



N° d'ordre:

UNIVERSITE DE M'SILA

FACULTE: Faculté des Sciences et des Sciences de l'Ingénieur

Département de : Génie Mécanique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de:

Magistère

Spécialité: génie mécanique

Option: construction mécanique

P a r

BEN DERRADJI Razik

SUJET

Etude de l'obtention et caractérisation des couches de
galvanisation

Soutenue publiquement le devant le jury composé de:

A. MERROUCHE

M .C

Université de M'sila

Président

Y. BENARIOUA

M .C

Université de M'sila

Directeur de la thèse

S. ABAIDIA

Pr

Université de Boumerdes

Examineur

N. DOUIB

M .A.C.C

Université de M'sila

Examineur

Remerciements

Je tiens à exprimer profondément et sincèrement mes remerciements et mes reconnaissances à Mr Y. BENARIOUA, mon encadreur d'avoir dirigé ce travail, de même pour ces judicieux conseils.

Je tiens également à exprimer ma gratitude à Mr A. MERROUCHE, d'avoir accepté de présider le jury.

Mes remerciements vont également à Mrs S. ABAIDIA, et N. DOUIB, de m'avoir accordés un peu de leur temps et examinés ce travail.

Il m'est agréable d'exprimer mes remerciements à tous ceux qui ont contribué à la mise au point de ce mémoire, surtout Mr S. ABAIDIA, le responsable de laboratoire LMMC à l'université de Mohamed Bouguera (Boumerdes) , et H. GOUIDMI.

Résumé :

L'objectif de ce travail s'articule d'une part sur la formation de couches de galvanisation par voie chimique (immersion) qui est la méthode la plus simple et d'autre part sur la caractérisation des couches laborées tant de vue physico-chimique que mécanique. Aux cours de l'immersion chimique à chaud de substrats d'acier dans le bain de zinc lors de procédé de galvanisation, des composés intermétalliques (Fe-Zn) se forment et présentent des propriétés très recherchées dans l'industrie.

Cette étude s'est portée au début sur l'obtention de couches de galvanisation dont leurs états et leurs épaisseurs sont conditionnées par des paramètres expérimentaux choisis dans ce travail et qui sont :

- nature de l'acier de substrat ;
- temps de traitement ;
- composition chimique de substrat.

L'élaboration des couches de galvanisation peut s'effectuer dans un bain chauffé à 460° C pour un temps d'immersion désiré, l'effet de diffusion-précipitation entre le bain d'alliage de zinc et l'acier de substrat peut provoquer en résultant la formation de composés intermétalliques (Fe-Zn) entre le substrat et la surface de dépôt. Les échantillons (revêtement-substrat) pourront être caractérisés par microscopie optique à balayage, diffraction des rayons X. Ces différents types d'analyse feront révéler au point de vue de la structure la présence de différentes phases constituant les composés intermétalliques qui forment les couches de galvanisation. Les méthodes d'analyses peuvent contrôler l'épaisseur et de la même façon par ces méthodes de caractérisation peut identifier l'effet des paramètres expérimentaux sur le comportement physique, chimique des couches de galvanisation obtenues.

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

Abstract

The objective of this work is articulated on the one hand on the formation of layers of galvanization by chemical way (immersion) which is the simplest method and on the other hand on the characterization of elaborate layers as well of physicochemical sight as mechanical. With the courses of the chemical immersion hot of steel substrates in the zinc bath at the time of process of galvanization, of the intermetallic compounds (Fe-Zn) are formed and presented properties very required in industry. This study went at the beginning on obtaining layers of galvanization of which their states and their thicknesses are conditioned by experimental parameters shoeing selected in this work and who are:

- Natural of the steel of substrate;
- Processing time;
- Chemical composition of substrate.

The development of the layers of galvanization can be carried out in a heated bath with 460° C for a time of immersion wished, the effect of diffusion-precipitation between the zinc alloy bath and the steel of substrate can cause by resulting the formation from intermetallic compounds (Fe-Zn) between the substrate and the surface of deposit. The samples (coating-substrate) could be characterized by optical scanning microscopy, diffraction of x-rays. These various types of analysis will make reveal from the point of view of structure the presence of various phases constituting the intermetallic compounds which forms the layers of galvanization. The methods of analyses can control the thickness and in the same way by these methods of characterization can identify the effect of the experimental parameters on comprise physical, chemical layer of galvanization obtained.

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

Liste des figures :

Fig.I.1 Schéma de principe (dépôt électrozingage)

Fig.I.2 Formation d'un alliage de liaison dans la zone de transition (dépôt chimique)

Fig.I.3 Comparaison entre la protection active (Zn) et celle passive (Cu, Sn)

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

Fig.I.5 Diagramme d'équilibre Fe-Zn-Al caractéristique de phases

Fig.I.6 Coupe micrographique d'un revêtement galvanisé

Fig.II .1 Déroulement de pré-traitement

Fig.II.2 Effet du silicium sur la structure des revêtements galvanisés

Fig.II.3 Effet du phosphore

Fig.II.4 Revêtement galvanisé : bain Zn + 0,16% Al

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

Fig.II.6 Action de la durée d'immersion sur la structure de revêtement

Fig.II.7 Cuves de galvanisation

Fig III.1 échantillons galvanisés

Fig.III.2 l'appareil de mesure

Fig. III.3 polissage des pièces trois à trois.

Fig III.4 microscope métallographique optique universel

Fig.IV.1. Action de temps d'immersion sur l'épaisseur de la couche de revêtement par galvanisation

Fig.IV.2 Microstructures de dépôt, durée d'immersion 5 minutes

Fig.IV.3 Microstructures de dépôt, durée d'immersion 30 minutes

Fig.IV.4 Microstructures de dépôt, durée d'immersion 10 minutes

Fig.IV.5.A. Microstructures de dépôt, 1ère composition chimique du bain de galvanisation

Fig.IV.5.B. Microstructures de dépôt, 2ème composition chimique du bain de galvanisation

Fig.IV.5.C. Microstructures de dépôt, 3ème composition chimique du bain de galvanisation

Fig.IV.5.D. Microstructures de dépôt, 4ème composition chimique du bain de galvanisation

Fig.IV.6 Action de la teneur d'Al sur l'épaisseur de dépôt

Fig.IV.7 Microstructures de dépôt pour différents matériaux étudiés, (substrat)

Fig. IV. 8. Diagonal

Fig. IV. 9. L'empreint

Fig.IV. 10. Influence de la durée du traitement sur la dureté, (matériaux ES)

Fig.IV. 11. Influence de la durée du traitement sur la dureté, (matériaux 3C)

Fig.IV. 12. Influence de la durée du traitement sur la dureté, (matériaux E24)

Fig.IV.13. Influence du substrat sur la dureté, temps d'immersion 30 min

Fig.IV.14. Influence du bain sur la dureté de dépôts (composition chimique du bain)

Fig.IV.15. Spectre de diffraction rayon X (matériaux E24, traitement 05 minutes)

Fig.IV.16. Spectre de diffraction rayon X (matériaux E24, traitement 30 minutes)

Fig.IV.17. Spectre de diffraction rayon X (matériaux 3C, traitement 10 minute)

Fig.IV.18. Spectre de diffraction rayon X (matériaux ES, traitement 10 minutes)

Fig.IV.19. Spectre de diffraction rayon X (Al = 0,1%)

Fig.IV.20. Spectre de diffraction rayon X (Al = 0,2%)

Liste des tableaux :

TABLEAU.I.1 Types de bain de zingage.

TABLEAU.II.2 Propriétés physiques des différentes phases

TABLEAU.II.1 Classification des aciers suivant leur teneur en silicium et en phosphore

TABLEAU.II.2 Classification des aciers suivant leur propriété

TABLEAU.II.3 Composition chimique du zinc

TABLEAU.III.1 Composition chimique des matériaux utilisés (En pourcentage%)

TABLEAU.III.2 composition chimique des différents bains de zinc

TABLEAU.III.3 combinaison de différents paramètres étudiés

TABLEAU.IV.1. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (E24, traitement 05 Min)

TABLEAU.IV.2. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (E24, traitement 30 Min)

TABLEAU.IV.3. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (3C, traitement 10 Min)

TABLEAU.IV.4. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (ES, traitement 10 Min)

TABLEAU.IV.5. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (Al = 0,1%)

TABLEAU.IV.6. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (Al =2%)

Table des matières

Introduction générale.....	2
Chapitre I -Dépôts et propriété de galvanisation.....	3
I.1 Introduction.....	3
I.2 Méthode de protections les plus utilisées.....	3
I.2.1 Dépôts électrolytiques.....	3
I.2.1.1 Principe du processus électrolytique.....	3
I.2.1.2 Dépôts électrolytiques à base de zinc.....	4
I.2.2 Dépôts chimique (<i>immersion</i>).....	5
I.2.2.1 Principe de dépôts chimique.....	6
I.3 Propriétés de revêtement par galvanisation (<i>zinc</i>).....	6
I.3.1 Propriétés chimiques.....	7
I.3.1.1 Zinc et produits de corrosion.....	7
I.3.1.2 Protection électrochimique.....	8
I.3.2 Propriétés physiques.....	10
I.3.2.1 Diagrammes d'équilibre.....	11
I.3.2.2 Microstructure d'une couche de galvanisation.....	12
I.3.3 Propriétés mécaniques.....	14
I.4 Conclusion.....	15
 Chapitre I I- La galvanisation à chaud.....	 16
II.1 Introduction.....	16
II.2 Etapes principales d'une opération de galvanisation.....	16
II.2.1 Préparation de surface (<i>Pré-traitement</i>).....	17
II.2.2 Trempé dans le métal fondu.....	18
II.2.3 Sortie du bain.....	18
II.2.4 Le post-traitement.....	18
II.3 Influence des différents facteurs en galvanisation.....	19
II.3.1 Qualité de l'acier (substrat).....	19
II.3.1.1 Influence du silicium.....	20
II.3.1.2 Influence du phosphore.....	21
II.3.1.3 Influence du carbone.....	21

II.3.2 Qualité de zinc (bain de galvanisation).....	21
II.3.2.1 Influence de l'aluminium.....	22
II.3.2.2 Influence du plomb.....	22
II.3.2.3 Influence du cuivre.....	23
II.3.3 Température du bain de zinc.....	23
II.3.4 Durée d'immersion.....	24
II.3.5 Refroidissement.....	25
II.4 Matériel de galvanisation.....	25
II.4.1 Cuves de galvanisation.....	26
II.4.2 Creusets en graphite.....	27
II.4.3 Cendres.....	28
II.5 Conclusion.....	28
 Chapitre III - Stratégie et procédures expérimentales.....	 29
III.1 Introduction.....	29
III.2 Matériaux.....	29
III.3 Préparation des échantillons.....	30
III.3.1 Polissages des surfaces du substrat.....	30
III.3.2 Prétraitement.....	30
III.4 techniques de déposition.....	31
III.5 Contrôle de l'épaisseur de la couche déposée.....	33
III.6 Technique de caractérisation des produits obtenus.....	34
III.6.1 Observations microscopiques.....	34
III.6.1.1 Microscope optique.....	35
III.6.1.2 Epaisseur.....	35
III.6.2 Diffraction des rayons X.....	36
III.6.3 Micro dureté.....	36
III.7 Conclusion.....	36
 Chapitre VI - Résultat et discussion.....	 37
IV.1 Introduction.....	37
IV.2 Analyse métallographique.....	37
IV.2.1 Action de la durée d'immersion.....	37

IV.2.2 influence de la composition chimique du bain de galvanisation.....	40
IV.2.3 influence de la nature de type de matériaux du substrat.....	43
IV.3 Essai de micro-dureté.....	44
IV.3.1 Action de temps d'immersion sur la dureté des couches formée.....	44
IV.3.2 Influence du substrat sur la dureté de dépôts.....	46
IV. 3.3 Influence du bain de galvanisation sur la dureté.....	47
IV.4. Analyse par diffraction de rayon X.....	47
IV .4.1 Action de temps d'immersion.....	47
IV.4.2 Influence du substrat.....	51
IV.4.3 Action du bain de galvanisation.....	53
Conclusion générale.....	58
Bibliographie.....	60
Annexe.....	65

introduction

Introduction :

Dans ces dernières années l'utilisation des matériaux revêtus, est en constante augmentation en raison de leurs bonnes propriétés physique, chimique, et mécanique (frottement, usure, ...etc.). Parmi les techniques de revêtement utilisés en vue de renforcer les surfaces de matériaux contre la dégradation chimique figure, la déposition par voie chimique de zinc et ces alliages, qui s'appelle galvanisation à chaud qui s'effectue généralement par immersion dans un bain de zinc, à une température voisine de 460°C.

Pendant le traitement de galvanisation , il se forme un recouvrement adhérent au substrat d'acier et présente une épaisseur de plusieurs dizaines de micromètres. Le dépôt formé constitue dans le cas général des multicouches représentant des composés intermétalliques. L'état et la nature des phases formées graduellement, $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$ (Γ gamma), FeZn_7 (δ delta), $\text{Fe}_3\text{Zn}_{13}$ (ζ dzêta), et phase de zinc (η êta). Les essais décrits ci après s'insèrent dans le cadre de caractérisation physique et mécanique des couches de galvanisation afin d'accroître la résistance contre la corrosion et de modifier leurs propriétés de surface.

Le revêtement anticorrosif des aciers par métallisation (galvanisation) a conduit au développement de produits finis. Les bains de zinc peuvent contenir d'autres éléments d'addition tel que, l'aluminium qui occupe une place importante, celui ci peut changer les différents caractères des revêtements obtenus. Un bain de galvanisation contenant uniquement du zinc utilisé pour les produits finis, cas des (tôles, tubes, et fils). La matière de recouvrement demande l'addition de certains éléments (Al, Pb). Ces éléments peuvent retarder la réaction chimique entre le substrat d'acier et le bain de galvanisation, permettant ainsi d'éviter la formation des mattes et produisant des revêtements de zinc pratiquement monophasé.

L'obtention des dépôts présentant des meilleurs comportements physiques, chimiques, et mécaniques, nécessitent vraiment une connaissance très avancée sur le plan théorique qu'expérimental. Pour ce ci plusieurs paramètres conditionnant les bain de galvanisation. L'état et la nature des matériaux à revêtir peuvent jouer des rôles importants sur la production des excellentes couches de galvanisation.

Les réactions chimiques (bain-substrat) ont de fort complexités à cause de différents phénomènes physique, et chimique (mouillage, puis dissolution du solide par le liquide, précipitation par solidification isotherme de phase intermétalliques sur la surface du substrat,

transformations de phase diffusionnelles à l'état solide, solidification au refroidissement). Ces réactions font intervenir des composés intermétalliques du système Fe-Zn dépend de l'un de deux paramètres les plus long dans le cas de la croissance des couches de galvanisation (diffusion, précipitation).

Ce travail s'inscrit dans le cadre de mémoire de magistère dont la partie concernant la déposition est effectuée au sein de l'unité d'ANABIB de Bordj Bou Arridj, il vise à améliorer d'un point de vue industrielle les performances des tubes, et des accessoires utilisés pour l'arrosage en pivot. Afin de compléter la partie expérimentale touchant la déposition du zinc contenant d'autre élément d'alliage (Al, Pb), nous avons déposés des couches de galvanisation au laboratoire de mécanique de l'université de M'sila à l'aide d'un petit four chauffé à gaz contrôlé manuellement par un thermocouple. Les échantillons (dépôts, substrat), ont subi une caractérisation physique, chimique, et mécanique, respectivement par l'analyse métallographique (microscope optique), analyse structurale (diffraction des rayons X), et l'indentation Vickers (micro - diromètre).

Au début, dans le premier chapitre présenter les méthodes de protection les plus utilisées dans le domaine de revêtement anticorrosion (dépôts électrolytique, et dépôts chimique), et quelques propriétés de revêtement par galvanisation.

Le deuxième chapitre est consacré à une étude bibliographique axée sur certains aspects de galvanisation, les étapes nécessaires de galvanisation, et les différents facteurs influant sur la galvanisation.

Le troisième chapitre présente le procédé expérimental et les moyens d'essais ayant permis d'obtenir les résultats présentés dans le chapitre 4 parmi lesquels technique de préparation des échantillon (découpage, polissage, pré-traitement...), et de déposition, les analyses de caractérisations (microscopies optique, diffraction des rayons X, et micro-dureté Vickers).

Le chapitre 4 présente d'une manière générale les différentes phases constituant les composés intermétalliques qui forment les couches de galvanisation, les différentes épaisseurs obtenues sous l'effet de temps d'immersion et composition chimique du bain et de la même façon présente aussi le comportement physique, chimique et mécanique des couches de galvanisation obtenues. On termine par une conclusion afin d'extraire les particularités de ce travail.

Chapitre I

Dépôts et propriété de galvanisation

Chapitre I

Dépôts et propriété de galvanisation

I.1 Introduction:

Les traitements électrolytiques ou chimiques (par immersion), sont très largement utilisés dans l'industrie afin de conférer aux matériaux métalliques des propriétés de surface particulières, à un coût raisonnable [9]. Ces traitements (dépôts électrolytiques ou chimiques), trouvent une application dans des secteurs aussi diversifiés que l'automobile, l'aéronautique, l'électroménager, le nucléaire, la bijouterie, l'électronique ...etc. Un recensement extractif de tous les traitements serait difficile à réaliser, compte tenu de cette diversité [10]. Nous nous figurons dans ce chapitre à la description de traitement par le zinc (Zingage), et quelque propriété physico-chimique, que mécanique.

I.2 Méthode de protections les plus utilisées :

I.2.1 Dépôts électrolytiques :

Nous effectuons quelques brefs rappels sur les revêtements électrolytiques déposés sur des aciers en vue d'accroître la résistance de ses matériaux contre la corrosion. Ce type de revêtement à simplement pour but, la production d'une couche mince de métal pour recouvrir un autre matériau afin d'améliorer les propriétés de surface du point de vue mécanique comme l'accroissement de sa dureté.

I.2.1.1 Principe du processus électrolytique :

Est un dépôt d'un métal ou d'un alliage obtenu par passage du courant électrique dans un électrolyte approprié contenant des ions du métal à déposer, la pièce est reliée ou pôle négatif d'un redresseur de courant [01]. L'épaisseur de dépôt est proportionnelle à l'intensité du courant et au temps d'électrolyse [10]. Le principe d'un tel procédé est représenté dans la figure I.1. L'application du zinc par électrodéposition (zingage) se fait dans un bain constitué d'une solution de sulfates de zinc (générateur des ions de Zn^{2+}) par le biais d'un courant électrique continu de densité connu, pendant un temps donné moyennant un système de cathode anode [9].

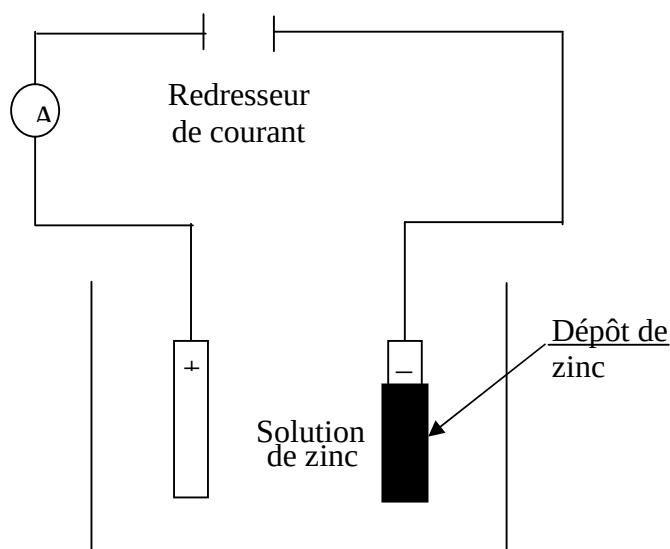


Fig.I.1 Schéma de principe (dépôt électrozingage)

I.2.1.2 Dépôts électrolytiques à base de zinc :

L'élaboration d'un revêtement de zinc par électrolytique se résume qualitativement à un processus cathodique décrit par la réaction $\text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Zn}$, même si l'aspect fondamental de ce phénomène est loin d'être aussi simple [01]. Cette réduction s'accompagne d'un dégagement d'hydrogène, plus ou moins important en fonction de la nature de la solution employée, dû à la nature de la réduction concomitante de l'eau ou de ses ions [04]. En considérant le diagramme tension pH du système Zinc-eau on constate que l'ion métallique Zn^{2+} peut se présenter sous une forme cationique Zn^{2+} ou anionique ZnO_2^{2-} [10]. Deux grandes familles d'électrolytes peuvent être ainsi recensées en faisant référence aux pH auxquels ils fonctionnent. Les électrolytes acides ($\text{pH} < 5,5$) dans lesquels la forme prédominante est l'ion Zn^{2+} , éventuellement complexé par des anions tels que les ions chlorure et les électrolytes alcalins. Ces derniers sont habituellement classés à leur tour en deux catégories. Les électrolytes alcalins non cyanurés ($\text{pH} > 14$), dans lesquels la forme prédominante est l'ion zincate et les électrolytes alcalins cyanurés pour lesquels la répartition des complexés cyanurés et des espèces hydroxylées dépend de la concentration du ligand.

Les formulations de solution de zingage industrielles sont nombreuses, il est néanmoins possible d'établir des compositions types et de présenter les principales caractéristiques et les paramètres de fonctionnement de ce bain [39]. Le tableau I.1 présente les types de différent bains de zingage.

TABLEAU .I.1 Types de bain de zingage [09].

Electrolytes	Haut cyanure	Moyen cyanure	Bas Cyanure	Acide	Alcalin sans cyanure
Composition (g.L ⁻¹)					
ZnO	35-50	20-30	10		20-30
NaCN	70-120	30-75	15-20		
NaOH	20-30	45-70	70-80		120-140
ZnCl ₂				70-75	
NH ₄ Cl (ou KCl)				150-220	
Température (°C)	20-30	20-30	20-30	20-30	20-30
pH				4-5	
Densité de courant cathodique (A/dm ²)	2-5	1-2	1-2	0,5-5	2-4
Rendement cathodique	60%	70%	80%	95%	60-70%

I.2.2 Dépôts chimique (*immersion*) :

Les dépôts, selon le mode électrolytique malgré leur nombreux avantage, ont le grave inconvénient d'être tributaires de la répartition des lignes de courant. Les dépôts chimiques au contraire, ne sont pas soumis à cette contrainte et il est possible grâce à eux, sous certaines réserves, d'obtenir des revêtements homogènes en épaisseur, même sur des pièces de forme très compliquées. Les traitements chimiques mis en œuvre dans les opérations de traitement de surface en phase aqueuse reposent sur des réactions d'oxydoréduction développées à l'interface métallique. Deux grandes catégories de traitement peuvent être destinées parmi lesquels figure le dépôt par immersion dans un bain d'alliage fondu

I.2.21 Principe de dépôts chimique :

Si on plonge un morceau d'acier dans une solution de zinc ou alliages de zinc, il se recouvre rapidement d'une couche (revêtement). Ce dépôt est fondé sur le développement de réaction (diffusion). Les conditions d'exécution, préparation de surface, température, et temps d'immersion, assurant le phénomène de diffusion du métal d'apport dans le métal de base, on assiste à la redistribution des atomes à l'interface conduisant à une interaction et création de l'alliage de liaison.

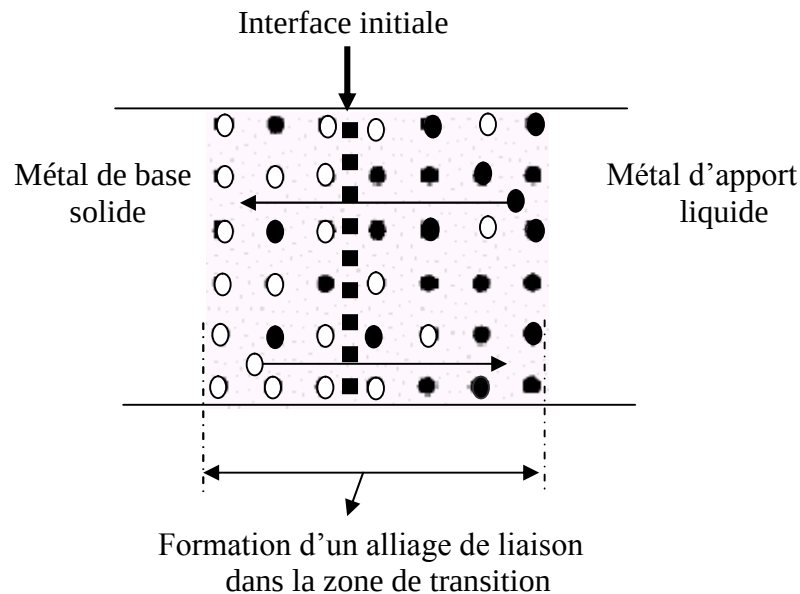


Fig.I.2 Formation d'un alliage de liaison dans la zone de transition (dépôt chimique)

La saturation à chaud de cette interface réalisée par un rapport d'ordre infini entre la surface à revêtir et la masse réactive de métal d'apport, assure la création de l'alliage de liaison dans un état strictement définitif [10].

I.3 Propriétés de revêtement par galvanisation (zinc) :

Les principales caractéristiques et propriétés des revêtements par galvanisation sont :

1. Propriétés chimiques (zinc et produits de corrosion, protection électrochimique) ;
2. Propriétés physiques (diagramme d'équilibre Fe-Zn, et Fe-Zn-Al, microstructure de dépôt et aspect) ;
3. Propriétés mécaniques (dureté, et adhérence).

3.1 Propriétés chimiques :

La corrosion est un phénomène naturel déclenché généralement par une attaque, indésirable chimique donnée sur le fer et sur l'acier (la rouille). Ces processus de corrosion commencent leur action quand un matériau et un agent agressif réagissent l'un sur l'autre [13]. La corrosion détruit plus de 40% d'acier dans le monde entier, ce qui représente une perte énorme pour l'économie mondiale elle débute par une modification de la surface du métal et conduit peu à peu sa destruction [14]. La corrosion du fer dans l'atmosphère conduit à la formation de rouille à la surface du métal et même en profondeur si on n'y porte aucun remède. La rouille a une composition complexe et mal définie, l'oxyde de fer en est le constituant principal (FeO , Fe_3O_4 , Fe_2O_3) [30]. Elle se forme sous l'action conjuguée de différents facteurs, dont les plus importants sont l'oxygène de l'air, l'eau (humidité atmosphérique) et les impuretés du métal ou les poussières dissoutes dans la couche superficielle. La rouille résulte de la superposition de plusieurs réactions chimiques. Pour atténuer ce phénomène on a recours à une opération de protection de surface des pièces fabriquées qui est pour notre cas le revêtement de surface par galvanisation (zingage) [14].

I.3.1.1 Zinc et produits de corrosion :

Le zinc est l'un des métaux les plus utilisés comme protection anti-corrosion pour la galvanisation, cela s'explique par deux phénomènes :

- La caractéristique des produits de corrosion du zinc ;
- La protection sacrificielle apportée par le zinc aux substrats ferreux [35].

Propriétés physiques

- Symbole : Zn ;
- Masse atomique : 65,38 ;
- Densité : 7,14 ;
- Température de fusion : 419° C ;
- Température d'ébullition : 907° C [16].

Réactivité chimique

Le zinc est en lui-même 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^{++} ($\text{Zn} \rightarrow \text{Zn}^{++} + 2\text{e}^-$). 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 :

1. Le carbonate de zinc, le plus compact, Zn CO_3 ;
2. Un hydrocarbonate, $\text{Zn}_5 (\text{C O}_{32} (\text{OH})_6$;
3. L'hydroxyde de zinc, Zn (OH)_2 [13].

On peut aussi avoir des oxydes ou hydro chlorures 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 réactifs tels que l'oxygène à travers la couche et de leur solubilisation éventuelle. 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 du produit protecteur en sulfite de zinc puis en sulfate soluble suivit de la destruction du revêtement (suppression de la barrière passivante) [16].

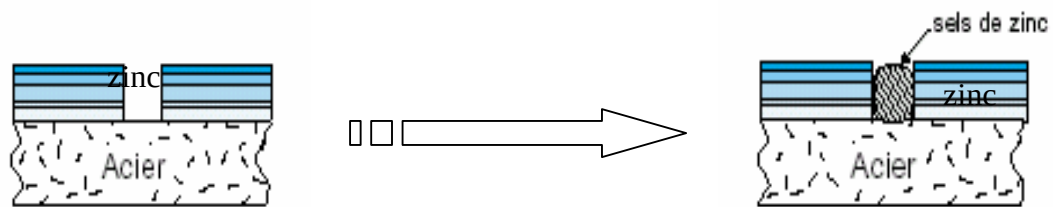
I.3.1.2 Protection électrochimique :

La corrosion est la résultante de réactions électrochimiques dues à la formation de piles locales.

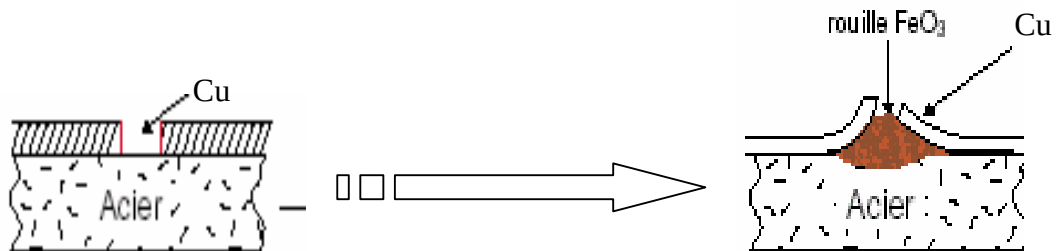
Il faut trois éléments pour les former :

- 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, 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 expliquent le choix du zinc [15].



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.3 Comparaison entre la protection active (Zn) et celle passive (Cu, Sn).

I.3.2 Propriétés physiques :

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

- ✓ 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 ;
- ✓ Des réactions de diffusion conduisant à la formation d'alliages intermétalliques, dépendant du bain et des conditions opératoires (temps – température), de type Fe-Zn [18].

Les règles de formation de ces couches sont liées à l'aspect thermodynamique qui donne la possibilité de combinaison deux ou trois éléments (Fe-Zn et Fe-Zn-Al), l'aspect cinétique qui détermine les réactions chimiques aux interfaces (solide liquide, solide solide), et la diffusion dans le liquide et dans le solide [33].

II.3.2.1 Diagrammes d'équilibre :

Diagramme Zn-Fe

Divers 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.II.1), et la phases δ_1 composée de deux couches de mêmes caractéristiques physiques mais différent par leur structure métallographique, δ_1K compacte (bande continue fine côté Γ), et δ_1p palissade (bande plus épaisse à l'aspect microfissure au total 15 à 20 % de l'épaisseur du revêtement coté ζ)[18][20].

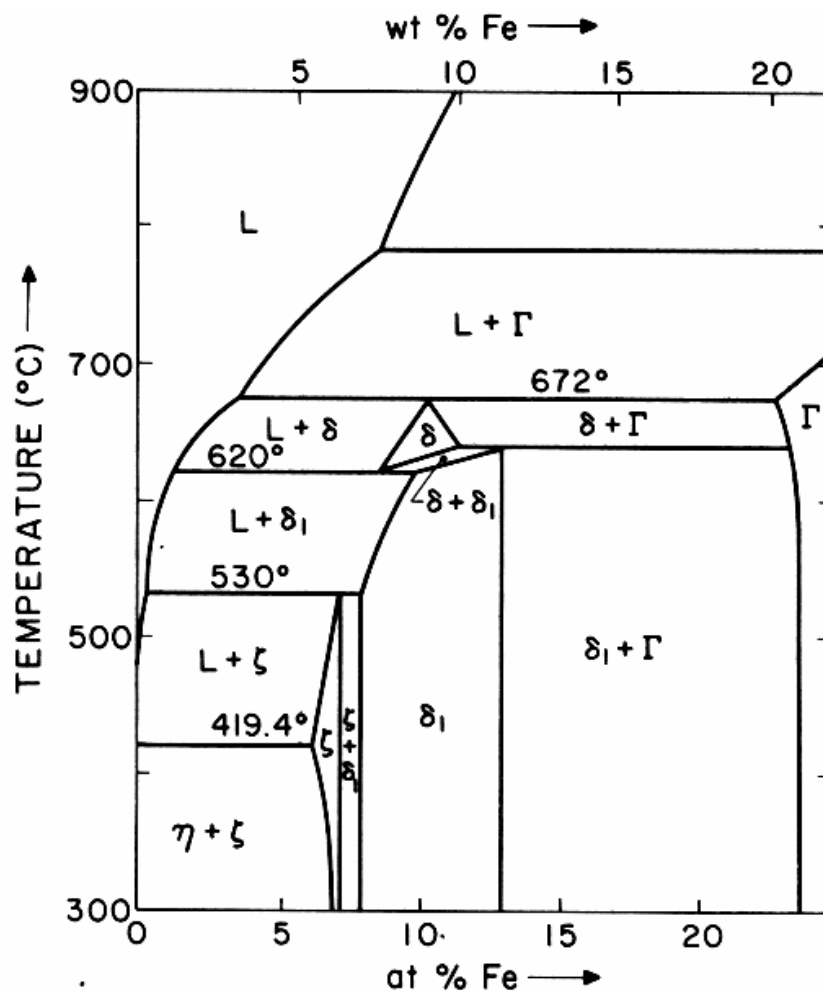


Fig.I.4 Diagramme d'équilibre Fe-Zn caractéristique de phases [18]

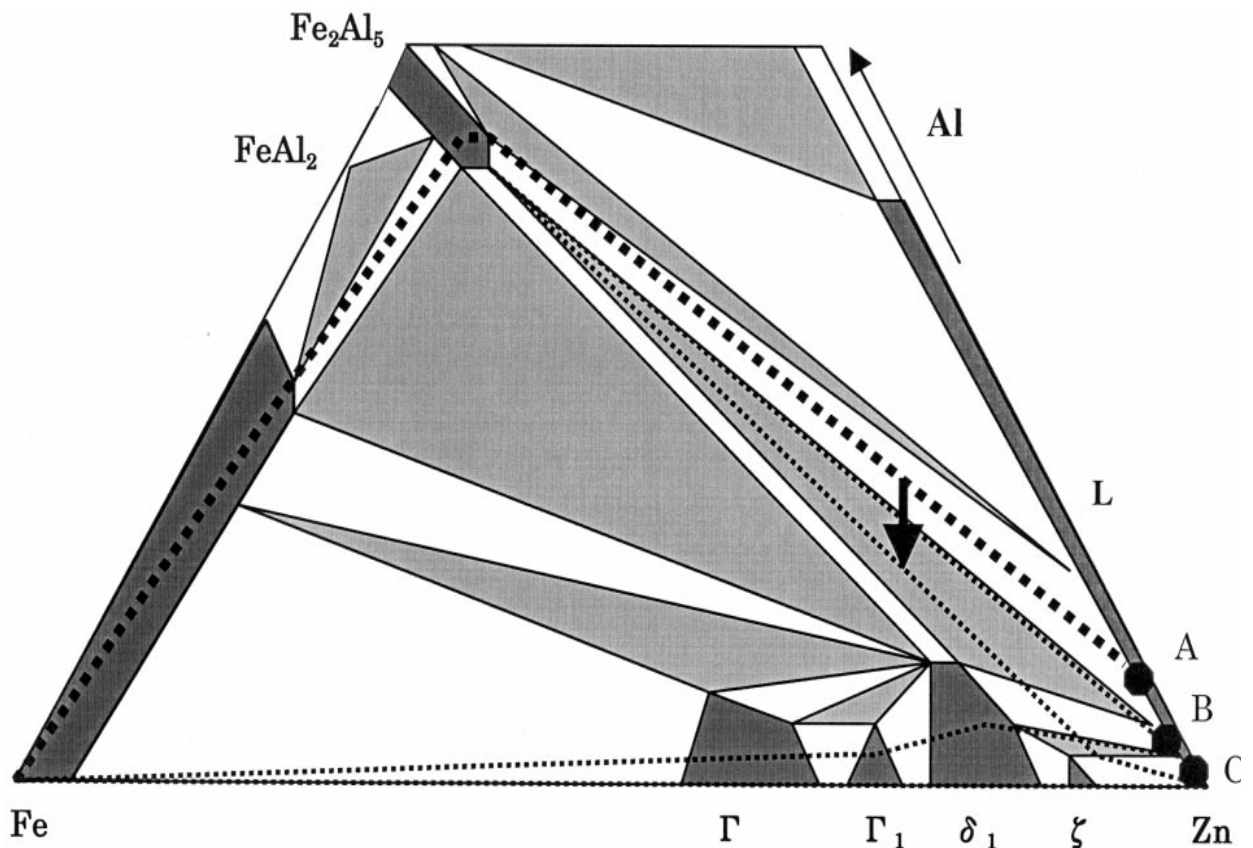
Diagramme Fe-Zn-Al

Fig.I.5 Diagramme d'équilibre Fe-Zn-Al caractéristique de phases [37]

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 qui peuvent contenir du zinc en solution solide en quantité notable (10 à 15 %). [19]. 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 [17][37].

I.3.2.2 Microstructure d'une couche de galvanisation :

L'immersion de l'acier dans le bain de zinc fondu, entraîne la formation d'un revêtement par diffusion du zinc dans l'acier [17]. La réaction du zinc avec le fer de l'acier engendre la

formation de plusieurs composés intermétalliques fer-zinc, confèrent au revêtement une bonne adhérence et une résistance à l'abrasion, qui ne consiste pas seulement en une superposition d'une couche de zinc sur le substrat acier, mais bien des couches différentes d'alliage. Constituées par les diverses phases Fe-Zn, ces alliages apparaissent sur le diagramme d'équilibre Fe-Zn [20]. La coupe micrographique du revêtement obtenu par galvanisation à chaud montre nettement la différence apparaissant dans la formation des intermétalliques due à la réaction Fe-Zn, chacune constitue une phase stable. Ce revêtement est composé de quatre phases (figure.II.3).

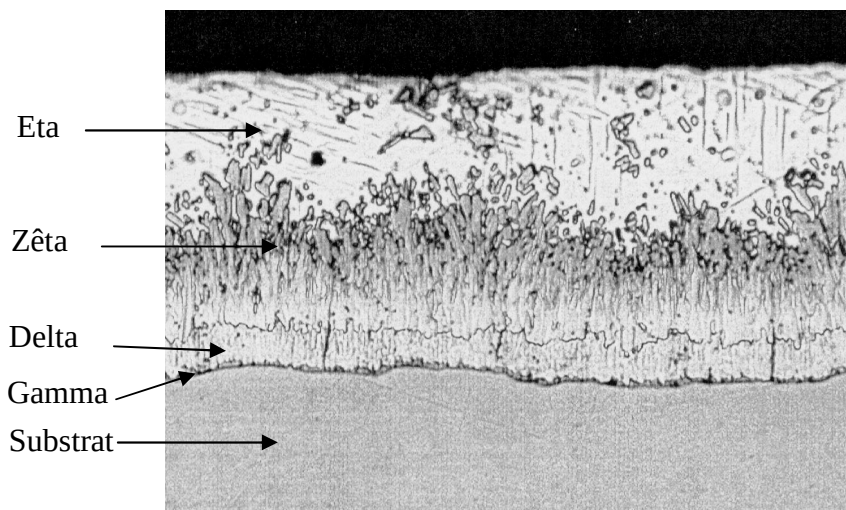


Fig.I.6 Coupe micrographique d'un revêtement galvanisé [42].

1. La Phase « Γ » (gamma), ou couche d'adhérence

En formant un composé de $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$ de structure cubique, d'épaisseur d'ordre 1 à 2 microns, elle est difficilement visible. Sa diffusion parfois très rapide, fait qu'elle est transformée en phase delta.

2. La Phase « δ » (delta), ou couche en palissade

Présentant un alliage de formule FeZn_7 , se cristallise dans le système hexagonal, et d'épaisseur d'environ 30 à 40 μm qui est particulièrement fragile.

3. La Phase « ζ » (dzêta)

Composée de $\text{Fe}_3\text{Zn}_{13}$, sa cristallisation structurale est monoclinique, d'épaisseur variant entre 7 et 20 μm , 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 microns [20]. Les propriétés physiques des différentes phases à la température ambiante sont indiquées dans le tableau.II.2

TABLEAU.II.2 Propriétés physiques des différentes phases [11].

Phase	Composé	Fer (% en masse)	Système cristallin	Densité
Êta	Zn	< 0.03	Hexagonal a = 0,266 nm	7,14
Dzêta	F e ₃ Zn ₁₃	5 à 6	Monoclinique a = 1,365 nm	7,18
Delta	F eZn ₇	7 à 12	Hexagonal a = 1,28 nm	7,25
Gamma	F eZn ₃ F eZn ₁₀ F e ₅ Zn ₂₁	21 à 28	Cubique a = 0,9 nm	7,36
Substrat	Acier	100	Cubique faces centrées	7,85

I.3.3 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 des bonnes adhérences et résistance à l'abrasion. Ces composés possèdent 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...etc. Il est évident que ce but n'est atteint que si le revêtement est bien adhérent au substrat, qui sanctionne la qualité de la préparation des surfaces à revêtir et la qualité de l'opération de traitement de surface. Dans notre cas (galvanisation), l'adhérence est très élevée du au phénomène de diffusion entre les atomes de métal déposé et le métal de base (substrat) [11] [03] [40].

I.4 Conclusion :

Nous sommes contents dans ce chapitre, de donner quelques explications concernant plus particulièrement le traitement de surface, les méthodes de protection les plus utilisées dans le revêtement anticorrosion, et surtout le revêtement par galvanisation, quelques propriétés physique, chimique et mécanique. Ces derniers reviendront 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 de son opération, l'influence de différents facteurs, et finalement matériel de galvanisation.

Chapitre II

La galvanisation à chaud

Chapitre II

La galvanisation à chaud

II.1 Introduction :

La galvanisation à chaud par immersion est basée sur l'affinité réciproque du zinc pour le fer. Au cours du traitement, la réaction entre ces deux éléments entraîne la formation d'un revêtement constitué de plusieurs composés fer-zinc qui lui confèrent ses qualités d'utilisation. Pratiquement, ce revêtement est obtenu par immersion de courte durée de l'acier dans un bain de zinc liquide pour des températures, généralement comprise entre 450 et 460°C, supérieure de quelques dizaines de degrés à la température de fusion du zinc (419°C). Lorsqu'on retire l'acier du bain, il entraîne avec lui, les composés solides fer-zinc, formés à sa surface, ainsi qu'un film de zinc liquide. La réaction de diffusion se poursuit encore quelques instants hors du bain tant que la température reste supérieure à environ 300°C, lors du refroidissement [12] [41].

Parmi les avantages de la galvanisation :

- Une longévité exceptionnelle ;
- Une résistance unique aux chocs et à l'abrasion ;
- Une protection totale ;
- Esthétique et durabilité ;
- Une économie remarquable ;
- Une assistance technique et logistique maîtrisée [26].

II.2 Etapes principales d'une opération de galvanisation :

Quel que soit le procédé, certaines opérations de base ont les mêmes fonctions, appliquées à la galvanisation à chaud avec des technologies différentes. Les principales étapes sont :

1. Préparation de surface ;
2. trempé dans le métal fondu ;
3. sortie du bain ;
4. post-traitement (refroidissement).

II.2.1 Préparation de surface (Pré-traitement) :

Les opérations de prétraitement sont, dans l'ordre suivant :

1. Dégraissage ;
2. Rinçage ;
3. Décapage ;
4. Rinçage ;
5. Fluxage ;
6. Préchauffage ;
7. galvanisation [33].

II.2.2 Trempé dans le métal fondu (bain du zinc) :

Cette opération donne la composition chimique du revêtement. 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 [30].

II.2.3 Sortie du bain :

L'adaptation de la quantité de zinc libre entraîné permet de répondre au cahier des charges demandé par le produit sans surplus. Les technologies sont très variées : égouttage, vibration, essorage par jets de gaz, par électromagnétisme... etc. et permettent de contrôler l'épaisseur du revêtement [06]. L'émersion peut être assortie d'un vibration qui contribue :

- A un détachement des sels brûlés ou des oxydes qui retombent dans le bain de zinc ;
- A un meilleur égouttage à l'émersion, régularisant le dépôt ;
- A éviter des collages de pièces entre elles. Ce vibration peut être réalisé par des moyens mécanique, électrique ou pneumatique [09].

II.2.4 Le post-traitement :

Les conditions de refroidissement donnent la cristallisation superficielle, des post-traitements chimiques, améliorent la tenue dans le temps du produit et l'aspect du revêtement. Le refroidissement, en général effectué à l'air ambiant, est important voire critique dans certains cas:

- ✓ Celui des pièces massives pour lesquelles le refroidissement lent conduit à une augmentation des alliages Fe-Zn au détriment de la phase η (êta) par continuation de la diffusion du fer. Une immersion à l'eau peut stopper ces réactions si toutefois les caractéristiques métallurgiques et géométriques des pièces le permettent ;
- ✓ Celui des pièces galvanisées à haute température pour permettre une plus grande fluidité du zinc (exemple : petites pièces centrifugées) qui doivent subir une immersion à l'eau après centrifugation. On peut utiliser cette opération de refroidissement à l'eau pour des post-traitements (huiles solubles pour revêtement brillant, chromatisation anti-rouille blanche...) [41].

II.3 Influence des différents facteurs en galvanisation :

Un assez grand nombre de facteurs interviennent dans l'exécution correcte de la galvanisation, ceci indépendamment ou presque de la tenue à la corrosion qu'elle procure. Les différents facteurs que nous nous proposons d'examiner sont :

- la qualité de l'acier (substrat) ;
- la qualité du zinc (bain de galvanisation) ;
- la température du bain de zinc ;
- la durée d'immersion ;
- le refroidissement [21].

II.3.1 Qualité de l'acier (substrat) :

Le revêtement d'une pièce galvanisée à chaud (épaisseur, structure et aspect) varie principalement suivant la composition de l'acier. Sa teneur en silicium et en phosphore joue un rôle important sur sa réactivité vis-à-vis du zinc liquide. D'où l'importance de bien choisir l'acier que l'on va galvaniser. La norme NF A 35-503 (1994) définit trois classes d'aciers aptes à la galvanisation, suivant la teneur de ces deux éléments [28].

TABLEAU.II.1 Classification des aciers suivant leur teneur en silicium et en Phosphore [41].

Elément %	Classe I	Classe II	Classe III
Si	< 0.03	< 0.04	0.15 < Si < 0.25
Si+2.5P	< 0.090	< 0.110	< 0.325
P	-	-	<0.040

TABLEAU.II.2 Classification des aciers suivant leur propriété [41].

	Aspect	Résistance mécanique de revêtement	Masse de revêtement	Utilisations
Classe I	Excellent	Excellent	Standard conforme au minimum de la norme	Recherche esthétique et anticorrosion
Classe II	Bon	Bonne	Standard généralement supérieur au minimum de la norme	Recherche anticorrosion et aspect correct
Classe III	Moyen	Moyenne	Plus forte	Recherche optimum de protection pour milieux agressifs

Les aciers de classe I et classe II sont normalement réactifs. Après galvanisation, ils ont un bel aspect uniforme avec une épaisseur au moins conformes à la norme NF EN ISO 1461. Les aciers de classe III sont réactifs. Leur aspect après galvanisation est plus mat, avec possibilité de zones grisées marbrées ou rugueuses sans conséquence sur la tenue à la corrosion [41].

II.3.1.1 Influence du silicium :

La galvanisation des aciers contenant du silicium se traduit par l'obtention de revêtement d'épaisseur exagérée d'aspect terne et d'adhérence médiocre dès que la teneur en silicium dépasse 0,1% [40][30].

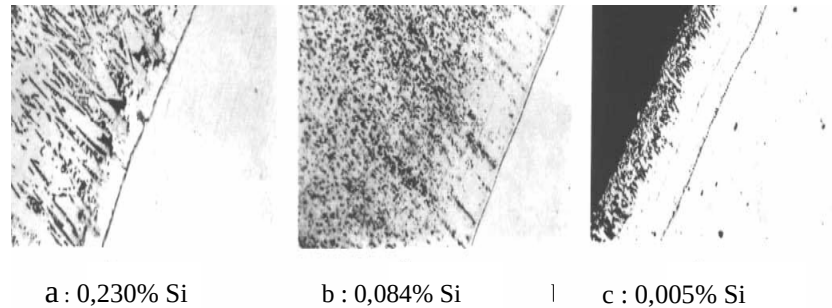


Fig.II.2 Effet du silicium sur la structure des revêtements galvanisés [30].

II.3.1.2 Influence du phosphore :

Cette impureté a une influence non négligeable à la réaction Fe-Zn même sa teneur est très faible. Le phosphore s'accumule à l'interface $\delta 1/\zeta$ en créant des fissures dans le composé $\delta 1$. La couche ζ initialement formée, peut jouer un rôle d'écran, isolant ainsi le zinc liquide et imposant, un processus de réaction entre phases solides dans l'espace entre cette couche et le métal à galvaniser [29].

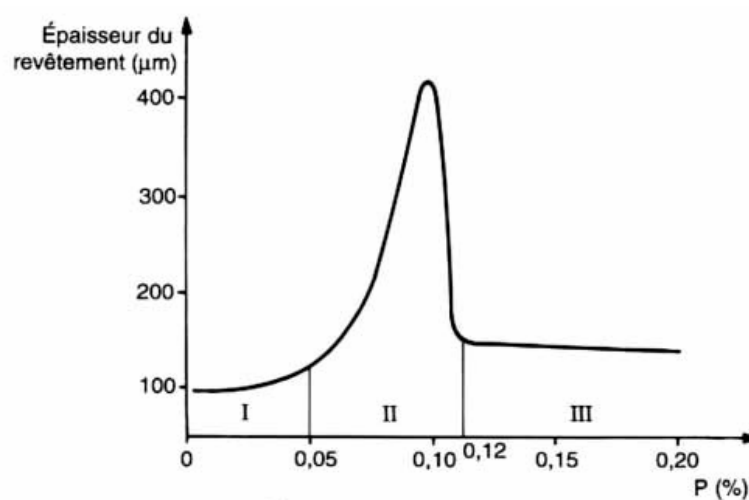


Fig.II.3 Effet du phosphore [41].

II.3.1.3 Influence du carbone :

La présence du carbone dans l'acier augmente la réactivité de l'acier vis à vis du zinc, qui peut conduire à une augmentation importante de l'épaisseur du revêtement d'alliage Fe-Zn.

II.3.2 Qualité de zinc (bain de galvanisation) :

Pour certains usages particuliers, des additions ou ajouts complémentaires de métaux peuvent être demandés, tels que Al, Mg, Ni... etc. Ceci fera l'objet d'une clause spéciale à la commande et leur pourcentage ne sera pas inclus dans le total des matières étrangères. En général, c'est la qualité Zn₇ qui est employée. On peut aussi utiliser d'autres bains faiblement alliés. La composition chimique des types normaux de zinc en lingots est donnée dans le tableau II.3 (norme NF A 55-101) [13][26].

TABLEAU.II.3 Composition chimique du zinc [09].

Désignation des types normaux	Teneur minimale en zinc (%en masse)	Matières étrangères (%)						
		Pb	Cd	Fe	Sn	Cu	Al	Total e
Z9	99,995	0,003	0,003	0,002	0,001	0,001	0,005	0,005
Z8	99,95	0,03	0,02	0,02	0,001	0,002	0,005	0,05
Z7	99,50	0,45	0,15	0,05	-	0,005	0,01à0,02	0,50
Z6	98,50	1,4	0,20	0,05	0,5	0,03	-	1,52
Z5	98	1,6	0,25	0,08	0,5	-	-	2,25
Z4	97,75	1,75	0,25	0,10	-	-	-	

II.3.2.1 Influence de l'aluminium :

L'aluminium est élément d'addition extrêmement important dans le bain de zinc lors de la galvanisation, car il joue, d'une façon très sensible, sur la prise de zinc et sur l'aspect du revêtement. Une teneur de 0,1 à 0,2% d'aluminium dans le bain est suffisante pour ralentir suffisamment la vitesse d'attaque de l'acier par le zinc de telle sorte que l'on obtienne des couches très fines et régulières de phase intermétalliques assurant ainsi une bonne cohésion de l'édifice (revêtement)[37].

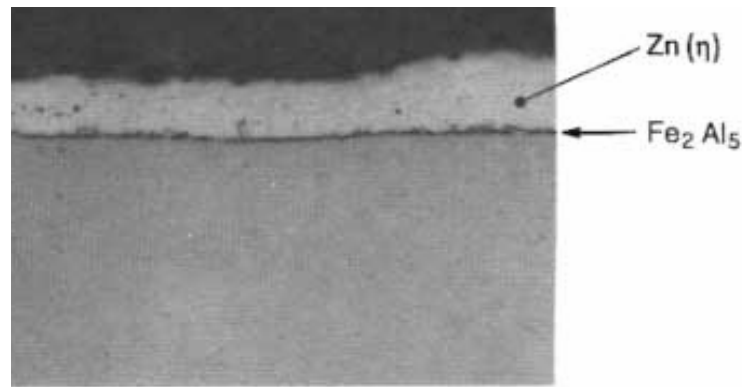


Fig.II.4 Revêtement galvanisé : bain Zn + 0,16% Al [41].

II.3.2.2 Influence du plomb :

L'ajout du plomb intentionnellement au bain de zinc modifie l'aspect extérieur du revêtement. Il permet à la couche de se solidifier sous forme de grands cristaux à fleurs. Ces dernières sont des cristaux d'eutectiques se forment lors du refroidissement à 318 °C. L'étain favorise également le fleurage, augmente la fluidité du bain et améliore la brillance du revêtement. Si sa teneur dépasse 1%, l'effet de l'aluminium est neutralisé. Il influence la cristallisation de la phase externe et forme un eutectique avec le zinc qui provoquée durant la solidification (par développement de larges fleurs) [40].

II.3.2.3 Influence du cuivre :

Des additions de cuivre jusqu'à 0,8-1% augmentent l'épaisseur du dépôt de zinc et accroissent sa résistance à la corrosion mais augmentent également la quantité de mattes formées. Au delà de ces teneurs, l'influence est plus mitigée sur la prise de zinc [24].

II.3.3 Température du bain de zinc :

La chauffe doit être la mieux répartie possible pour éviter les points chauds. Différents procédés existent :

- ✓ les panneaux de résistances radiants (chauffage électrique) ;
- ✓ les brûleurs radiants (fuel, gaz naturel) ;
- ✓ la convection forcée (air chauffé par des brûleurs)

L'effet de la température du bain sur la réactivité est plus ou moins notable suivant la nature de l'acier. En général on constate une croissance quasi linéaire de la réactivité entre 420 et 480 °C, puis en accélération plus ou moins nette vers 500-520 °C (changement de phase)[12].

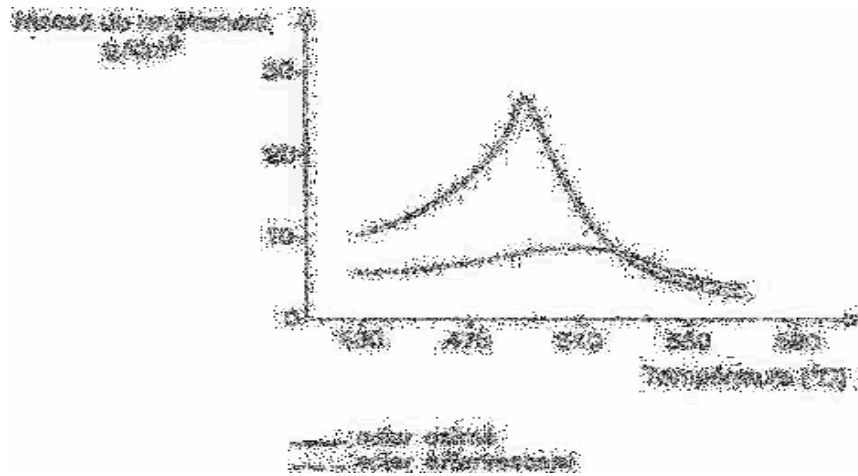


Fig.II.5 Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc [41].

La plupart des réactions chimiques mises en cause lors de la galvanisation (réactivité Fe-Zn), sont thermiquement activées. Pour réduire la formation des mattes, des oxydes... on a donc intérêt à travailler à la température la plus basse possible compatible avec une fluidité correcte du bain. La fourchette classique est 445 à 460 °C et celle dangereuse se situe entre 490 et 530 °C où la réaction fer-zinc est très intense avec formation de mattes importante et d'un revêtement épais et fragile. Aux températures supérieures, la tenue des creusets (métalliques) est fortement réduite [15].

II.3.4 Durée d'immersion :

En pratique la durée d'immersion d'une pièce à galvaniser doit être fonction de sa forme et surtout de l'épaisseur de l'acier utilisé. Elle doit être suffisamment longue pour que l'échange thermique complet puisse se faire entre la pièce à galvaniser et le bain de zinc fondu. Lorsque cette durée est très courte, mais suffisante pour que la prise de zinc puisse se faire, un poids de zinc sera retiré par la pièce qui sera supérieure au poids courant retiré par cette même pièce avec une durée d'immersion plus grande permettant l'échange thermique complet [12]. Si l'immersion de la pièce est prolongée au-delà de la durée nécessaire pour l'échange thermique total, un abaissement de poids se produit du fait qu'une partie de l'alliage fer-zinc se formant pendant l'immersion par diffusion, peut, surtout dans le cas de températures de galvanisation élevées.

On peut dire que , dans la plupart des cas, pour une température donnée, une qualité de zinc donnée, et une vitesse de retrait semblable, l'augmentation de la durée d'immersion peut provoquer une augmentation de poids du dépôt et de la couche d'alliage fer-zinc[12].

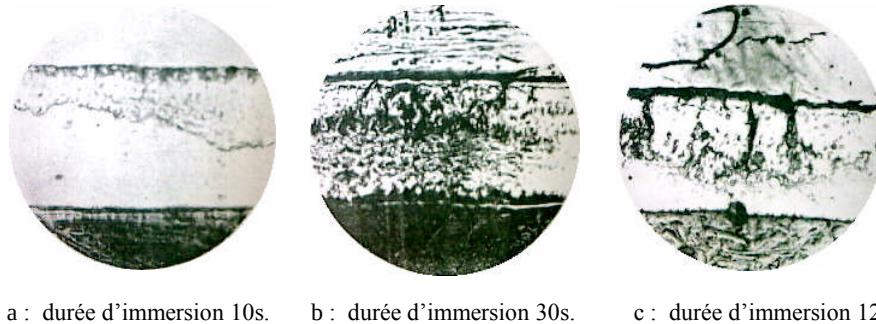


Fig.II.6 Action de la durée d'immersion sur la structure de revêtement [11].

La figure.II.8 présent l'influence d'une durée d'immersion sur le poids de zinc déposé, la figure.II.8 (c) montrent l'évolution de la couche d'alliage Fe-Zn pour le premier cas figure.II.8

(a) qui présente une durée de contact de 12 fois plus moins, la phase Γ et la phase δ de la couche de galvanisation sont bien visibles [09].

II.3.5 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 [10].

✓ 1° Effet sur la teneur en fer

Lorsqu'une pièce sort du bain de galvanisation, et jusqu'à son refroidissement aux environs de 300°C, 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, pour une température de galvanisation assez élevée et une durée d'immersion suffisante, peut arriver à la surface du revêtement et constitue ce qu'on appelle des taches de chaleur, 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

pylône rie) et l'inaptitude à l'emboutissage. On voit que l'intérêt d'un refroidissement rapide empêchant la diffusion du fer [41].

✓ 2° 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 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 [41].

II.4 Matériel de galvanisation :

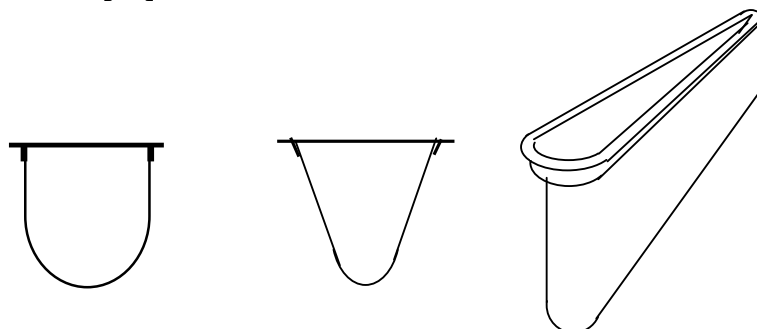
La partie la plus importante d'une installation de galvanisation, est la cuve de galvanisation,

II.4.1 Cuves de galvanisation :

Elles sont soit en fer, qualité *fer Armco* ou en acier doux de préférence ; la structure de métal doit être aussi homogène que possible. L'épaisseur de l'acier choisi doit être de 20 à 50 mm.



Fig.II.7 Cuves de galvanisation



Le volume de la cuve obligeant, lorsqu'il est important, à utiliser de fortes épaisseurs. Les cuves de 20 mm d'épaisseur sont, en général, des cuves de petites dimensions, telles celles utilisées en tréfilerie où les chocs thermiques sont, de plus, très rares. Les cuves de contenance moyenne (30 à 50 tonnes de zinc) sont en acier d'une épaisseur de 30 à 35 mm. S'il est nécessaire d'avoir une cuve d'épaisseur suffisante pour l'usure, il est utile également, au point de vue transmission de chaleur, que cette épaisseur ne soit pas exagérée [12]. Les parois des cuves sont soudées ; elles doivent comporter le moins de soudures possibles, et celles-ci doivent être situées sur les plats et non aux angles, afin d'éviter les ruptures. Un autre facteur devant déterminer l'épaisseur de l'acier de constitution d'une cuve, est le régime auquel elle sera soumise, car de là dépend son usure plus ou moins rapide, et les possibilités de percement[12]. La température de travail étant de 450°C par exemple, suivant le rendement horaire qui sera demandé, il y aura plus ou moins de surchauffes ; si elles sont nombreuses le percement sera rapide. Il est évident qu'il est de toute nécessité de maintenir le zinc absolument liquide à la galvanisation et d'éviter un abaissement de température notable du bain qui aurait pour effet d'augmenter sensiblement l'épaisseur du revêtement. Il faut donc surveiller le régime thermique de la cuve et faire un apport de calories plus grand suivant la nécessité.

Cet apport de calories a pour effet, si la température de l'acier se trouve portée à 500°C ou plus, de provoquer la fonte de la couche d'alliage zinc-fer qui la tapisse, cette sorte de croûte protège la cuve contre l'action directe du zinc ; Sa teneur en fer est de 1 à 2% sur la face coté zinc, et va jusqu'à 10% de fer et au-delà sur la face coter cuve. Des fusions de cette couche à intervalles trop rapprochés amènent une usure rapide de la cuve. Contrairement au régime thermique régulier, sans surchauffe [10] [09].

Amènera une usure de la cuve uniquement par diffusion des couches d'alliage sans mise en contact brusque de l'acier avec le zinc. Tout ceci peut expliquer pourquoi des cuves de galvanisation durent parfois 6 ans et plus, la durée moyenne étant de 2 ans, et pourquoi on enregistre parfois des crevaisons après 6 mois d'usage. La forme des cuves est, en général, d'un même type. Elles doivent être assez profondes pour que les pièces galvanisées ne touchent pas pendant leur circuit dans la cuve, la couche des mattes dans ce cas sont rassemblées au fond. La largeur et la longueur des cuves doivent être calculées pour que la révolution des pièces ou leur circulation puisse se faire aisément. La longueur est différente suivant le procédé de galvanisation (à sec ou humide) utilisé, Dans le procédé humide il faut tenir compte de la nécessité de partager la surface de la cuve en deux fractions par un écran, ce qui diminue la moitié de longueur de la cuve [09]. En général, les cuves ont une profondeur de 1m minimums, ceci pour les articles courants ; des profondeurs plus importantes peuvent être nécessaires pour

des objets comme les fûts de grandes dimensions. Cette profondeur peut également être notablement diminuée pour la galvanisation des fils. Les cuves de galvanisation sont enfoncées dans une chambre de chauffe de façon que la partie supérieure de la cuve dépasse d'environ 30 cm le niveau du sol. Il est nécessaire qu'elles soient soutenues par un massif de béton d'au moins 30 cm et que des soutiens en briques réfractaires soient placés aux intervalles réguliers lorsque les cuves présentent une grande longueur (il existe des cuves qui mesurent jusqu'à 16m de long pour la galvanisation des pylônes)[12].

II.4.2 Creusets en graphite :

Il peut se faire que dans certaines galvanisations, par exemple en boulonnerie, il y ait intérêt à galvaniser à 470-480 °C, même au-delà. Dans ce cas la cuve en acier présente certains inconvénients, elle n'a qu'une durée très faible, et sa dissolution dans le zinc vient augmenter encore la teneur importante en fer déjà importante du fait de la température élevée [12].

II.4.3 Cendres :

Les cendres sont des oxydes de zinc formés par l'action de l'oxygène de l'air sur le zinc fondu, et mélangés à des chlorures provenant de la remontée des sels de flux qui ont rempli leur fonction de protection ; la fin de la remontée des cendres après immersion peut servir d'indice pour indiquer la fin de la galvanisation. Les cendres peuvent contenir également de l'alumine lorsque l'on travaille en bain aluminé ; cette alumine qui se rassemble à la partie supérieure du bain aluminée est plus rapide que la consommation de zinc [09].

II.5 Conclusion :

Nous avons, dans ce chapitre, présenté la méthode de revêtement par galvanisation à chaud, (principale opération de galvanisation, influence des différents éléments sur le bain et le substrat lui même, procédée et matérielle de galvanisation). Le problème majeur, qui fait actuellement l'objet de nombreuses recherches, concerne la composition chimique du bain de galvanisation, nature de l'acier de substrat, temps de traitement (temps d'immersion, et traitement thermique après galvanisation pour améliorer la couche de dépôts, et autre), qui est traitée dans le partie expérimentale.

Chapitre III

Procédé expérimentale

Chapitre III

Stratégie et procédures expérimentales

III.1 Introduction :

Dans ce chapitre nous allons présenter les principales techniques en vue d'obtenir une couche de galvanisation sur du substrat en acier. Nous allons caractériser ensuite les revêtements. Les différents procédés expérimentaux utilisés sont :

- ✓ Technique de préparation des échantillons ;
- ✓ Technique de déposition d'une couche de galvanisation conditionnée par des paramètres choisis qui sont :
 1. Nature de l'acier de substrat ;
 2. Temps d'immersion ;
 3. Composition chimique du bain de galvanisation.
- ✓ Contrôle de l'épaisseur de la couche déposée ;
- ✓ Technique de caractérisation des produits obtenus.

III.2 Matériaux :

Les aciers à revêtir ont été fournis par l'unité d'annabib de *Bordj Bou Arrerdj*. Ils peuvent être utilisés, après avoir revêtu, comme des tubes et des accessoires d'arrosage en pivot. Les échantillons de dimensions 20mm de largeurs, 40mm de longueurs et de 4,5 mm, 4mm, 2mm d'épaisseur successivement pour les aciers (3C, E24, ES). Les compositions chimiques de substrat sont validées par spectroscopie à électrons, et données dans le tableau III.1.

TABLEAU.III.1 Composition chimique des matériaux utilisés (En pourcentage%)

Elément	C	Si	Mn	P	S	Mo	Ni	Al	Fe
3C	0.25	0.12	0.21	0.004	0.013	0.01	0.03	0.0715	99.16
E24	0.05	0.00	0.21	0.003	0.008	0.01	0.02	0.0644	99.56
ES	0.09	0.02	0.35	0.006	0.006	0.01	0.01	0.0668	99.38

Les échantillons ont été prélevés d'une tôle. Plusieurs échantillons obtenus après avoir passer la tôle d'acier à l'opération de mise en forme (découpage). Le substrat d'acier à revêtir sont dressés puis rectifiés pour éliminer les bavures.

III.3 Préparation des échantillons :

III.3.1 Polissages des surfaces du substrat :

La préparation du substrat comporte un polissage mécanique sur chaque échantillon à l'aide des papiers abrasifs (180, 320, 500, et 1000), la durée de chaque opération est d'environ deux minutes.

III.3.2 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 [21] [38]. Nous examinons la galvanisation sous cet angle, en conséquence, on indiquer toutes les opérations utiles ou nécessaires au traitement préalable de surface, ainsi la meilleure façon de les réaliser. Ces opérations sont, dans l'ordre suivant :

1. Dégraissage ;
2. Rinçage ;
3. Décapage ;
4. Rinçage ;
5. Fluxage ;
6. Préchauffage ;
7. galvanisation [33]

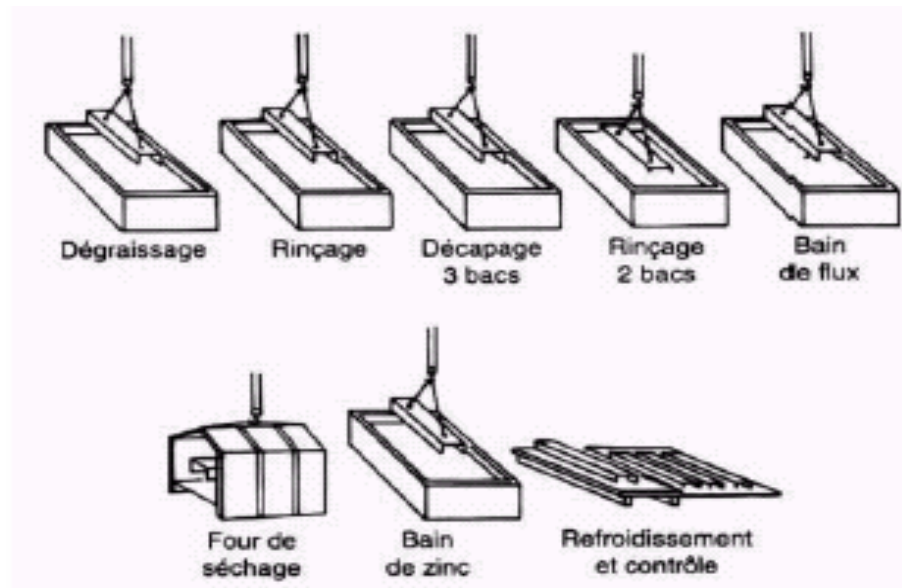


Fig.III .1 Déroulement de pré-traitement [41].

III.4 techniques de déposition :

Les échantillons ont été galvanisés par immersion dans le bain de zinc, dont la température est maintenue à 450°C, dès que les pièces séchées.

L'immersion se fait peu à peu dans le bain (on risque de l'explosion de zinc quand il touche une pièce humide. Les différents paramètres étudiés sont :

- ✓ Temps d'immersion :

Quatre temps d'immersion 5 min, 10 min, 15 min, et 30 min

- ✓ Nature de l'acier du substrat :

Trois matériaux, 3C, E24, et ES.

- ✓ Composition chimique du bain de zinc :

Quatre compositions choisies indiquées sur le tableau III.2.

TABLEAU.III.2 composition chimique des différents bains de zinc.

Elément	1 ^{er} composition	2 ^{eme} composition	3 ^{eme} composition	4 ^{eme} composition
Zn	93%	93%	93%	93%
Pb	5,8%	5,72%	5,67%	5,62%
Al	0,02%	0,1%	0,15%	0,2%
Impuretés	1,18%	1,18%	1,18%	1,18%

La combinaison de différents paramètres étudiés (temps d'immersion, nature du substrat, composition chimique du bain), sont indiqué sur le tableau III.3. On a attaché les échantillons dans un fil d'acier, (4 groupes de 3 échantillons). Pour le premier bain, on retire le premier group d'échantillon du bain dans des 5 minutes, la deuxième dans 10 minutes, et finalement à 30 minutes. Nous avons effectuée les mêmes opérations pour chaque les autres bains. Le refroidissement est effectué à l'air pour tous les échantillons.

TABLEAU.III.3 combinaison de différents paramètres étudiés

Réf	Durée d'immersion	Nature du substrat	Composition Chimique du bain
1	5min	3C	1 ^{er} composition
2	5min	E24	
3	5min	ES	
4	10min	3C	1 ^{er} composition
5	10min	E24	
6	10min	ES	
7	30min	3C	1 ^{er} composition
8	30min	E24	
9	30min	ES	
10	10min	3C	2 ^{eme} composition
11	10min	3C	3 ^{eme} composition
12	10min	3C	4 ^{eme} composition

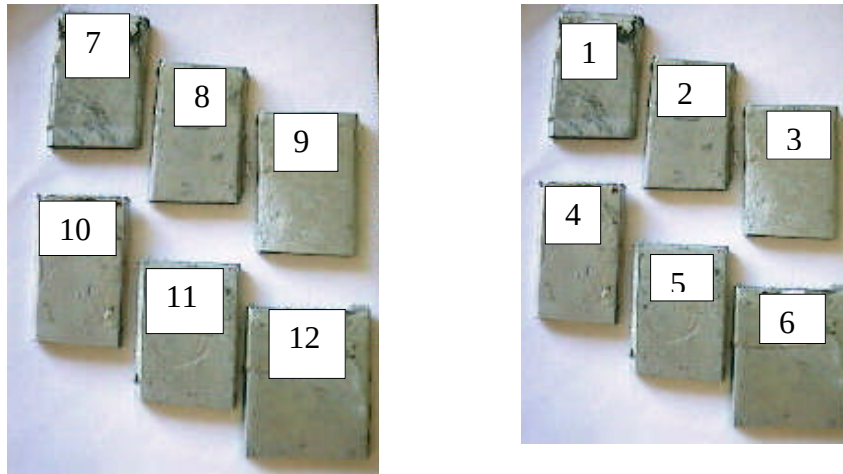


Fig III.1 échantillons galvanisés

III.5 Contrôle de l'épaisseur de la couche déposée :

Vu l'importance de ce paramètre, il existe un très grand nombre de méthodes de mesure pouvant être utilisées. La plupart d'entre eux sont basées sur les propriétés électriques, magnétiques, et électromagnétiques des dépôts. Pour notre cas on a mesuré l'épaisseur de la couche de chaque échantillon à l'aide d'un appareil (NEO-DERM-MITUTOYO). Le principe de fonctionnement de cet appareil est basé sur les propriétés magnétiques de dépôts.



Fig.III.2 l'appareil de mesure

III.6 Technique de caractérisation des produits obtenus :

Après refroidissement, l'étude porte sur la caractérisation des échantillons galvanisés (dépôts). La mise en œuvre et le contrôle des propriétés des revêtements nécessitent une bonne connaissance de la nature chimique et structurale de la surface. Les méthodes d'analyse utilisés au cours de ce mémoire sont la microscopie optique, la diffraction des rayons X et micro dureté vickers. Ces différents types d'analyse révèlent, au point de vue de structure, la présence de différentes phases constituant les composés intermétalliques qui forment les couches de galvanisation. Ces méthodes de caractérisation peuvent aussi contrôler l'épaisseur, de la même façon identifier l'effet des paramètres expérimentaux sur le comportement physique et mécaniques de couche de galvanisation obtenue.

III.6.1 Observations microscopiques :

L'observation microscopique nécessite un polissage fin de la surface ou de la coupe du dépôt à observer. Après découpage avec soin à l'aide d'une scie afin d'éviter un échauffement local de l'interface et une décohésion prématurée du revêtement, les pièces sont placées trois à trois dans un porte échantillon comme le montre la figure.III.3. Afin d'assurer une bonne planéité des bords de l'échantillon lors du polissage, une lame de cuivre est insérée entre les revêtements et les pièces métalliques du montage. Les sections des échantillons ont subi un polissage mécanique et de finition. Le polissage mécanique, obtenu manuellement dans notre cas, vise à rendre les surfaces uniformes. Il consiste à brader la surface, sous une charge constante, à l'aide de papiers revêtus de carbure de silicium (Si) de grade progressif (80, 320, 500, et 1000), montés sur des tourets de polissage dont la vitesse est de 300 tr/min La diminution de la taille des grains d'abrasif d'un papier à l'autre permet d'affiner progressivement l'état de polissage et de diminuer la rugosité moyenne. Pour l'étape de finition, des pâtes diamant de

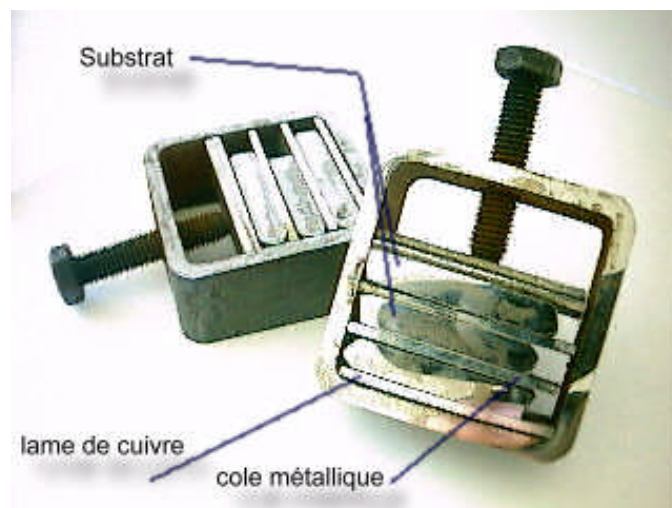


Fig. III.3 polissage des pièces trois à trois.

granulométrie 6, 3, et 1 microns sont aussi utilisés. Le polissage à la main des échantillons se fait selon la séquence suivante de durée environ 5 minutes. Un nettoyage à l'acétone et un séchage par flux d'air chaud termine le polissage mécanique. Le réactif d'attaque utilisé est le nital à 1%, les échantillons est abondamment lavée, puis parfaitement séchée pour être photographié à l'aide d'un microscope (optique).

III.6.1.1 Microscope optique :

Un microscope métallographique optique universel de type ZEISS permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 5 à 1000. Ce microscope s'accompagne d'une caméra, d'un téléviseur ou micro-ordinateur et d'une imprimante de photo. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.



Fig III.4 microscope métallographique optique universel

III.6.1.2 Epaisseur :

Les mesures de l'épaisseur ont été réalisées par analyse d'image en utilisant le mode « distances » avec le logiciel Inspector 2.2. De la société Cimarron Computer Engineering, (Inc). Les valeurs de l'épaisseur obtenues résultent de la moyenne de 20 mesures.

III.6.2 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 diffractomètre 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 $30\text{-}120^\circ (2\theta)$. Le pas de balayage est de $0,02^\circ,80$ pour un temps d'acquisition moyen de 2 heures pour l'identification des composés, 12 heures pour des études plus poussées. 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 collector) permet d'étudier le spectre de diffraction des RX et d'identifier les phases cristallines de l'échantillon à analyser.

III.6.3 Micro dureté :

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 dureté 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 10 à 15 secondes. L'appareillage utilisé est un dirometre BUEHLER MICROMET (hardness tester), qui est équipé d'un pénétrateur diamant Vickers. Les valeurs de dureté obtenues résultent de la moyenne de 05 mesures

III.7 Conclusion :

Nous avons présenté, dans ce troisième chapitre, les diverses techniques utilisées pour obtenir et caractériser des échantillons galvanisés. A partir des travaux présentés dans la littérature, nous avons défini des paramètres de galvanisations permettant d'obtenir une gamme relativement large de caractéristiques (dureté, morphologie, structure,...). Les propriétés des dépôts sont caractérisées par différentes techniques (analyse RX, dureté, etc.) . Ceci nécessite une préparation des échantillons (polissage, nettoyage, rectification,...) dont la procédure a été soigneusement définie. Ce chapitre décrit le dispositif expérimental de galvanisation utilisé pour la réalisation de dépôts d'alliages métalliques.

Chapitre IV

Résultat et discussion

Chapitre IV

Résultat et discussion

IV.1 Introduction :

Les propriétés de dépôt dépendent nécessairement des paramètres de galvanisation qui conditionnent les caractéristiques de dépôts sur le substrat. Température, temps de traitement, l'état de fusion et la composition chimique des matériaux de revêtement et de l'acier de substrat ceux sont les paramètres à traités dans ce travail. La fusion du matériau de galvanisation dépend généralement de sa nature et de sa composition chimique. La température du bain de zinc, joue un rôle prépondérant sur les propriétés des dépôts. Dans ce chapitre, nous présentons successivement les conditions de galvanisation et les mesures produites au cours de caractérisation réalisées sur les revêtements de galvanisation obtenus sur les différents aciers de substrats. Une étude expérimentale a été entreprise afin d'apporter une contribution nouvelle à l'étude des différents paramètres influençant sur la galvanisation à chaud. Dans ce travail, nous allons présenter et discuter les différents résultats obtenus en variant trois principaux paramètres qui sont le temps d'immersion, la composition chimique du bain de galvanisation et la nature de l'acier de substrat. Pour ceci les méthodes de caractérisation utilisées successivement dans cette contribution sont l'analyse métallographique, analyse structurale par diffraction de rayons X et l'analyse par l'indentation Vickers.

IV.2 Analyse métallographique :

IV.2.1 Action de la durée d'immersion :

En pratique la durée d'immersion d'une pièce à galvaniser présente une forte corrélation avec la forme et le volume du matériau de support. Le temps d'immersion doit être suffisamment longue pour que l'échange thermique s'effectue entre la pièce à galvaniser et le bain de zinc fondu. Le poids de zinc retiré par l'acier de substrat au cours de galvanisation pour des faibles temps d'immersion présente en générale des valeurs minimale à cet obtenu pour des temps d'immersion élevés. La forte durée d'immersion favorise la suffisance de l'échange thermique entre le matériau de galvanisation et les aciers de support. Si la durée d'immersion de la pièce dépasse sa valeur nécessaire, une augmentation de poids se produit du fait qu'une partie de l'alliage Fer-Zinc se forme pendant l'immersion par diffusion.

La figure IV-1 représente l'évolution de l'épaisseur de la couche déposée en fonction du temps d'immersion. Nous remarquons que quand la durée de traitement augmente, l'épaisseur de la couche de galvanisation prend des valeurs dans l'ordre croissant.

Le poids de zinc retiré par le substrat augmente proportionnellement avec le temps de galvanisation dans le cas où le composé du bain de galvanisation présente une forte teneur en zinc. Quand ce dernier présente des éléments d'addition notamment l'aluminium et silicium le taux de proportionnalité subit une diminution. Ce type de déposition s'effectue dans l'intervalle de température de 430 à 470° qui présente une condition nécessaire. En dehors de cette plage de température, la condition de proportionnalité relative au poids retiré durant la galvanisation est exempte.

La figure IV-2, IV-3, et IV-4 présente des micrographies obtenues sur des échantillons traités par galvanisation pour des temps d'immersion de 5 min, 10 min et 30 min. Ces figures montrent quand le temps de traitement augmente, l'épaisseur de la couche de galvanisation déposée augmente. Nous constatons que la couche déposée pour un temps d'immersion de 30 min présente une épaisseur 06 fois plus grande qu'à celle traitée à 5min.

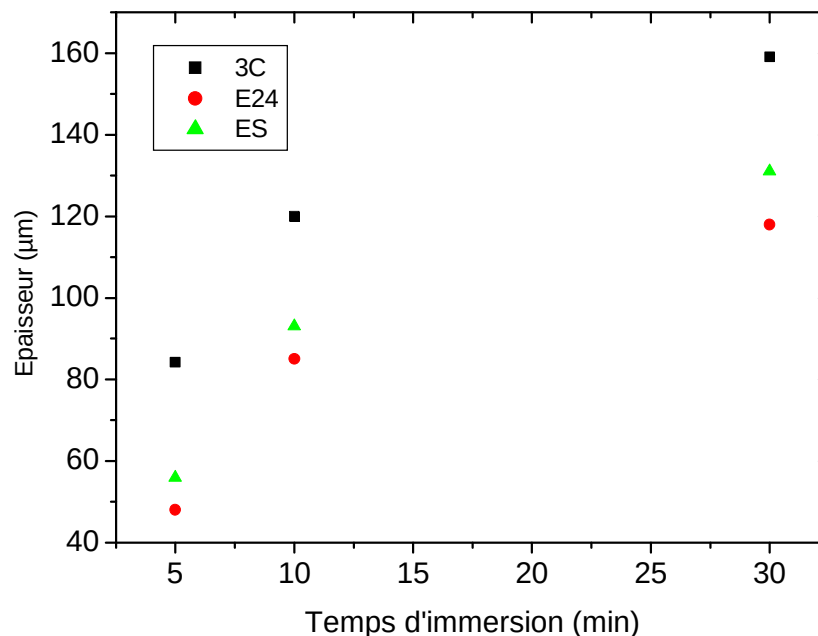


Fig.IV.1. Action de temps d'immersion sur l'épaisseur de la couche de revêtement par galvanisation

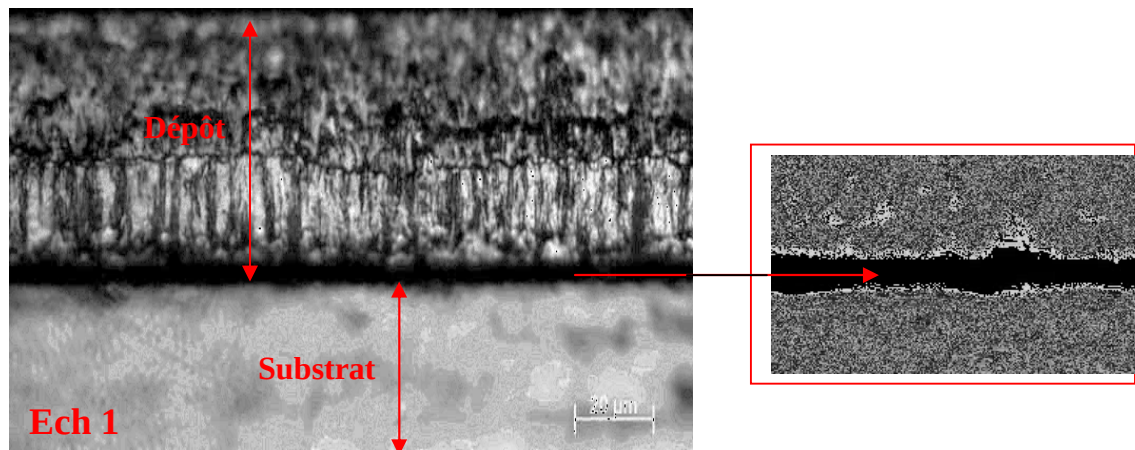


Fig.IV.2 Microstructures de dépôt, durée d'immersion 5 minutes

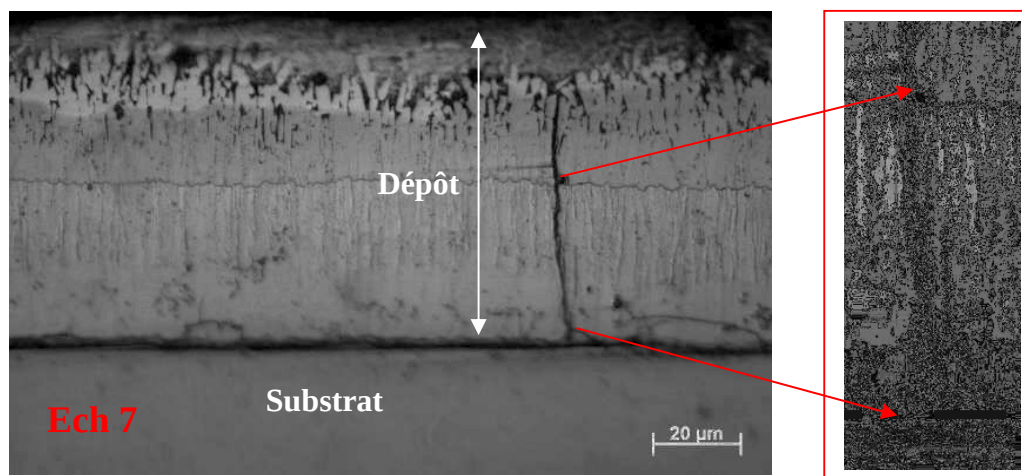


Fig.IV.3 Microstructures de dépôt, durée d'immersion 30 minutes

On remarque que pour la durée d'immersion de 05 minutes, la couche Gamma Γ , et la couche Delta δ sont seuls visibles. Par contre pour la durée d'immersion 30 minutes, la couche Gamma Γ , et la couche Delta δ sont encore visibles mais cette dernière beaucoup plus mince, s'est transformée pour une grande partie en couche Zêta ζ . La couche Eta η de zinc étant beaucoup plus mince. Enfin, des fissures partant de la couche Gamma Γ , arrivent jusqu'à la couche Eta η , facilitant la diffusion, en remarque aussi que l'épaisseur du dépôt augmente.

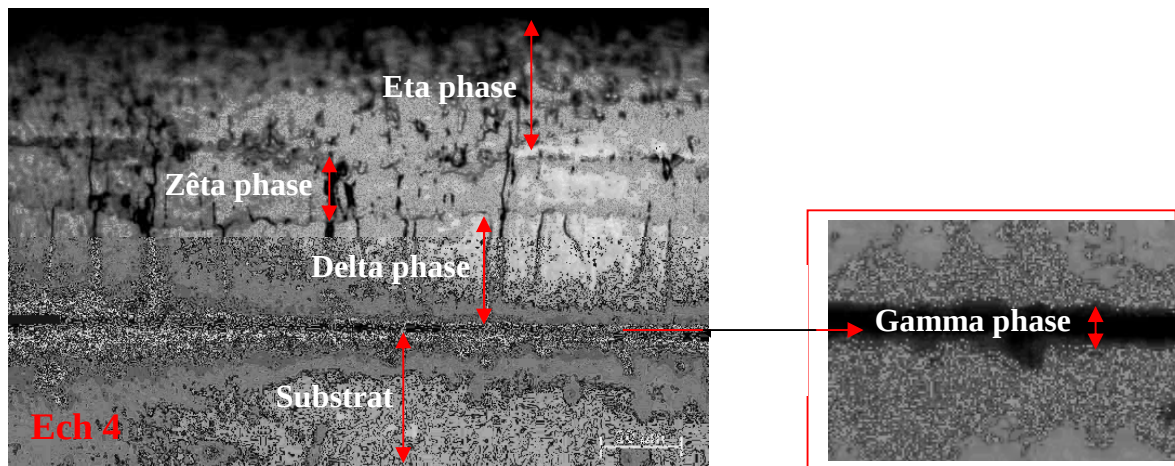


Fig.IV.4 Microstructures de dépôt, durée d'immersion 10 minutes

La microstructure de la couche correspond à l'échantillon traité pour un temps d'immersion de 10 minutes présente les composés Gamma Γ et Delta δ en zones moins large qu'à celle traité 30 minutes.

IV.2.2 influence de la composition chimique du bain de galvanisation :

L'importance des additions d'aluminium en galvanisation n'est pas démontrée. De nombreux chercheurs s'est attaché à étudier ce sujet dans ce travail de mémoire. L'action de teneurs diverses à été examinée. Les effets que produisent, en générale pour les additions d'aluminium sont les suivants :

- Augmentation de la brillance du revêtement ;
- Influence sur le poids de zinc déposé, par rapport au poids déposé sans addition d'aluminium.

Dans la figure (VI.5.A) on remarque que pour une teneur d'addition de 0.02% d'Al aucune conséquence apparue sur la structure de revêtement. Cette dernière garde toujours les mêmes composés intermétallique du système Fe-Zn. L'addition de l'aluminium favorise dans notre cas l'effet de la brillance du revêtement.

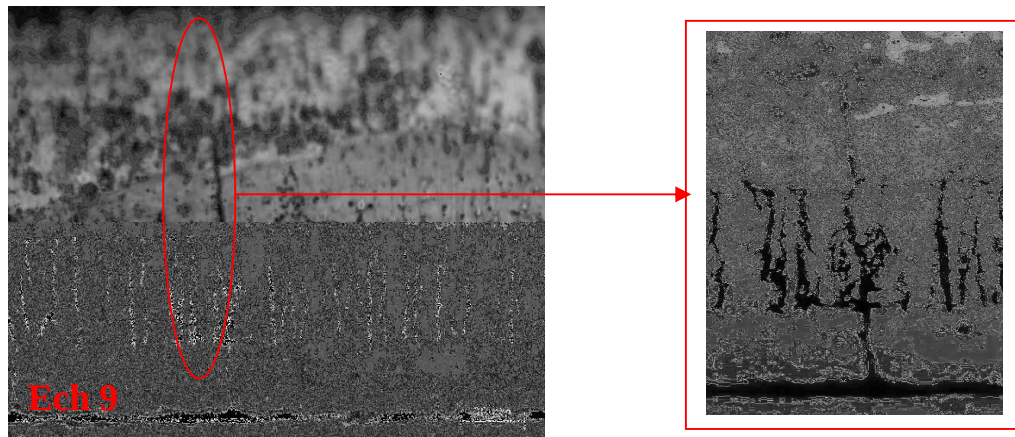


Fig.IV.5.A. Microstructures de dépôt, 1ère composition chimique du bain de galvanisation

Par contre pour une teneur de 0.1% d'Al, l'action de l'aluminium commence à sa faire influencer sur l'épaisseur des couches de galvanisation obtenues. Dans ce cas la formation des alliages métalliques Fe-Al-Zn pourra être effectué, fig (VI.5.B).

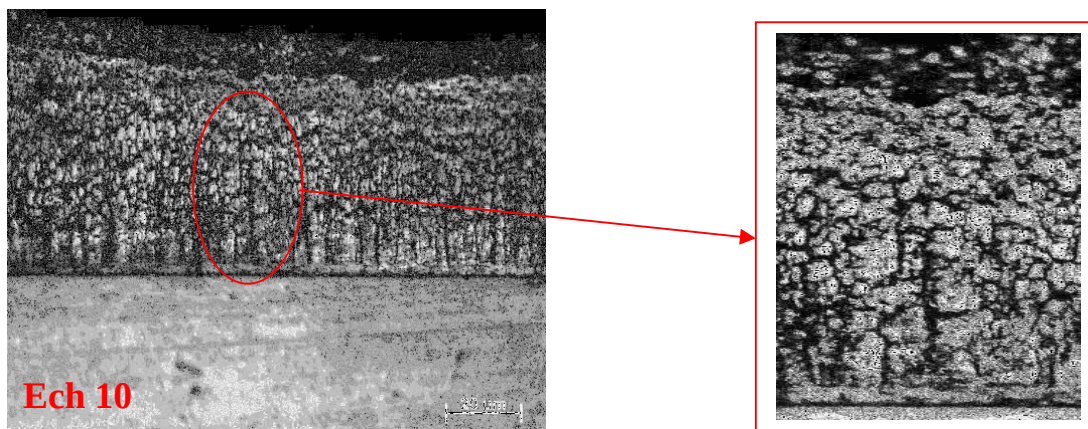


Fig.IV.5.B. Microstructures de dépôt, 2ème composition chimique du bain de galvanisation

La formation primaire de l'alliage Fe-Al, comme barrière qui peut ralentir suffisamment la vitesse d'attaque de l'acier par le zinc. Les composés intermétalliques obtenus par galvanisation dans ce cas présentent des couches très fines et régulières au contact de substrat. Les composés apparus juste après la fine couche précédente ceux sont les couches Delta δ , Zêta ζ , et Eta η .

Pour une teneur de 0.15% d'Al il se produit une couche très fine de type Fe-Al. Une solution solide de Fe-Al-Zn est apparue en superposition de la fine couche Fe-Zn, fig (VI.5.C).

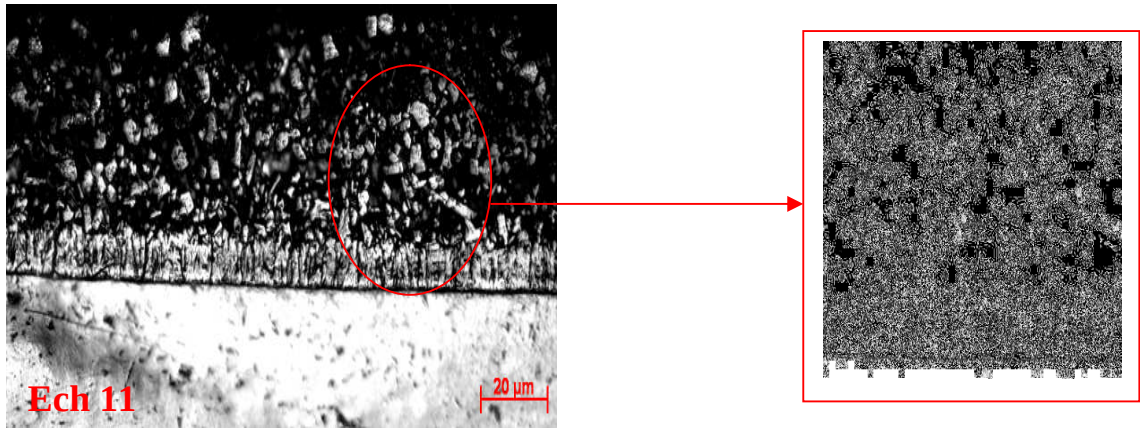


Fig.IV.5.C. Microstructures de dépôt, 3ème composition chimique du bain de galvanisation

La figure (VI.5.D) montre que lorsque la teneur d'addition d'Al dépasse au égale à 0.2% il s'agit de la formation d'un mélange de cristaux solides de composition Fe-Zn-Al.

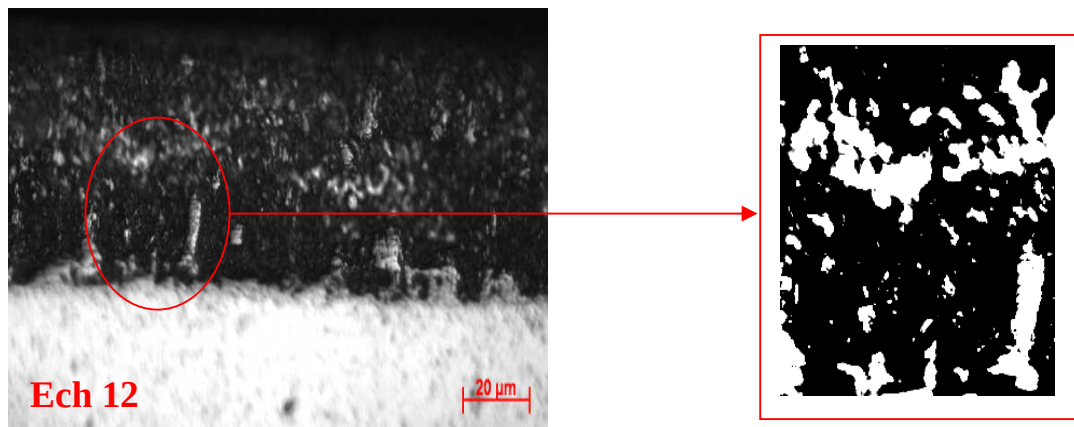


Fig.IV.5.D. Microstructures de dépôt, 4ème composition chimique du bain de galvanisation

La figure IV-6 représente l'évolution de l'épaisseur de la couche de revêtement en fonction la teneur d'aluminium comme élément d'addition. Nous remarquons d'après cette figure que lorsque l'addition de l'aluminium augmente, il y'a une réduction de l'épaisseur du revêtement égale ou supérieure à 50% de l'épaisseur obtenu sans aluminium.

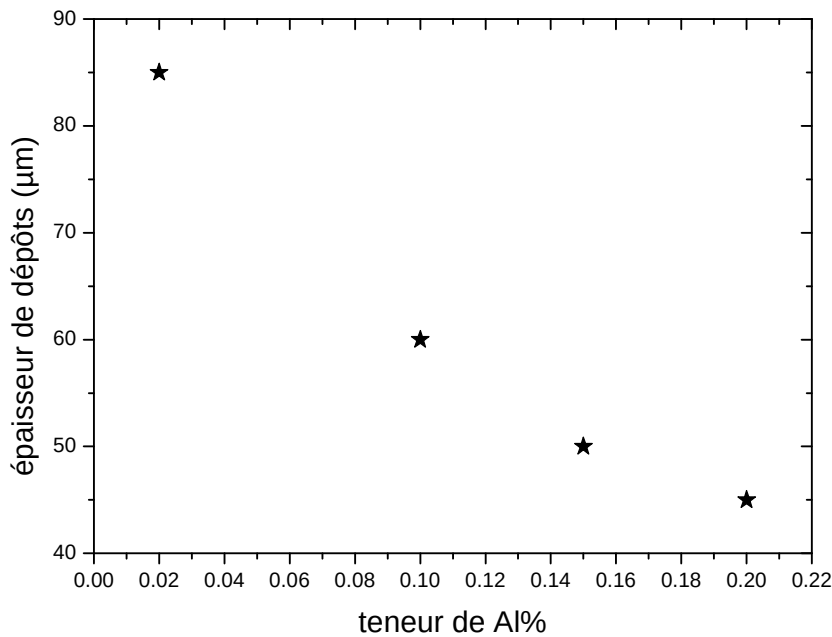


Fig.IV.6 Action de la teneur d'Al sur l'épaisseur de dépôt

IV.2.3 influence de la nature de type de matériaux du substrat :

Lors de la galvanisation, on peut obtenir des revêtements de diverse structure et d'épaisseurs variables sur la seule influence de composition de l'acier, (type de matériaux de substrat). L'élément dont l'effet est le plus connu est le silicium, il a aussi été montré que le carbone à un effet similaire est que l'effet des deux éléments est cumulatif. On remarque que pour le matériaux **E24** (Si = 0.01% et C = 0.05%) figure (IV.7), la formation de couche de galvanisation est mince avec une structure de phase plus régulière, par rapport au matériau **3C** (Si = 0.12% et C = 0.25%), et le matériaux **ES** (Si = 0.025% et C = 0.08%). Les impuretés apparues dans les aciers de substrat conduisent à l'obtention des couches très épaisses avec une structure de phase à grains fins non stratifiée.

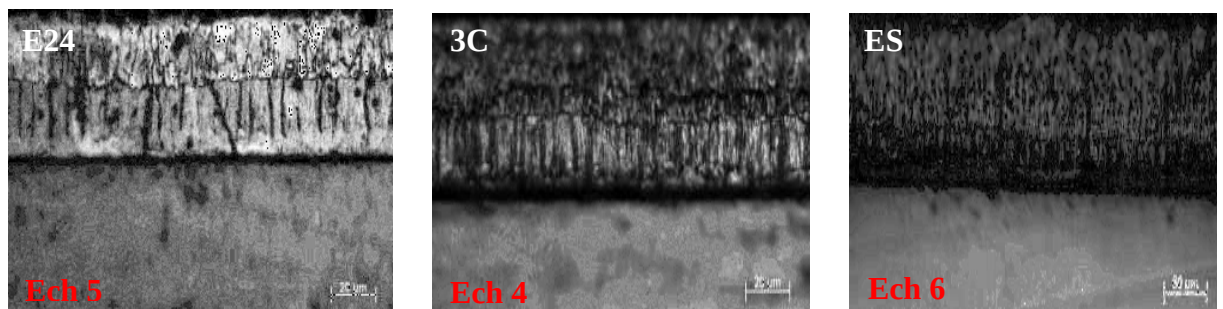


Fig.IV.7 Microstructures de dépôt pour différent matériaux étudié,(substrat)

On remarque aussi que la teneur en carbone augment dans l'acier (substrat), il y a une augmentation de la réactivité de l'acier vis-à-vis du zinc. Ceci conduire à une augmentation importante de l'épaisseur du revêtement d'alliage Fe-Zn.

IV.3 Essai de micro-dureté :

La dureté d'un matériau est généralement considérée comme la résistance de celui-ci à la déformation locale. La méthode la plus simple pour caractériser cette dureté consiste à faire pénétrer dans le matériau étudié un indenteur, de géométrie donnée, et mesurer la surface de l'empreinte obtenue. La dureté est définie comme étant le rapport de la force exercée à la surface indentée. Cette propriété mécanique dépend à la fois des caractéristiques élastiques et plastiques de l'indenteur et du matériau. Nous mesurons dans un premier temps la variation de la dureté de couche (dépôts) sur des sections transversales, et le diagonal de l'empreinte avec la charge (10 gf) pour tous les échantillons. Ces facteurs sont importants d'un point de vue pratique puisqu'il détermine les caractéristiques mécaniques (dureté) de la couche de galvanisation. Nous traçons ensuite les courbes dureté HV en fonction de l'épaisseur de la couche.



Fig. IV . 8. L'empreint

IV.3.1 Action de temps d'immersion sur la dureté des couches formées :

En fonction du temps de traitement, l'épaisseur de la couche (dépôts) varie. Nous constatons sur la figure.IV.9, où sont représentées les variations de la dureté avec l'épaisseur de la couche pour les traitement 5 min, 10 min et 30 min , que lorsque la durée de traitement augmente, la dureté augment d'une manière significative, et peut varier de 459 (traitement 30 min) à 293 (traitement 10 min), et 220 (traitement 05 min), pour une charge constante égale à 10gf.

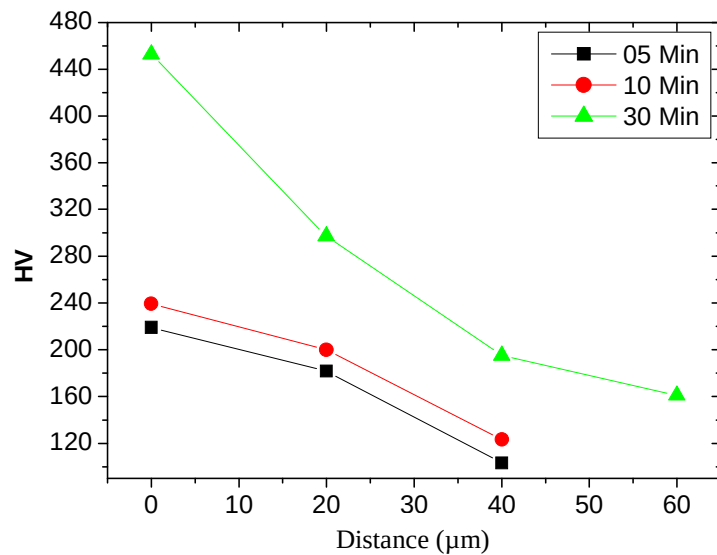


Fig.IV. 9. Influence de la durée du traitement sur la dureté,(matériaux ES) .

Cette augmentation de la dureté avec l'augmentation de la durée du traitement peut être reliée aux observations métallographiques précédentes puisque les couches formées sont soumises à un auto-recuit d'autant plus important que le temps de traitement est long. L'augmentation de la durée de traitement se traduit par une augmentation des contraintes résiduelles, ainsi qu'une grande homogénéité de la structure. En remarque aussi que quelque soit le temps de traitement, et quelque soit le type de matériaux de substrat, les couches de dépôts formées pendant l'immersion à une dureté différents, fig.IV.10, et fig.IV.11. Cette variation de dureté des sous couches de dépôts peut être justifié par la formation des composés intermétalliques Fe-Zn, (fig.IV.4, précédentes).

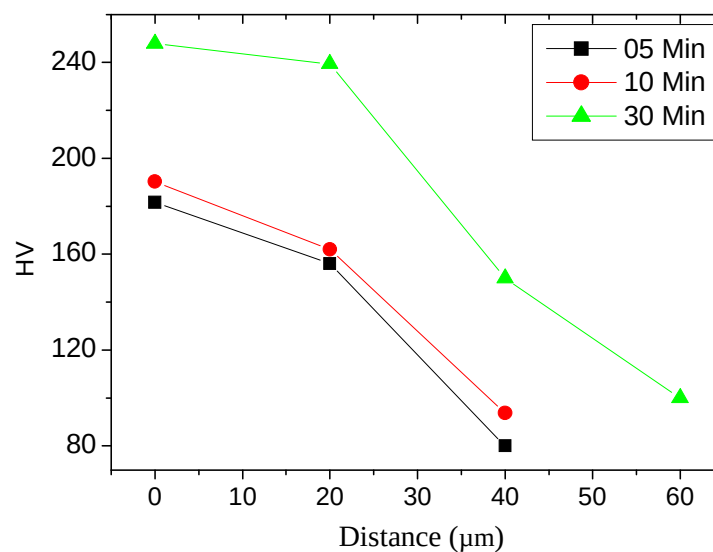


Fig.IV. 10. Influence de la durée du traitement sur la dureté, (matériaux 3C) .

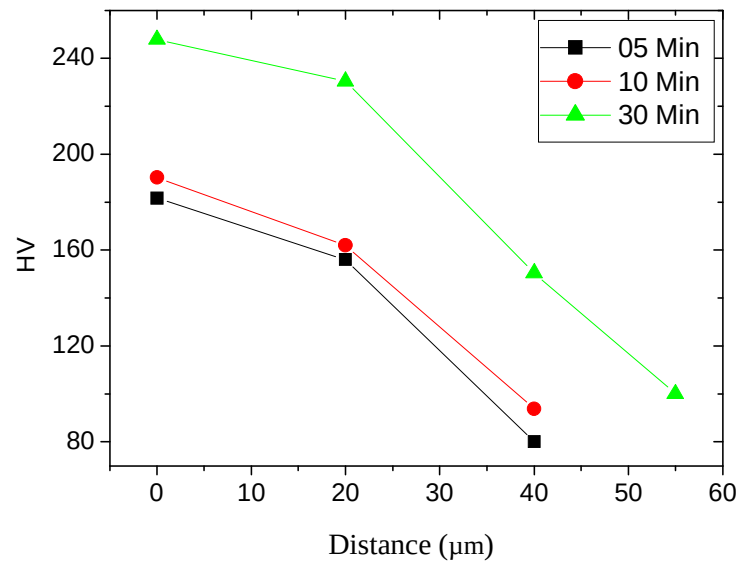


Fig.IV. 11. Influence de la durée du traitement sur la dureté, (matériaux E24).

IV.3.2. Influence du substrat sur la dureté de dépôts :

La nature du substrat à une influence remarquable sur la dureté de la couche de dépôts formé, pendant l'immersion sous l'action des impuretés. L'élément qui a un effet prépondérant est le manganèse. La figure.IV.12, montre l'influence de cet élément sur la dureté de couches de dépôts formé pendant l'immersion. On remarque que le dépôts du substrat de matériaux **ES** (Mn = 0,35%) est plus dure que le dépôts du substrat de matériaux **3C** (Mn = 0,21%), **E24** (Mn = 0,21%) et la dureté varie de 450 à 250 pour une traitement de 30 minute.

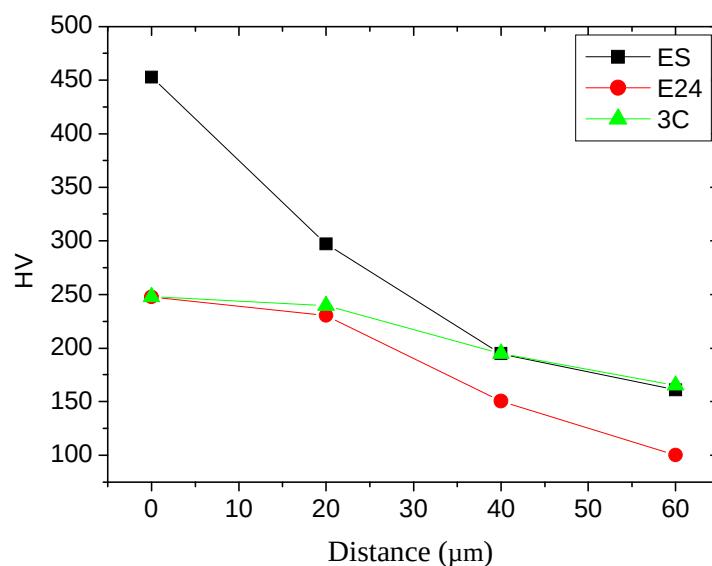


Fig.IV.12. Influence du substrat sur la dureté
Temps d'immersion 30 min

IV. 3.3. Influence du bain de galvanisation sur la dureté :

L'addition de l'aluminium dans le bain de zinc a de nombreuses importances surtout sur les caractéristiques mécaniques (dureté), on remarque que sur la fig. .IV.13, lorsque la teneur de l'aluminium augmente dans le bain, la dureté des couches formées (dépôts), dans ce dernier augmente.

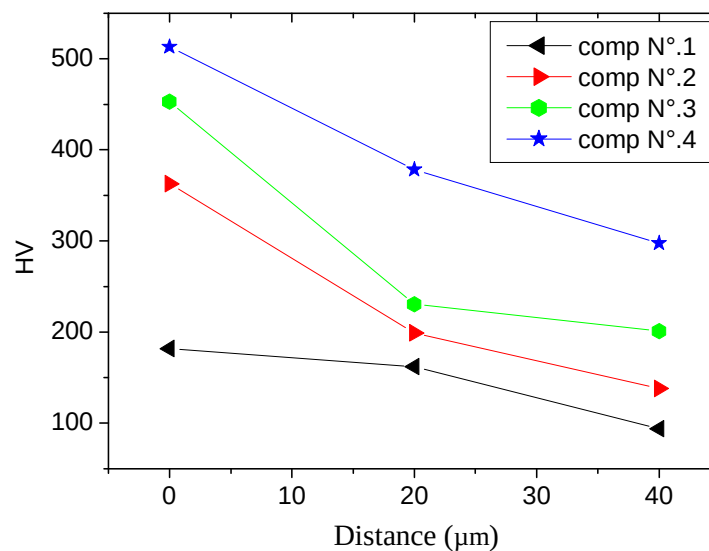


Fig.IV.13. Influence du bain sur la dureté de dépôts
(Composition chimique du bain)

IV.4. Analyse par diffraction de rayon X :

Les analyses 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 téta, et avec des intensités de pic similaires.

IV .4.1. Action de temps d'immersion :

La figure.IV.14 et la figure.IV.15 Présentent les spectres d'analyse par diffraction de rayons X, (substrat E24, traitement 05min, et 30 min). Ces spectres montre la présence des phases indiquées dans les tableaux.IV.1, et .IV.2.

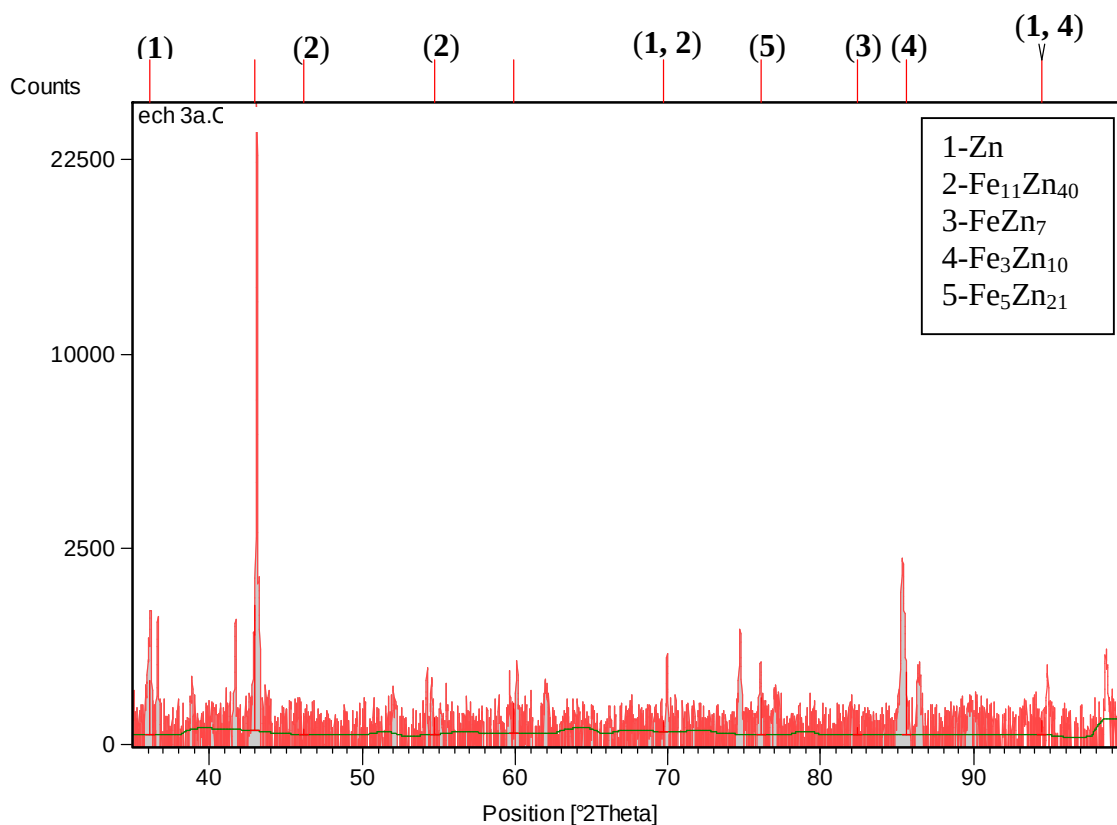


Fig.IV.14. Spectre de diffraction rayon X
(Matériaux E24, traitement 05 minutes)

TABLEAU.IV.1. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (E24, traitement 05 Min).

N°:Pic	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Phase	Composition chimique	Ref. ASTM
01	36.1565	2.48231	Eta	Zn	04-0831
02	42.9702	2.10315	-	-	
03	46.1796	1.96418	-	$\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$	32-0478
04	54.6951	1.67680	-	$\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$	32-0478
05	59.8996	1.54294	-	-	
06	69.7274	1.34756	-	Zn, $\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$	04-0831, 32-0478
07	76.1045	1.24971	Gamma	$\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$	04-0885
08	82.4001	1.16944	Delta	FeZn_7	02-1184
09	85.6267	1.13344	Dzêta	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$	02-1203
10	94.4717	1.04923	—	Zn, $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$	04-0831, 02-1203

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

- dans l'angle : 36.1565, l'apparition de la phase Eta, qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 76.1045,, l'apparition de la phase Gamma , qui le $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$ dont le code est 04-0885 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 82.4001, l'apparition de la phase Delta, qui le FeZn_7 dont le code est 02-1184 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 85.6267, l'apparition de la phase Dzêta, qui le $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$ dont le code 02-1203 dans la fiche ASTM.

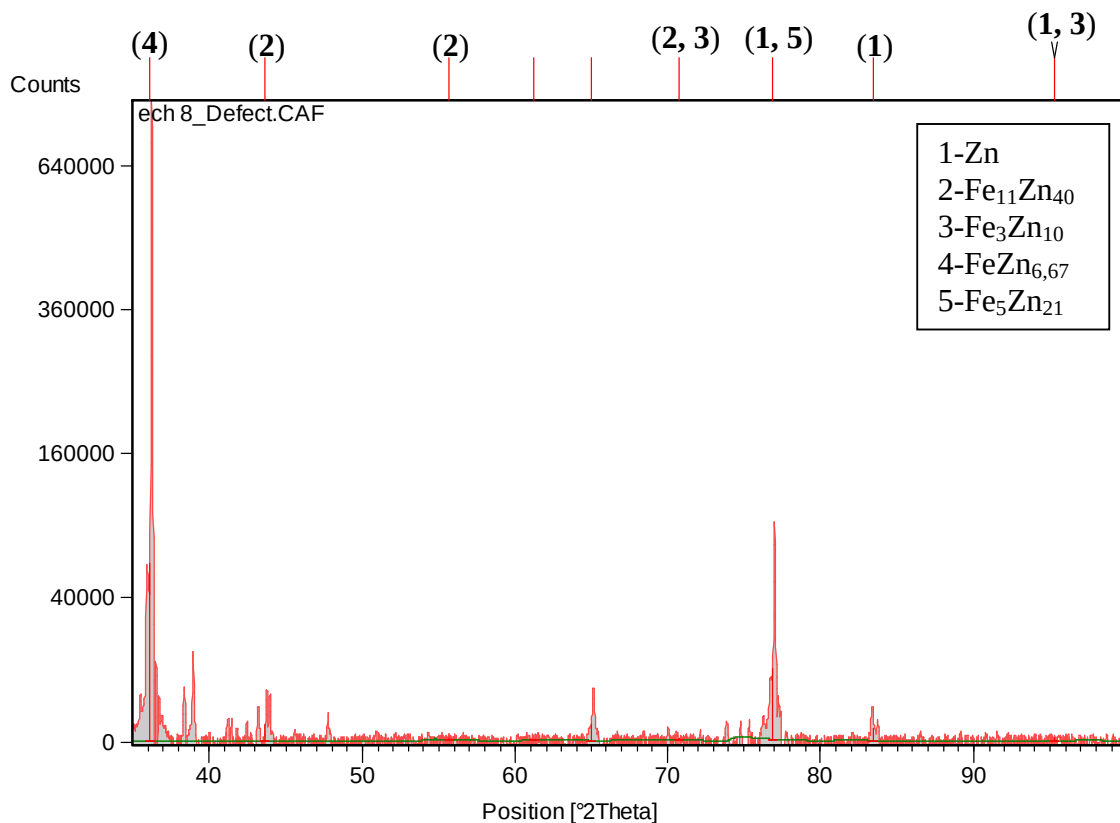


Fig.IV.15. Spectre de diffraction rayon X
(Matériaux E24, traitement 30 minutes)

TABLEAU.IV.2. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (E24, traitement 30 Min).

N° : Pic	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Phase	Composition chimique	Ref. ASTM
01	36.1206	2.48469	Delta	FeZn _{6,67}	45-1186
02	43.6307	2.07283	-	Fe ₁₁ Zn ₄₀	32-0478
03	55.6733	1.64963	-	Fe ₁₁ Zn ₄₀	32-0478
04	61.2076	1.51307	-	-	-
05	65.0238	1.43318	-	-	-
06	70.7991	1.32976	Dzêta	Fe ₃ Zn ₁₀ , Fe ₁₁ Zn ₄₀	02-1203, 32-0478
07	76.8765	1.23908	Gamma	Zn, Fe ₅ Zn ₂₁	04-0831, 04-0885
08	83.4833	1.15700	Eta	Zn	04-0831
09	95.2262	1.04290	Dzêta	Zn, Fe ₃ Zn ₁₀	04-0831, 02-1203

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

- dans l'angle : 36.1206, l'apparition de la phase Delta, qui le FeZn₇ dont le code est 45-1186 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 70.7991, l'apparition de la phase Dzêta, qui le Fe₃Zn₁₀ dont le code est 02-1203 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 76.8765, l'apparition de la phase Gamma, qui le Fe₅Zn₂₁ dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 83.4833, l'apparition de la phase Eta, qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM.

En remarque que pour les deux spectres obtenus dans différents analyse, les phases former dans le bain de galvanisation sont les mêmes, (Eta couche de zinc pur, et les composer intermétalliques Gamma, Delta, et Dzêta), malgré le temps de traitement (immersion) varie de 05 minute à 30 minute, on peut dire que le temps d'immersion n'est pas de grande influence sur la formation des couches de dépôts obtenu par galvanisation.

IV.4.2. Influence du substrat :

Dans la bibliographie [14], la nature de matériaux de substrat n'est pas aussi à un grande influence comme le temps de traitement, les phases former (composition intermétallique) sont les mêmes. La figure .IV.16, et la figure .IV.17, présentent le spectre d'analyse par rayons X des revêtements de galvanisation déposés sur des substrats (3C, et ES). Ceux-ci montrent la présence des phases suivantes, (Eta couche de zinc, Gamma, Delta, Dzêta). La comparaison du spectre RX des deux échantillons (3C, ES), conduit aux même remarque pour le temps de traitement.

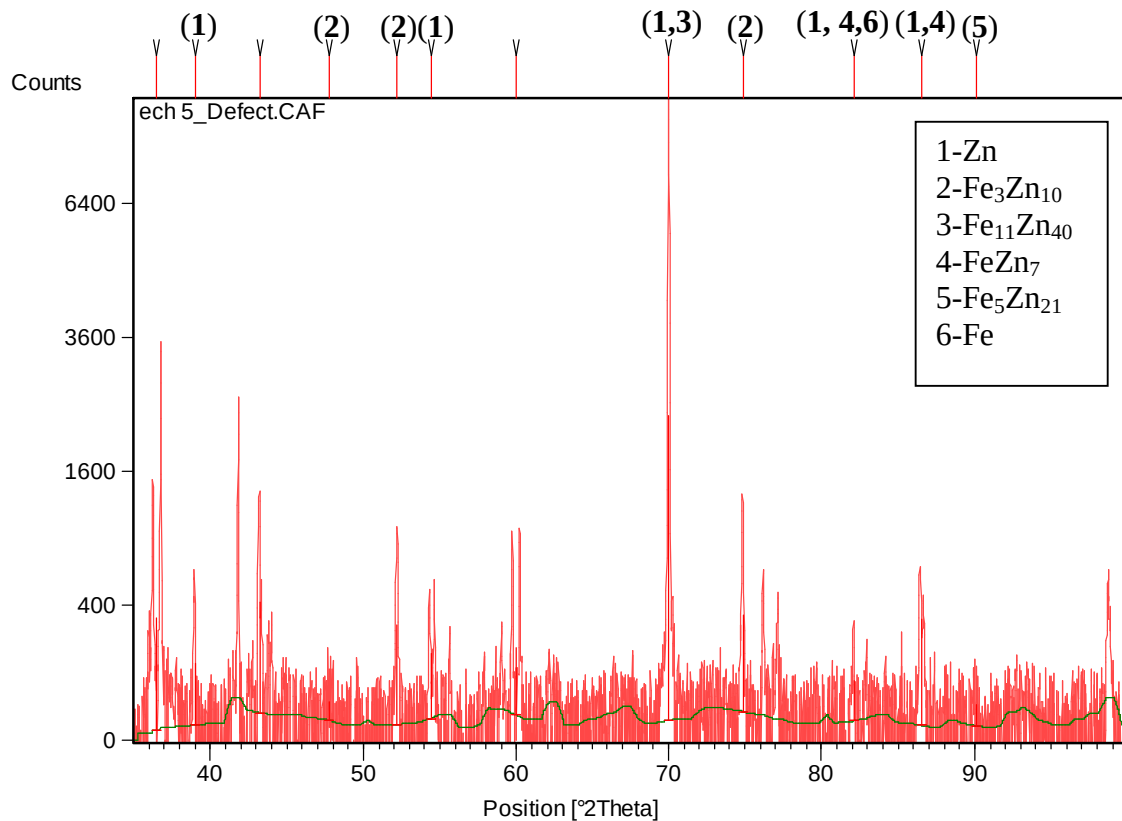


Fig.IV.16. Spectre de diffraction rayon X (matériaux 3C, traitement 10 minute)

TABLEAU.IV.3. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (3C, traitement 10 Min).

N° : Pic	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Phase	Composition chimique	Ref. ASTM
03	47.7196	1.90432	Dzêta	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$	02-1203
04	52.1749	1.75171	Dzêta	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$	02-1203
05	54.3960	1.68531	Eta	Zn	04-0831
07	70.0036	1.34292	-	Zn, $\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$	-
08	74.8813	1.26707	Dzêta	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$	02-1203
09	82.1397	1.17249	Delta	Zn, FeZn_7	02-1184
10	86.5115	1.12410	Delta	Zn, FeZn_7	02-1184
11	90.0770	1.08864	Gamma	$\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$	04-0885

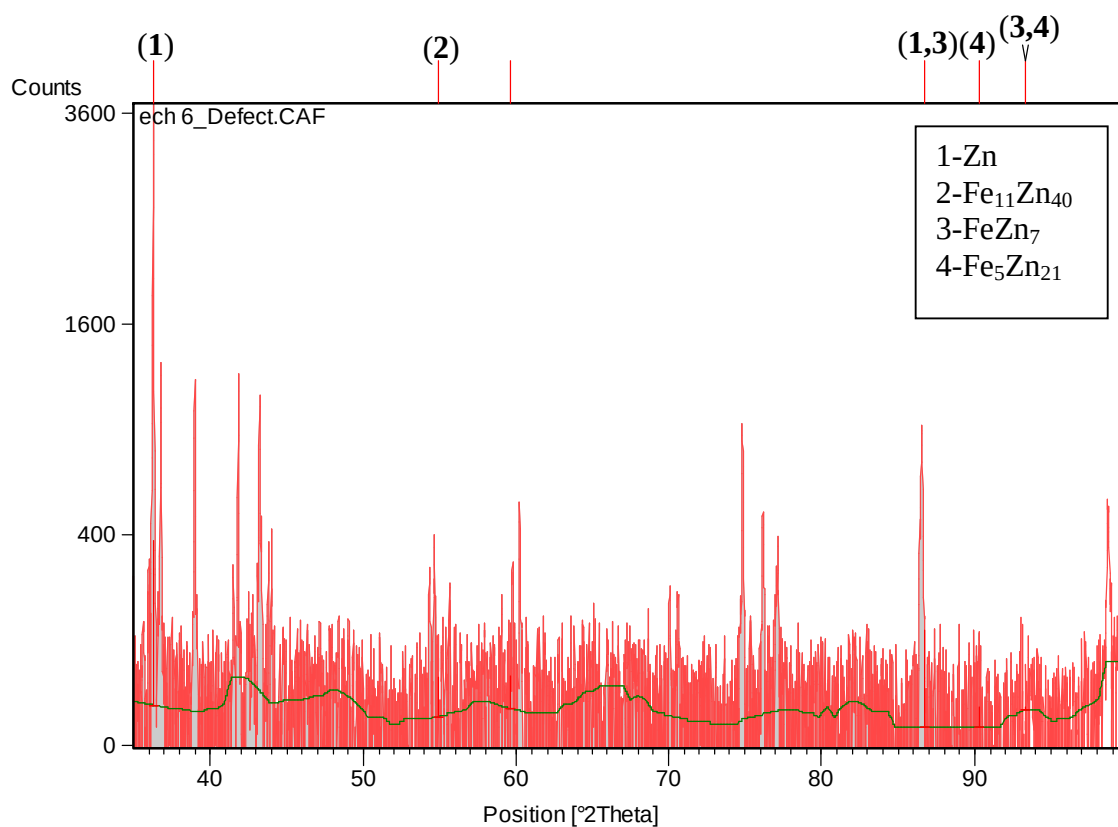


Fig.IV.17. Spectre de diffraction rayon X (Matériaux ES, traitement 10 minutes)

TABLEAU.IV.4. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (ES, traitement 10 Min).

N° : Pic	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Phase	Composition chimique	Ref. ASTM
01	36.2750	2.47447	Eta	Zn	04-0831
02	54.8739	1.67176	-	Fe ₁₁ Zn ₄₀	32-0478
03	59.6339	1.54918	-	-	-
04	86.7324	1.12181	Delta	Zn, FeZn ₇	02-1184
05	90.3271	1.08627	Gamma	Fe ₅ Zn ₂₁	04-0885
06	93.3061	1.05925	-	FeZn ₇ , Fe ₅ Zn ₂₁	-

La comparaison des valeurs des pics obtenues dans les deux spectres (fig.IV.16, et IV.17), avec les fiches ASTM à montre que :

- dans l'angle : 36.2750, l'apparition de la phase Eta, qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 70.7991, l'apparition de la phase Dzêta, qui le Fe₃Zn₁₀ dont le code est 02-1203 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 86.7324, l'apparition de la phase Delta, qui le FeZn₇ dont le code 02-1184 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 90.3271, l'apparition de la phase Gamma, qui le Fe₅Zn₂₁ dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM.

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 nature de matériaux de substrat influent directement sur la dureté sans qu'il à une modification vis à vis à la composition chimique.

IV.4.3 Action du bain de galvanisation :

Le bain de galvanisation additionné d'aluminium, à une grand influence sur la formation des couches (dépôts), par rapport aux couches formé sans aluminium ou bien de faible addition. La figure.IV.18, (pourcentage d'addition d'Al =0,1%), et la figure.IV.18, (pourcentage d'addition d'Al =0,2%), présentent l'influence de l'addition d'aluminium dans le bain de zinc.

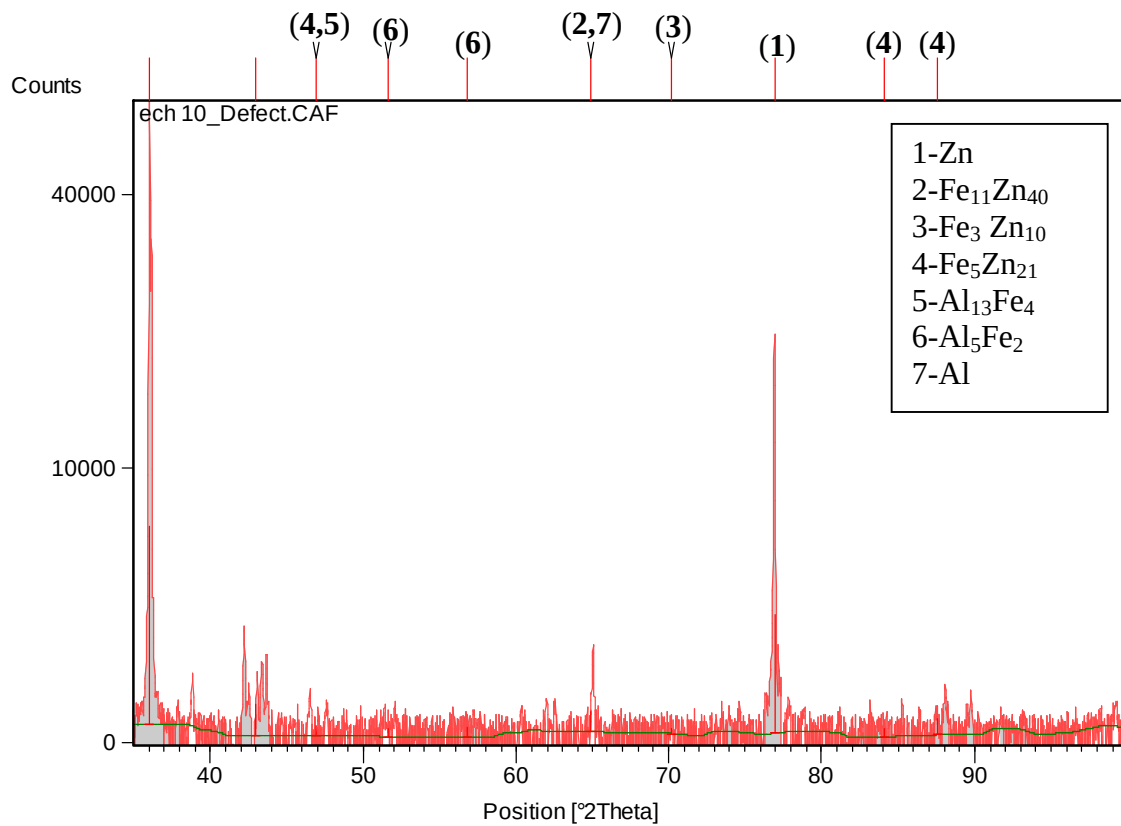


Fig.IV.18. Spectre de diffraction rayon X (Al = 0,1%)

TABLEAU.IV.5. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (Al = 0,1%).

N° : Pic	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Phase	Composition chimique	Ref. ASTM
03	46.9210	1.93486	Composé Fe-Al	Al ₁₃ Fe ₄ , Al ₅ Fe ₂	04-0787, 47-1435
04	51.6497	1.76828	Composé Fe-Al	Al ₅ Fe ₂	47-1435
05	56.7712	1.62031	-	Fe ₁₁ Zn ₄₀	32-0478
06	64.9362	1.43490	Al	Al, Al ₁₃ Fe ₄	04-0787, 29-0042
07	70.1922	1.33977	Dzêta	Zn, Fe ₃ Zn ₁₀	04-0831, 02-1203
08	76.9274	1.23839	Eta	Zn	04-0831
09	84.1124	1.14994	Gamma	Fe ₅ Zn ₂₁	04-0885
10	87.5982	1.11294	Gamma	Fe ₅ Zn ₂₁	04-0885

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

- dans l'angle : 46.9210, l'apparition des composée Fe-Al, qui le $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, et Al_5Fe_2 dont le code est 04-0787, et 47-1435 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 64.9362, l'apparition de l'aluminium, qui le Al dont le code est 29-0042 dans la fiche ASTM ;
- dans l'angle : 70.1922, l'apparition de la phase Dzêta, qui le zinc dont le code est 02-1203 dans la fiche ASTM.
- dans l'angle : 76.9274, l'apparition de la phase Eta, qui le zinc dont le code est 04-0831 dans la fiche ASTM.
- dans l'angle : 84.1124, l'apparition de la phase Gamma, qui le $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$ dont le code 04-0885 dans la fiche ASTM ;

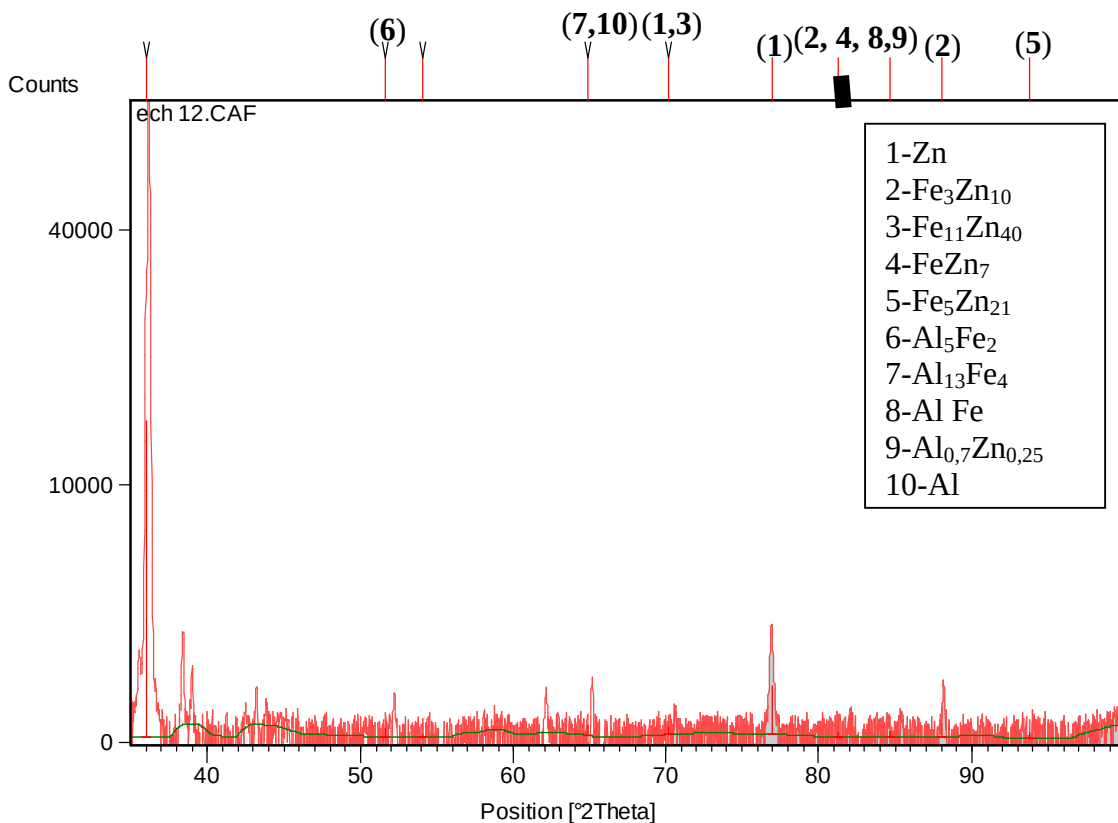


Fig.IV.19. Spectre de diffraction rayon X (Al = 0,2%)

TABLEAU.IV.6. Caractéristique de spectre de diffraction de RX (Al =2%).

N° : Pic	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Phase	Composition chimique	Ref. ASTM
01	36.0545	2.48910	-	-	-
02	51.5966	1.76997	Composer Fe-Al	Al ₅ Fe ₂	47-1435
03	54.0754	1.69454	-	-	-
04	64.9853	1.43394	Al	Al ₁₃ Fe ₄ , Al	29-0042, 04-0787
05	70.1750	1.34005	-	Fe ₁₁ Zn ₄₀ , Zn	32-0478, 04-0831
06	76.9392	1.23823	Eta	Zn	04-0831
07	81.2386	1.18320	-	Fe ₃ Zn ₁₀ , FeZn ₇ AlFe, Al _{0,71} Zn _{0,25}	02-1203 02-1184 33-0020 19-005
08	84.6187	1.14435	-	-	-
09	88.0053	1.10884	Dzêta	Fe ₃ Zn ₁₀	02-1203
10	93.8099	1.05488	Gamma	Fe ₅ Zn ₂₁	04-0885

On remarque que pour les deux figures, lorsque l'addition de l'aluminium augment les composés intermétallique Fe-Zn formés pendant l'immersion sont les mêmes comme dans les figures présidents mais il y à aussi des composés Fe-Al, et Al-Zn former sous l'action de l'addition de l'aluminium, en solution solide.

Conclusion générales

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. Il peut être fortement limité en protégeant la surface de la pièce avec un revêtement dur avec une forte adhérence au substrat et une bonne cohésion. Pour le dépôt est réalisé par galvanisation présentent une microstructure lamellaire. 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 fondu.

Le travail a été mené en deux phases. La première avait pour objectif une meilleure compréhension de l'influence des paramètres de galvanisation (temps d'immersion, et composition chimique du bain de galvanisation) sur les propriétés des dépôts (dureté, adhérence, porosité et teneur en oxydes). Elle a porté sur des dépôts d'acier. La seconde phase a été menée sur trois types de matériaux disponibles. Les matériaux de l'étude sont les, 3C, E24, et ES, alliage à base de fer contenant des impuretés indiquée au chapitre 3.

La seconde phase est de déterminer l'influence des additions (impuretés dans le substrat) sur les conditions opératoires permettant de réaliser des dépôts présentant la meilleure résistance à l'usure et la corrosion. Pour ces 2 étapes, la même approche expérimentale a été suivie. Elle a consisté à Immerger les substrats dans un bain de zinc fondu à la température 460°C, et enfin caractériser des dépôts avec des conditions opératoires sélectionnées à partir de l'étude. Les principaux résultats sont les suivants.

Etude sur le temps d'immersion

Quel que soit le temps de traitement (durée d'immersion), les composés intermétalliques formé pendant la galvanisation sont les mêmes, (Gamma rarement visible, Delta, Dzêta, et la couche de zinc Eta). L'influence des différents temps d'immersion sur la dureté de la couche (dépôts), à un effet sensible, lorsque la durée d'immersion augmente, la dureté augmente ce

phénomène est lié à une plus grande homogénéité du matériau et aussi à l'effet des contraintes résiduelles. On peut dire aussi quand la durée d'immersion augmente, l'épaisseur de la couche augmente surtout pour la phase Delta, et Dzêta.

Etude sur la nature de matériaux de substrat

La composition chimique de substrat a un effet sensible aussi sur la formation des composées intermétalliques et sur l'épaisseur de la couche. Lorsque le substrat contient une impureté de silicium les couches obtenues sont très épaisses avec une structure de phase à grains fins non stratifiée, par contre lorsque le substrat ne contient pas de silicium, les couches de galvanisation obtenues sont minces avec une structure plus régulière. Le carbone aussi a un effet d'augmentation de la réactivité de l'acier et l'épaisseur d'alliage Fe-Zn.

Etude sur la composition chimique du bain de galvanisation

L'effet de composition chimique du bain de galvanisation (addition de l'aluminium), produit en générale l'augmentation de la brillance du revêtement et diminue le poids de zinc déposé, par rapport au poids déposé sans addition d'aluminium. L'augmentation de l'aluminium fait décroître l'épaisseur et vis versa aussi pour la dureté.

La formation des composés intermétalliques changée totalement en comparaison à la formation sans l'addition d'Al (structure non régulière, non stratifiée, et non homogène...).

bibliographie

[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] **Labaiz . 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 com-pound.

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 effervescent, 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).

[26] **Quantin . D, Galdon . F.**

Galvanisation des aciers durs à forte teneur en carbone. Influence de la structure du métal et de quelques éléments d'addition.

IRSID RE 1174, Mémoires et Ét. Scientif., Rev. de Métall., déc. 1986.

[27] **Habraken . L .**

Contribution to a scientific explanation of the metallurgical phenomena occurring in the iron-zinc reaction.

Intergalva 79 EGGA.

[28] **Nishimoto . A, Inagaki . J, et Nakaoka . K .**

Influence de la composition de l'acier sur l'adhérence et la vitesse d'alliage en galvanisation à chaud.

Tetsu to Hagané, vol 65, 9, p. 1404 à 1410 (1982).

[29] **Caceres . P.G, et al .**

Mechanisms of formation and growth of intermetallic layer during hot dip-ping of iron in Zn-3 Al and Zn-6 Al baths.

Mat. Sci. Technol., 2, n o 8, p. 871 à 877, août 1986.

[30] **Bretez . M .**

Rôle du silicium et de l'aluminium dans la réaction Fe-Zn application à la galvanisation des aciers.

Thèse Université de Lille (1986).

[31] **Guttman . H, Belisle . S, et Magne . M .**

The management of continuous galvanizing baths with emphasis on aluminium.

Intergalva, Barcelona EGGA (1991).

[32] **Becht . S, Emmont . M .**

Electrodéposition des métaux nobles.

technique de l'ingénieur, vol M5, M 1625

[33] **Lacourcelle .L .**

Traité de galvanotechnique.

GALVA- Conseils Edition 1996.

[34] **Gidandet . M, Faucheu . J, Tachez . M .**

Formation of black chromate conversion coatings on pure and zinc alloy electrolytic deposits.

Surface and coating technology, vol.89, P.285, 1997.

[35] **Bhushan . B, Gary . S .**

Static evaluation of surface coating for compliant gas bearings in oxidizing atmosphere to 650°C.

Solid films, vol.53, P.313, 331, 1978.

[36] **L . Pawlowski .**

The Science and Engineering of Thermal Spray Coating .

John Wiley & Sons,Ltd.,England, pp198-199, 1195.

[37] **Yoshitaka. A, Masahiro. A.**

Transformation of Fe-Al phase to Fe-Zn phase on pure iron during galvanizing.

Materials Science and Engineering A254, p 305-310, 1998.

[38] **Leveque.R.**

Obtention de revêtement monophasés de carburer des chrome.

Traitement thermique V186, p 33-41, 1984

[39] **Mechel.H, Gautois..M.**

Principe et possibilités d'application industrielle des procédés de dépôts physiques.

Galvano-organo, traitement de surface V544, p 29-223, 1985.

[40] **Vourlias.G, Pistofidis. N, Stergioudis. G, Tsipas. D.**

The effect of alloying elements on the crystallization behaviour and on the properties of galvanized coatings.

Cryst.Res.Technol. V39, p1, 23 –29, 2004.

[41] **Daniele. Q.**

Galvanisation à chaud.

Technique de l'ingénieur, vol M1534. 2005.

[42] **Krepski. R. P.**

the role of interface energies in galvanized coating development.

Solid films Vol 72, p.229-235, 1980.

Annexe

Fiche ASTM

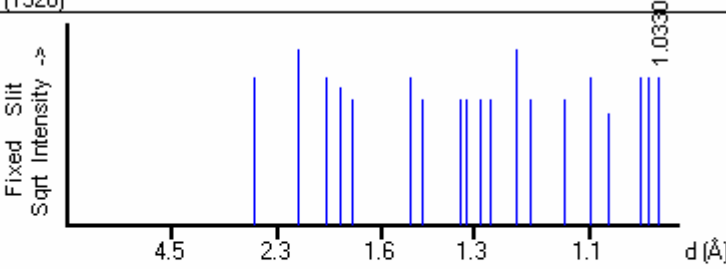
04-0831	Quality: *	Zn
CAS Number:	7440-66-6	Zinc
Molecular Weight:	65.38	Ref: Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 16 (1953)
Volume[CD]:	30.43	
Dx: 7.136	Dm: 7.050	
S.G.: P6 ₃ /mmc (194)		
Cell Parameters:		
a 2.665	b	c 4.947
α	β	γ
SS/FOM: F20=55(.0182, 20)		
I/lor: 3.80		
Rad: CuK α 1		
Lambda: 1.5405		
Filter: Ni		
d-sp:		
Mineral Name:		
Zinc, syn		

d(Å)	int-f	h	k	l	d(Å)	int-f	h	k	l	d(Å)	int-f	h	k	l
2.4730	53	0	0	2	1.1729	23	1	1	2	.90640	11	1	1	4
2.3080	40	1	0	0	1.1538	5	2	0	0	.87220	5	2	1	0
2.0910	100	1	0	1	1.1236	17	2	0	1	.85890	9	2	1	1
1.6870	28	1	0	2	1.0901	3	1	0	4	.84370	2	2	0	4
1.3420	25	1	0	3	1.0456	5	2	0	2	.82450	1	0	0	6
1.3320	21	1	1	0	.94540	8	2	0	3	.82250	9	2	1	2
1.2370	2	0	0	4	.90930	6	1	0	5					

02-1184	(Deleted)	η -Fe Zn ₇
CAS Number:		Iron Zinc
Molecular Weight:	513.51	Ref: Osawa, Ogawa, Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., 68, 186 (1928)
Volume[CD]:	8172.84	
Dx:	Dm: 7.250	
S.G.: P6/ $\sqrt{3}$ c (194)		
Cell Parameters:		
a 12.80	b	c 57.6
α	β	γ
SS/FOM: F 5= 1 (.0148,564)		
I/lor:		
Rad: FeK α		
Lambda: 1.9373		
Filter:		
d-sp:		

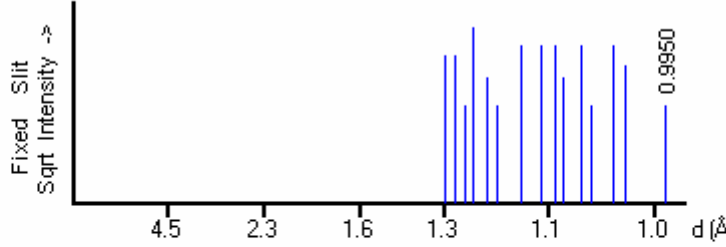
d(Å)	int-f	h	k	l	d(Å)	int-f	h	k	l	d(Å)	int-f	h	k	l
2.2300	90	4	1	10	1.3900	60	4	2	31	1.1700	90			
2.1400	100	2	2	20	1.2700	90	6	4	2	1.1200	60			
1.6300	50	5	2	14	1.1800	90				1.0600	50			

02-1203 (Deleted)	ϵ -Fe ₃ Zn ₁₀									
CAS Number:	Iron Zinc									
Molecular Weight: 821.34	Ref: Osawa, Ogawa, Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., 68, 183 (1928)									
Volume[CD]: 716.92										
Dx: Dm:										
S.G.:										
Cell Parameters:										
a 8.95 b c										
α β γ										
SS/FOM: F19=2(0.179, 64)										
I/Icor:										
Rad: FeK α										
Lambda: 1.9373										
Filter:										
d-sp:										



d(Å)	int-f	h	k	l	d(Å)	int-f	h	k	l	d(Å)	int-f	h	k	l
2.5800	70	2	2	2	1.3360	50	6	3	0	1.1000	70	7	4	1
2.1100	100	3	3	0	1.3200	50	6	3	1	1.0780	40	8	2	1
1.9000	70	3	3	2	1.2900	50	4	4	4	1.0480	70	8	3	0
1.8200	60	4	2	2	1.2650	50	5	5	0	1.0400	70	7	5	0
1.7500	50	5	1	0	1.2140	100	7	2	1	1.0330	70	7	5	1
1.4900	70	6	0	0	1.1860	50	7	2	2					
1.4500	50	6	1	1	1.1340	50	6	5	1					

04-0885 (Deleted)	γ -Fe ₅ Zn ₂₁									
CAS Number:	Iron Zinc									
Molecular Weight: 1652.21	Ref: Ekman, Z. Phys. Chem., 12, 57 (1931)									
Volume[CD]: 731.43										
Dx: Dm:										
S.G.:										
Cell Parameters:										
a 9.010 b c										
α β γ										
SS/FOM: F 9= 1 (0.237, 70)										
I/Icor:										
Rad: FeK α										
Lambda: 1.9373										
Filter:										
d-sp:										



d(Å)	int-f	h	k	l	d(Å)	int-f	h	k	l	d(Å)	int-f	h	k	l
1.3000	70	4	4	4	1.1800	30	7	3	0	1.0600	80	6	6	0
1.2700	70	5	5	0	1.1400	80				1.0500	30			
1.2500	30	6	4	0	1.1100	80	7	4	1	1.0300	80			
1.2300	100	7	2	1	1.0900	80				1.0200	60	7	5	2
1.2000	50				1.0800	50				.99500	30	9	1	0

Le but de ce travail est d'étudier la formation de couches de galvanisation par voie chimique (immersion) qui est la méthode la plus simple et d'autre part sur la caractérisation des couches élaborées tant de vue physico-chimique que mécanique. Aux cours de l'immersion chimique à chaud de substrats d'acier dans le bain de zinc lors de procédé de galvanisation, des composés intermétalliques (Fe-Zn) se forment et présentent des propriétés très recherchées dans l'industrie.

- Nature de l'acier de substrat ;
- Temps de traitement ;
- Composition chimique de substrat.

L'élaboration des couches de galvanisation peut s'effectuer dans un bain chauffé à 460° C pour un temps d'immersion désiré, l'effet de diffusion-précipitation entre le bain d'alliage de zinc et l'acier de substrat peut provoquer en résultant la formation de composés intermétalliques (Fe-Zn) entre le substrat et la surface de dépôt. Les échantillons (revêtement-substrat) pourront être caractérisés par microscopie optique à balayage, diffraction des rayons X. Ces différents types d'analyse permettront de révéler au point de vue de structure la présence de différentes phases constituant les composés intermétalliques qui forment les couches de galvanisation. Les méthodes d'analyses peuvent contrôler l'épaisseur et de la même façon par ces méthodes de caractérisation peut identifier l'effet des paramètres expérimentaux sur le comportement physique, chimiques des couches de galvanisation obtenues.

résumé :

L'objectif de ce travail s'articule d'une part sur la formation de couches de galvanisation par voie chimique (immersion) qui est la méthode la plus simple et d'autre part sur la caractérisation des couches élaborées tant de vue physico-chimique que mécanique. Aux cours de l'immersion chimique à chaud de substrats d'acier dans le bain de zinc lors de procédé de galvanisation, des composés intermétalliques (Fe-Zn) se forment et présentent des propriétés très recherchées dans l'industrie.

Cette étude s'est portée au début sur l'obtention de couches de galvanisation dont leurs états et leurs épaisseurs sont conditionnées par des paramètres expérimentaux choisis dans ce travail et qui sont :

- nature de l'acier de substrat ;
- temps de traitement ;
- composition chimique de substrat.

L'élaboration des couches de galvanisation peut s'effectuer dans un bain chauffé à 460° C pour un temps d'immersion désiré, l'effet de diffusion-précipitation entre le bain d'alliage de zinc et l'acier de substrat peut provoquer en résultant la formation de composés intermétalliques (Fe-Zn) entre le substrat et la surface de dépôt. Les échantillons (revêtement-substrat) pourront être caractérisés par microscopie optique à balayage, diffraction des rayons X. Ces différents types d'analyse permettront de révéler au point de vue de structure la présence de différentes phases constituant les composés intermétalliques qui forment les couches de galvanisation. Les méthodes d'analyses peuvent contrôler l'épaisseur et de la même façon par ces méthodes de caractérisation peut identifier l'effet des paramètres expérimentaux sur le comportement physique, chimiques des couches de galvanisation obtenues.

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

abstract

The objective of this work is articulated on the one hand on the formation of layers of galvanization by chemical way (immersion) which is the simplest method and on the other hand on the characterization of elaborate layers as well of physicochemical sight as mechanical. With the courses of the chemical immersion hot of steel substrates in the zinc bath at the time of process of galvanization, of the intermetallic compounds (Fe-Zn) are formed and presented properties very required in industry. This study went at the beginning on obtaining layers of galvanization of which their states and their thicknesses are conditioned by experimental parameters shoeing selected in this work and who are:

- Natural of the steel of substrate;
- Processing time;
- Chemical composition of substrate.

The development of the layers of galvanization can be carried out in a heated bath with 460° C for a time of immersion wished, the effect of diffusion-precipitation between the zinc alloy bath and the steel of substrate can cause by resulting the formation from intermetallic compounds (Fe-Zn) between the substrate and the surface of deposit. The samples (coating-substrate) could be characterized by optical scanning microscopy, diffraction of x-rays. These various types of analysis will make reveal from the point of view of structure the presence of various phases constituting the intermetallic compounds which forms the layers of galvanization. The methods of analyses can control the thickness and in the same way by these methods of characterization can identify the effect of the experimental parameters on comprise physical, chemical layer of galvanization obtained.

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