliages fer-zinc à l'interface grossissement 150 [21].

L'épaisseur et la texture de revêtement de zinc dépend de l'état de surface on observe la diminution de la rugosité de 1,89 à 1,63µm diminution par conséquent la diminution de l'épaisseur. (figure.IV.4).

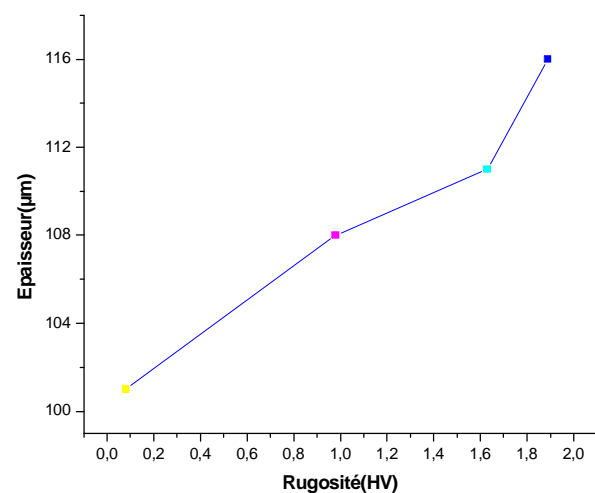
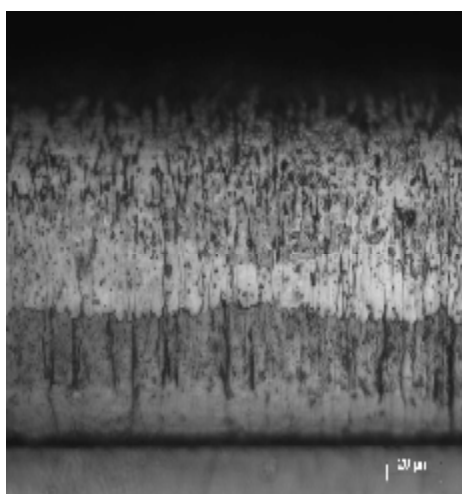


Fig. IV.4. Ra = 1,63 agrandissement 500

l'importance des états de surface, il destinée à empêcher la formation des composées intermétallique fer-zinc; si la rugosité 0,08 ; les alliages fer-zinc γ , δ et ζ , vont croître et remplir la couche de revêtement .(figure. IV. 5).

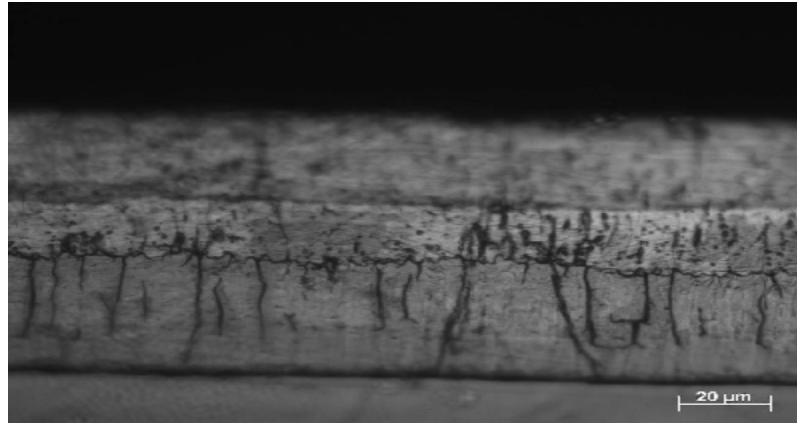
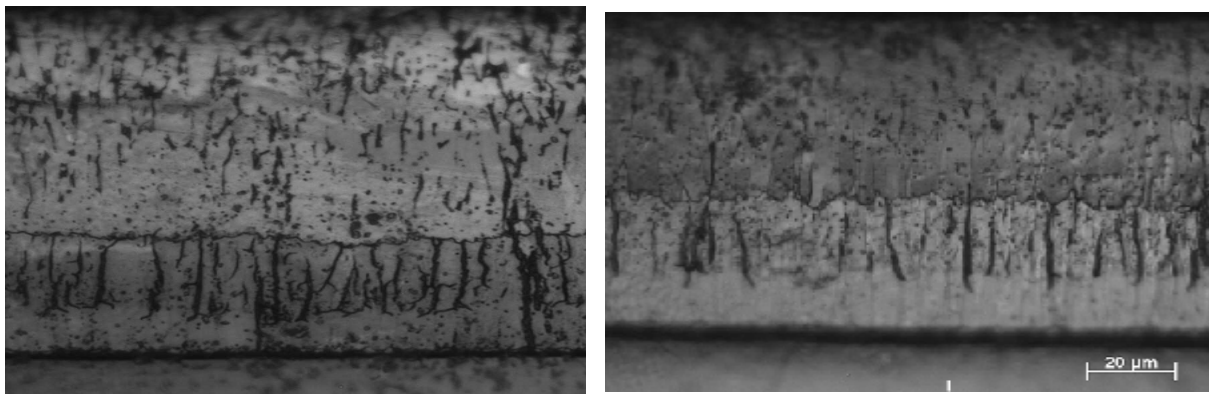


Fig. IV.5 Ra = 0,08 agrandissement 500

IV.3.2 Influence du temps de recuit sur la couche de galvanisation :

Le recuit a montré une influence négative sur la dureté de couche, en effet la couche qui n'a pas subit ce traitement apparaît très homogène. (figureIV.6)



Echantillon témoin (sans température de recuit)

Température de Recuit 2heures

Fig. IV.6. Comparaison entre échantillon témoin et échantillon subit à recuit 2 heures.

IV.4 Essai de micro dureté

IV.4.1 Influence de la rugosité

L'exploitation des mesures dans le domaine de la microdureté aboutie systématiquement à un accroissement de la valeur de dureté lorsque la rugosité diminue, (diminution de la taille de l'empreinte). (Figure. IV .7) De plus on observe que la dureté prend la valeur maximum dans la deuxième phase dzêta ζ , et avant de diminuer (Figure. IV .8); Par contre la dureté des autres échantillon prend la valeur maximum dans la première phase delta, on diminuant successivement à chaque couche.

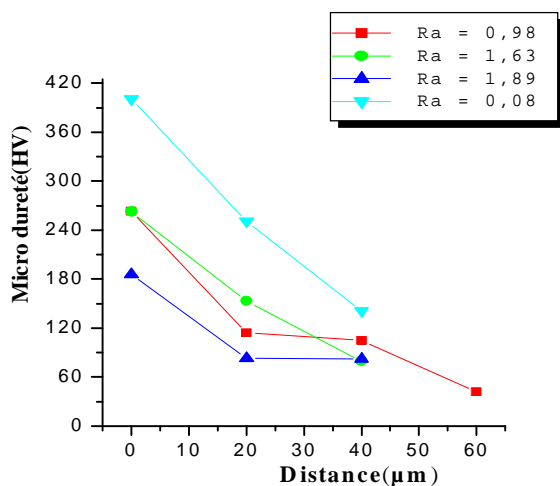


Fig.IV.7.Profil de dureté de la couche De galvanisation pour différente Rugosité Groupe recuit 1h

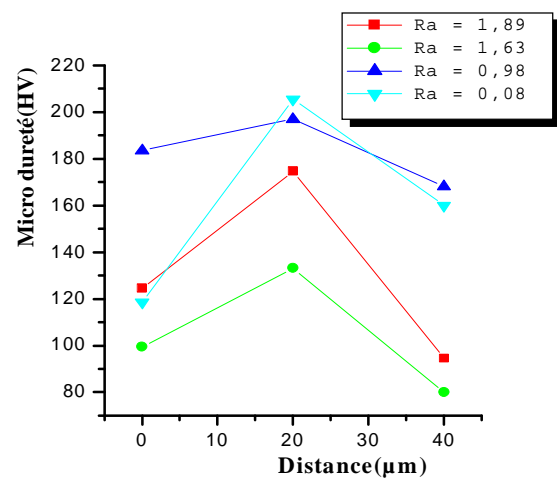


Fig. IV.8 : Profil de dureté de la couche De galvanisation pour différente Rugosité Groupe recuit témoin

L'influence de la rugosité $R_a = 0,08$, conduit à la formation d'une couche plus mince d'alliage Zinc-Fer, ou cette influence vise directement l'amélioration de la dureté, qui a pour objectif la diminution de la corrosion et l'augmentation des contraintes résiduelles (figure.IV.9).

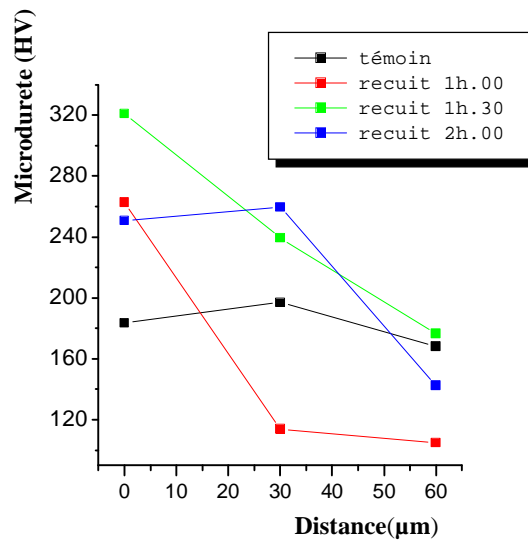


Fig.IV.9.Profil de dureté de la couche De galvanisation pour différent Recuit Groupe Ra = 0,08

IV.4.2 Influence du recuit

La masse et les épaisseurs des pièces restent normales par rapport à l'échantillon témoin. Donc on peu dire que la durée de recuit influe directement sur la dureté de la couche de revêtement. On observe qu' : à la durée de 1 heure prend la valeur (405.52). (figure.IV.10), à la durée 1 heures 30 minutes prend la valeur 387.94 (figure.IV.11) ;

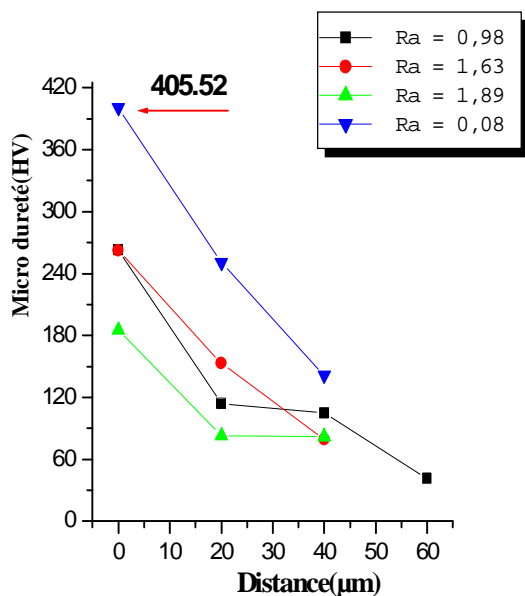


Fig.IV.10.Profil de dureté de la couche de galvanisation pour différente rugosité Groupe recuit une heure

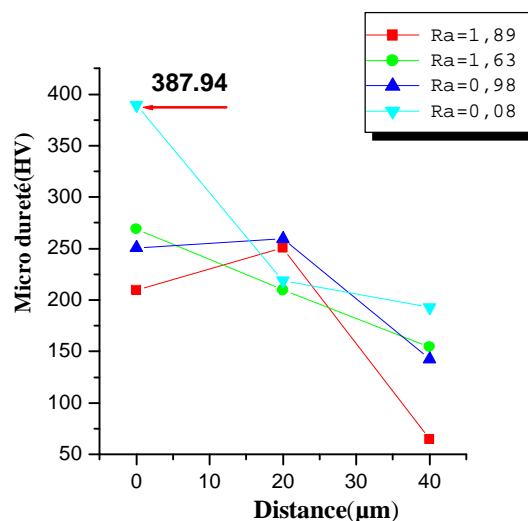


Fig.IV.11.Profil de dureté de la couche de galvanisation pour différente rugosité Groupe recuit une heure /30minutes

IV.4.3 Analyse par rayons X

L'analyse par diffraction de rayons X des échantillons formés dans le bain de zinc, sont avérées délicates à interpréter et ne permettent pas de conclure, la composition de ce résultat. En effet, la comparaison des spectres obtenus avec ceux de la base de données du dispositif de RX utilisé (fiches ASTM), révèle que 4 à 5 phases présentent des spectres relativement identiques avec des pics qui apparaissent aux même valeurs d'angle 2 thêta, et avec des hauteurs de pic similaires.

IV.4.3.1 Influence du recuit

Les figures. (IV.12,.IV.13), Présentent les spectres d'analyse par diffraction de rayons X, (température de recuit 1heure et 2heures) . Ces spectres montrent la présence des phases suivantes : Eta couche de zinc pur, et les composer intermétalliques Gamma : $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$, Delta : FeZn_7 , et Dzêta : $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$

Qui sont indiqué dans les tableaux.IV.1, et .IV

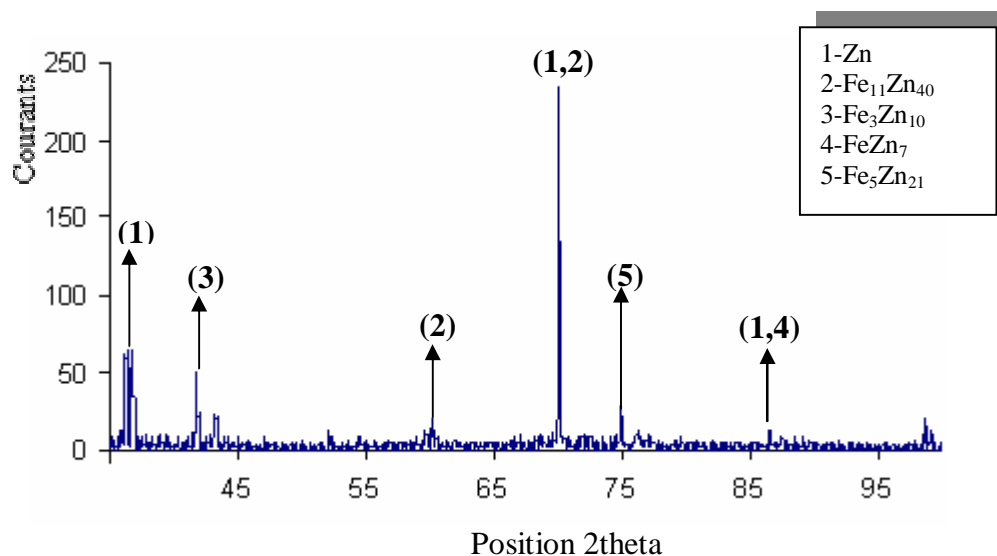


Fig.IV.12. Spectre de diffraction rayon X
(temps de recuit 1heure)

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	phase	Composition chimique	Code_ref
36.4553	2.46265	Eta	Zn	04-0831
42.7739	2.11235	Dzêta	Fe ₃ Zn ₁₀	02-1203
60.0288	1.53993	-	-	-
63.2550	1.46893	-	-	-
70.0484	1.34217	Eta	Zn	04-0831
		-	Fe ₁₁ Zn ₄₀	32-0478
79.4484	1.20530	Gamma	Fe ₅ Zn ₂₁	04-0885
86.1494	1.12790	Eta, Delta	Zn	04-0831
			FeZn ₇	02-1184

TABLEAU.IV.1. Caractéristique de spectre de diffraction de RX
(temps de recuit 1heure).

La comparaison des valeurs des pics obtenues dans le spectre avec les fiches ASTM à montre que :

- F** dans l'angle :36.4553, l'apparition de la phase Eta , qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .
- F** dans l'angle : 42.7739, l'apparition de la phase Dzêta , qui le Fe₃Zn₁₀ dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .
- F** dans l'angle : 70.0484, l'apparition de la phase Eta , qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .
- F** dans l'angle : 79.4484, l'apparition de la phase Gamma , qui le Fe₅Zn₂₁ dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM .
- F** dans l'angle : 86.1494, l'apparition de la phase Delta , qui le FeZn₇ dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM .

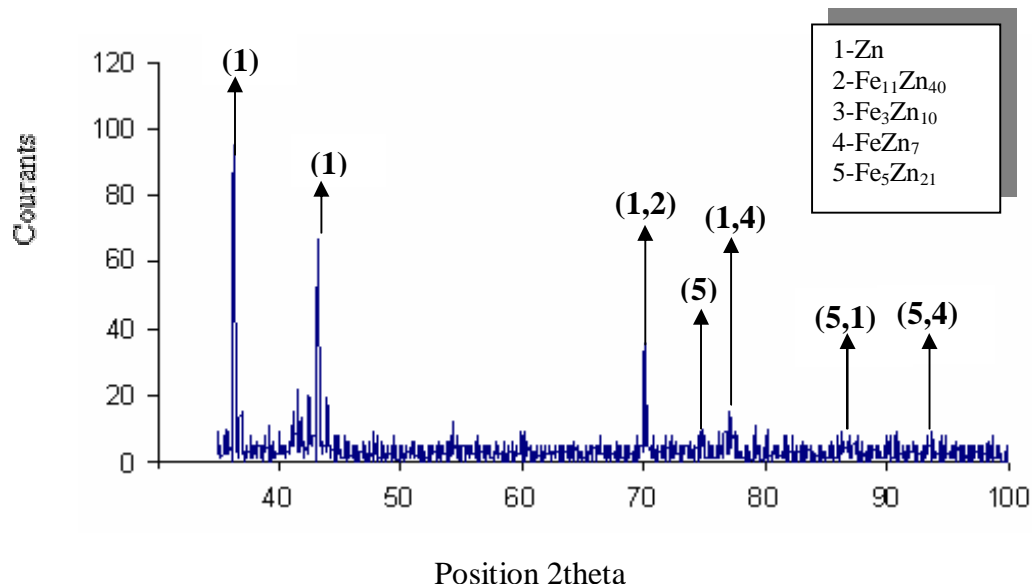


Fig.IV.13. Spectre de diffraction rayon X
(temps de recuit 2heure)

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	phase	Composition chimique	Code_ref
36.3367	2.47246	Eta	Zn	04-0831
43.4423	2.08311	Eta	Zn	04-0831
54.4608	1.68485	-	-	-
60.3243	1.53436	-	-	-
69.9891	1.34427	Eta	Zn Fe ₁₁ Zn ₄₀	04-0831 32-0478
75.6069	1.25774	Gamma	Fe ₅ Zn ₂₁	04-0885
79.9060	1.20054	Gamma Delta	Fe ₅ Zn ₂₁ FeZn ₇	04-0885 02-1184
82.5573	1.16858	-	-	-
86.3817	1.12639	Eta Delta	Zn FeZn ₇	04-0831 02-1184
89.8022	1.09216	Gamma Eta	Fe ₅ Zn ₂₁ Zn	04-0885 04-0831
92.7437	1.06419	Gamma Delta	Fe ₅ Zn ₂₁ FeZn ₇	04-0885 02-1184

TABLEAU.IV.2. Caractéristique de spectre de diffraction de RX
(temps de recuit 2heures).

La comparaison des valeurs des pics obtenues dans le spectre avec les fiches ASTM à montre que :

F dans l'angle : 36.4553, l'apparition de la phase Eta , qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .

F dans l'angle : 42.7739, l'apparition de la phase Dzêta , qui le Fe₃Zn₁₀ dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .

F dans l'angle : 70.0484, l'apparition de la phase Eta , qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .

F dans l'angle : 75.6069, l'apparition de la phase Gamma , qui le $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$ dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM .

F dans l'angle : 92.7437, l'apparition de la phase Delta , qui le FeZn_7 dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM .

IV.4.3.2 Influence de la rugosité de substrat

De plus La figure (IV.14), Présente les spectre d'analyse par diffraction de rayons X, ($R_a = 0,08$). Ces spectres presque ont les même phase qui sont représentées dans le paragraphe (influence du recuit) donc il montre la présence des phases suivantes : Eta couche de zinc pur, et les composer intermétalliques Gamma : $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$, Delta : FeZn_7 , et Dzêta : $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$).

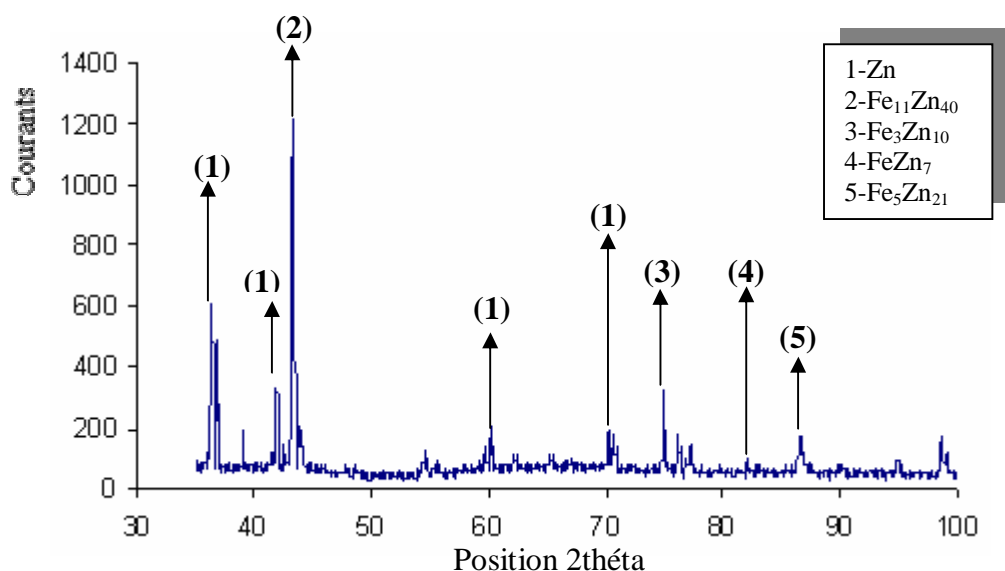


Fig.IV.14. Spectre de diffraction Rayon X
(échantillon témoin rugosité 1,89)

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	phase	Composition chimique	Code_ref
36.4609	2.46228	Eta	Zn	04-0831
43.5002	2.07875	-	$\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$	32-0478
48.1385	1.88873	-	$\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$	32-0478
54.9162	1.67057	Eta	Zn	04-0831
60.0593	1.53922	-	-	-
65.7814	1.41850	-	-	-
70.2900	1.33814	Eta	Zn	04-0831
74.9077	1.26668	Dzêta	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$	02-1203
86.7846	1.12127	Delta	FeZn_7	02-1184
89.8919	1.09040	Gamma	$\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$	04-0885

TABLEAU.IV.3. Caractéristique de spectre de diffraction de RX
(Échantillon témoin rugosité 180).

La comparaison des valeurs des pics obtenues dans le spectre avec les fiches ASTM à montre que :

- F** dans l'angle : 36.4609, l'apparition de la phase Eta , qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .
- F** dans l'angle : 474.9077, l'apparition de la phase Dzêta , qui le $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$ dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .
- F** dans l'angle : 70.0484, l'apparition de la phase Eta , qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM .
- F** dans l'angle : 789.89195.6069, l'apparition de la phase Gamma , qui le $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$ dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM .
- F** dans l'angle : 86.7846, l'apparition de la phase Delta , qui le FeZn_7 dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM .

IV.5 Conclusion

Les spectres obtenus dans différents analyse montrent l'apparition des mêmes phases (Eta, Gamma, Delta et Dzêta), et cela nous permet de conclure que la rugosité et le recuit influent directement sur la dureté sans qu'il à une modification vis à vis à la composition chimique.

Conclusion générale

Les procédés de revêtement par galvanisation font maintenant partie de la panoplie des techniques de traitements de surface préconisées par les bureaux d'études. Deux grands domaines d'application de ces procédés qui sont la protection contre l'usure et la corrosion. Pour ce dernier, le volume d'application le plus important concerne la protection contre la corrosion par la rouille, qui est un phénomène naturel déclenché généralement par une attaque, indésirable ou électrochimique sur le fer et sur l'acier. Ces processus de corrosion commencent leur action quand un matériau et un agent agressif réagissent l'un sur l'autre. Le fortement peut être limité en protégeant la surface de la pièce avec un revêtement dur avec une forte adhérence au substrat et une bonne cohésion. L'objectif de ce travail de mémoire était d'optimiser les conditions opératoires utilisées pour la réalisation de dépôts durs résistants à l'usure et à la corrosion, obtenus à l'aide d'un bain de zinc fondue.

Le travail a été mené en 2 phases. La première avait pour objectif une meilleure compréhension de l'influence des paramètres de galvanisation (temps du recuit) sur les propriétés des dépôts (dureté, adhérence, porosité et teneur en oxydes). Elle a porté sur des revêtements d'acier. La seconde phase a été menée sur l'état de surface du substrat qui présente la rugosité .

Les principaux résultats sont les suivants.

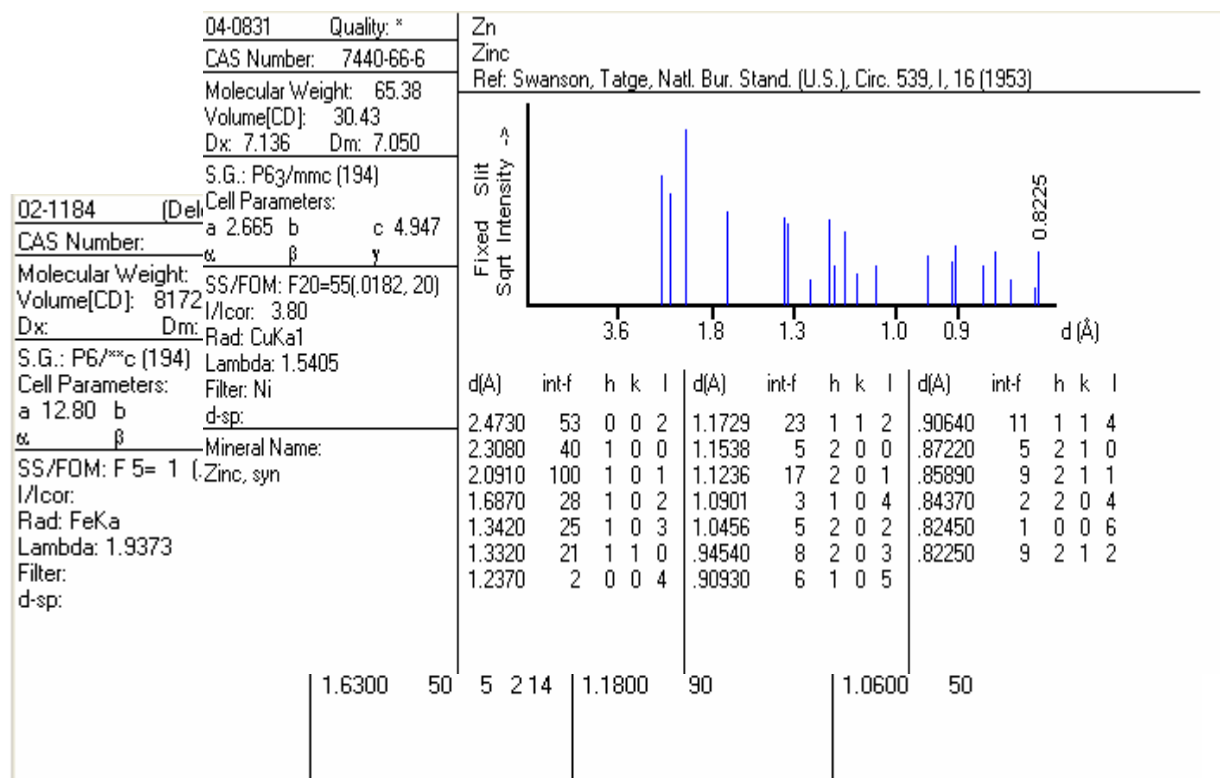
F Etude sur le temps de recuit

Quel que soit le temps de traitement (durée de recuit), les composés intermétalliques formés pendant l'immersion sont les mêmes, (Gamma rarement visible, Delta, Dzêta, et la couche de zinc Eta). L'influence des différents temps de recuit sur la dureté de la couche (dépôts) , à un effet sensible, lorsque la durée de recuit augmente, la dureté diminue . On peut dire aussi quand le temps de recuit augmente, l'épaisseur de la couche augmente surtout pour la phase Delta, et Dzêta.

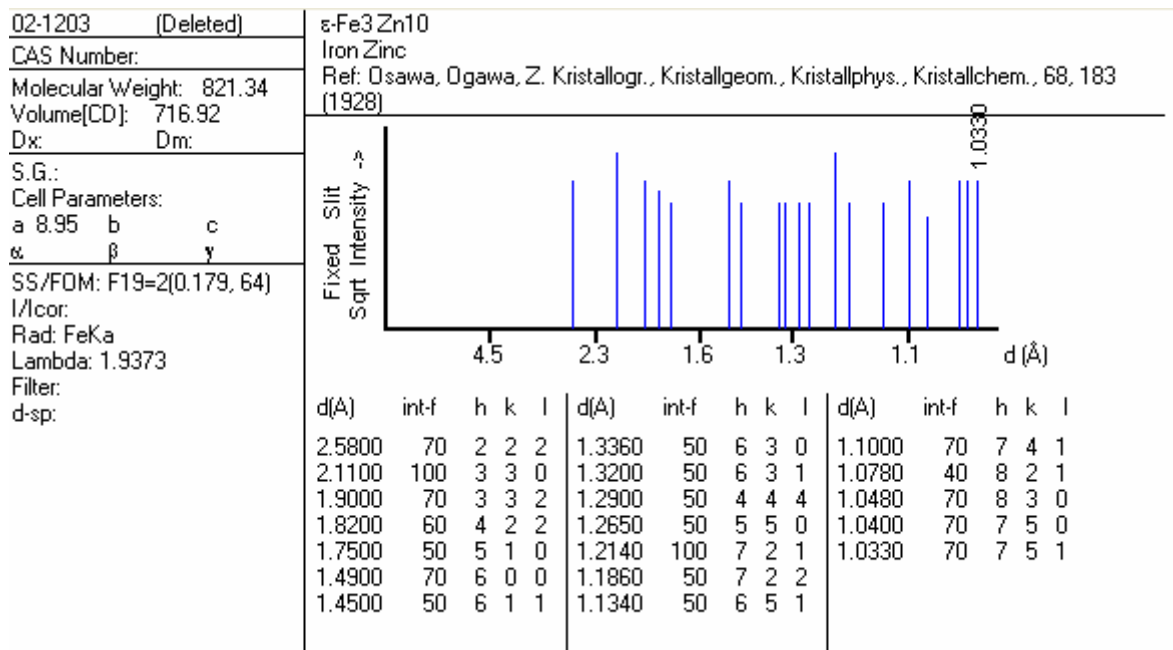
F Etude sur la nature de l'état de surface de substrat

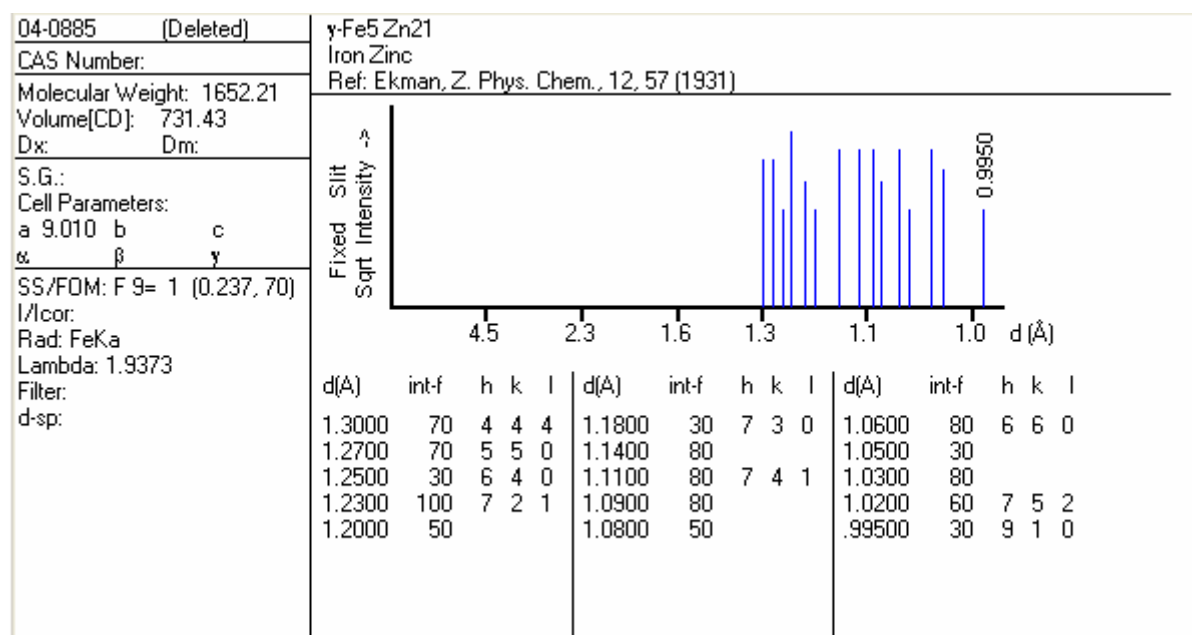
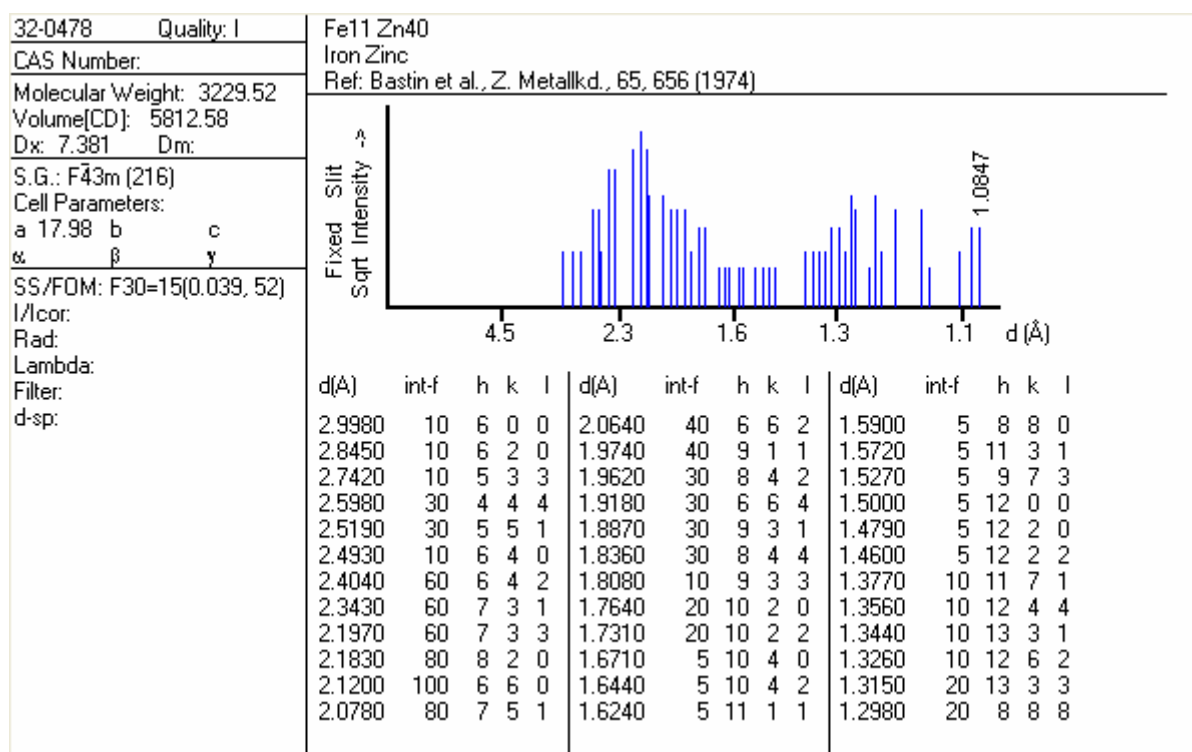
La rugosité de substrat influe directement sur la couche de galvanisation, lorsque la rugosité diminue, la dureté augmente et l'épaisseur de la couche de galvanisation change selon le type de traitement, elle est diminuée au court de l'intervalle de temps.

Annexe 1

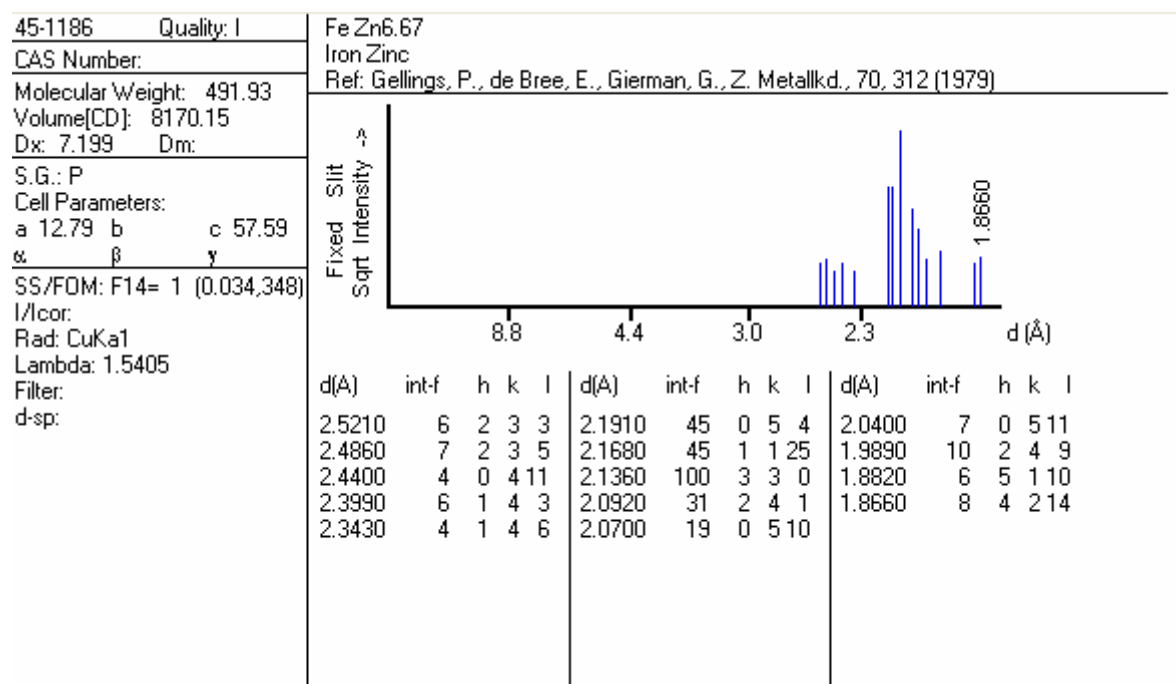


Annexe 2

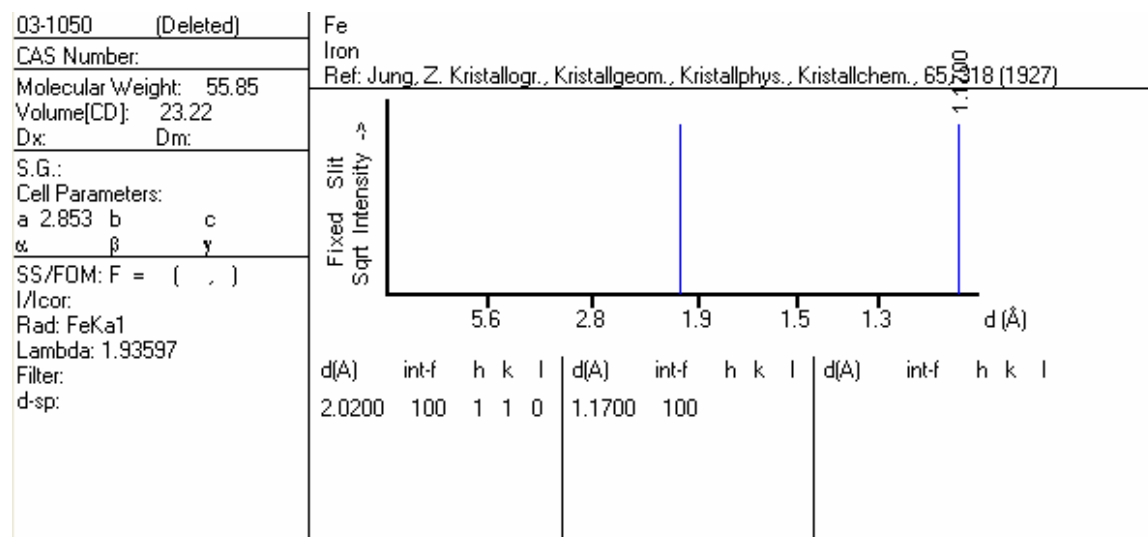


Annexe3Annexe 4

Annexe 5



Annexe 6



[1] **Berthier Y., Columbié C., Lofficial G., Vincent L., Godet M .**

Corrosion et corrosion de contact, 7 th Congrès Européen de Corrosion.
Fédération Européenne de la Corrosion, 19-24 Nov., Nice, France (1985).

[2] **Holmberg K., Matthews A .**

Tribological properties of metallic and ceramic coatings.

Bhushan B. (Ed.), Handbook on Modern Tribology, Boca Raton, CRC Press, p. 827-870.
(2000),

[3] **Labaïz . M, Boumediene . S , Khettache . A .**

Etude de l'Adhérence de Revêtements de Zinc par Indentation Interfaciale.

16^{ème} Congrès français de Mécanique, Nice1- 5 septembre 2003.

[4] **Nourouzi . S .**

Contribution a l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants a l'usure abrasive. université de limoges, thèse N° : '49 . Thèse de doctorat, Ecole doctorale sciences technologie-Santé, 2004.

[5] **Alpas. A. T, Inagaki . J.**

Effect of microstructure on fracture mechanisms in galvanized coatings.

ISIJ International, Vol. 40, No. 2, pp. 172–181, 2000.

[6] **Lewis. G. P, Pedersen . J .**

Optimizing the Nickel-Zinc process for hot dip galvanizing.

Cominico Ltd, 2001.

[7] **Dalmas. D, Benmedakhene . S, Richard . C, Laksimi . A, Béranger . G, Grégoire . T.**

Caractérisation par émission acoustique de l'adhérence et de l'endommagement d'un revêtement : cas d'un revêtement WC–Co sur acier.

Chemistry 4, pp.345–350, 2001.

[8] **Magalha. A . A .O, Margarit .I .C.P, O.R . Mattos .**

Molybdate conversion coatings on zinc surfaces.

Journal of Electroanalytical Chemistry, 2004.

[9] **Sylvain . A, Marcel .G, Alain .G, Henri . M .**

Revêtement et traitement de surface.

CNRS et L'INSA de Lyon 1998.

[10] **Naylor . j . P, Club de traitement de surface.**

Manuel des traitements de surface.

CETIM 1987.

[11] **Iost .A, Foct . J .**

Mesure de la ténacité par indentation application à la galvanisation.

Revue de métallurgie 1.

[12] **Souske . R .**

La galvanisation à chaud.

Dunod Paris 1963.

[13] **Crolet .J.P.**

Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages.

Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, vol M 150, juin 1998.

[14] **Cabrillac .C.**

Approche économique de la corrosion.

Actes du Colloque CEFRACOR « le zinc et l'anticorrosion ».

publ. SIRPE, nov. 1990.

[15] **EL – sebakhy .S, Malik .D.J.**

Effect of post hot dip galvanizing on automotive body structure.

publ. SIRPE (1991).

Le Livre de l'acier, chapitres 26, 49, 61. Liège (B) CRM, Édition Lavoisier 1994.

[16] **Parniere .P.**

Métallographie par les méthodes de diffraction.

Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, vol M 100, 1993.

[17] **Dreullen .N, et al.**

Influence de l'aluminium dans la protection par le zinc de l'acier contre la corrosion atmosphérique.

Matériaux et techniques, fév.-mars 1985.

[18] **Jackel .G, Buhler .H .E , et Meyer .L .**

Sur la formation et les propriétés des phases dans le système ternaire fer-zinc-carbone, dans l'intervalle de température 500-1 100 °C.

Intergalva 70 EGGA.

[19] **Gellings . J, et al .**

Synthesis and characterization of homogeneous intermetallic Fe-Zn compound.

Atlas Métallographique du zinc et des alliages de zinc. Centre de Recherches

Métallurgiques de Liège (B) CRM.

Parts I, II, III, IV. Z. Metallkunde , p. 312 à 317 (1979), p. 70 à 75 (1980), p. 150 à 154 (1980).

[20] **Ferrier .A .**

Contribution à la connaissance des phases Fe-Zn dans le domaine intéressant la galvanisation à chaud.

Mémoires Scientifiques de la revue de Métallurgie, p. 80 à 86, janv. 1983.

[21] **Pelerin .P.**

Contribution à l'étude de la réaction Fe-Zn dans le cas de la galvanisation d'aciers effervescents, semi-calmés et calmés au silicium dans des bains de zinc avec et sans ajout d'aluminium. Thèse Université de Lille (1983).

[22] **Seraoui .M , et al .**

Contribution à l'étude de la galvanisation des aciers au silicium.

Mémoires et Études Scientifiques de la revue de Métallurgie, sept. 1983.

[23] **Horstmann . D.**

Reactions between iron and molten zinc. Publish. Zinc Development Association (1978).

[24] **Nishimoto . A, et al.**

Effects of surface microstructure and chemical compositions of steels on formation of Fe-Zn compounds during continuous galvanizing. Itans ISIJ, 26, n o 9, p. 807 à 813 (1986).

[25] **Ferrier .A, Galdon . F.**

Relations entre état de surface et comportement de l'acier à la galvanisation à chaud. Journées d'Automne SFM, IRSID RE 916 (1981).