

III.1.INTRODUCTION :

Nous présenterons dans ce chapitre une technique expérimentale permettant d'obtenir des couches de galvanisation revêtant différents types d'acier en variant certains paramètres comme le cas du temps d'immersion et le temps du traitement. Les différentes méthodes et techniques de caractérisation sont aussi présentées lors de cette étude.

III.2 PREPARATION DES PIECES :

Il est communément admis dans le domaine industriel que l'acier traverse de diverses étapes avant d'arriver à la galvanisation. Dans notre cas nous avons effectué des opérations de prétraitement au niveau de l'unité industriel à Bordj Bou Arréridj, l'atelier où nous avons fait notre expérimentation comporte onze bains, trois pour le rinçage, un pour le refroidissement, deux pour le dégraissage, deux pour le décapage, deux pour fluxage et un pour la galvanisation. Il y a également une chambre consacrée pour le séchage de l'acier avant qu'il passe à la galvanisation.

Pour vérifier l'efficacité de la matière à utiliser, Nous avons sélectionné quatre types pour la galvanisation (3C, F12T3, E24 et XC48) et un acier (E24) pour la couche d'aluminium dont les compositions chimiques de ces aciers sont indiquées dans les tableaux qui suivent. Les échantillons prélevés de quatre types d'acier prennent différentes dimensions. Le tableau I et II récapitulent les échantillons traités respectivement par galvanisation et par aluminage.

Tableau III.1: le nombre de pièce et le type d'acier et les différents temps d'immersion.

Temps d'immersion (min) Type d'acier	5	10	15
F12T3	1	6	1
3C	1	6	1
XC48	1	1	1
E24	1	1	1

Tableau III.2: le nombre d'pièce et les différents temps d'immersion dans bain aluminium.

Temps d'immersion (min)	5	10	15
Type d'acier			
ACIER	1	5	1

III.2.1.CARACTERISTIQUE DES PIECES :

Avant de mentionner les étapes dans lesquelles l'acier passe dans la galvanisation, nous connaissons certaines de ses propriétés:

Tableau III.3 Composition chimique de l'acier : XC48 [4].

élément	C	Si	P	S	Cu	Al	Ni	Cr	Mo	V
composition	0.43	0.20	0.02	0.028	0.007	0.003	0.015	0.009	0.001	0.003

Tableau III.4: Caractéristique mécanique de l'acier XC48 [4].

Limite élasticité (N/mm2)	Résistance traction N/mm2	Dureté
275 -340	560- 620	223 HB

Tableau III.5: composition chimique de l'acier F12T3 [4].

éléments	C	Si	S	P	N	Al	Cu	Cr	Mo
composition	0.50	0.005	0.011	0.007	0.007	0.003	0.077	0.032	0.002

Tableau III.6: caractéristique mécanique de l'acier F12T3 [4].

Limite élasticité (N/mm2)	Résistance traction N/mm2
487	496

Tableau III.7: composition chimique de l'acier E24 [4].

élément	C	Mn	Si	P	Ni	Cu	Mo	V
composition	0.21	1.5	0.166	0.055	0.031	0.035	0.002	0.01

Tableau III.8: caractéristique mécanique de l'acier E24 [4].

Limite élasticité (N/mm2)	Résistance traction N/mm2	Allongement % L=80mm, e=2mm
200-290	290-370	23

Tableau III.9: composition chimique de l'acier 3C [4].

élément	C	Si	P	S	Cu	Al	Ni	Cr	Mo	V
composition	0.05	0.005	0.009	0.01	0.054	0.043	0.029	0.033	0.004	0.001

Tableau III- 10 : caractéristique mécanique de l'acier 3C [4].

Limite élasticité (N/mm2)	Résistance traction N/mm2	Allongement % L=80mm, e=2mm
264	367	30

III.2.2.LES DIFFERENTES PROCEDURES DE PRETRAITEMENT :

La première étape que nous avons fait était de mettre des pièces dans les bains de dégraissage pour enlever les traces de graisse . Pour rappeler le dégraissage est une étape préparatoire indispensable à une opération de traitement thermique ou de traitement de surface, les paramètres de dégraissage sont les suivants:

- Concentration : 10 à 50 g/l.
- Produit : Na₂CO₃.
- Température 60 à 80 0C.
- Temps d'immersion 2 à 10 min.

Puis nous avons passé au rinçage avec un bain contenant des eaux industrielles assisté par un agent mouillant ultra actif pendant 1 à 3minutes. Maintenant nos pièces sont prêtes à l'opération de décapage ; qui est un traitement chimique du surface pour dégager l'oxygène. En utilisant l'acide sulfurique les concentrations suivantes 5% à 18% et l'acide chlorhydrique

avec un degré de température qui varie entre 60 et 80°C avec une durée de 15 à 30 minutes selon l'équation suivante :



La réaction de l'acide sulfurique avec le monoxyde de fer se transforme en chlorure sulfate de fer (sels de fer) et en eau. Il faut s'assurer que les oxydes ferriques (ferreux) et que le métal pur n'est pas attaqué selon l'équation suivante :



Le rinçage à froid fait éviter la montée rapide de la teneur en fer du bain de fluxage, le bain de rinçage plein d'eau industrielle, le PH 6.5 à 8.5.

Pour le fluxage, le produit dans le bain de fluxage est rempli de l'eau industrielle avec une concentration de fer qui ne dépasse pas le taux 5g /L, sachant que le bain de fluxage contient du sel double (NH_4Cl 45%, ZnCl 55%) avec temps d'immersion 1 à 2 minutes. Après cette opération les pièces passent au four de séchage qui est indispensable afin d'éviter les éclats de zinc avant l'immersion avec les paramètres de séchage suivants comme la température qui varie de 80 à 100 °C et le temps de chauffage de 5 à 8 minutes.

III.2.3. TECHNIQUE DE DEPOSITION :

Les étapes précédentes visent uniquement à préparer la surface de la pièce afin d'être active dans tout sens capable de coller du zinc à l'acier ; Le rôle du dégraissage était pour éliminer les impuretés et les huiles, et le décapage pour éliminer l'oxygène, et le fluxage afin de créer de la colle sur la surface des pièces. Quant aux bains du rinçage, ils nettoient les pièces d'un bain à l'autre, et le séchage pour éviter l'explosion pendant l'immersion et devrait également plonger les pièces lentement dans le bain de zinc. La figure (III-1) présente le bain de zinc. Il contient d'alliage de zinc en fusion à une température voisine de 460°C et les compositions du bain de zinc sont :

- Quantité 150 T.
- Zinc 1ère fusion 99.98% ou zinc 2ème fusion 97.75 %
- Plomb 0.02 à 0.14%.
- Aluminium 0.16 à 0.2%.
- Trace d'étain
- Temps d'immersion 1 à 2 minutes.



Figure (III-1): bain de zinc

La dernière opération est le refroidissement avec eau industrielle, est nécessaire afin de permettre aux opérateurs de dégager les produits galvanisés pour acheminement vers les zones de stockage avec eau industrielle. S'agissant du traitement d'aluminium nous avons opté pour les mêmes étapes ; les tableau suivant présente les caractéristiques d'aluminium:

Tableau III.11: Caractéristique mécaniques d'aluminium [4].

Nuance	Re 0.2 (N/mm ²)	Rm (N/mm ²)	A 5 %	HB (5/250)
A-S 13(Gk-AISi 12)	80-110	180-240	6 -12	50-60

Tableau III.12: Composition chimique d'aluminium [4].

Element (%)	Al	Si	Fe	Cu	Mg	Ni	Zn	Pb	Ti
A-S 10 G (GK-AISi 12)	Reste	11.0 13.5	- 0.70	- 0.50	- 0.10	- 0.05	- 0.15	- 0.05	- 0.15

III.2.4. TRAITEMENT THERMIQUE DES PIECES :

Nous avons choisi dix pièces pour deux types d'acier avec temps d'immersion 10 minutes dans le bain du zinc, afin les soumettre à l'opération du traitement thermique avec un temps de maintien différent en température 350°C le four de traitement thermique présenté dans figure (III-2). Le tableau suivant présente le schéma du traitement :



Figure (III-2): le four de traitement thermique.

Tableau III.13: type d'acier et nombre d pièce et temps du maintien.

Temps du maintien (min) Type d'acier	30	60	90	120	150
F12T3	1	1	1	1	1
3C	1	1	1	1	1

Nous avons également sélectionné 4 échantillons en immergeant 10 minutes dans l'aluminium et en les soumettant à un traitement thermique le tableau suivant montre le schéma de traitement :

Tableau III.14: type d'acier et nombre des pièces et temps du maintien.

Temps du maintien (min) Type d'acier	30	60	90	120
Acier	1	1	1	1

III.3.TECHNIQUE DE CARACTERISATION:

Avant de couper des échantillons, nous avons mesuré la couche de zinc par un dispositif présenté dans Figure (III.3). Où nous avons pris les valeurs de trois points sur chaque surface des pièces les valeurs dans le tableau :



Figure III-3: dispositif utilisée pour mesurer la couche.

Tableau III.15: Couches du zinc déposées sur des aciers pour différent temps d'immersion.

Type d'acier	Epaisseur de couche de zinc (μm) pour un temps d'immersion de 5 minutes.				Epaisseur de couche de zinc (μm) pour un temps d'immersion de 10 minutes.				Epaisseur de couche de zinc (μm) pour un temps d'immersion de 15 minutes.			
	V ₁	V ₂	V ₃	V _{Moy}	V ₁	V ₂	V ₃	V _{Moy}	V ₁	V ₂	V ₃	V _{Moy}
F12 T3	86	66	63	72	104	91	184	126	107	110	116	111
3C	81	59.4	65	68	84	94	132	103	105	106	120	110
XC48	156	197	151	168	228	196	164	196	190	162	176	176
E24	67	76	113	85	91	98	109	99	101	119	103	107

Tableau III.16: la couche du zinc en (μm) pour l'acier F12t3 et 3C et les divers temps de traitement thermique.

Temps min	30	60	90	120	150
Acier					
F12T3	127	169	196	142	148
3C	237	122	134	112	108

Tableau III.17: la couche d'aluminium pour les divers temps de traitement thermique.

Temps d'immersion (min)	5				10				15			
	V ₁	V ₂	V ₃	V _M	V ₁	V ₂	V ₃	V _M	V ₁	V ₂	V ₃	V _M
Epaisseur de la couche (μm)	27	78	54	53	51	50	54	51	42	42	44	42

Lors de la galvanisation, on peut obtenir des revêtements de diverse épaisseur 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. En remarque que pour le matériau E24 la formation de couche de galvanisation de faible épaisseur par rapport aux autres matériaux. Nous

remarquons aussi que l'effet du temps d'immersion joue aussi un paramètre important sur l'épaisseur de la couche de zinc déposée. Cette épaisseur est augmentée avec l'augmentation du temps. Pour les couches de l'aluminium l'effet du temps d'immersion n'a pas d'influence sur la couche déposée.

III.4. ANALYSE METALLOGRAPHIE

L'analyse micrographique effectuée dans cette étude soit sur des couches de galvanisation ou les couches d'aluminium procédées sur différents types d'acier a connu les étapes à suivantes :

III.4.1. DECOUPAGE :

C'est la première étape de la préparation d'un échantillon consiste, en général, à réaliser un prélèvement dans un morceau de matériau, nous avons fait cette opération dans la département génie mécanique au niveau de l'université de M'sila, nous avons coupé les échantillons par machine de cisailage des métaux qui présenté dans la figure III-4. Qui injectent de l'eau pendant la coupe pour refroidir la pièce pour tendance à subir une déformation thermique de la pièce.



Figure III-4: machine de cisailage des métaux.

III.4.2. POLISSAGE :

Ce processus est effectué par contact direct entre le papier abrasif et l'échantillon en diminuant graduellement à partir de la surface avec une injection continue d'eau qui assure simultanément le transport des copeaux et le refroidissement de l'échantillon et de l'abrasif. L'objectif de cette étape c'est l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale. En utilisant la machine à polir manuelle qui présentée dans la figure III-5. Pour poli les échantillons par 8 types de papier abrasif du degré P80, P220, P400, P600, P800, P1000, P2000, et P5000, En utilisé méthode multi- polissage avec porte échantillon qui présenté dans la figure (III-6). Pendant le processus de polissage, nous constatons que la surface est proche à la finition avec un état de surface de haute qualité et un bel aspect.



Figure (III-5): Machine à polir manuelle



Figure III-6: Porte échantillon

III.4.3. ATTAQUE CHIMIQUE :

Le papier abrasif laisse des granules ainsi que certaines impuretés sur la surface des échantillons peuvent de former une couche qui réduit l'efficacité de l'attaque chimique Nous avons recours au appareil de nettoyage par ultrasons où l'échantillon a été placé dans de l'eau

distillée et laissé à vibrer dans l'appareil pendant deux minutes la figure (III-7) présenté dispositif à ultrasons :



Figure (III-7): Appareil de nettoyage par ultrasons

Lorsque les échantillons atteignent la finition, ils doivent maintenant être utilisés un réactif chimique met en évidence la morphologie des grains, les défauts ou irrégularités de la surface, les sous-structures, les précipités, les inclusions, etc. La méthode d'attaque utilisée est l'attaque chimique qui provoque une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains. Pour révéler la structure des couches intérieures des pièces d'aciers cémentés, dans ce travail, on a utilisé le Nital, de composition chimique (HNO_3 (5%) + alcool éthylique), comme réactif. La durée de l'attaque est de 2 à 3 secondes.

III.4.4. MICROSCOPE OPTIQUE:

Le microscope est un instrument optique qui donne une image grandie d'un objet en général transparent. Il est constitué d'un banc optique dont une partie se trouve devant l'objet : l'éclairage, l'autre partie derrière l'objet pour l'observation. Ce banc doit être rigide et posséder tous les organes de centrage des pièces optiques ; l'objet est transformé en une image réelle à l'aide d'un objectif. L'image se forme au plan focal d'un oculaire qui va pouvoir en donner ensuite une image virtuelle la figure (III-8) indiqué le microscope. On peut déduire de ce simple schéma que le grossissement de l'appareil dépend non seulement des objectifs et des oculaires mais aussi des distances qui séparent les composants.

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. Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation fine d'objets rugueux de petite taille. L'analyse métallographique des faciès des échantillons est effectuée à l'aide du a microscope type Toupview ce type d'appareil permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 5 à 1000.

Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une caméra CDD. Les images sont observées et enregistré aussi à l'aide d'un PC connecté.

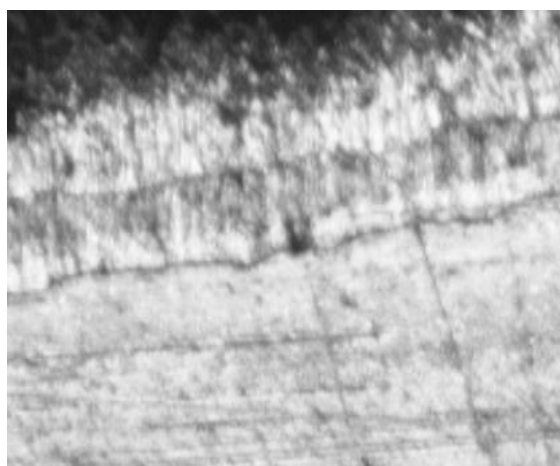


Figure (III-8) : Microscopie optique utilisé.

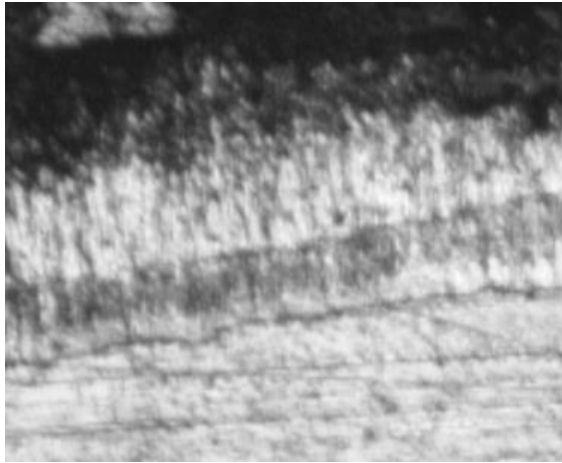
III-5. OBSERVATION METALLOGRAPHIQUE

III-5.1 MICROSTRUCTURE

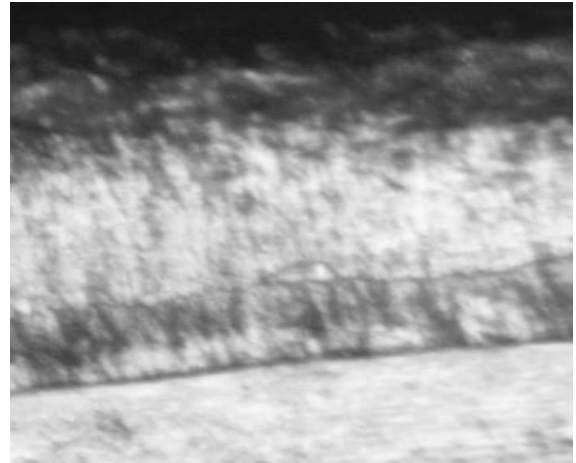
Des micrographies obtenues pour différents grossissements faites sur des échantillons galvanisés dans un bain chauffé à 450°C pour différents temps d'immersion (5 minutes, 10 minutes, et 15 minutes). Les observations métallographiques obtenues pour les deux agrandissements X200 et X500 et indiquées dans les figures ci-dessous montrent l'évolution de la couche d'alliage pour une même température avec une durée de contact plus grande.



5 min

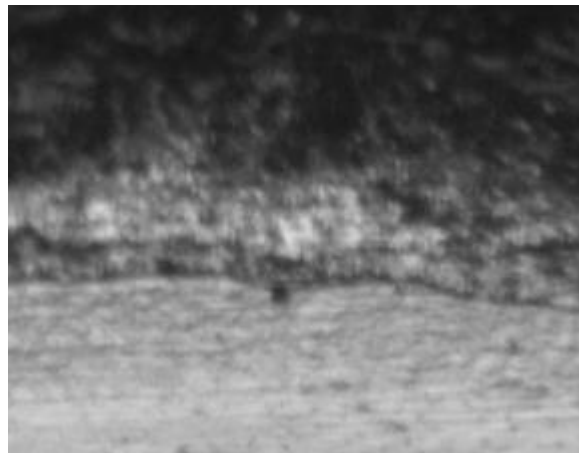


10 min

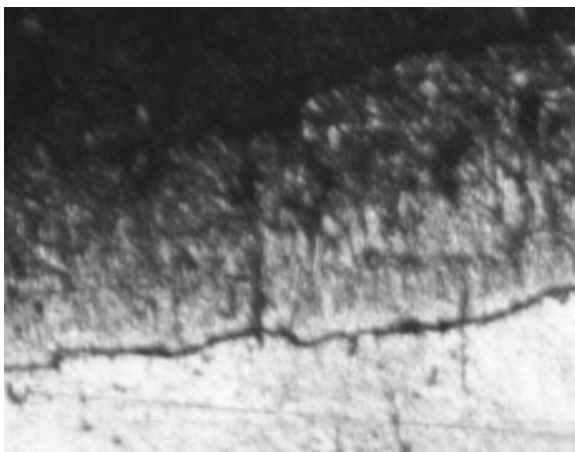


15 min

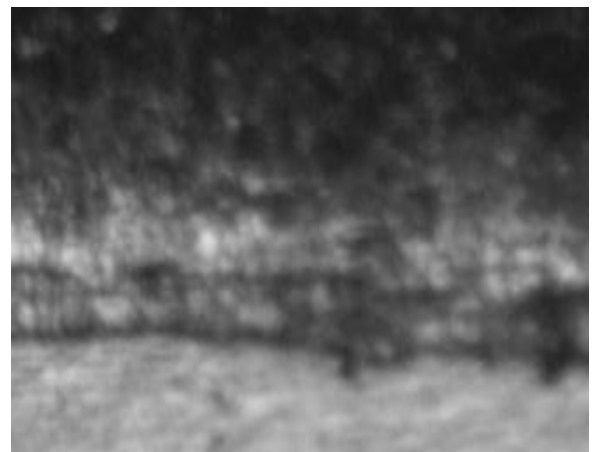
Figure III-9 : Observation micrographique de la couche de galvanisation déposée sur l'acier F12T3 pour des temps d'immersion 5 min, 10 min et 15 min agrandissement X200



5 min



10 min



15 min

Figure III-10 : Observation micrographique de la couche de galvanisation déposée sur l'acier 3C pour des temps d'immersion 5 min, 10 min et 15 min agrandissement X200

Lors de la galvanisation, on peut obtenir des revêtements de structure variables selon influence de composition de l'acier, la nature du bain de galvanisation et d'autres paramètres technologiques du procédé de galvanisation comme le cas des étapes de prétraitement regroupant décapage et fluxage et d'autre facteur important (temps et température) qui touchent le procédé de galvanisation ou de post de traitement. Pratiquement la durée d'immersion d'une pièce à galvaniser, doit être fonction de sa composition et de sa nature du matériau notamment l'acier utilisé.

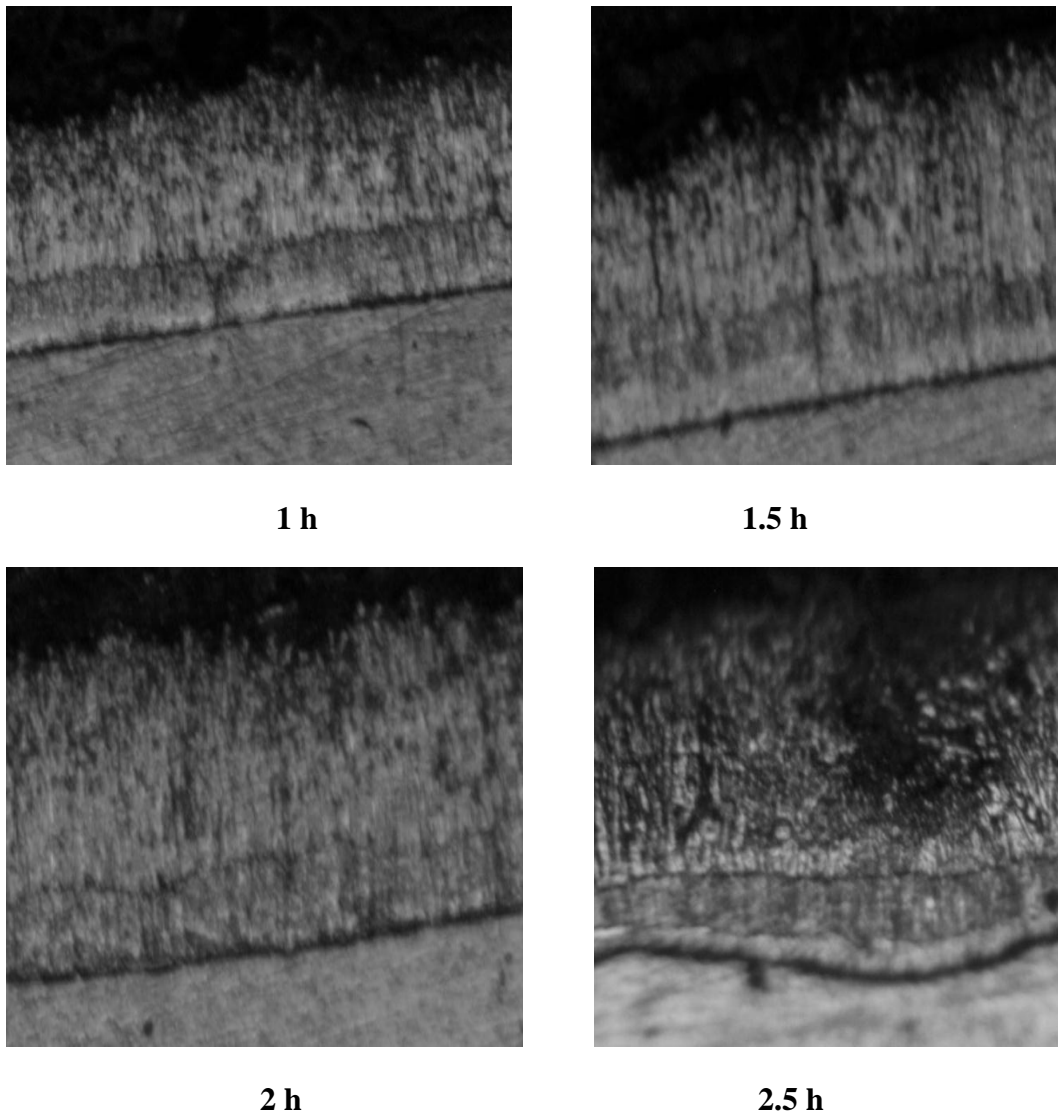
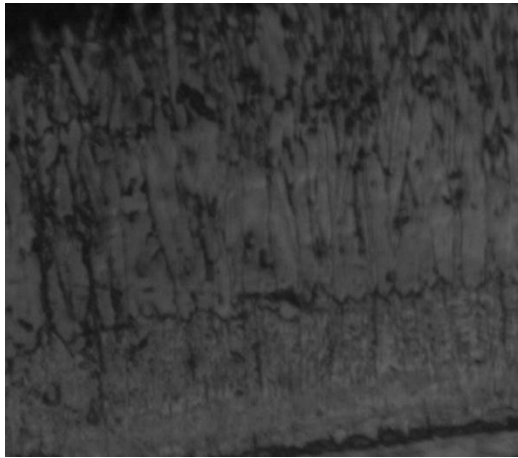


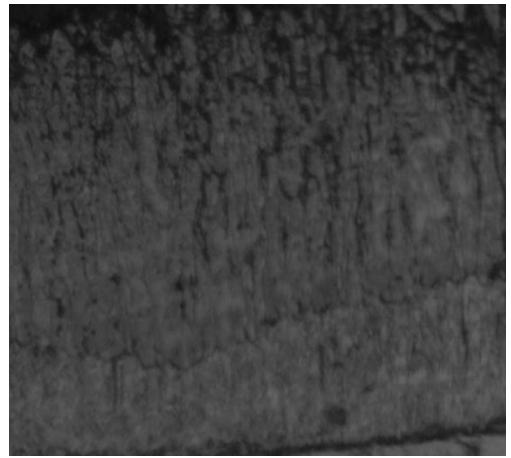
Figure III-11 : Observation micrographique de la couche de galvanisation déposée sur l'acier F12T3 et traitée pour des temps de 1h, 1.5h, 2h et 2.5h agrandissement X200

Cette période 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 la durée d'immersion est trop courte, mais suffisante pour que la prise de zinc puisse se faire, un poids de zinc sera retiré par

la pièce qui sera supérieur au poids courant retiré par cette même pièce avec une durée d'immersion plus grande, permettant l'échange thermique complet.



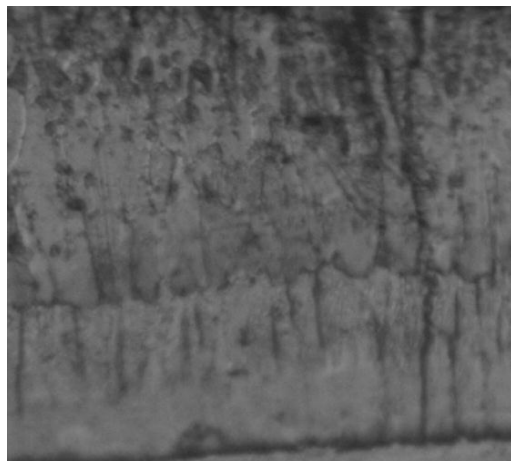
1 h



1.5 h

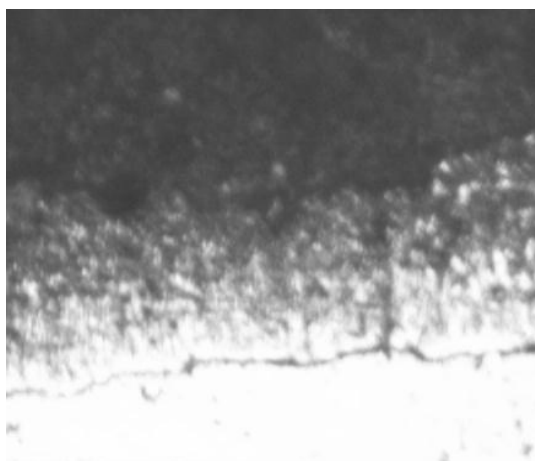


2 h

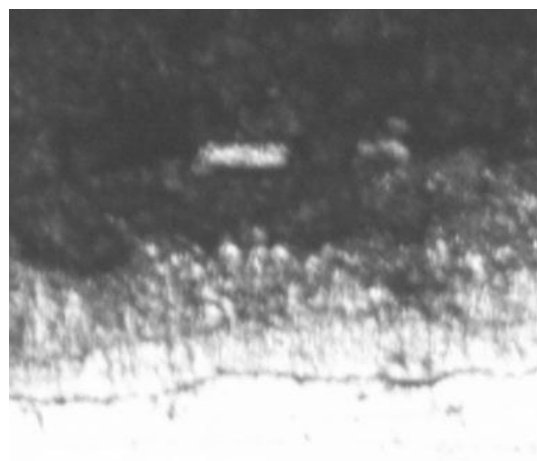


2.5 h

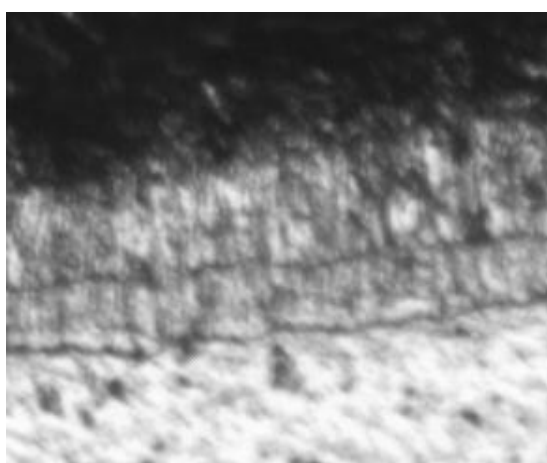
Figure III-12 : Observation micrographique de la couche de galvanisation déposée sur l'acier F12T3 et traitée pour des temps de 1h, 1.5h, 2h et 2.5h agrandissement X500



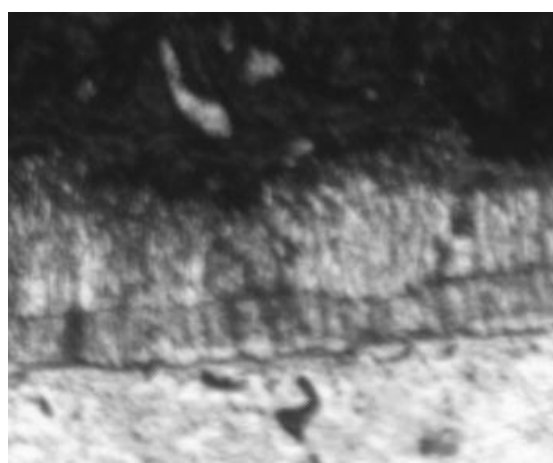
1 h



1.5 h



2 h



2.5 h

Figure III-14 : Observation micrographique de la couche de galvanisation déposée sur l'acier 3C et traitée pour des temps de 1h, 1.5h, 2h et 2.5h agrandissement X200

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 forme pendant l'immersion par diffusion. Ce phénomène peut se produire surtout dans le cas de températures de galvanisation élevées (dépassant 470°C). Il arrive donc que, si l'on adopte la durée optimale pour l'immersion, on constatera que le poids de zinc déposé sera plus faible qu'avec une durée d'immersion plus courte et que ce poids augmentera lorsque la durée d'immersion sera prolongée.

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. Cette augmentation est indiquée pour une température entre 430 et 470°C, pour une durée d'immersion quadruple, l'épaisseur de la couche d'alliage dans le revêtement sera double.

Dans cette étude nous avons fait un dépôt d'une couche d'aluminium par voie chimique. Le procédé s'effectue par immersion d'un acier de type 3C dans un bain d'aluminium. Avant de procéder notre dépôt pour différent temps d'immersion cité dans la partie et dans le tableau III-17 ci-dessous, l'acier a subi tout un prétraitement décapage et fluxage. Trois période d'immersion ont été choisi lors de cette étude et qui sont 5, 10 et 15 min. nous remarquons après avoir mesuré les couches déposées à l'aide de l'appareil disposée pour ceci au niveau de l'unité d'Annabib que l'épaisseur de la couche déposée augmente avec l'augmentation du temps d'immersion. La figure III- 15 présente l'observation micrographique de la couche d'aluminium déposée sur l'acier 3C pour un temps de 15 min. la partie en dessus représente la couche et le substrat d'acier présente au- dessous une zone claire. Nous remarquons aussi que le dépôt produit est adhésif au substrat.

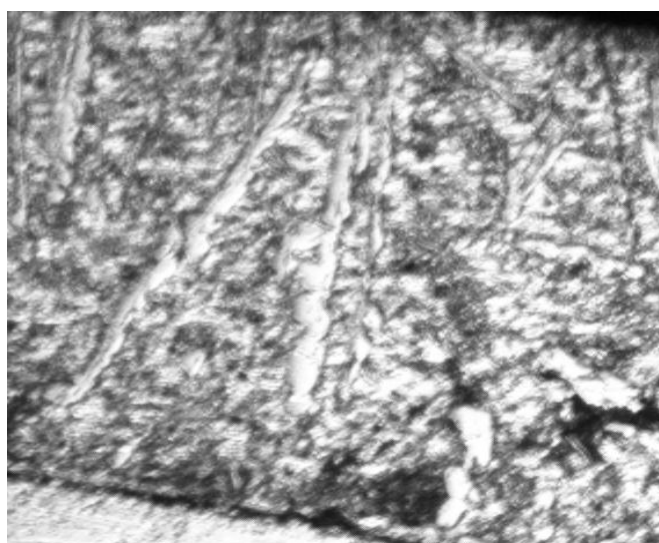


Figure III-15 : Observation micrographique de la couche de l'aluminium déposée sur l'acier 3C pour un temps d'immersion de 15 min X200

III.5.2 MICRODURETE :

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon. Si la notion de dureté est l'une des plus intuitives, sa mesure correspond en pratique à celle de la résistance à la pénétration locale du matériau considéré. La dureté est alors une propriété physique complexe et difficile à interpréter, qui dépend non seulement des caractéristiques de ce matériau, mais aussi de la nature et de la forme du pénétrateur et du mode de pénétration [5]. Il s'agit des essais les plus couramment pratiqués. Le principe est toujours identique un pénétrateur indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester. La figure (III-9) montre l'appareil utilisé pour crée la pénétration.

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales d1 et d2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d1 et d2 la figure (III-10) montre pointe pyramidale.

C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées. Figure (III-9) L'appareil utilisé pour l'essai microdureté.

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$$

HV = Dureté Vickers.

F = Force appliquée [N].

d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm].

g = Accélération terrestre. [m.s⁻²] (9,80665).



Figure III-16 : l'appareil de microdureté.

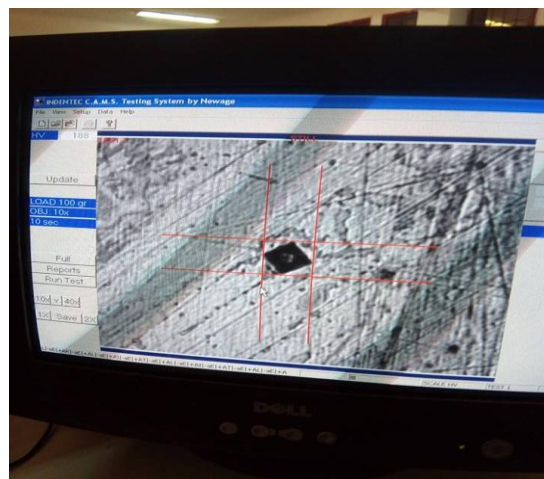


Figure III-17 : image de l'indentation

Les valeurs récapitulées dans les deux tableaux qui suivent représentent la microdureté mesuré sur les différents types d'échantillons galvanisés pour différent temps d'immersion et traités par recuit pour différent temps de maintien. les échantillons avec temps d'immersion 10 min dans bain du galvanisation et temps de traitement divers.

Tableau III.18: Valeurs de micriodureté obtenues sur les échantillons traités

Echantillons Zone de pénétration	30 min	60 min	90 min	120 min	150 min
Couche	213	204	173	232	227
	206	206	192	274	232
	238	206	204	230	232
	222	208	240	240	227
Substrat	192	206	217	180	170
	194	206	204	194	188
	188	196	198	198	192
	208	177	206	180	182

En fonction du temps de traitement, l'épaisseur de la couche (dépôts) ne pas varie. Nous constatons sur le tableau III-18, où sont représentées les valeurs de dureté au niveau de la couche et du substrat. La dureté est presque stationnaire sur les différents temps de traitement de 5, 60, 90, 120 et 150 min. Pour les aciers revêtus d'une couche du zinc, nous remarquons que dans le tableau III-19, la couche d'aluminium donne une dureté relativement faible par rapport au support d'acier.

Tableau III.19: Valeurs de micrindureté pour les échantillons traités

<div> <div>Temps</div> <div>Zone de pénétration</div> </div>	5 min		15 min		15 min	
	F12T3	3C	F12T3	3C	F12T3	3C
Couche	184	170	137	142	132	130
	202	167	120	184	90	130
	200	149	124	106	82,9	138
	202	158	167	161	192	107
Substrat	200	144	200	200	196	200
	184	144	180	204	200	213
	200	132	167	200	184	225
	200	130	200	200	192	204