

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UN IVERSITE BADJI MOKHTAR- ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIORAT
DEPARTEMENT DE METALLURGIE

MEMOIRE DE MASTER

DOMAINE SCIENCE ET TECHNOLOGIE
FILIERE MÉTALLURGIE
OPTION GENIE METALLURGIQUE

Thème

**Etude des facteurs qui influent sur l'homogénéité
de l'épaisseur de la couche galvanisée au niveau
de SIDER EL-HADJAR**

Présenté par:

Mr. TOURQUI Mohamed Hafnaoui

Dirigé par:

Pr. BACCOUCHE Mostefa

Jury de soutenance:

BOUDEBANE Said

Président,

Pr, Univ. Badji Mokhtar- Annaba

BACCOUCHE Mostefa

Rapporteur,

Pr, Univ. Badji Mokhtar- Annaba

MERAKEB Noureddine

Examineur,

Pr, Univ. Badji Mokhtar- Annaba

DEKHIL Leila

Examineur,

Dr, Univ. Badji Mokhtar- Annaba

Promotion : Juin 2018

DEDICACE

*Je dédie ce modeste travail à ma très chère mère qui m'a
tout donné, Qui m'a soutenu, m'a encouragé durant
toute ma formation et éclairé mon chemin avec ses
bénédictions*

Je lui souhaite une longue vie.

*Sans oublier le soutien indéfectible de ma famille
durant toutes mes années d'étude, mes chers frères et
chères sœurs et ma fiancée.*

*À mes amis du département de métallurgie et Tous
les amis .*

À toutes les personnes que j'aime.

*Finalement, à tous les professionnelles de
l'industrie du monde principalement ceux
de la métallurgie.*

À vous . . .



Remerciements

Avant tout, je remercie 'Dieu'

de m'avoir donné la force, le courage, et la volonté pour
réaliser ce modeste travail

Nous remercions aussi tous ceux qui nous ont aidé, de près ou
de loin pour l'élaboration de ce projet notamment ma mère qui
ont consacré leur existence à bâtir le nôtre, par lui amour,
patience soucis et affection.

Je tiens à exprimer profondément et sincèrement mes
remerciements et ma reconnaissance au **Pr. BACCOUCHE**
Mostefa, pour m'avoir encadré dans les meilleures conditions,
pour ces judicieux conseils et pour la confiance qu'il m'a
témoignée.

J'exprime mes vifs remerciements au jury composé de :
Président **Pr. BOUDEBANE Said** et aux membres
Pr. MERAKEB Nouredine et **Dr. DEKHIL Leila** d'avoir
bien voulu accepter d'examiner mon travail de fin d'étude.

Je remercie chaleureusement le **ALLOUT Mohamed**
Ingénieur process **RPA** pour les conseils et leur aide qui
m'était précieuse, et aussi ma profonde gratitude à tous les
enseignants qui sans eux, nous serions par arrivés à ce
niveau.

Un grande merci à **LAAMARI Sihem**.

Enfin, merci à ma famille et enfin mes amis sans oublier
les étudiants de ma promo pour leurs encouragements et leur
soutien durant ces longues années.

Table des matières

Introduction générale.....	1
<u>CHAPITRE I :</u>	
I.1 Histoire de la galvanisation.....	3
I.2 Aciers destinés à la galvanisation.....	3
I.3 Les différents types de protection.....	4
I.3.1 La protection par barrière.....	4
I.3.2 La protection galvanique.....	6
I.4 La galvanisation à chaud.....	7
I.4.1 Principe général de la galvanisation.....	8
I.4.2 Equilibre Fe-Zn.....	9
I.4.2.1 Présentation du système Fe-Zn.....	9
I.4.2.2 Les composés Intermetalliques Fe-Zn.....	12
I.4.2.3 Formation des phases Fe-Zn	14
I.5 Influence des différents facteurs en galvanisation.....	16
I.5.1 Qualité de l'acier (substrat).....	16
I.5.2 Qualité de zinc (bain de galvanisation).....	18
I.5.3 Température du bain de zinc.....	19
I.5.4 Durée d'immersion.....	20
I.5.5 Refroidissement.....	21
I.6.1 L'adhérence revêtement – substrat	22
I.6.2 Paramètres influents l'adhérence.....	22
I.7 Principaux atouts de la galvanisation a chaud.....	23
I.7.1 Une longévité exceptionnelle.....	23
I.7.2 Une résistance aux chocs remarquable.....	24
I.7.3 Une protection totale	24
I.7.4 Une fiabilité.....	24

I.7.5 Une bonne compatibilité.....	25
I.7.6 Esthétique et durabilité.....	25
I.7.7 Une protection très économique.....	25

CHAPITRE II :

II.1. Technologie de fabrication des tôles minces.....	26
II.1.1 Elaboration de la fonte et de l'acier	26
II.1.2 Laminage à chaud.....	27
II.1.3 Laminage a froid	27
II.1.3.1 Ligne de décapage.....	27
II.1.3.2 Laminoir tandem.....	28
II.1.3.2.1 Objectifs du laminage à froid	28
II.1.3.2.2 Principe de laminage.....	28
II.2 Galvanisation.....	29
II.2.2 Définition de la galvanisation.....	29
II.2.3 Galvanisation à chaud en continue	29
II.2.4 Procédé technologique de la galvanisation en continue	30
II.2.5 Description des principaux équipements de la ligne de galvanisation en continue.....	31
II.2.5.1 Caractéristiques générales	31
II.2.5.2 Principaux équipements de la ligne de galvanisation	32
II.2.5.2.1 Section entrée.....	32
II.2.5.2.2 Section traitement thermique.....	32
II.2.5.2.3 Section bain de zinc.....	34
II.2.5.2.4 Section refroidissement.....	35
II.2.5.2.5 Section planage	35
II.2.5.2.6 Section de traitement chimique (passivation).....	35
II.2.5.2.7 Section sortie.....	35

CHAPITRE III :

III. Matériau et Techniques Expérimentales.....	37
III.1 Matériaux utilisés.....	37
III.1.1 Echantillons utilisés.....	37
III.1.2 Galvanisation a chaud en continu.....	37

III.2 Microscope optique.....	39
III.2.1 Préparation d'échantillon.....	39
III.2.2 Observation avec microscope.....	41
III.2.3 Mesure de l'épaisseur de la couche de revêtement.....	42
III.3 Essai de la voie humide par décapage.....	43
III.3.Objectif de l'essai.....	43
III.3.2 Préparation des échantillons.....	43
III.3.3 Les étapes de l'essai.....	44
<u>CHAPITRE IV :</u>	
IV. Résultats Expérimentaux et Interprétation.....	45
IV.1 Aspect macrographique des surfaces galvanisées	45
IV. 2 Micrographies de l'acier A9	46
IV.3 Observation micrographie.....	47
IV.4 Mesure de l'épaisseur de la couche de revêtement.....	50
IV.5 Essai de la voie humide par décapage	53
IV.6 Facteurs qui influent sur l'homogénéité de l'épaisseur de la couche galvanisée.....	58
IV.6.1 Ondulations.....	58
IV.6.2 Oscillation de la bande au moment de sortie du bain de zinc.....	60
IV.6.3 Buses d'essorage.....	60
IV.7 Rôle d'addition d'aluminium dans le bain de zinc.....	61
IV.7.1 Avant l'addition d'aluminium.....	61
IV.7.2 Addition d'aluminium.....	61
IV.7.2.1 Diagramme ternaire fer-aluminium-zinc.....	62
IV.7.2.2 Mattes en surface.....	63
IV.7.2.3 Dissolution de fer.....	65
Conclusion générale.....	66
Références bibliographiques.....	68

Liste des tableaux

CHAPITRE I :

Tableau I.1 : Classes d'aciers pour galvanisation à chaud.....	4
Tableau I.2 : Série galvanique des métaux et des alliages (électrode hydrogène).....	6
Tableau I.3 : Caractéristiques des différentes phases du système Fe-Zn.....	11
Tableau I.4 : Classification des aciers suivant leur teneur en silicium et en phosphore.....	16
Tableau I.5 : Classification des aciers suivant leur propriété.....	17
Tableau I.6 : Composition chimique du zinc.....	18
Tableau I.7 : Vitesse de corrosion du zinc.....	23
Tableau I.8 : Caractéristiques des phases Fer-Zinc.....	24

CHAPITRE II :

Tableau II.1 : Caractéristiques des bobines laminé a froid.....	31
Tableau II.2 : Caractéristiques mécaniques des tôles galvanisé.....	31

CHAPITRE III :

Tableau III.1 : Composition chimique de l'acier A9 en masse (%).....	37
Tableau III.2 : Composition chimique du bain de galvanisation.....	38
Tableau III.3 : Composition chimique des lingots de zinc.....	38
Tableau III.4 : Propriétés mécaniques de tôle galvanisé.....	39

CHAPITRE IV :

Tableau IV.1 : Résultat des mesures de l'épaisseur de revêtement.....	51
Tableau IV.2. : Résultat d'essai de la voie humide (1).....	54
Tableau IV.3 : Résultat d'essai de la voie humide (2).....	54
Tableau IV.4 : Résultat d'essai de la voie humide (3).....	55
Tableau IV.5 : Résultat d'essai de la voie humide (4).....	56
Tableau IV.6 : Résultat général d'essai de la voie humide.....	56

Liste des figures

CHAPITRE I :

Fig. I.1: Protection barrière simple (exemple peinture).....	5
Fig. I.2: Protection par galvanisation (Phénomène de cicatrisation).....	7
Fig. I.3: Structure en fleur d'un revêtement galvanisé à chaud.....	9
Fig. I.4: Diagramme de phases du système Fe-Zn.....	10
Fig. I.5: Coupe micrographique d'un revêtement galvanisé.....	11
Fig. I.6: Coin riche en zinc du diagramme de phases binaire Fe-Zn.....	13
Fig. I.7: Représentation schématique des couches des composés intermétalliques Fe-Zn dans un bain à 0,00 masse % en aluminium	15
Fig. I.8: Revêtement galvanisé : bain Zn + 0,16% Al.....	18
Fig. I.9: Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc	20
Fig. I.10: Action de la durée d'immersion sur la structure de revêtement.....	21
Fig. I.11 : Représentation schématique de la théorie de l'accrochage mécanique.....	22

CHAPITRE II :

Fig. I.1: Couches d'oxydes	27
Fig. II.2: Tandem à cinq cages.....	29
Fig. II.3: Schéma d'une ligne de galvanisation en continu.....	30
Fig. II.4: Schéma de processus de galvanisation.....	36

CHAPITRE III :

Fig. III.1 : Lingots du zinc.....	38
Fig. III.2 : Echantillon enrobé.....	39
Fig. III.3 : Polisseuse utilisée.....	40
Fig. III.4 : Représentation schématique des divers effets de l'attaque chimique sur la surface métallique.....	41
Fig. III.5 : Microscope optique utilise.....	42
Fig. III.6 : Microscope optique utilise.....	43

Fig. III.7 : Dimensions d'échantillon.....	43
Fig. III.8 : Les échantillons.....	44

CHAPITRE IV :

Fig. IV.1 : Macrographies des surfaces des échantillons galvanisés.....	45
Fig. IV.2 : Microstructure de l'acier de type A9 (X600).....	46
Fig. IV.3 : Micrographie de l'échantillon CM (X200)	47
Fig. IV.4: Micrographie de l'échantillon M (X200)	48
Fig. IV.5 : Micrographie de l'échantillon CO (X200)	49
Fig. IV.6 : Micrographie de l'échantillon CM (X200)	50
Fig. IV.7 : Micrographie de l'échantillon M (X200)	50
Fig. IV.8 : Micrographie de l'échantillon CO (X200).....	51
Fig. IV.9 : Barres des épaisseurs de revêtement.....	52
Fig. IV.10 : Les échantillons avant décapage.....	53
Fig. IV.11 : Les échantillons après décapage.....	53
Fig. IV.12 : Barres des poids de revêtement (1).....	54
Fig. IV.13 : Barres des poids de revêtement (2).....	55
Fig. IV.14 : Barres des poids de revêtement (3).....	55
Fig. IV.15 : Barres des poids de revêtement (4).....	56
Fig. IV.16 : Barres des poids de revêtement.....	57
Fig. IV.17: Défiance entre l'ondulation et la rugosité.....	58
Fig. IV.18: Installation du bain de zinc.....	58
Fig. IV.19: Rouleau de fond.....	59
Fig. IV.20: Calotte.....	59
Fig. IV.21: Coussinet.....	59
Fig. IV.22 : Schéma de l'essorage.....	60
Fig. IV.23: Diagramme ternaire fer-aluminium-zinc.....	62
Fig. IV.24: Matte en surface dans le bain zinc.....	63
Fig. IV.25 : Effet d'une matte dans le revêtement.....	64
Fig. IV.26 : Particules de mattes.....	64
Fig. IV.27 : Description l'alimentation de bain zinc.....	65

***INTRODUCTION
GÉNÉRALE***

Introduction Générale

Les métaux sont utilisés depuis des siècles à des fins de fabrication d'outils. Dans la construction, dans l'industrie, et sont présents partout où il y a de l'activité. L'acier est le plus connu et le plus utilisé des métaux depuis la révolution industrielle car il allie des propriétés techniques très intéressantes et a des atouts économiques indéniables.

Toutefois, tous les métaux et l'acier en particulier, ont un point faible : ils se corrodent, ce qui va entraîner un aspect inesthétique de rouille à la surface, mais surtout la formation d'entailles qui vont fortement altérer leurs propriétés mécaniques et doivent donc être protégés contre les agressions de l'environnement.

La lutte contre la corrosion des métaux peut être envisagée de plusieurs manières, soit par l'emploi d'alliage passivable (acier inoxydable) qui reste stable dans les conditions d'utilisation, soit par l'emploi de la protection par inhibition par l'ajoute à faible concentration un composé chimique (ex: molécules organiques) au milieu corrosif à fin de ralentir ou stopper le processus de corrosion, soit par l'application de revêtements métalliques ou non métalliques

La protection de l'acier par galvanisation à chaud s'est imposée comme la solution la plus efficace et la plus économique des systèmes de protection anti corrosion. De nos jours, le procédé de galvanisation est le plus fréquemment utilisé pour combattre la corrosion. Près de la moitié des 10 millions de tonnes de zinc produites annuellement à travers le monde sont utilisées pour la galvanisation de pièces d'acier. Les produits d'acier galvanisé servent dans les industries de l'automobile, de la construction et des appareils électroménagers. Ce n'est donc pas un hasard si c'est la solution la plus utilisée à l'heure actuelle.

La galvanisation à chaud est une opération qui a pour but de former des couches intermétalliques fer/zinc par immersion dans un bain de zinc en fusion à une température se situant entre 450°C et 460°C. Ce procédé permet une protection parfaite du métal contre la corrosion (intérieur et extérieur). Lorsqu'un acier zingué est soumis à la corrosion, le zinc protège l'acier grâce à deux mécanismes:

- Protection sacrificielle de l'acier par le zinc aux endroits où le fer est mis à nu .
- Effet barrière aux milieux corrosifs.

Le but de ce travail est d'identifier les facteurs qui influent sur l'homogénéité de l'épaisseur de la couche galvanisée au niveau de SIDER EL-HADJAR et d'essayer de donner quelques remèdes afin d'améliorer la qualité de ce produit.

- Cette étude comprend quatre chapitres

Le premier chapitre présente d'abord une étude bibliographique sur la galvanisation; puis quelques notions sur les types de protection, mécanismes de formation des couches, facteurs influe sur la galvanisation, l'adhérence et enfin présente Les principaux atouts de la galvanisation a chaud.

Le deuxième chapitre présente la technologie de fabrication des tôles minces et le processus technologique de galvanisation en continue.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude du matériau, la préparation des états de surface, les procédés expérimentaux et les moyens d'essais.

Le dernier chapitre a été consacré à la présentation des différents résultats et à la discussion de ces derniers.

Les résultats les plus marquants ont été présentés dans la conclusion générale.

CHAPITRE I

SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Histoire de la galvanisation

C'est en 1741 que *J. Malouin*, chimiste français, découvre l'action protectrice du revêtement de zinc sur les aciers contre la corrosion environnante, sans toutefois en comprendre le mécanisme. Il faut attendre 1837 pour qu'un ingénieur français du nom de *Sorel* dépose le brevet de la galvanisation à chaud. Il utilise alors le terme de « galvanisation » en référence au courant galvanique qui protégé l'acier lorsque le revêtement en zinc est interrompu.

C'est en 1847 que la première usine est construite en Allemagne à Solingen. A cette époque les tôles d'acier sont au préalable nettoyées avec du sel afin d'éliminer les oxydes de fer formés en surface, et ainsi améliorer l'adhérence du zinc sur la tôle. Cette dernière est ensuite immergée dans un bain de zinc à la température de 460°C. Bien que cette technique soit en perpétuelle évolution, elle reste à l'origine de la galvanisation à chaud en continu que l'on connaît aujourd'hui [1].

Depuis ces dernières décennies, les améliorations et les nouvelles applications de ce procédé se sont multipliées devant l'intérêt de nouveaux investisseurs dont l'industrie automobile. Cette dernière fut en effet très intéressée par l'utilisation de la galvanisation à chaud pour la protection des carrosseries de voitures contre la corrosion.

Fondamentalement, la corrosion est un processus électrochimique, qui dans le cas de l'acier, va consommer le fer en l'oxydant. Cette oxydation provient de la réaction chimique entre l'acier et l'oxygène présent dans l'atmosphère, provoquant une détérioration de l'acier. Celle-ci va se traduire par l'apparition "d'entailles" à l'origine de pertes importantes des propriétés mécaniques de l'acier ainsi corrodé [2].

Tous les systèmes de protection anticorrosion sont fondés soit sur un effet barrière soit sur la création d'une cellule galvanique sacrificielle. La galvanisation à chaud offre ces deux avantages pour un coût compétitif et une facilité d'application [3].

I.2 Aciers destinés à la galvanisation

Les résultats obtenus lors de la galvanisation à chaud dépendent, en partie, des aciers, notamment de leur composition chimique. En effet, lorsqu'on immerge de l'acier dans du zinc liquide, il se produit une réaction de diffusion entre le zinc et l'acier.

La vitesse de formation et la structure du revêtement sont fonction du silicium et phosphore. Ces deux éléments, contenus dans l'acier, accélèrent la croissance des couches d'alliages zinc-fer et peuvent contrarier les résultats de la galvanisation.

Il est nécessaire d'imposer des spécifications pour le respect de ces deux éléments. La norme NF A 35-503 « Aciers pour galvanisation par immersion à chaud » définit trois classes d'acier en fonction de leur teneur garantie sur produit en silicium et phosphore.

Tableau I.1 : Classes d'aciers pour galvanisation à chaud

Classe 1	Si % < 0,030 Si % + 2,5 P % < 0,090
Classe 2	Si % < 0,040 Si % + 2,5 P % < 0,110
Classe 3	$0,15 \leq \text{Si \%} \leq 0,25$ Si % + 2,5 P % $\leq 0,325$, P $\leq 0,040$

La classe I et, dans une moindre mesure, la classe II assurent un revêtement d'aspect uniforme et d'épaisseur correspondant aux valeurs minimales garanties dans la norme NF EN ISO 1461.

Pour les aciers de la classe III, l'épaisseur de revêtement est, à conditions de galvanisation identiques, de l'ordre de 120 μm à 200 μm . Pour certains types de pièces de forme compliquée ou massives et qui nécessitent un temps d'immersion plus important, les épaisseurs peuvent dépasser 200 μm . L'aspect est en général plus mat que pour un acier de classe I ou II. Des zones grises, marbrées ou rugueuses n'ayant pas de conséquences sur la tenue à la corrosion peuvent apparaître.

La résistance à la corrosion de ce type de revêtement est équivalente à celle d'un revêtement d'aspect habituel et sa durée de vie est généralement supérieure, puisque celle-ci, en un lieu donné, est fonction de l'épaisseur du revêtement.

I.3 Les différents types de protection

I.3.1 La protection par barrière

La protection par barrière (Fig. I.1) est sans doute la méthode la plus ancienne et la plus largement répandue pour lutter contre la corrosion. Le revêtement de zinc appliqué permet d'isoler physiquement l'acier de l'action corrodant de l'atmosphère. Mais la protection par barrière se fait également grâce aux produits de corrosion du zinc, qui forment à leur tour une couche protégeant le substrat en acier de la corrosion [4].

En effet le zinc possède la particularité de s'oxyder rapidement en présence d'agents oxydants et de former ainsi des ions Zn^{++} ($\text{Zn} \rightarrow 2e^- \text{Zn}^{++}$). Ces ions émis vont ensuite

réagir avec les différents éléments présents dans l'atmosphère environnante pour former une série de produits de corrosion peu solubles et jouant un rôle protecteur.

Le zinc forme alors :

- Avec l'oxygène, une fine couche d'oxyde de zinc, ZnO ;
- En présence d'humidité, un hydroxyde de zinc, $Zn(OH)_2$;
- Avec le dioxyde de carbone, une couche de carbonate de zinc compact, $ZnCO_3$;
- de l'hydroxycarbonate, $Zn_5(CO_3)_2(OH)_6$.

La formation de ces produits va avoir pour conséquence de diminuer la vitesse de corrosion du substrat, ce dernier n'étant plus en contact direct avec l'atmosphère. La vitesse de corrosion dépend alors de la vitesse de diffusion de l'oxygène au travers des couches des produits de corrosion précédemment cités [2].

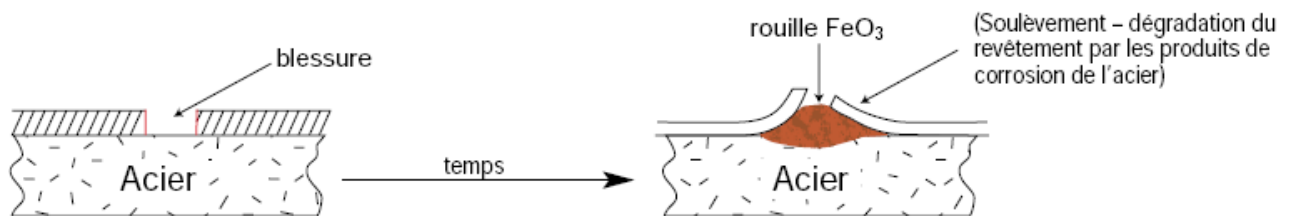


Fig. I.1: Protection barrière simple (exemple peinture)

L'ajout d'éléments comme l'aluminium, le magnésium le cobalt ou le chrome au bain de zinc permet d'améliorer la protection à la corrosion. En effet, ces éléments conduisent à une stabilisation de l'hydroxyde de zinc aux dépens de l'oxyde de zinc réputé moins protecteur vis-à-vis de l'oxydation du fait de sa plus grande conductivité électronique [5].

Toutefois, la présence de SO_2 dans l'atmosphère mène à la transformation des produits de corrosion en sulfite de zinc puis en sulfate soluble ce qui conduit à la destruction du revêtement.

L'effet barrière offre une protection anti-corrosion dont la longévité est proportionnelle à l'épaisseur du revêtement en zinc. Les deux principales qualités demandées à ce type de protection sont une bonne adhésion au substrat en acier et une bonne résistance à l'abrasion [2].

I.3.2 La protection galvanique

Grâce à son rôle sacrificiel, le zinc permet également une protection cathodique contre la corrosion (Fig. I.2). Le principe de la protection cathodique est fondé sur l'apport d'un nouvel élément plus électronégatif que l'acier dans la série galvanique (Tableau I.2).

Tableau I.2 : Série galvanique des métaux et des alliages (électrode hydrogène) [6].

Métaux anodiques (électronégative) -		
Elément	Couple	Potentiel (volts)
Aluminium	Al^{3+} / Al	-1.60
Magnésium	Mn^{2+} / Mn	-1.18
Zinc	Zn^{2+} / Zn	-0.76
Chrome	Cr^{3+} / Cr	-0.74
Fer	Fe^{2+} / Fe	-0.4
Cadmium	Cd^{2+} / Cd	-0.44
Etain	Sn^{2+} / Sn	-0.14
Plomb	Pb^{2+} / Pb	-0.13
Cuivre	Cu^{2+} / Cu	0.345
Fer	Fe^{3+} / Fe^{2+}	0.76
Or	Au^{3+} / Au	1.45
Métaux cathodiques (électropositive) +		

L'acier va alors tenir le rôle de la cathode (gain d'électrons) et le zinc de l'anode (perte d'électrons). Le revêtement en zinc est donc oxydé préférentiellement par rapport au substrat en acier. Le zinc est appelé dans ces conditions l'anode sacrificielle [7].

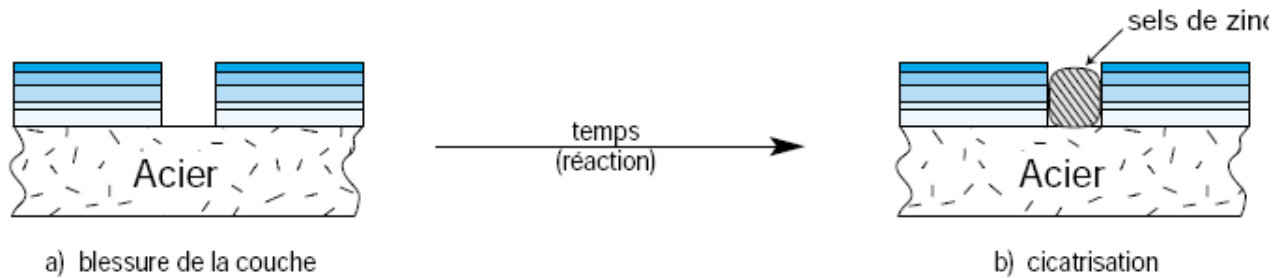


Fig. I.2: Protection par galvanisation (Phénomène de cicatrisation)

Cette protection cathodique présente également l'avantage de lutter contre la corrosion, aux endroits où le revêtement de zinc a subi des dommages (fissures, entailles) ou présente des défauts de discontinuités. Ainsi la présence d'humidité à proximité d'une entaille dans le revêtement, permet la formation d'une pile, pour laquelle l'acier joue le rôle de la cathode et le zinc de l'anode.

Le zinc est alors oxydé selon la cinétique de la réaction cathodique. Cette cinétique définira la durée de la protection galvanique. Différents produits de corrosion issus de l'oxydation du zinc peuvent se former suivant les conditions environnantes : oxydes, hydroxydes, hydrocarbonates. Ces produits auront dans un premier temps un effet "protecteur", mais mèneront à terme à une détérioration du revêtement (Fig. I.2) [1] .

I.4 La galvanisation à chaud

Bien que cette technique soit utilisée commercialement depuis 1837, elle reste l'un des procédés les plus modernes et techniquement avancés pour lutter contre la corrosion.

La galvanisation à chaud consiste à immerger une pièce dans un bain de zinc pur ou d'alliage de zinc à une température voisine de 460°C. Le but de cette opération est de former un revêtement constitué d'une succession de sous-couches de composés intermétalliques Fe-Zn provenant de l'inter diffusion mutuelle du fer de la tôle d'acier, et du zinc du bain de galvanisation[1].

Les caractéristiques (épaisseur, nature des composés intermétalliques) dépendent de la composition à la fois du bain et de la tôle en acier, du temps et de la température d'immersion dans le bain. Ces caractéristiques sont importantes car elles vont ensuite gouverner les propriétés mécaniques du revêtement de galvanisation [1].

Il existe aujourd'hui, selon l'utilisation finale de ces pièces, deux techniques différentes pour galvaniser à chaud des pièces métalliques :

- la galvanisation à façon ou au trempé, batch galvanizing,
- la galvanisation en continu, continuous galvanizing.

Ainsi le procédé en continu sera plus adapté à la galvanisation de tôles, de tubes, de fils d'acier ou plus systématiquement de pièces, qui par la suite subiront une mise en forme. Alors que le procédé à façon sera réservé aux pièces en volume utilisables en l'état après leur galvanisation[1,3].

I.4.1 Principe général de la galvanisation

Le principe de la galvanisation à chaud par immersion est basé 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[3].

Pratiquement, ce revêtement est obtenu par immersion de courte durée de l'acier dans un bain de zinc liquide dont la température, généralement comprise entre 450 et 460°C, est 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, pendant la période de refroidissement tant que la température reste supérieure à environ 300°C.

L'aspect de surface des revêtements des tôles galvanisées à chaud se caractérise par la formation de très larges grains appelés "*fleurage*" ou "*spangles*" provenant de la fine couche d'inhibition suivie d'une couche de dendrites de zinc pur Γ .

Les dimensions du fleurage dépendent des conditions de refroidissement lors de la solidification (Fig. I.3) [3].



Fig. I.3: Structure en fleur d'un revêtement galvanisé à chaud [2].

Le fleurage c'est la cristallisation du zinc sous forme de gros grains réfléchissant la lumière dans différentes directions, il n'a aucune influence sur la tenue à la corrosion mais juste un aspect esthétique.

La taille des fleurs peut être classée en différentes catégories :

- Grandes fleurs > 3 mm
- Fleurs normales : 1 - 3 mm
- Petites fleurs : 0.5 - 1 mm
- Mini-fleurs : < 0.5 mm

La minimisation du fleurage est obtenue par le contrôle de la vitesse de refroidissement [2].

I.4.2 Equilibre Fe-Zn

I.4.2.1 Présentation du système Fe-Zn

Le fer et le zinc représentent tous deux les éléments majeurs de la galvanisation de tôles en acier. Il est donc primordial d'énumérer, grâce à la description du diagramme Fe-Zn, les différents composés intermétalliques constituant le revêtement de galvanisation.

Lors de la galvanisation d'une pièce de fer pur dans un bain de zinc pur, la diffusion conjointe entre le fer et le zinc permet la formation de couches de composés intermétalliques fer-zinc. C'est cette succession de composés intermétalliques qui va constituer la couche de

galvanisation. Les propriétés mécaniques de cette dernière découlent donc directement des propriétés mécaniques et de la proportion de chaque composé intermétallique Fe-Zn [8].

Le diagramme binaire Fe-Zn, (Fig. I.4), a connu de nombreuses modifications depuis sa première version en 1938 [9]. Cependant aujourd'hui, la référence reste le diagramme binaire proposé par Kubaschewski en 1982 [10] et sa partie riche en zinc (Fig. I.4), les composés intermétalliques Fe-Zn y sont au nombre de quatre : $\Gamma_1, \Gamma_2, \delta$ et ζ avec une teneur en zinc croissante [1,3,8].

Les caractéristiques de chacun de ces intermétalliques sont énoncées dans le (Tableau I.3).[11] Quant à la phase zinc liquide, elle peut accepter une limite de solubilité en fer jusqu'à 0.0035% en masse.

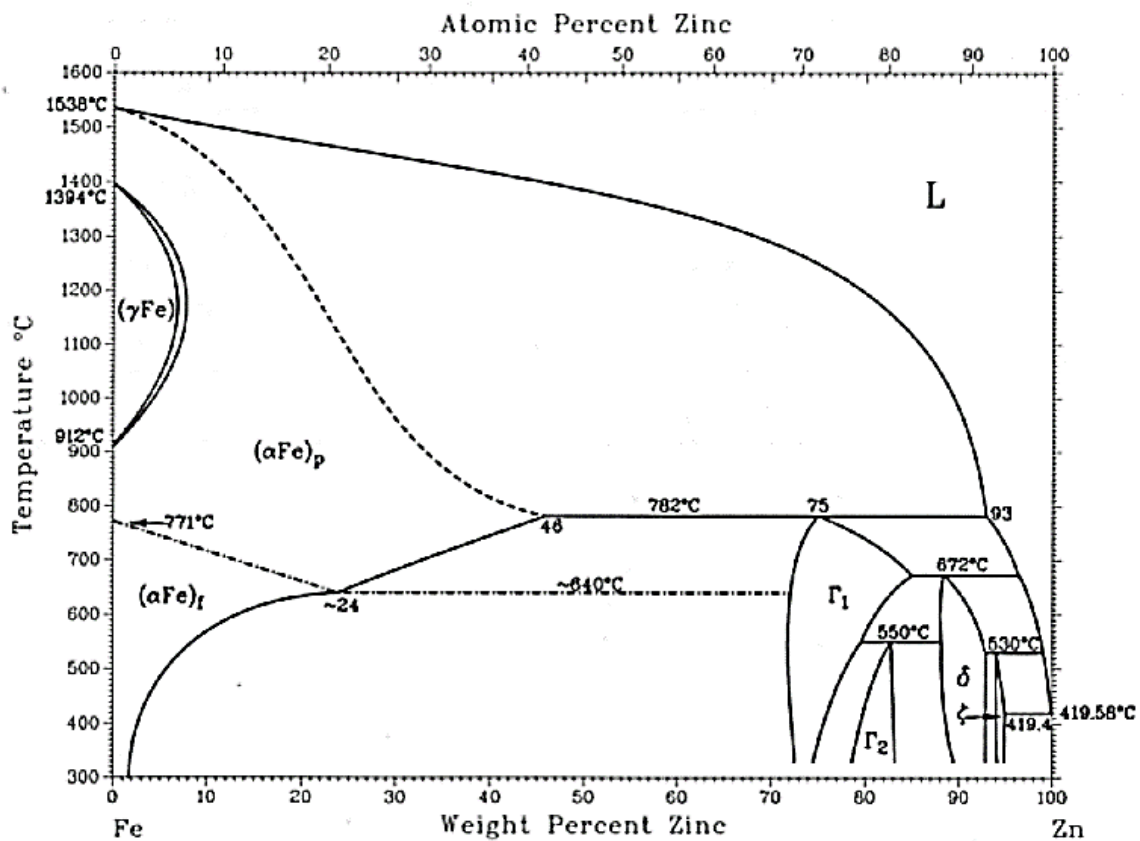
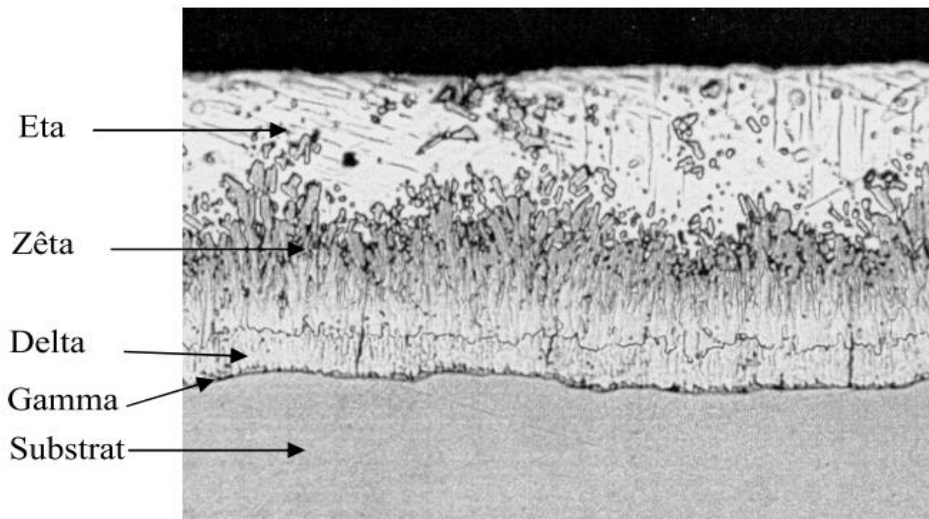


Fig. I.4: Diagramme de phases du système Fe-Zn [12].

Tableau I.3 : Caractéristiques des différentes phases du système Fe-Zn[13].

Phase Fe-Zn	Symbole	Structure	Formule stoechiométrique	Dureté (Hv)	Épaisseur approximative (% de celle du dépôt)
Fer	A	CC	Fe	150	
Gamma	Γ_1	CC	$FeZn_{10}$	326 - 496	1 - 2
	Γ_2	CFC	($FeZn_3$, Fe_5Zn_{21})	505	
Delta	δ	Hexagonal	$FeZn_7$	340	20 - 30
Zêta	ζ	Monoclinique	$FeZn_{13}$	112	50
Eta	η	Hexagonal	Zn	70	20 - 30

*Fig. I.5: Coupe micrographique d'un revêtement galvanisé.*

Avant galvanisation, la surface doit être revêtue par un flux qui permet d'éliminer les oxydes qui se reforment instantanément après décapage. Les pièces sont plongées dans une solution concentrée de chlorure double de zinc et d'ammonium ($ZnCl_2$, $2NH_4Cl$), à environ $60^\circ C$, puis séchées vers $120^\circ C$ dans une étuve. Après fluxage, la surface de l'acier est ainsi recouverte d'une fine couche de chlorure de zinc et d'ammonium [8].

I.4.2.2 Les composés Intermétalliques Fe-Zn

Les composés intermétalliques Γ_1 et Γ_2 , tous deux non stoechiométriques, forment chacun une couche très fine et sont généralement regroupés en une seule et même couche Γ . Celle-ci était d'ailleurs considérée comme unique, et ce n'est qu'en 1974 que Bastin et al [13] mirent en évidence les deux composés intermétalliques Γ_1 et Γ_2 séparés par un domaine biphasé.

- **La phase Γ_1** , la structure cristallographique de la phase Γ_1 (Fe_3Zn_{10}) est cubique centré et a une composition en fer variant entre 23,5 et 28% masse à 450°C. Elle est issue de la réaction péritectique à 782°C entre le fer α et le liquide [2,3].

- **La phase Γ_2** , (Fe_5Zn_{21}) possède quant à elle, une structure cubique à face centrée et une composition en fer comprise entre 17 et 19,5% masse à 450°C. Cette phase est le résultat d'une réaction péritectoïde entre les phases Γ_1 et δ à 550±10°C. Γ_2 est en outre, la phase dont la dureté est la plus élevée [2,3].

- **La phase solide δ ($FeZn_{10}$)**, également non stoechiométrique avec une composition en fer variant entre 7 et 12% masse, possède une structure hexagonale. Cette phase se forme à partir d'une réaction péritectique entre Γ_1 et le liquide à 665°C [2,3].

Auparavant cette phase était séparée en deux morphologies : δ_k compact, côté fer, qui se forme pour des temps d'immersion de l'ordre de 4 heures et pour une température de 553°C, et δ_p palissade, côté zinc. Toutefois, en raison d'une similitude dans leur structure cristallographique [14], ces deux morphologies font aujourd'hui référence à une seule et même phase δ . Ainsi, pour des temps d'immersion courts, une seule morphologie de la phase δ est observée [2,3].

- Enfin, ζ ($FeZn_{13}$) contient approximativement 5 à 6% masse en fer, et se forme à partir de la réaction péritectique entre la phase δ et le zinc liquide à 530 ± 10°C. Dans un revêtement de galvanisation, en l'absence d'aluminium, ζ se forme entre les phases δ et η [2,3].

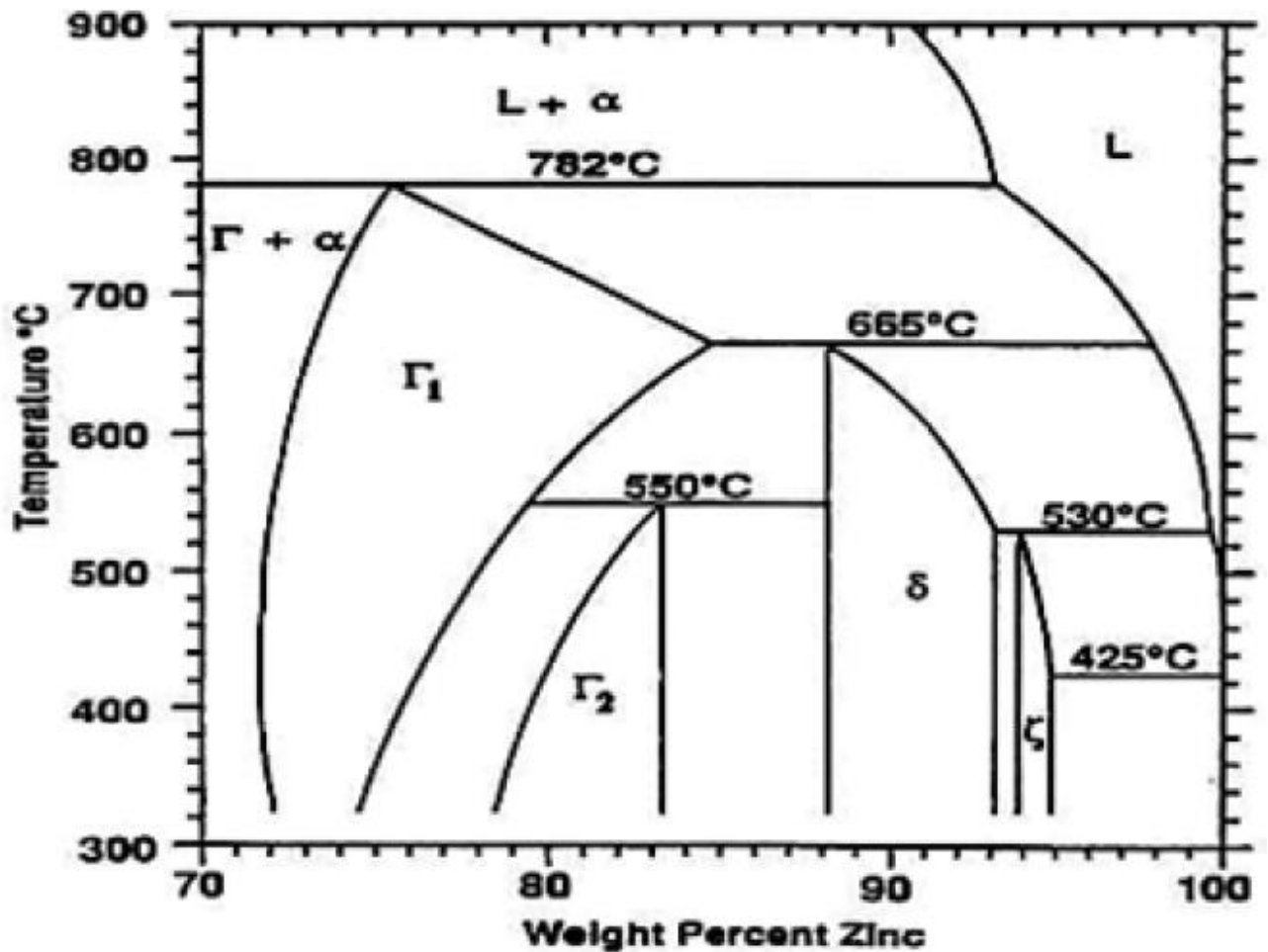


Fig. I.6: Coin riche en zinc du diagramme de phases binaire Fe-Zn [12].

A la température de galvanisation, 460 °C, d'après le diagramme binaire Fe-Zn les composés intermétalliques Γ_1 , Γ_2 , δ et ζ sont présents et peuvent donc se former à la surface de la pièce métallique par diffusion, tout comme la solution solide α Fe et le zinc liquide.

Lorsque l'on retire l'acier du bain, il y a entraînement du zinc qui se solidifie à la surface des composés intermétalliques fer-zinc et forme ainsi la couche η . Le revêtement, dans toute son épaisseur, est ainsi métallurgiquement lié à l'acier de base. Cette succession de couches de composés intermétalliques forme la couche de galvanisation [2, 3, 12].

La figure (Fig. I.5), représentant un revêtement caractéristique de la galvanisation à façon, nous permet de bien distinguer les différents composés intermétalliques énumérés précédemment. La sous-couche Γ est effectivement très fine, et la sous-couche δ se divise bien en δ_k et en δ_p .

Cette succession de composés intermétalliques n'est valable que pour la galvanisation à façon, il en est tout autrement pour la galvanisation en continu dont nous allons voir dans la partie de rôle d'Al, les caractéristiques. En effet, le procédé en continu fait intervenir l'aluminium, ce qui va introduire de nouveaux équilibres entre phases [2,3].

I.4.2.3 Formation des phases Fe-Zn

Lorsque du fer pur est immergé dans un bain de zinc liquide à une température comprise entre 450 et 490°C, le revêtement est composé d'une suite de sous-couches : Γ , δ , ζ , et η .

C'est par la nucléation de la phase δ que débute la formation du revêtement de galvanisation, (Fig. I.6), suivie par la phase δ et après un temps d'incubation par la phase Γ .

Cette figure montre ainsi la chronologie du développement des composés intermétalliques formant les sous-couches du revêtement avec t_0 le temps correspondant à l'immersion de la tôle dans le bain de galvanisation et $t_0 < t_1 < t_2 < t_3 < t_4$. Au temps t_1 la phase ζ se forme au niveau du substrat en fer, suivie juste après, à t_2 , par la formation de la phase δ à l'interface fer α / ζ . Ces deux phases, ζ et δ , forment alors une couche continue après seulement 5 secondes d'immersion. Ensuite, après un temps d'incubation de 30 secondes, une fine couche de Γ se forme à l'interface δ / fer α [2,3,15].

La succession de ces composés intermétalliques Fe-Zn est caractéristique d'une galvanisation à façon.

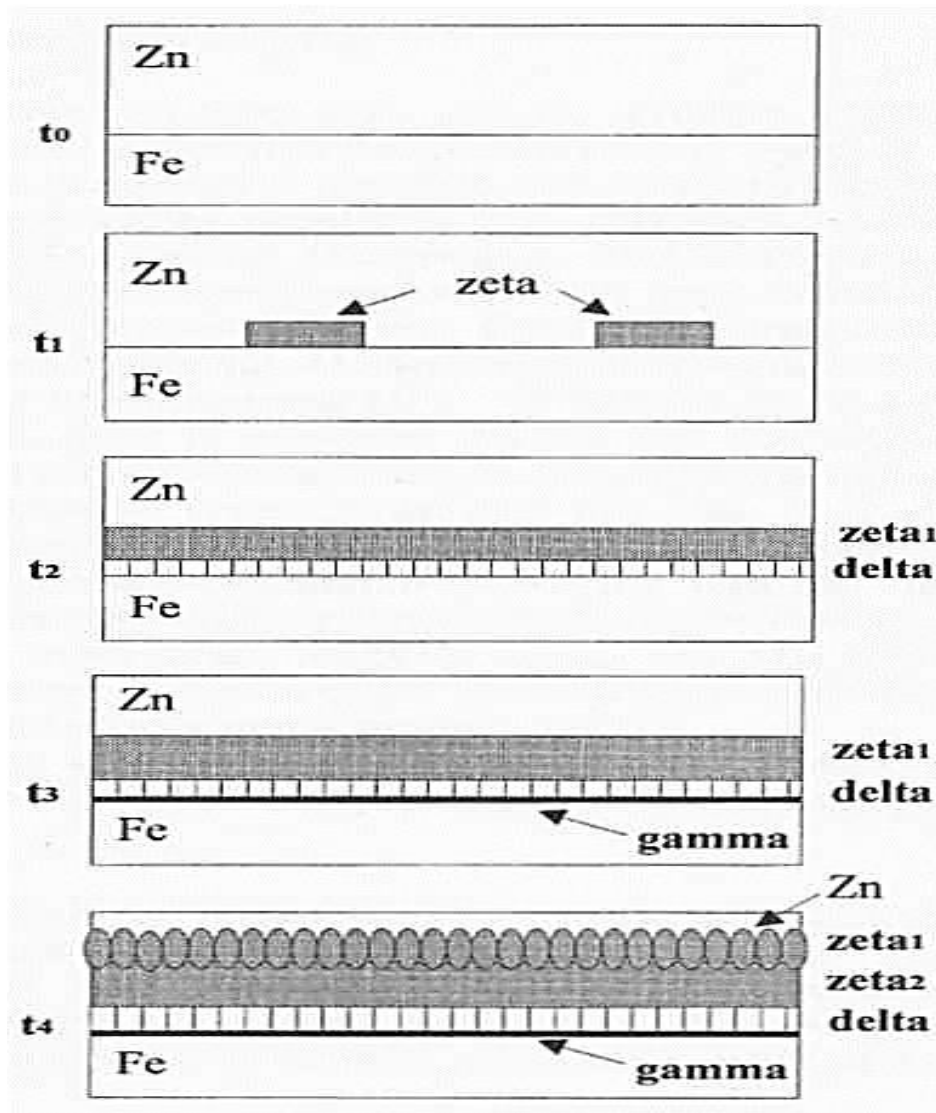


Fig. I.7: Représentation schématique des couches des composés intermétalliques Fe-Zn dans un bain à 0,00 masse % en aluminium [15].

Cependant, la morphologie colonnaire de la phase δ va favoriser l'apparition de fissures, qui vont ainsi augmenter la fragilité de cette couche. Les fissures peuvent ensuite s'étendre aux phases adjacentes ζ et Γ . La phase ζ peut avoir deux couches suivant la sursaturation en fer du zinc liquide. Ainsi si le liquide en zinc est sursaturé en fer, de nombreuses mattes ζ , en équilibre avec le zinc liquide peuvent se former à proximité de la première couche de ζ [15].

I.5 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.

I.5.1 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 (*Tableau I.4*).

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.

Tableau I.4 : Classification des aciers suivant leur teneur en silicium et en phosphore.

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

Leur aspect après galvanisation est plus mat, avec possibilité de zones grisées marbrées ou rugueuses sans conséquence sur la tenue à la corrosion (*Tableau I.5*).

Tableau I.5 : Classification des aciers suivant leur propriété.

	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

➤ **Eléments d'alliage contenu dans l'acier :**

a) 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 et cela dès que la teneur en silicium dépasse 0,1% [1,3].

b) Influence du phosphore

Cette impureté néfaste à l'acier a une influence non négligeable sur la réaction fer-zinc même sa teneur est très faible. Le phosphore s'accumule à l'interface δ / ζ en créant des fissures dans le composé δ . La couche ζ initialement formée, peut donc jouer un rôle d'écran, isolant le zinc liquide et imposant par sa présence, un processus de réaction entre phases solides dans l'espace compris entre cette couche et le métal à galvaniser [1,3].

c) Influence du carbone

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

Les autres impuretés présentes dans l'acier comme le manganèse, l'aluminium, le cuivre, le soufre et l'azote n'ont pas d'influence marquée sur la formation des composés Fe-Zn [1,3].

I.5.2 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 I.6 (norme NF A 55-101).

a) 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 (*Fig. I.7*) 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).

Tableau I.6 : Composition chimique du zinc

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	-	-	-	

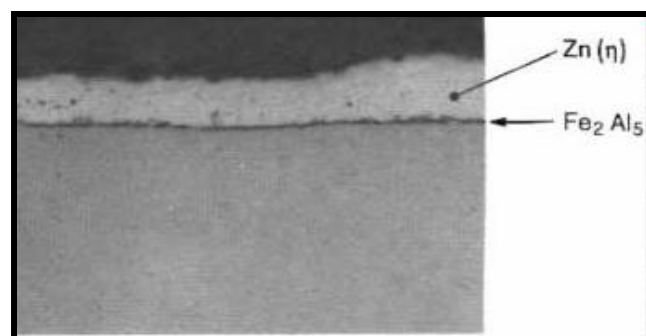


Fig. I.8: Revêtement galvanisé : bain Zn + 0,16% Al

l'aluminium est neutralisé. Il influence la cristallisation de la phase externe et forme un eutectique avec le zinc qui est provoquée durant la solidification (par développement de larges fleurs).

b) 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.

c) Influence du cadmium

En raison de la formation d'une couche discontinue gamma, des additions de 0.5 à 1% de Cd dans le zinc accroissent la vitesse de réaction Fe-Zn et déplacent le domaine d'attaque linéaire vers des basses températures. Au dessus de 4.5% de Cd, la phase ζ disparaît et seul de gros cristaux de δ subsistent dans le dépôt.

d) Influence du fer

La présence du fer dans le bain de zinc conduit à la formation de mattes qui se déposent le plus souvent au fond de la cuve. Ce phénomène peut emmener à une augmentation de la viscosité du bain et aussi à la mouillabilité de l'acier.

e) Influence d'autres éléments

- ✓ Le magnésium jusqu'à 0,6% accroît la vitesse de réaction, au delà de cette teneur, son effet diminue en intensité.
- ✓ L'antimoine influe sur la cristallisation de la phase externe η . Il forme un eutectique avec le zinc qui provoque durant la solidification le développement de larges fleurs.
- ✓ L'argent accélère la croissance du dépôt, alors qu'à l'inverse le Cr, Ni, Ti, V, et Zr sont des inhibiteurs efficaces de la réaction Fe-Zn. Ces derniers éléments ont tendance à former des composés ternaires à l'interface ζ/η et à réduire l'épaisseur de la phase ζ .

I.5.3 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) (Fig. I.8).

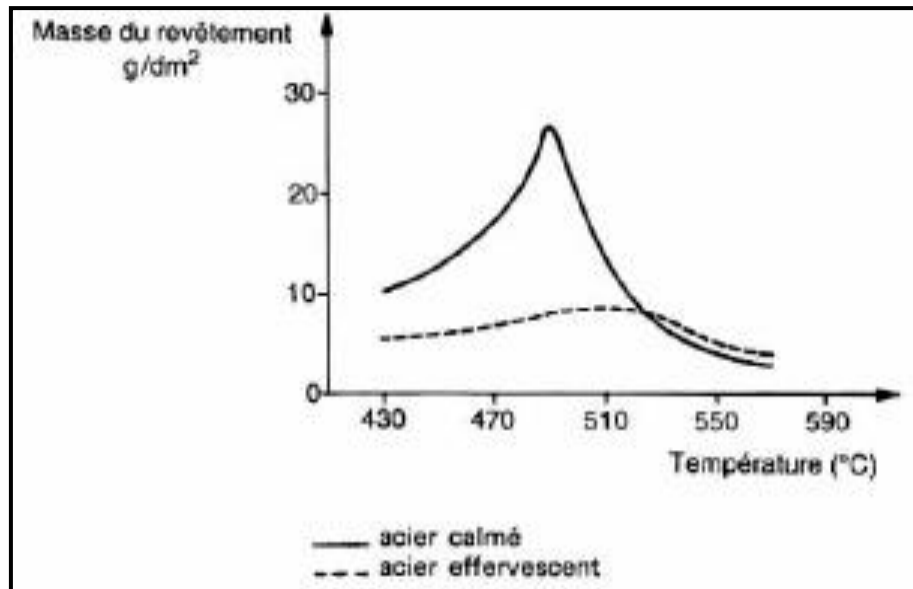


Fig. I.9: Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc.

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.

I.5.4 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.

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.



A : durée d'immersion 10s. B : durée d'immersion 30s. C : durée d'immersion 120s.

Fig. I.10: Action de la durée d'immersion sur la structure de revêtement.

La Fig. I.9 présente l'influence de la durée d'immersion sur le poids de zinc déposé. La Fig. I.9 (c) montrent l'évolution de la couche d'alliage Fe-Zn qui présente une durée de contact de 12 fois plus que le premier cas (Fig. I.9) (a). La phase Γ et la phase δ de la couche de galvanisation sont bien visibles.

I.5.5 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.

I.6.1 L'adhérence revêtement – substrat

On peut définir l'adhérence comme la force qu'il faut fournir au système adhérent pour séparer deux constituants. Il faut distinguer l'adhérence de l'adhésion. En effet, l'adhésion est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui sont responsables de la formation et de la cohésion des interfaces entre deux corps. L'adhésion est liée à plusieurs facteurs :

- l'adhésivité qui est l'aptitude à créer des forces d'interactions entre le substrat et le revêtement.
- l'état de surface et la nature du support (porosité, rugosité, mouillabilité, état de propreté).

L'adhésion peut être divisée en deux types :

- ✓ l'adhésion chimique qui est la capacité à créer des liaisons chimiques fortes ou «physiques» faibles.
- ✓ l'adhésion mécanique (ancrage mécanique) (Fig. I.10) qui est la capacité du revêtement à pénétrer dans le substrat au travers de la porosité de la rugosité par exemple.

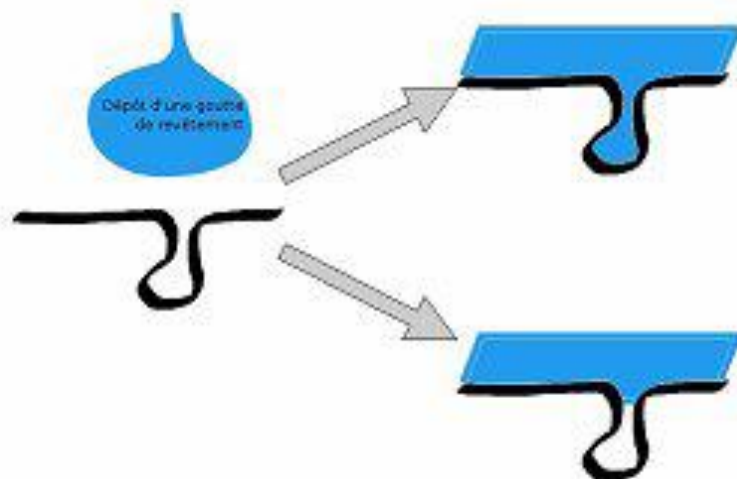


Fig. I.11 : Représentation schématique de la théorie de l'accrochage mécanique.

I.6.2 Paramètres influents l'adhérence

L'adhérence dépend du support : la rugosité, la porosité, la cohésion superficielle et la mouillabilité. Ces paramètres influent sur :

- L'adhésion de la future couche.

- Des propriétés thermodynamiques du liquide et du solide qui caractérisent la mouillabilité du support.
- De la rugosité modifiant la mouillabilité du support par l'intermédiaire de l'angle de contact et de la surface spécifique.
- De l'absorption capillaire, dépendante de la porosité de la pièce mais aussi des propriétés thermodynamiques et de la viscosité de la nouvelle couche, de la composition chimique du substrat et du revêtement [16].

I.7 Principaux atouts de la galvanisation a chaud [17]

I.7.1 Une longévité exceptionnelle

- ✓ **La très faible vitesse de corrosion du zinc :**

Tableau I.7 : Vitesse de corrosion du zinc.

Annuel	Milieu	Temps moyen de longévité du zinc (*)
0,5 à 1,5 microns	Extérieur en milieu rural	50 ans et +
1 à 3 microns	Extérieur en milieu urbain, selon le taux de pollution	25 à 30 ans et +
1,5 à 4 microns	Milieu marin	20 à 30 ans et +
3 à 8 microns	Milieu industriel	15 à 20 ans et +

- (*) Epaisseur de revêtement conforme à la norme NF EN ISO 1461.
- Ces données n'ont aucune valeur contractuelle

- ✓ **Sa double protection de l'acier :**

- **Protection physique** : barrière par écran apportée par le revêtement de zinc et sa tenue à la corrosion.
- **Protection électrochimique** : par effet cathodique, due au pouvoir sacrificiel du zinc en cas de blessure du revêtement. Confère à la galvanisation une longévité sans entretien de 30 ans et plus dans des conditions normales d'exposition et d'utilisation.

I.7.2 Une résistance aux chocs remarquable

Seul ce procédé d'application du zinc confère au revêtement une résistance mécanique, à l'abrasion, supérieure à celle de l'acier lui-même. Les réactions métallurgiques lors de l'immersion des aciers aptes dans un bain de zinc à 450°C provoquent plusieurs couches d'alliages : "composés intermétalliques" zinc-fer, plus durs que l'acier, qui confèrent au revêtement non seulement une parfaite adhérence, mais aussi une résistance exceptionnelle aux chocs et à l'abrasion.

Tableau I.8 : Caractéristiques des phases Fer-Zinc

Couche	Teneur en fer (%)	Teneur en zinc (%)	Dureté (Mpa)
Eta	≤ 0,03	≈ 100	300-500
Zéta	5 à 6	94 à 95	1800-2700
Delta	7 à 12	88 à 93	2500-4500
Gamma	21 à 28	72 à 79	4500-5500
Acier	≈ 100	0	1200-1500

I.7.3 Une protection totale

Les procédés traditionnels d'application d'une protection par projection sur la surface de l'acier ne protègent pas les parties inaccessibles. Seul le procédé par immersion dans un bain liquide constitue une garantie totale de protection complète des pièces extérieure et intérieure, mêmes les moins accessibles (corps creux, tubulaires, etc.).

I.7.4 Une fiabilité

La galvanisation à chaud est un concept industriel maîtrisé dans des ateliers spécialisés, un mode opératoire exécuté et contrôlé par des spécialistes en référence à des normes strictes qui apportent la plus grande fiabilité à ce concept de protection. Toute anomalie éventuelle est visible et détectable dès la sortie du bain de zinc, ce qui évite toute surprise a posteriori.

I.7.5 Une bonne compatibilité

Son association avec d'autres matériaux est parfaitement possible.

- La galvanisation peut recevoir plusieurs systèmes de peintures pour satisfaire des effets esthétiques ou accroître la longévité de sa protection dans des environnements particulièrement agressifs.

Le produit galvanisé se marie bien avec le béton, y compris en armature. Son contact avec le ciment provoque une couche auto protectrice d'hydroxyzincate de calcium qui le passive et améliore son adhérence au béton, évite les fissurages par éclatement du béton provoqués par l'oxyde de fer.

- Le zinc peut, dans de nombreux cas, être mis au contact avec d'autres métaux, notamment l'inox, l'aluminium.

I.7.6 Esthétique et durabilité

La protection cathodique qu'apporte le zinc à l'acier le protège en cas de blessure, rayures ou chocs accidentels et lui évite toute altération telle que coulure de rouille, y compris dans le béton.

L'évolution technologique de la galvanisation intervient dans beaucoup de domaines. L'une des plus significatives est sans conteste la duplex galvanisation + peinture laquée ou thermolaquée. De nombreuses peintures sont aujourd'hui homologuées pour application sur galvanisation.

Des peintures intumescents applicables sur acier galvanisé ont également satisfait aux essais du CTICM avec délivrance de procès-verbaux. Cette évolution permet d'allier esthétique et durabilité des aciers galvanisés.

CTICM : Le Centre Technique Industriel de la Construction Métallique.

I.7.7 Une protection très économique

Sa longévité exceptionnelle et l'absence de maintenance, placent la galvanisation dans la catégorie des protections efficaces les plus économiques. Le meilleur rapport, tant à l'achat que par l'absence d'entretien, constitue une compétitivité exceptionnelle. Choisir la galvanisation à chaud, c'est opter pour la qualité et la rentabilité.

CHAPITRE II

PARTIE TECHNOLOGIQUE

II.1. Technologie de fabrication des tôles minces

Avant d'arriver à la chaîne de fabrication des tôles minces, le processus technologique passe, en amont, par une succession d'opérations d'élaboration de la fonte, de l'acier et des brames et enfin par les opérations de laminage à chaud et laminage à froid .

II.1.1 Elaboration de la fonte et de l'acier

Les minerais de fer agglomérés (Les oxydes de fer (FeO , Fe_2O_3) et certains éléments présents dans la gangue de l'aggloméré) sont réduits par le monoxyde de carbone pour produire le métal liquide (la fonte) dans les hauts fourneaux N° 1 et 2. Une analyse typique de la fonte liquide à 1400°C est : 4,7 % de carbone (C), 0,5 % de manganèse (Mn), 0,4 % de silicium (Si), 0,1 % de phosphore (P) et 0,04 % de soufre (S) le restant étant du fer (Fe).

La fonte est ensuite transformée en acier brut dans un convertisseur à oxygène. Le convertisseur à oxygène LD est basé sur l'injection d'oxygène par une lance à l'intérieur du métal liquide. Des ferrailles et de la chaux sont ajoutées dans le convertisseur afin de refroidir la coulée et d'éliminer le phosphore, le silicium et le manganèse.

La régulation de la teneur en carbone de l'acier fini est effectuée par l'addition du coke broyé ou du graphite dans la poche à acier. Lorsque la composition chimique est réglée, l'acier est coulé dans des moules afin de se solidifier. Il y a deux types de moules : les moules en fonte utilisés pour couler des lingots et les moules en cuivre utilisés dans le procédé de coulée continue.

La coulée continue est désormais devenue le principal procédé de solidification d'acier (brames, billettes). Les raisons sont les suivantes :

- ✓ augmentation des capacités de production.
- ✓ économie d'énergie (production directe de demi-produits).
- ✓ nécessite moins de main-d'œuvre.

Les brames obtenues par oxycoupage ayant des dimensions limitées, sont ensuite acheminées vers le laminoir à chaud.

II.1.2 Laminage à chaud

Le laminage à chaud consiste à écraser entre deux cylindres les brames réchauffées préalablement à environ 1200°C à 1300°C. La pièce d'acier peut être passée de manière répétitive d'avant en arrière entre les mêmes cylindres, l'écartement de ces cylindres étant réduit progressivement.

Cette opération est effectuée à chaud car la limite d'élasticité de l'acier décroît lorsque la température croît. De grandes déformations peuvent être ainsi faites avec des efforts modestes.

Il est nécessaire de contrôler à la fois la réduction totale d'épaisseur et la réduction pour chaque passe afin d'éviter des déformations excessives pouvant conduire à une fissuration du métal voire à une rupture. Jusqu'à une température de l'ordre 1250°C au niveau quarto la brame subit la plus grande réduction avant d'entrer dans les cages finisseurs de la dernière cage où à la sortie de cette dernière l'épaisseur est de 4,5 mm puis la bande entre dans un bain de douche (à eau) pour être refroidie avant d'être bobinée à des températures dépendantes de la nuance d'acier.

II.1.3 Laminage a froid

Le laminoir à froid est conçu pour compléter celui à chaud, en effet au niveau du laminoir à chaud on ne peut pas laminier des épaisseurs inférieures à 2mm pour la simple raison que le refroidissement du produit devient très rapide et sa déformation ultérieure nécessite de grands efforts.

II.1.3.1 Ligne de décapage

Après le laminage à chaud et stockage des bobines, une couche d'oxyde de fer appelée calamine (Fig. I.1) se forme sur la surface de ces bobines .

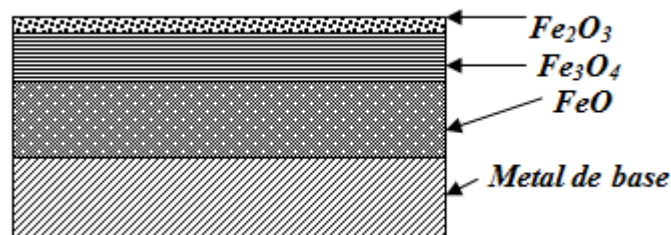


Fig. I.1: Couches d'oxydes

La ligne de décapage reçoit les bobines du laminoir à chaud pour les décalaminer mécaniquement et chimiquement et de les placer et cisailer les rives. Dans la ligne de décapage il y'aura :

- Elimination de la couche superficielle de la calamine qui couvre les produits laminés à chaud avec l'acide sulfurique (H_2SO_4).
- Mise en forme de la largeur aux dimensions programmées par cisailage des rives.
- Appliquer un huilage de protection pour la bobine.

II.1.3.2 Laminoir tandem

Le laminage à froid est l'une des applications industrielles les plus importantes après le laminage à chaud et le décapage, les épaisseurs d'entrées varient entre 2.00 et 4.50mm maximal.

Le laminage à froid a pour rôle de réduire l'épaisseur de la tôle compte tenu d'un certain taux de réduction et de l'épaisseur d'entrée. Les épaisseurs obtenues à la sortie du tandem varient de 0.18mm à 2.00mm, qui seront réparties comme suit :

- Destination fer blanc : épaisseur ≤ 0.37 mm
- Destination tôle fine et galvanisée : $2\text{mm} > \text{épaisseur} > 0.37$ mm

II.1.3.2.1 Objectifs du laminage à froid :

- a) laminier la bande pour obtenir une épaisseur sortie demandée uniforme dans sa tolérance tout en choisissant l'épaisseur entrée qui convient le mieux du point de vue faisabilité et rentabilité.
- b) Avoir une forme plate et lisse de la bande dont la rugosité adéquate exempte de tâches d'huile et de défauts sur la bande laminée.
- c) Les spires des bobines laminées doivent être uniformes, arrangées, enroulées et tendues pour éviter les défauts de télescopicité et d'affaissement.

II.1.3.2.2 Principe de laminage

Le laminage à froid se fait par passage de la bande décapée entre des cylindres en présence d'efforts élevés simultanément en pression et traction.

La figure II.2 représente une bande en cours de laminage dans de l'emprise entre des cylindres, dans chaque cage, la tôle est progressivement réduite de la première à la dernière cage.

La déformation s'effectue par déplacement et création de dislocations, dans des plans cristallographiques favorables.

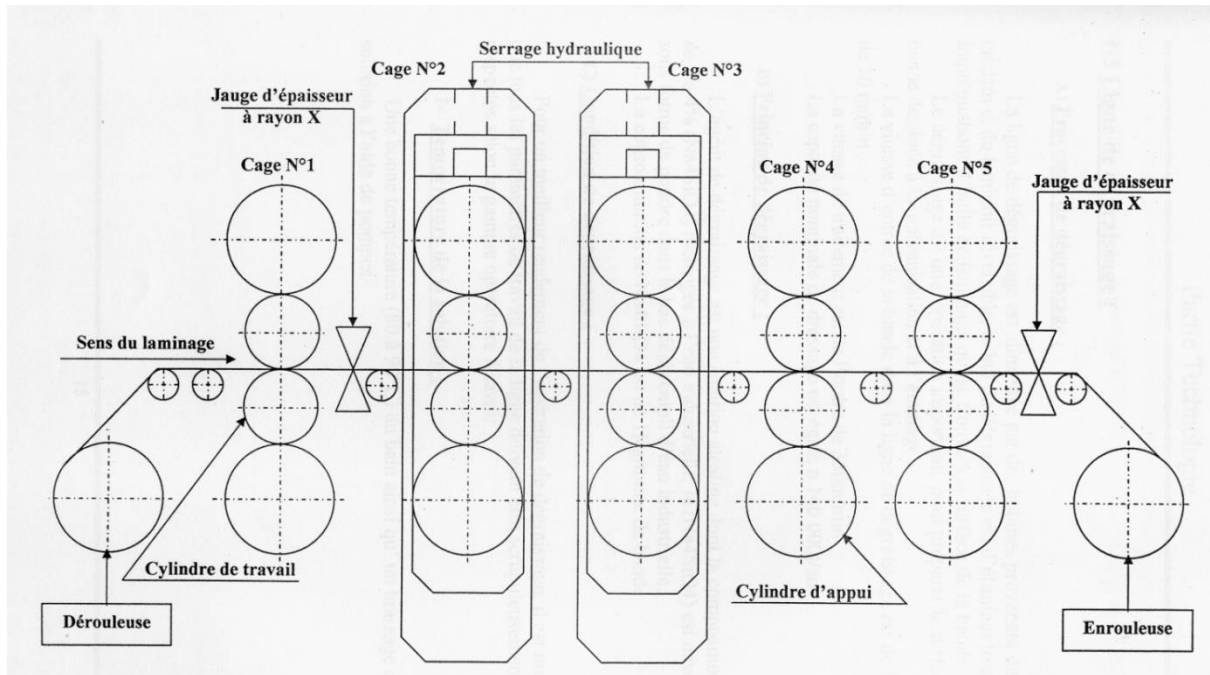


Fig. II.2: Tandem à cinq cages

II.2 Galvanisation

II.2.2 Définition de la galvanisation

Galvanisation, procédé consistant à recouvrir une pièce en acier ou en fonte d'une couche de zinc, dans le but de la protéger contre la corrosion.

✓ **Zinc**: élément de base du procédé de galvanisation.

Le zinc, utilisé dans les procédés de revêtement de l'acier, assure la protection anticorrosion la plus économique et la plus respectueuse de l'environnement qui soit.

le zinc est un élément essentiel et indispensable pour la santé de l'être humain et pour l'ensemble des organismes vivants, d'où l'interaction relativement complexe entre cet élément et l'environnement[17].

II.2.3 Galvanisation à chaud en continue

La galvanisation à chaud est un procédé de revêtement qui consiste à recouvrir d'une fine couche de zinc, des bandes d'acier en continu par immersion dans un bain de zinc

fondu. Ce procédé de revêtement exige une bonne préparation de l'état de surface de la bande à galvaniser.

II.2.4 Procédé technologique de la galvanisation en continue

Le procédé technologique de la galvanisation se divise en trois étapes :

- La préparation de la surface des bandes.
- L'immersion dans le bain de zinc fondu.
- Le refroidissement et le traitement chimique en surface (passivation).

Ceci se résume comme suit :

La préparation de l'état de surface est une opération qui précède l'introduction de la bande d'acier dans le bain. Cette opération consiste en un traitement thermique qui par brûlage des graisses, huiles et réduction des oxydes pouvant donner à cette bande d'acier un bon état de surface très soigneusement dégraissé et débarrassé des oxydes.

La bande d'acier ayant un bon état de surface est plongée dans un bain de zinc liquide dont la température est maintenue au voisinage de $440^{\circ} - 460^{\circ}\text{C}$. Le temps d'immersion est fonction des dimensions des bandes traitées.

Le bain est composé essentiellement de zinc pur avec quelques éléments d'addition tels que le plomb et l'aluminium. A la sortie du bain, la bande est aussitôt refroidie à l'air libre, puis après planage et passivation, elle sera bobinée et stockée.

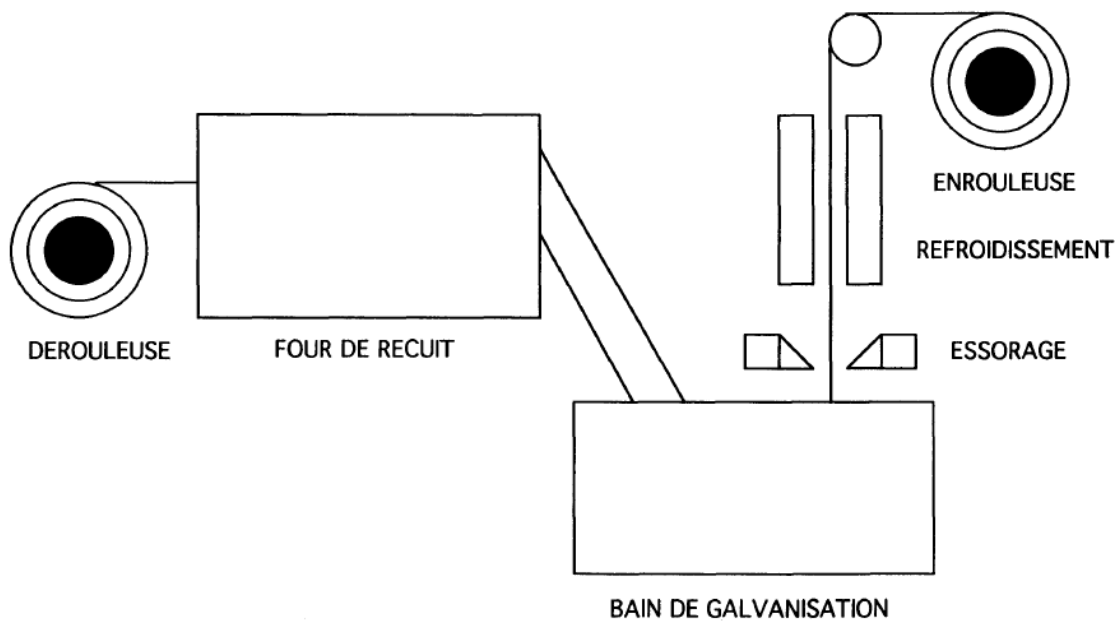


Fig. II.3: Schéma d'une ligne de galvanisation en continu[18].

II.2.5 Description des principaux équipements de la ligne de galvanisation en continue

II.2.5.1 Caractéristiques générales :

A- Matériaux à traiter :

Bande d'acier laminé à froid

- La limite élastique 35 kg/mm².
- la résistance à la rupture 45 kg/mm².

Tableau II.1 : Caractéristiques des bobines laminé à froid

	Min	Max
Largueur de bande	900 mm	1250 mm
Epaisseur de bande	0.32 mm	2.00 mm
Poids de bobine	/	24000 kg

B- Produit obtenu :

- ✓ Qualité de bande :
 - Tôle pour ondulage ou profilage avec recuit à 800 C° (recristallisation)
- ✓ Les Caractéristiques mécaniques des tôles galvanisé :

Tableau II.2 : Caractéristiques mécaniques des tôles galvanisé [19].

Ep(mm)	Rm (MPa)	A(%)
0,35-0,50	270-500	≥ 18
0,50-0,70		≥ 20
0,70-2,00		≥ 22

- ✓ Poids de revêtement de zinc [20] :

Z100, Z140, Z200, Z225, Z275, Z350.

En double face (g/m²)

C- Vitesse de l'installation::

- Entre 15 – 180 m/min

D- Capacité de production:

- Production horaire: Recristallisation = 30 t/h

II.2.5.2 Principaux équipements de la ligne de galvanisation

II.2.5.2.1 Section entrée

La section entrée permet :

- D'introduire la bande dans la ligne.
- D'éliminer les sur épaisseurs en tête et queue des bobines.
- De constituer par soudage une bande continue.

Cette section comporte en plus un accumulateur de bande de 360 m dont le rôle est d'assurer une marche continue de la ligne pendant les arrêts dus aux opérations de soudage.

II.2.5.2.2 Section traitement thermique

Cette section a pour rôle :

- De nettoyer et dégraisser la bande par chauffage.
- D'assurer les qualités de dureté de la bande par l'un des traitements thermiques.
- D'assurer la protection de la bande jusqu'à l'immersion dans le bain.

Cette section comprend plusieurs unités consécutives pour le chauffage et le refroidissement de tôle d'acier à bas carbone avant galvanisation ; ces unités sont implantées en ligne droite (four transversal sous forme de tunnel).

Première section: Section de préchauffage : (longueur 22.6 mètre)

Une zone de préchauffage non oxydant à feu direct, dont laquelle la combustion est assuré par un rapport de gaz naturel et d'air de combustion qui sont mélangés en préalable dans un brûleur .

Le rapport air/gaz est maintenu automatiquement à une valeur constante pour maintenir une combustion incomplète (environ 6 % de H_2+CO) quel que soit le régime du bruleur. Une injection d'air secondaire est faite a coté de chaque bruleur pour ramener le taux d'imbrulés à 2 %.

En cas d'arrêt de la ligne , un by-pass assurera l'alimentation des bruleurs en faible débit d'air et gaz de façon a maintenir une atmosphère très réductrice dans le four (10 -15 % d'imbrulés) et évite l'élévation de température.

Le rôle de la zone de préchauffage est de volatilisé les huiles et les graisses de laminage par les flammes directes et préparé la surface de la bande avant immersion dans le bain de zinc.

Cette section se compose de trois zones de chauffage ou le chauffage se fait en cascade .

La température à l'intérieur du four peut atteindre les 1300 C° à l'entrée de cette zone ,une section de récupération, assure un meilleur rendement du four. Les fumées s'échappent dans deux sorties latérales qui sont fermées par deux clapets , commandés automatiquement, maintenant une pression constante à l'intérieur du four de préchauffe .en cas d'arrêt de la bande ,les clapets viennent en position fermée et la pression de l'atmosphère dans le four de préchauffage est maintenue positive pour empêcher la pénétration de l'air de la porte SAS.

Deuxième section: Section de recuit: (longueur 110 mètre)

Cette section comprend plusieurs zones:

a- Laboratoire : (zone N°4 ,N°5, N°6 et N°07) (longueur 38.9 mètre)

Cette section chauffe la bande jusqu'à la température désirée (selon le type de recuit) . La température varie de 800 à 940 C° . Le chauffage est assuré par des tubes radiants en forme U chauffés au gaz . Ces tubes sont montés horizontalement en dessous et dessus de la bande .

Cette section dite laboratoire est sous une atmosphère protectrice contenant environ entre (7 -15 %) H₂ et le reste N₂.

b-Section de maintien et refroidissement contrôlé : (zone N°08) (longueur de la section=17.9mètre)

Cette section est prévue pour faire un maintien de la bande à haute température et en même temps un refroidissement contrôlé selon la courbe du recuit désiré.

Le chauffage est assuré par des résistances électriques placées en dessous de la bande commandé de façon automatique.

Le refroidissement est assuré par de l'air qui circule dans des tubes en forme de U placés en dessous et en dessus de la bande.

Cette section est sous une atmosphère protectrice contenant environ entre (7 -15 %) H₂ et le reste N₂.

c- Section de refroidissement forcé par jet: (zone N°09) (longueur =13.2 mètre)

Cette section permet un refroidissement rapide de la bande jusqu'à une température d'environ 500 C° .

Le refroidissement est assuré par le gaz d'atmosphère (HNX) en circulation dans le four, ce gaz est aspiré du four par des ventilateurs à travers des échangeurs de chaleurs, puis

envoyé a grande vitesse sur la bande. Le débit du gaz de refroidissement est réglé par le ventilateur commandé par servomoteur.

d- section de refroidissement et de maintien : (Zone N°10 et 11) (longueur =34.2 mètre)
(deuxième section de refroidissement et maintien)

Cette section permette un refroidissement et maintien de la bande à une température de galvanisation, suivant le cycle de température précédemment décrit .

e- Chambre de refroidissement forcé final par jet: (Zone N°12) (longueur = 4.40 mètre)

Cette section a pour rôle de réglé la température de bande à la valeur désirée (température de galvanisation) juste avant le bain de zinc.

Le fonctionnement de cette zone est semblable a la zone N°9.

II.2.5.2.3 Section bain de zinc

Le bac d'immersion est une cuve en céramique, le chauffage est assuré par deux inducteurs (induction stationnaire).

Les dimensions sont :

- Largueur= 4270 mm
- Largeur = 3050 mm
- Profondeur du métal = 1850 mm
- Enlèvement du zinc de 5000 kg /heure

Composé d'une mécanique d'entraînement et de guidage de la bande :

- Un rouleau de fond en acier inoxydable de diamètre 600mm d'une table rainurée sert au renvoi de la bande dans le bain .
- Un rouleau décombreur de diamètre 200 mm
- Un dispositif d'essorage de la bande par lame d'air froid , ce dispositif permet le soufflage de l'air froid sur les deux faces de la bandes a travers deux buses disposées de part et d'autre de la bande.et de régler la couche de zinc sur la bande après sa sortie du bain.

✓ La composition du bain

Les principaux éléments ajoutés ou présents dans le bain de zinc sont [6]:

- L'aluminium, de 0,13 à 0,20 % en masse
- Le fer, de 0,025 à 0,060 % en masse
- Le plomb est également ajouté au bain mais dans de faibles teneurs, de 0,025 à 0,035

- masse %. Son rôle est uniquement d'améliorer le procédé de galvanisation, il n'intervient pas dans les équilibres entre phases.

Ces trois éléments ont une importance pour le procédé de galvanisation en continu.

II.2.5.2.4 Section refroidissement

Après revêtement, la bande est refroidie par un système d'air soufflé sous pression. Le refroidissement de la bande s'achève dans un système de refroidissement à eau où une pulvérisation d'eau froide sous un débit de 50 m³/h est envoyée sur la bande.

II.2.5.2.5 Section planage

Cette section comporte :

- Jauge de mesure de l'épaisseur du revêtement.
- Un skin-pass.
- Une planeuse sous traction.

II.2.5.2.6 Section de traitement chimique (passivation):

Le rôle de cette section est de déposer un film d'une solution a base de chrome (traitement chimique de chromage) sur les deux surface de la bande contre la formation de la rouille blanche durant le stockage des bobines.

II.2.5.2.7 Section sortie

Elle comporte une accumulation semblable a celle de l'entrée mais avec une capacité de 180 mètres, une cisaille double et une bobineuse .

Au moment du cisaillement de la partie de la soudure pour extraction de la bobine prête pour le client, l'accumulation vient de ce remplir pour assurer la continuité de marche en amont.

Un contrôleur de qualité au niveau de cette section assure le contrôle et le mentionnèrent sur la bobine ce qui suit:

- Caractéristiques de la bobine (Numéro bobine , numéro de coulée, nuance , poids, dimensions, clients) .
- Prise d'échantillon pour faire les essais des caractéristiques mécaniques
- Prise d'échantillon pour contrôle de l'adhérence

- Prise d'échantillon pour faire l'essai de la voie humide (calcul de la masse de zinc déposée en g/m²)
- Contrôle de l'état finale de la bobine (enroulement, rives, aspect des deux faces et contrôle dimensionnel).

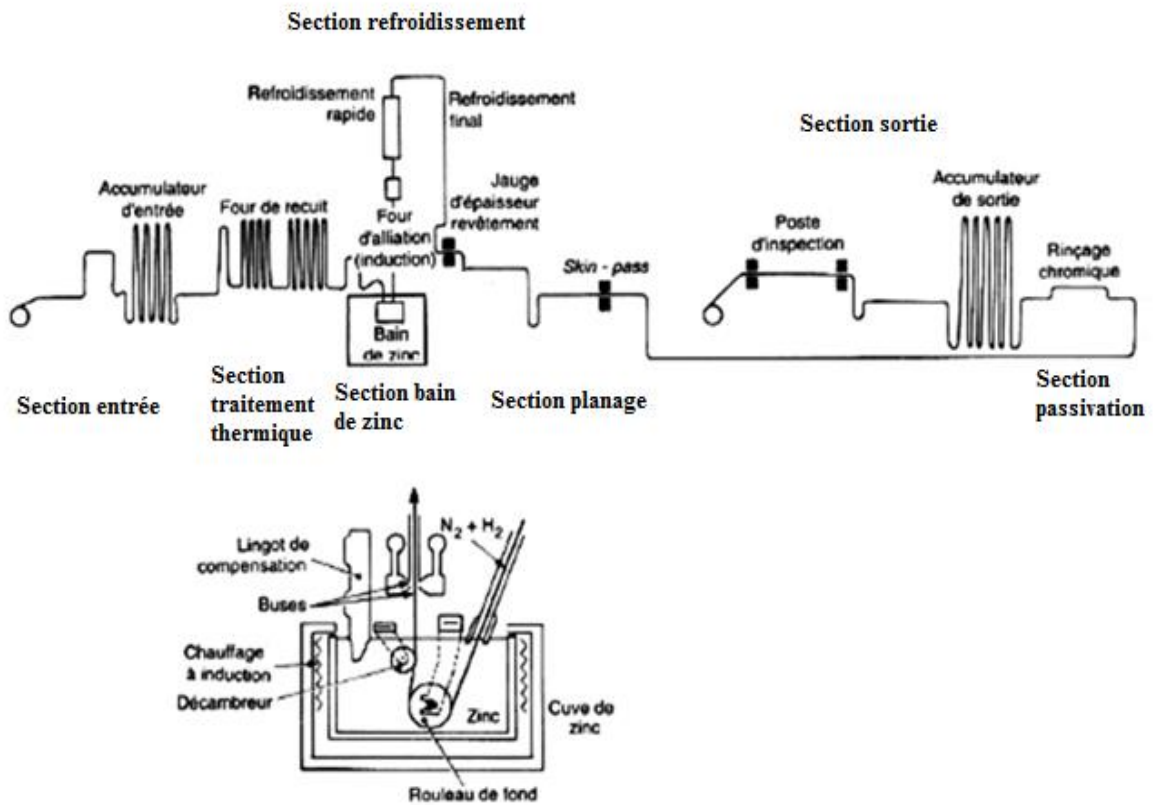


Fig. II.4: Schéma de processus de galvanisation

CHAPITRE III

MATÉRIAUX ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

III. Matériaux et Techniques Expérimentales

Dans ce chapitre, nous décrivons sommairement présenter les matériaux utilise, la méthode de préparation des échantillons et les différentes techniques de caractérisation du revêtement.

III.1 Matériaux utilisés

III.1.1 Echantillons utilisés

Dans notre étude nous avons utilisé une tôle galvanisé en acier A9 provenant de l'usine de SIDER EL-HADJAR.

L'analyse spectrale de cet acier A9 (à bas carbone) a donnée la composition chimique suivante :

Tableau III.1 : Composition chimique de l'acier A9 en masse (%).

Elément, %	C	Mn	Si	S	P	Al
Acier A9	0,06	0,45	0,04	0,02	0,02	0,05

III.1.2 Galvanisation à chaud en continu

Comme il a été mentionné dans le chapitre II, la galvanisation à chaud en continu des bandes laminées à froid a été effectué dans un bain formé principalement du Zinc, de l'aluminium, du plomb et du fer durant 4sec d'immersion. Après ce temps de diffusion il y'a formation sur les deux faces d'une interface d'accrochage située entre la matrice et les couches Fe-Zn et d'une couche épaisse appelée η (Zn-Fer) diffractée suivant plusieurs plans de diffraction. Nous avons constaté aussi la présence des phases de type $FeZn_{15}$, Fe_2Al_5 .

– Bain de zinc :

Des échantillons du bain de zinc utilisé pour l'opération de galvanisation ont été prélevés au niveau de la section RPA pour analyse. La composition chimique obtenue au laboratoire centrale a donnée le résultat suivant :

Tableau III.2 : Composition chimique du bain de galvanisation

Élément, %	Al	Pb	Fe	Zn
Bain zinc	0,17	0,088	0,047	reste

Tableau III.3 : Composition chimique des lingots de zinc .

Élément, %	Sn	Cd	Cu	Fe	Pb	Al	Zn
Lingot Zn	0.001	0.02	0.002	0.01	0.02	0.5	reste

*Fig. III.1 : Lingots du zinc*

Tableau III.4 : Propriétés mécaniques de tôle galvanisé .

Propriétés mécaniques	Dureté Vickers (HRB)	Limite d'élasticité E (MPa)	Résistance à la traction Rm (MPa)	Allongement à la rupture A (%)
tôle galvanisé	62	32,20	38,40	30,00

III.2 Microscope optique

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.

III.2.1 Préparation d'échantillon

a) Découpage :

On coupe des échantillons coupes transversales de 20 mm, différents points d'une tôle galvanisée : côté mécanique (CM), milieu (M) et côté opérateur (CO) avec une tronçonneuse refroidie à l'eau pour éviter tout chauffage ou modification. Le découpage a été effectué simultanément au niveau des laboratoires de Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie d'Annaba.

b) Enrobage :

On enrobe les petits échantillons avec la résine pour faciliter la manipulation et l'observation.



Fig. III.2 : Echantillon enrobé

c) Polissage :

On utilisés ont été préliminairement polis mécaniquement à l'aide du papier abrasifs (SiC), de différentes granulométrie (180, 320, 400 , 600, 800, 1200 et 2400), collés sur le disque d'une polisseuse, Après cette opération, nous avons appliqué un finissage à l'alumine (Al_2O_3) jusqu'à l'obtention d'une surface miroir les nombreuses correspondant au nombre de grains par unité de surface (cm). Le polissage a été effectué simultanément au niveau de laboratoire de Métallurgie physique et propriétés des matériaux « LM2PM ».



Fig. III.3 : Polisseuse utilisée

d) Attaque chimique :

Les échantillons destinés à l'observation métallographique ont subi une attaque chimique au nital qui est composé de 3% acide nitrique et 97% alcool éthylique pour révéler leurs microstructures.

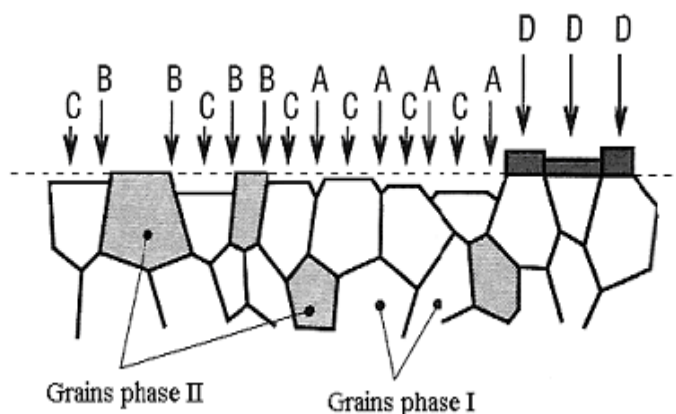


Fig. III.4 : Représentation schématique des divers effets de l'attaque chimique sur la surface métallique.

A : Dissolution des joints de grains d'une même phase.

B : Dissolution des joints d'interphases.

C : Dissolution de la surface des grains en fonction de leur orientation cristallographique.

D : Formation d'une couche superficielle adhérente de produit de réaction et dont l'épaisseur est fonction de l'orientation du grain sur lequel elle se développe.

III.2.2 Observation avec microscope

Un microscope métallographique optique universel de type LEICA (Fig. III.5) permet l'observation métallographique sur des surfaces polies et attaquées des échantillons galvanisés. Il est constitué essentiellement d'un objectif qui donne de l'objet une première image réelle et agrandie par un oculaire qui donne une image définitive. L'échantillon est porté par la platine qui se déplace dans les trois directions. Les rayons lumineux sont concentrés par une lentille convergente diaphragmée sur la surface à analyser. Il est muni également de quatre objectifs avec grossissement allant de 50 à 1000 fois et d'un dispositif photographique solidaire du microscope. Ce dernier permet la prise des micrographies. L'observation a été effectuée simultanément au niveau des laboratoire du département de Métallurgie (Annaba).

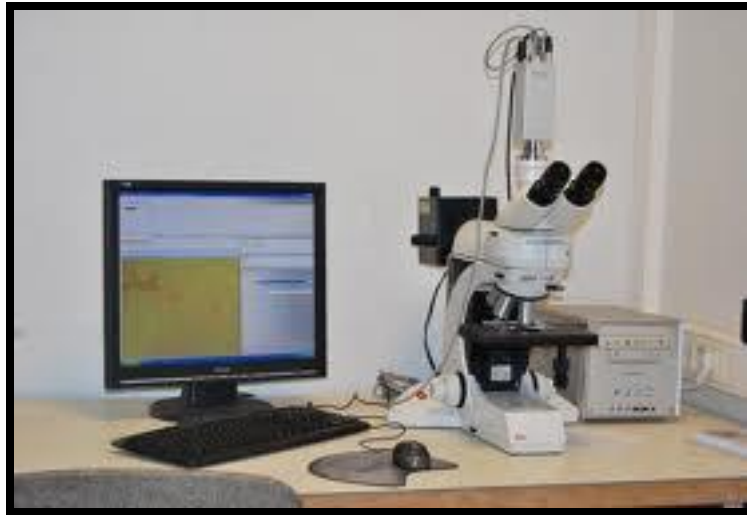


Fig. III.5 : Microscope optique utilise.

On utilise les grossissements :

- X200

-X600

III.2.3 Mesure de l'épaisseur de la couche de revêtement

La méthode de calcul prise en compte dans notre étude pour la mesure de l'épaisseur moyenne de couche du revêtement est basé sur les échelles mises sur les micrographies et cela en fonction des grossissements.

La mesure de l'épaisseur a été réalisée au moyen d'un microscope optique de type Nikon Eclipse-LV 150 doté d'une caméra SD-Fi2 avec un logiciel d'acquisition NIS-ELEMENT D (Fig. III.6) Ce dernier est constitué de quatre objectifs avec grossissement allant de 60 à 600 fois qui donnent une première image réelle qui sera agrandie par un oculaire pour l'obtention de l'image définitive, la mesure a été effectuée simultanément au niveau des laboratoires de Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie d'Annaba.



Fig. III.6 : Microscope optique utilise.

III.3 Essai de la voie humide par décapage

III.3.1 Objectif de l'essai

Calculer la masse de zinc déposée en g/m^2 .

III.3.2 Préparation des échantillons

Les dimensions suivantes (Fig. III.7) :

- Longueurs 7,09 cm
- Largeurs 7 cm
- Surface 50 cm^2

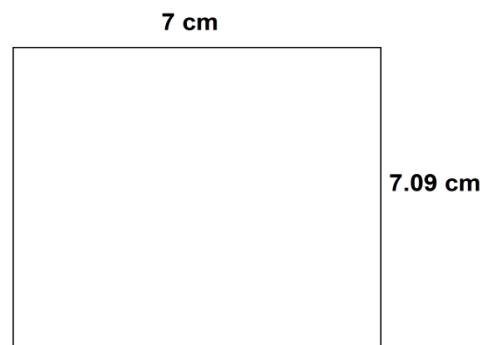


Fig. III.7 : Dimensions d'échantillon

Les échantillons ont été découpé trois points différent sur les quatre tôles galvanisée

(Fig. III.8) :

- Coté mécanique CM
- Milieu M
- Coté opérateur CO

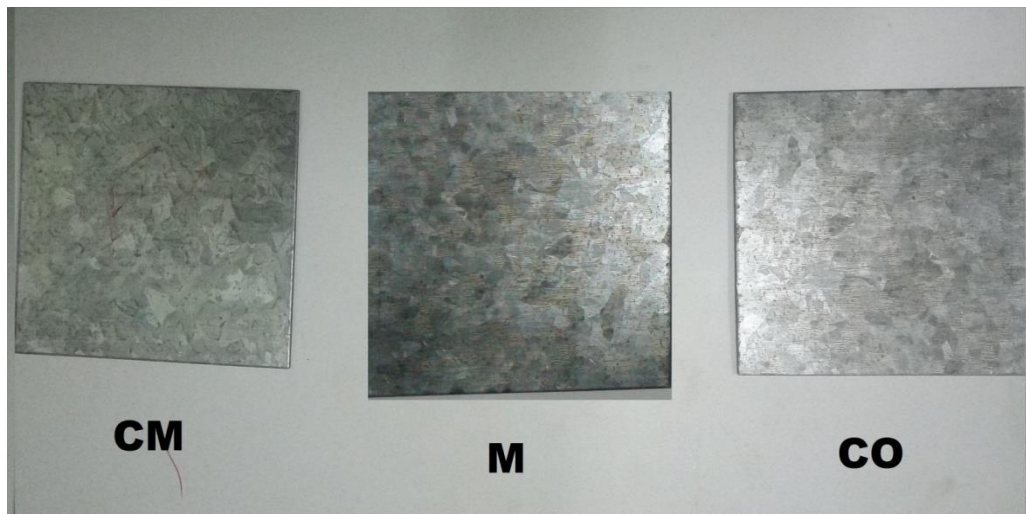


Fig. III.8 : Les échantillons

III.3.3 Les étapes de l'essai

- Pesée les échantillons revêtus.
- Décapé par un acide sulfurique.
- Pesée les échantillons après décapage.

CHAPITRE IV

RÉSULTATS ET DISCUSSION

IV. Résultats Expérimentaux et Interprétation

Dans ce chapitre nous allons présenter les différents résultats expérimentaux obtenus lors des différents essais réalisés sur les tôles galvanisées.

IV.1 Aspect macrographique des surfaces galvanisées



Fig. IV.1 : Macrographies des surfaces des échantillons galvanisés

Les observations macrographiques effectuées sur les surfaces des échantillons (Fig. IV.1) ayant subi la galvanisation montrent un fleurage régulier. Ce fleurage (apparition des cristaux de zinc).

IV. 2 Micrographies de l'acier A9

L'observation microstructurale au microscope optique de l'échantillon en acier de type A9 polie et attaqué chimiquement nous a permis de mettre en évidence (Fig. IV.2). La présence de la ferrite (phase claire) et d'une quantité relativement faible de perlite (phase sombre). Il a été observé que la structure est légèrement déformée (structure en bande).

En générale, le recuit de recristallisation appliqué aux bandes a entraîné une recristallisation non complète des grains, ou on enregistre une petite fraction des grains de ferrite et de perlite non recristallisés, ceci est dû probablement à l'insuffisance du temps de recuit.

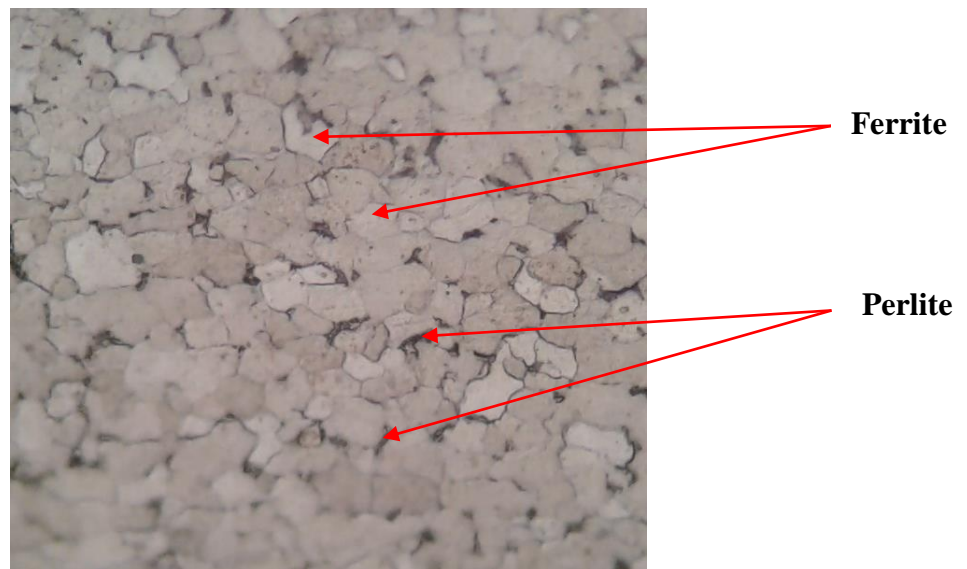


Fig. IV.2 : Microstructure de l'acier de type A9 (X600).

IV.3 Observation micrographique

- Coté mécanique CM
- Milieu M
- Coté opérateur CO

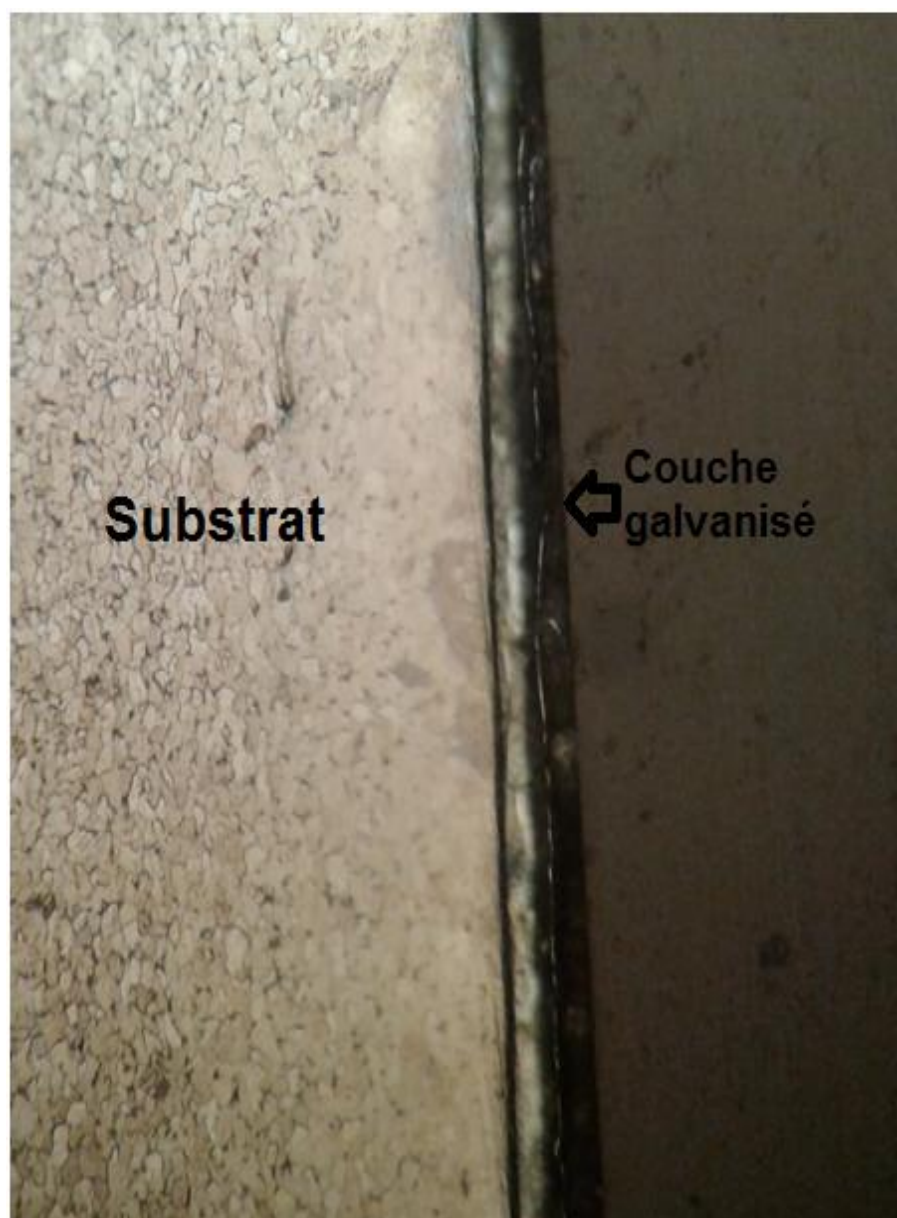


Fig. IV.3 : Micrographie de l'échantillon CM (X200)

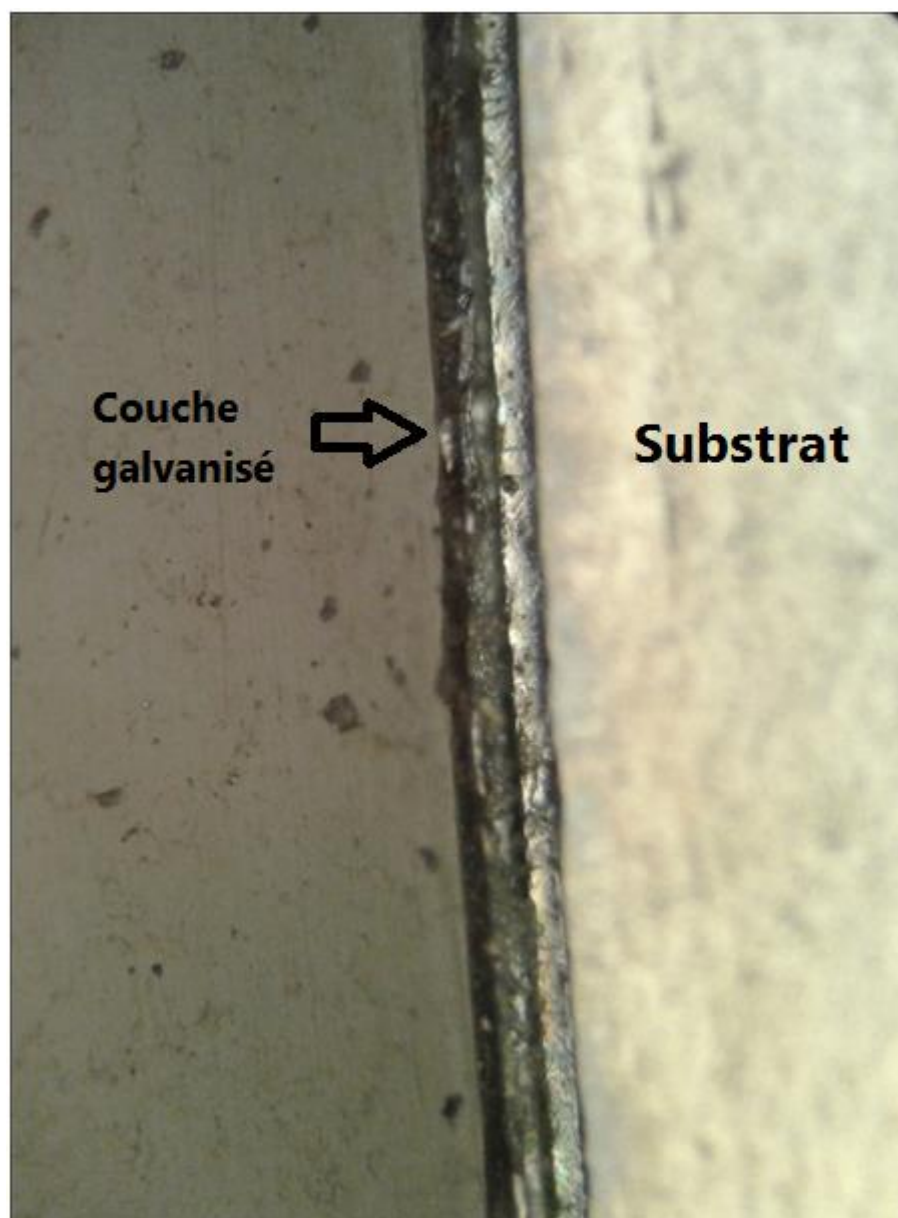


Fig. IV.4: Micrographie de l'échantillon M (X200)

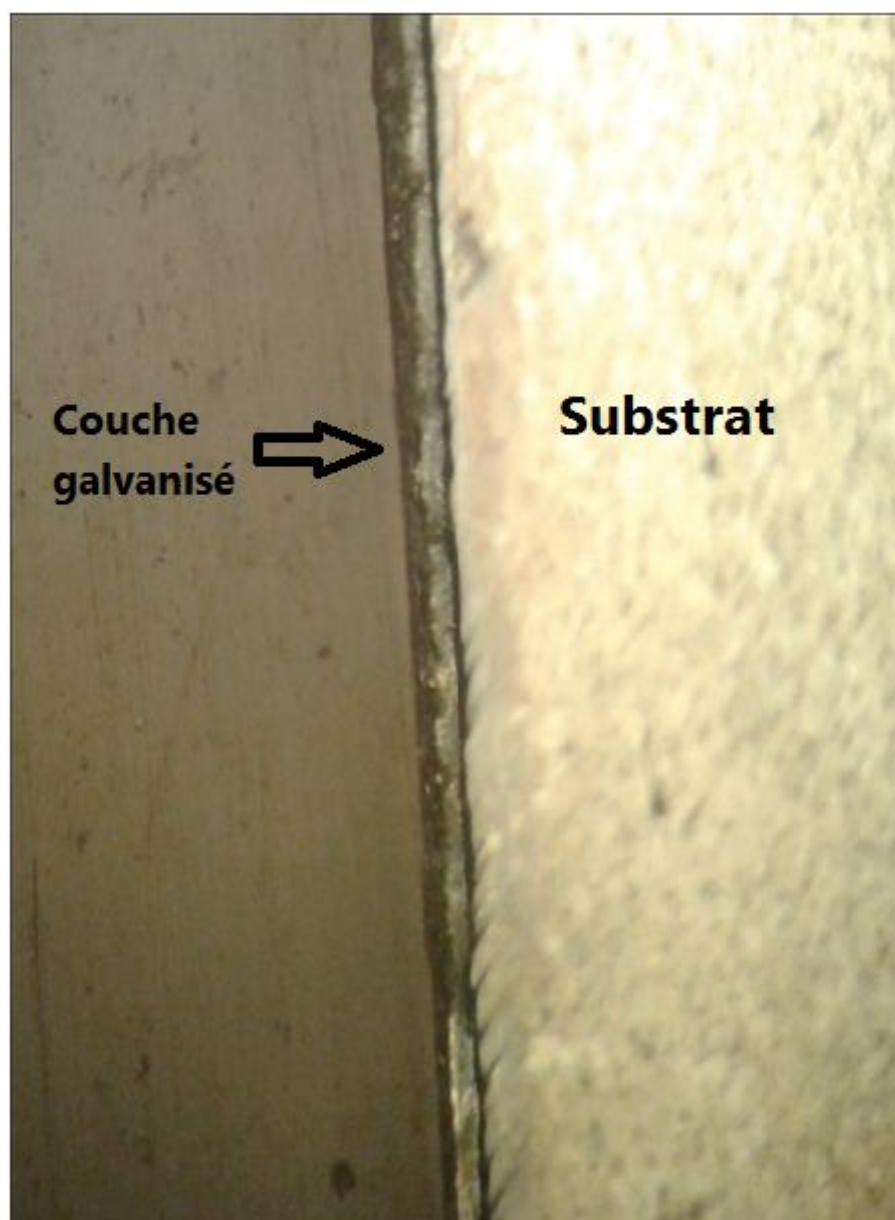


Fig. IV.5 : Micrographie de l'échantillon CO (X200)

Les micrographies présentées dans les figures allant de la figure IV.3 jusqu'à la figure IV.5 correspondent à la couche de revêtement galvanisé de l'acier A9 en différents points d'une tôle CM, M et CO .

IV.4 Mesure de l'épaisseur de la couche de revêtement

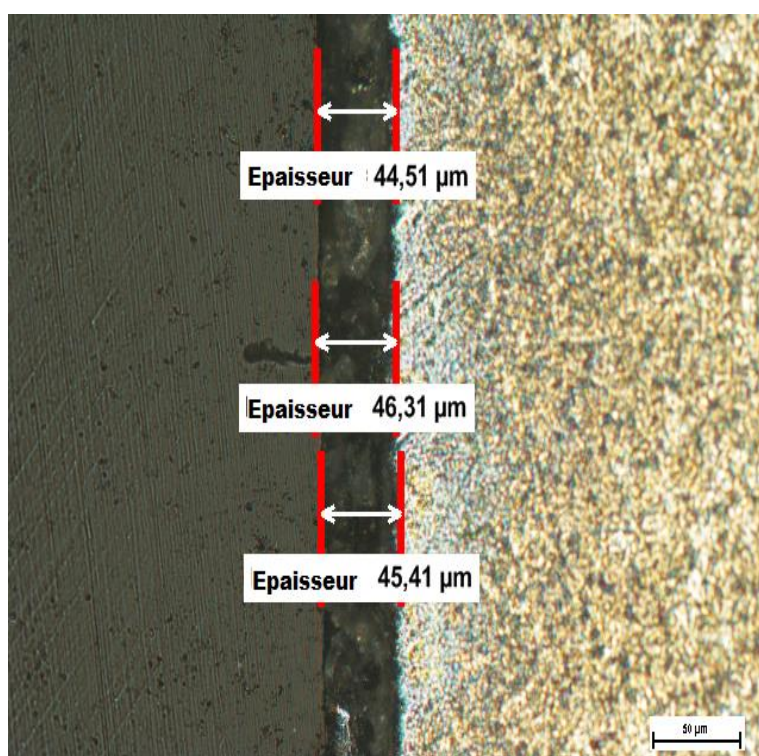


Fig. IV.6 : Micrographie de l'échantillon CM (X200)

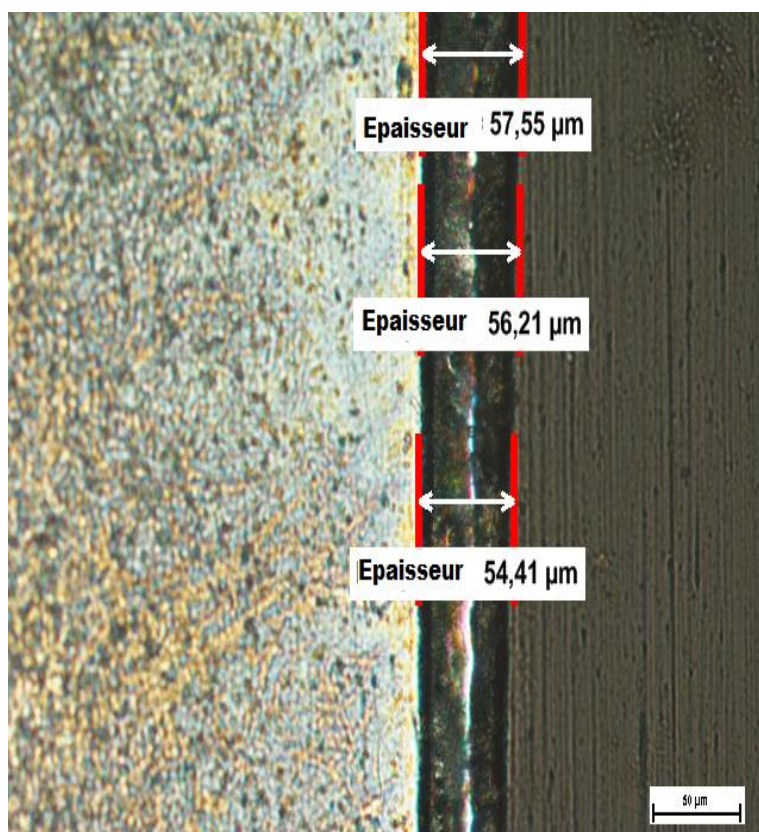


Fig. IV.7 : Micrographie de l'échantillon M (X200)

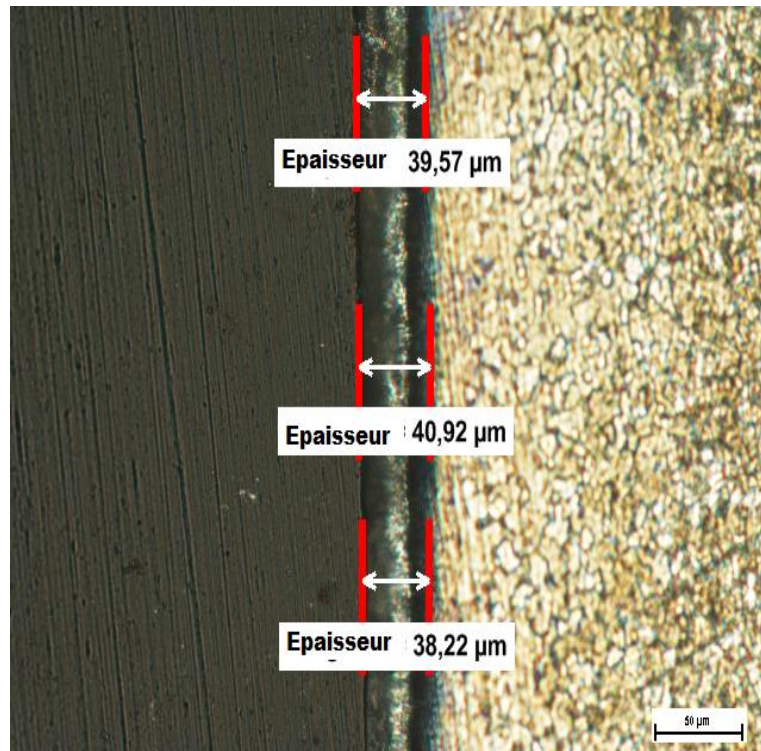


Fig. IV.8 : Micrographie de l'échantillon CO (X200)

- Coté mécanique CM
- Milieu M
- Coté opérateur CO

Les résultats obtenus sont consignés dans des tableaux et traduits par des barres .

Tableau IV.1 : Résultat des mesures de l'épaisseur de revêtement

	Valeur 1 (µm)	Valeur 2 (µm)	Valeur 3 (µm)	Moy (µm)
CM	44,51	46,31	45,41	45,41
M	57,55	56,21	54,41	56,06
CO	39,57	40,92	38,22	39,57

D'après les résultats du Tableau IV.1 obtenues de micrographie, on remarque qu'il y a une différence significative de l'épaisseur de couche du revêtement au niveau de trois points prélevés CM, M et CO. Nous pouvons conclure que les mesures nous ont permis de confirmer la non uniformité des couches galvanisées.

Il est à noter que l'épaisseur de couche de revêtement galvanisé au centre (M) plus grand que les rives (CM et CO), et aussi (CM) est plus grand que (CO).

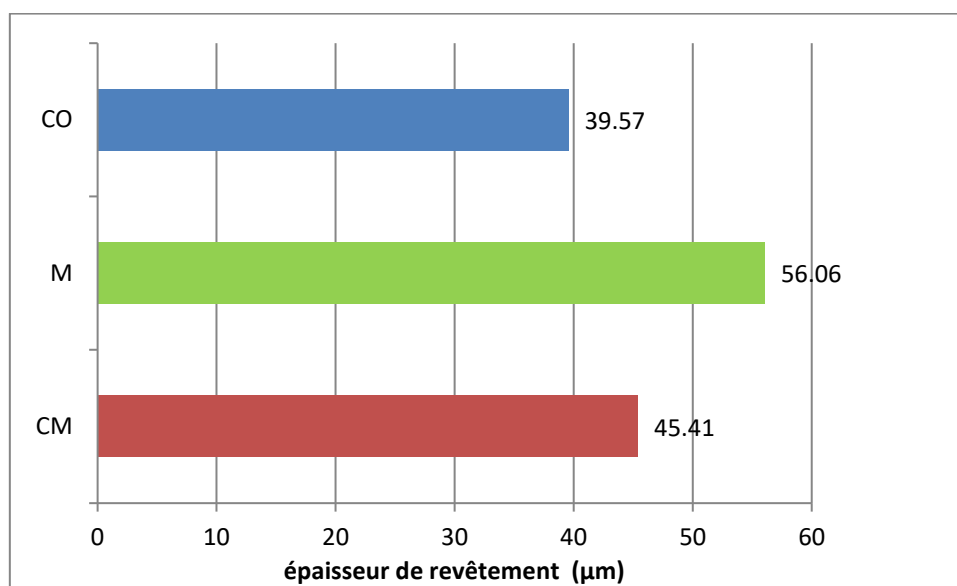


Fig. IV.9 : Barres des épaisseurs de revêtement

IV.5 Essai de la voie humide par décapage

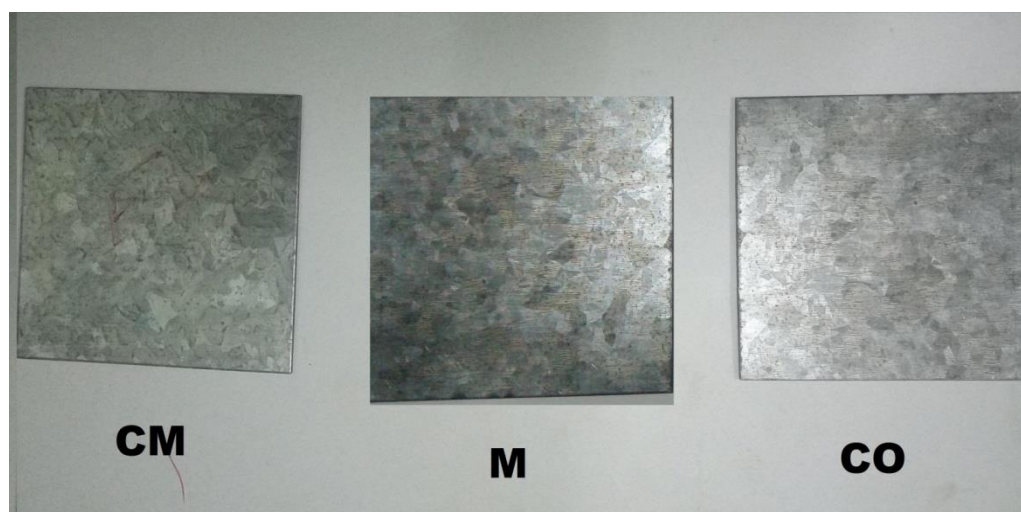


Fig. IV.10 : Les échantillons avant décapage

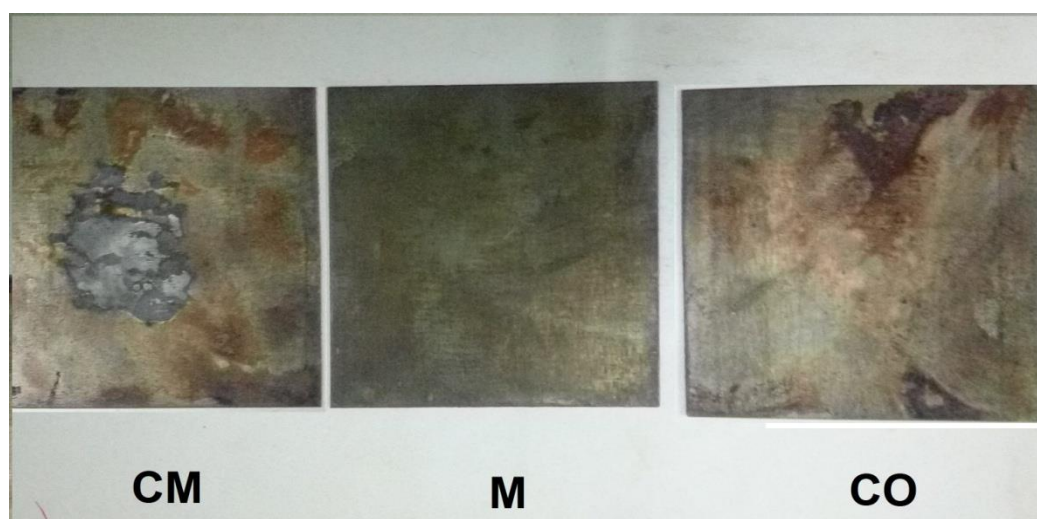


Fig. IV.11 : Les échantillons après décapage.

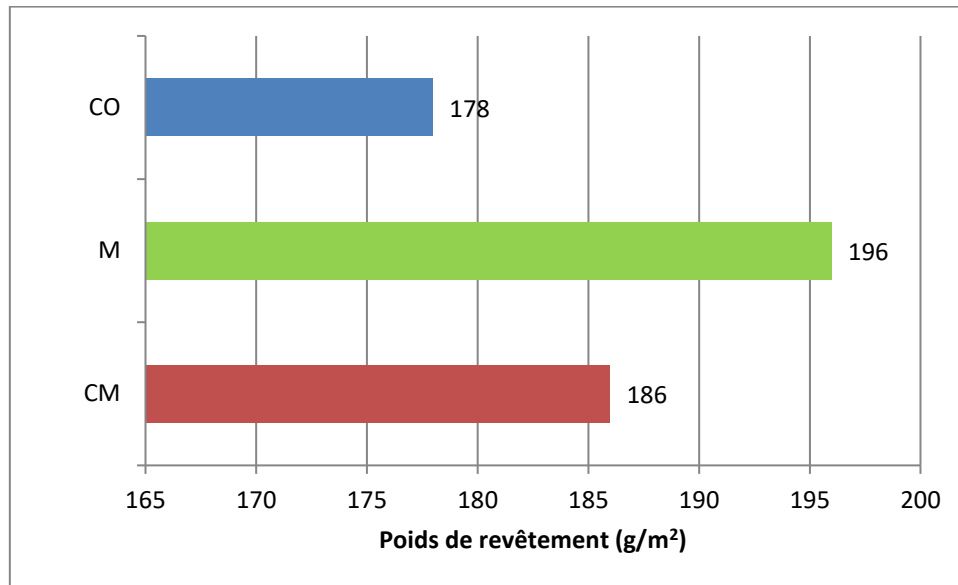
- Coté mécanique CM
- Milieu M
- Coté opérateur CO

✓ La formule utilisé pour les calcules :

$$\text{Poids de revêtement} = (\text{Poids}_{\text{avant}} - \text{Poids}_{\text{après}}) \times 2$$

Tableau IV.2. : Résultat d'essai de la voie humide (1)

	CM	M	CO
Avant (g)	3785	3956	3788
Après (g)	3692	3858	3699
Poids de revêtement (g/m ²)	186	196	178

**Fig. IV.12 : Barres des poids de revêtement (1)****Tableau IV.3 : Résultat d'essai de la voie humide (2)**

	CM	M	CO
Avant (g)	3826	3762	3978
Après (g)	3735	3655	3890
Poids de revêtement (g/m ²)	182	214	176

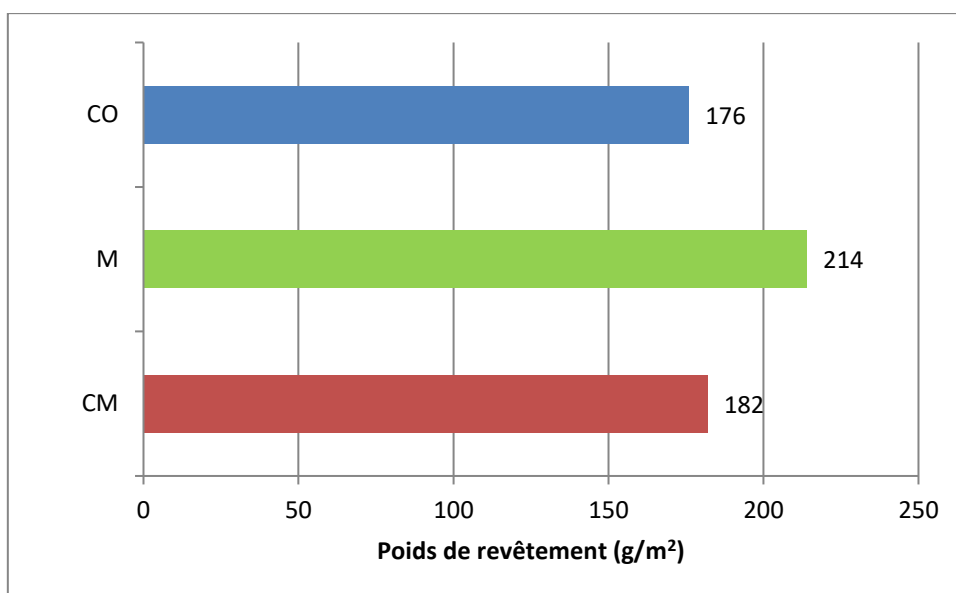


Fig. IV.13 : Barres des poids de revêtement (2)

Tableau IV.4 : Résultat d'essai de la voie humide (3)

	CM	M	CO
Avant (g)	3938	3849	3961
Après (g)	3845	3752	3871
Poids de revêtement (g/m²)	187	194	181

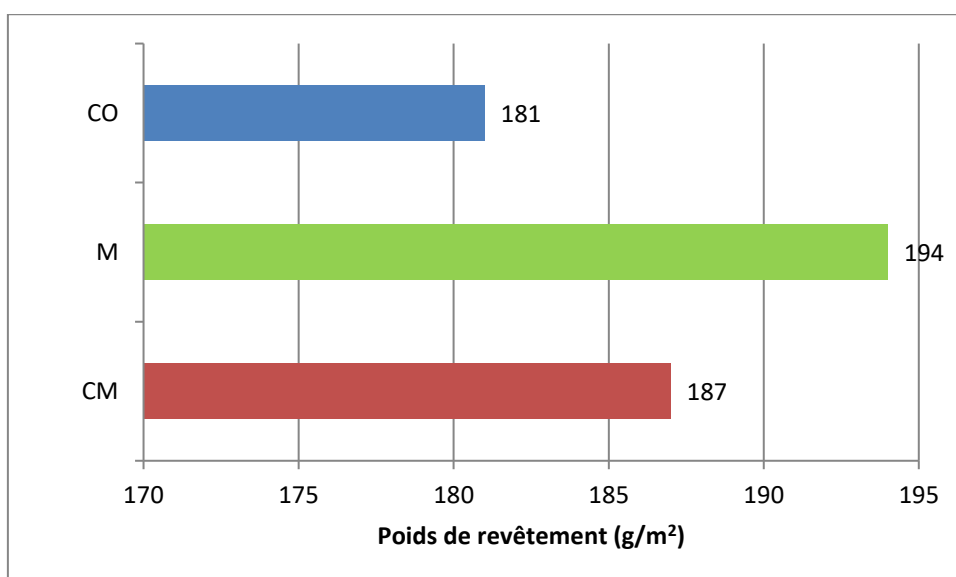
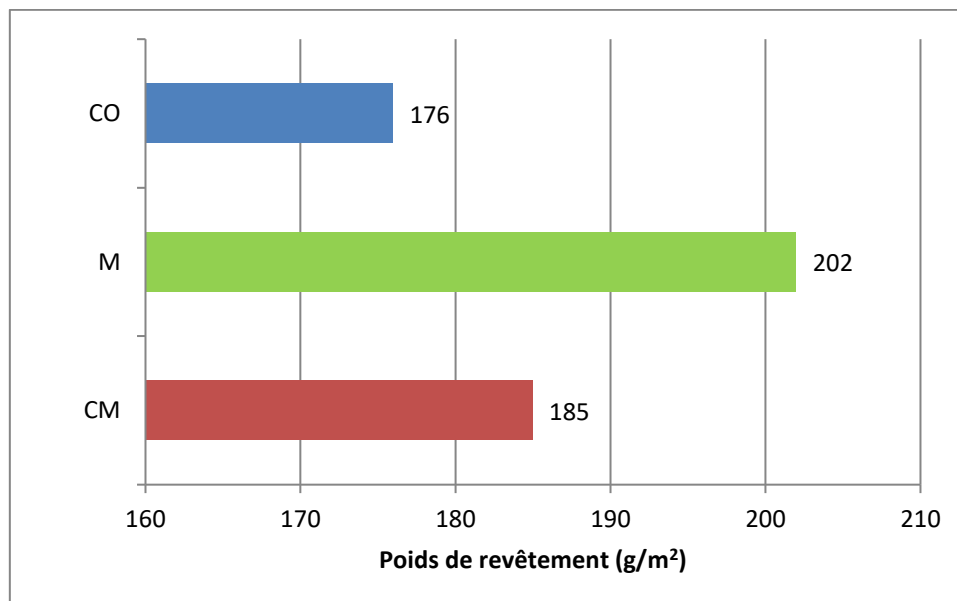


Fig. IV.14 : Barres des poids de revêtement (3)

Tableau IV.5 : Résultat d'essai de la voie humide (4)

	CM	M	CO
Avant (g)	3724	3922	3694
Après (g)	3632	3821	3605
Poids de revêtement (g/m ²)	185	202	176

*Fig. IV.15 : Barres des poids de revêtement (4)**Tableau IV.6 : Résultat général d'essai de la voie humide*

N°	CM (g/m ²)	M (g/m ²)	CO (g/m ²)	Moy (g/m ²)	Programmé (g/m ²)
1	186	196	178	186	140
2	182	214	176	190	140
3	187	194	181	187	140
4	185	202	176	188	140

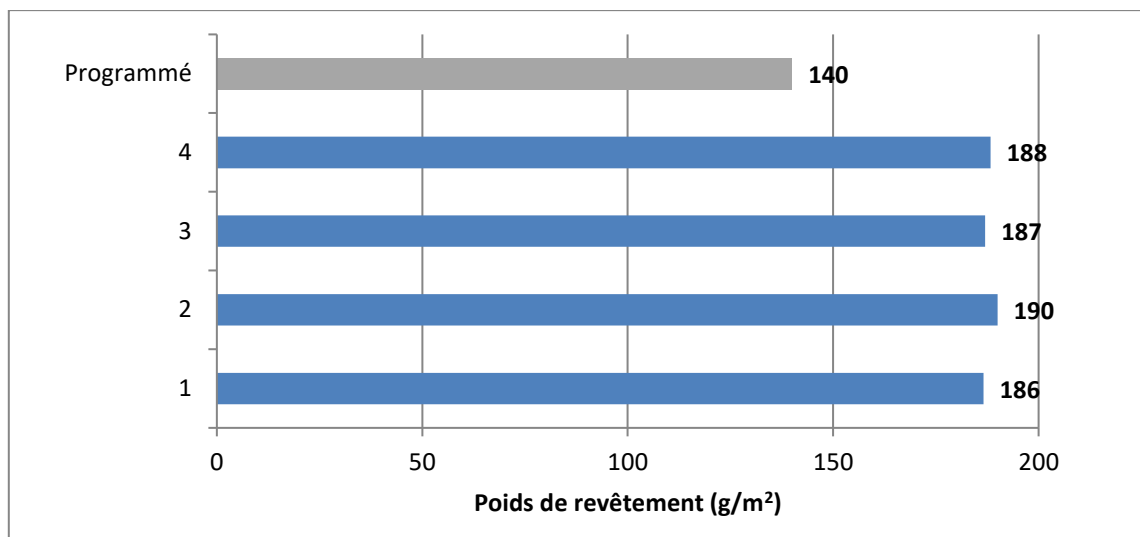


Fig. IV.16 : Barres des poids de revêtement

Les résultats de l'essai de la voie humide par décapage présentés dans les tableaux allant de Tableau IV.2 jusqu'à Tableau IV.5 et les figures allant de Fig. IV.12 jusqu'à Fig. IV.15, nous pouvons remarquer qu'il y a une différence significative de poids du revêtement au niveau de trois points prélevés CM, M et CO ainsi que le poids de revêtement au centre (M) plus grand que les rives (CM et CO), et aussi (CM) est plus grand que (CO). Les quatre essais nous ont permis de confirmer la non uniformité des couches galvanisées.

Le Tableau IV.6 et la figure IV.16 montre qu'il existe un écart significatif entre la valeur de poids du revêtement réel et la valeur du poids du revêtement programmé.

IV.6 Facteurs qui influent sur l'homogénéité de l'épaisseur de la couche galvanisée

IV.6.1 Ondulations

- **Ondulation** : Ensemble d'irrégularités micro-géométriques à périodique ou non et dont la longueur de chaque onde dépasse très nettement son amplitude.

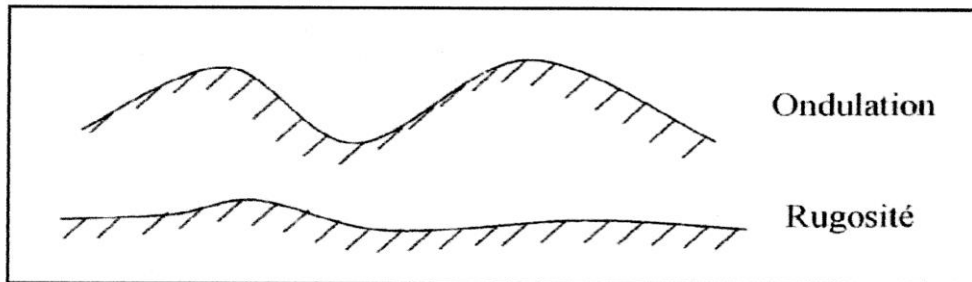


Fig. IV.17: Différence entre l'ondulation et la rugosité

- Provenance du laminage à froid, le produit présente des ondulations au niveau des rives qui n'apparaissent pas lors du débobinage, mais elle se manifeste après le chauffage au niveau du four de galvanisation.
- L'absence de refroidissement des rouleaux de la zone de préchauffage a un impact direct sur leur fléchissement, comme conséquence les tôles présentent des ondulations.
- L'usure des calottes (Fig. IV.20) et des coussinets (Fig. IV.21) du rouleau de fond (Fig. IV.19) est provoqué par le frottement et par l'action de l'aluminium présent dans le bain de zinc. Ce qui était à l'origine de l'augmentation du jeu entre les calottes et les coussinets.

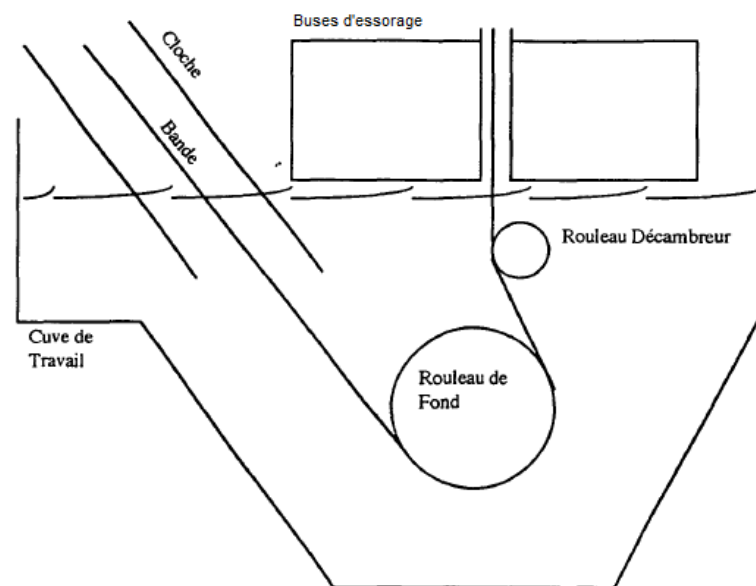


Fig. IV.18: Installation du bain de zinc



Fig. IV.19: Rouleau de fond



Fig. IV.20: Calotte



Fig. IV.21: Coussinet

IV.6.2 Oscillation de la bande au moment de sortie du bain de zinc

Toute vibration du secteur entraînera une épaisseur de zinc irrégulière, cette vibration est causée par :

- La rotation du rouleau décambreur.
- Des buses d'essorage.
- Des caissons (ventilation de refroidissement).

IV.6.3 Buses d'essorage

- Mauvais contrôle et réglage des pressions de buses d'essorage .
- L'essorage à l'air a nettement amélioré la productivité de la ligne et l'homogénéité du revêtement, mais a également conduit à des difficultés de contrôle des défauts dus aux oxydes. Il est nécessaire de tenir la bande verticale afin de permettre un essorage correct du revêtement de zinc. Cet essorage a pour objet le réglage de l'épaisseur du revêtement.

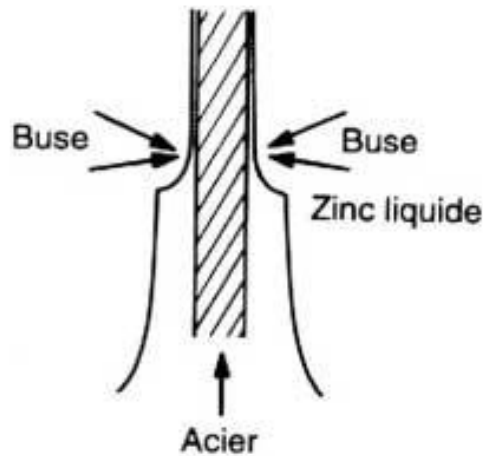


Fig. IV.22 : Schéma de l'essorage

IV.7 Rôle d'addition d'aluminium dans le bain de zinc

IV.7.1 Avant l'addition d'aluminium

Avant l'addition d'aluminium, le revêtement était difficilement contrôlé. Les intermétalliques Fe-Zn étaient présents dans celui-ci et se décollaient facilement lors de l'emboutissage, etc. Ces intermétalliques apparaissaient également dans le bain sous forme de "mattes de fond". Un autre obstacle était les éléments résiduels dans le bain.

Mattes de fond

Les mattes δ (FeZn_7) ou ξ (FeZn_{13}) dites mattes de *fond* ($\rho_\delta = 7.25 \text{ g/cm}^3$ $\rho_\xi = 7.18 \text{ g/cm}^3$) [21].

En l'absence d'aluminium ou dans le cas de teneur mal contrôlée, il n'est pas étonnant qu'un intermétallique fer-zinc se forme dans le bain en créant des particules. Celles-ci ressemblent au sable, et coulent au fond du bain. Elles s'appellent mattes de fond. Si l'on n'enlevait pas ces intermétalliques, ils s'accumuleraient au fond du bain au fur et à mesure, et l'on pourrait les entraîner avec la bande. Pour les faire disparaître, il faut arrêter la ligne et nettoyer difficilement le fond du bain.

IV.7.2 Addition d'aluminium

L'addition d'aluminium fut l'une des principales améliorations; elle est utile pour deux raisons:

- a) Elle transforme les mattes de fond en mattes de surface, Fe_2Al_5 . Celles-ci flottent, étant d'une masse volumique inférieure à celle du zinc liquide, les mattes de Fe_2Al_5 dites mattes *flottantes* à cause de leur densité plus faible par rapport au Zn ($\rho_{\text{Fe}_2\text{Al}_5} = 3.92 \text{ g/cm}^3$ contre $\rho_{\text{Zn}} = 7.14 \text{ g/cm}^3$) [22]. Il est maintenant possible de les éliminer en nettoyant la surface du bain au fur et à mesure par un écrémage.
- b) Elle supprime la couche fragile d'intermétalliques fer-zinc. Il existe de nombreuses explications de l'influence d'aluminium. La théorie la plus reconnue parle d'une couche inhibitrice initiale, Fe_2Al_5 , qui se forme lors du contact de la bande dans le bain. Cette couche empêche l'interdiffusion fer-zinc qui engendre la couche fragile. Il est ainsi possible de bobiner la bande sans décollement du revêtement. Celui-ci devient formable, permettant l'emboutissage, et le pliage, ouvrant des marchés pour la tôle galvanisée auparavant impensables.

Par contre, la teneur en aluminium nécessaire s'est révélée difficile à fixer et la maîtrise de celle-ci est également difficile [23]. Certains inconvénients peuvent également provenir de l'utilisation d'aluminium, il peut accélérer la corrosion intergranulaire notamment en combinaison avec les éléments qui forment le fleurage [24,25]. En grande quantité, il peut diminuer l'adhérence du revêtement [26].

IV.7.2.1 Diagramme ternaire fer-aluminium-zinc

Il est destiné à empêcher la formation des composés intermétalliques fer-zinc dont la croissance non contrôlée rendrait le produit impropre à toute utilisation de pliage ou d'emboutissage.

Le diagramme ternaire (Fig. IV.23) permet de bien comprendre le rôle de l'aluminium. Si le bain contient moins de 0,12 % d'aluminium, les alliages fer-zinc ζ , δ , et Γ vont croître et remplir la couche de revêtement.

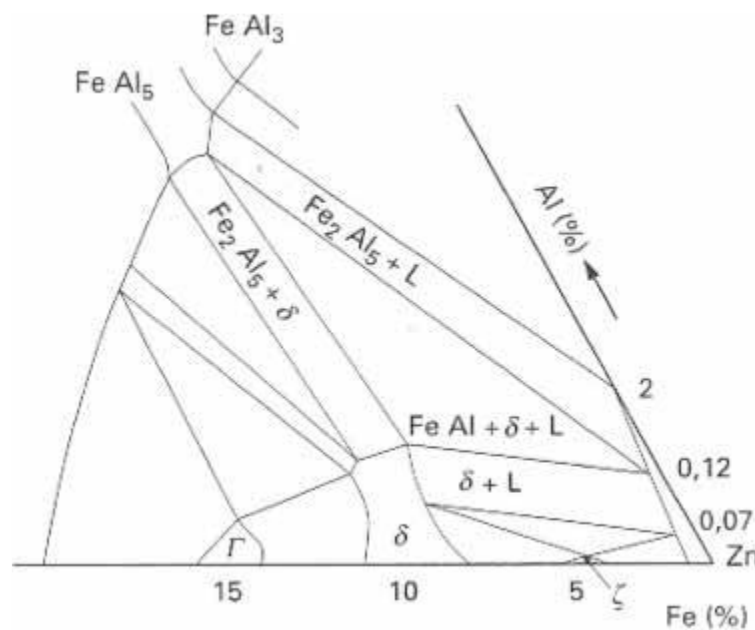


Fig. IV.23: Diagramme ternaire fer-aluminium-zinc

Pour une teneur d'aluminium supérieure à 0,12 % il se forme à la surface de l'acier une très fine couche d'alliage fer-aluminium Fe₂Al₅. Cette couche va bloquer toute diffusion ultérieure d'alliage fer-zinc et conduire à l'aspect métallographique caractéristique des revêtements galvanisés en continu. En pratique industrielle, les teneurs utilisées sont, suivant les lignes, de 0,16 à 0,20 % en galvanisation, Pour permet l'obtention d'un revêtement plus isotrope possible avec une concentration élevée de l'aluminium en surface. L'objectif visé est l'amélioration des tenues à la corrosion et de la résistance à la fissuration [27].

IV.7.2.2 Mattes en surface



Fig. IV.24: Matte en surface dans le bain zinc

Une des difficultés principales rencontrée par les galvanisateurs de nos jours est la présence de cristaux intermétalliques Fe-Zn-Al, formés lors de la galvanisation en continu, qui ont tendance à flotter à la surface des baigns. Ces intermétalliques sont de base Fe_2Al_5 avec une substitution de zinc d'environ 15-25% massique dans la maille. Ils se manifestent lorsqu'un bain de zinc contient de l'aluminium à une teneur supérieure à 0,15% massique pour éviter la formation d'une couche fragile fer-zinc dans le revêtement. Elles sont difficiles à connaître parce qu'elles ont plusieurs manifestations et se cachent facilement dans l'outillage de galvanisation. Par ailleurs, elles consomment l'aluminium destiné à inhiber la réaction Fe-Zn. Elles s'incrustent sur l'équipement du bain en obligeant de fréquents nettoyages. Les clients exigeants n'acceptent plus de tôle contenant des mattes.

Cas favorisant l'apparition des mattes de surface

- Augmentation du taux d'Aluminium dans le bain ;
- Température de bande à l'immersion supérieure à la température du bain ;

- Mouvement d'air important à la surface du bain ;
- Abaissement de la température du bain .

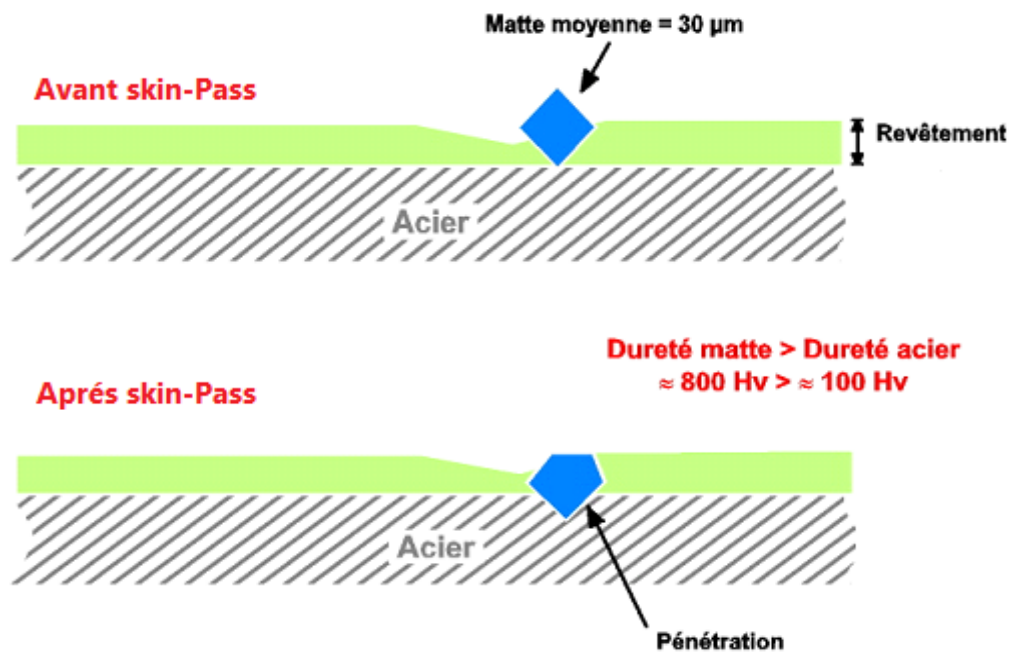


Fig. IV.25 : Effet d'une matte dans le revêtement

Caractéristiques d'une matte

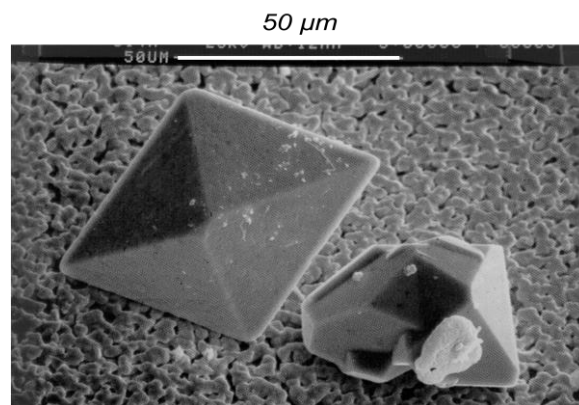


Fig. IV.26 : Particules des mattes.

- Formule approchée : $\text{Fe}_{1,72} \text{Al}_{4,43} \text{Zn}_{0,85}$
- Composition en % du poids : Fe = 35,4 % Al = 44,1 % Zn = 20,5 %
- Taille : 1 µm à 100 µm
- Dureté : 800 Hv
- Masse volumique : 4,2 t/m³

IV.7.2.3 Dissolution de fer

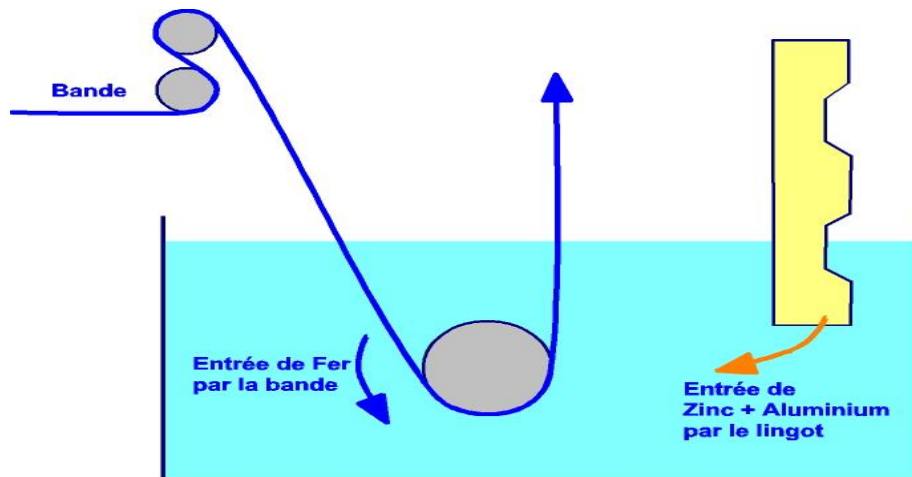


Fig. IV.27 : Description l'alimentation de bain zinc

Lors de l'immersion de la bande dans le bain, il se produit une réaction continue de dissolution provoquant un excès de fer. La solubilité de fer dans le zinc et de son influence sur la formation des mattes [28]. Sachant qu'il y a un équilibre entre le fer, l'aluminium dans le zinc, et la température, un changement (de température ou de concentration en fer) de cet équilibre pourrait alors forcer des mattes à se précipiter. Il mentionne également la possibilité pour le fer de provenir d'une dissolution, qui résulte de l'attaque de l'équipement contenant du fer, et de l'attaque de la tôle et de ses intermétalliques.

***CONCLUSION
GÉNÉRALE***

Conclusion générale

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de ce mémoire de fin d'étude nous a permis de mieux comprendre le processus technologique de galvanisation, les mécanismes qui se déroulent lors du passage de la tôle dans le bain de zinc ainsi que les facteurs qui sont responsables de la mauvaise homogénéité de la couche de zinc sur les tôles galvanisées.

Pour cela, plusieurs méthodes d'investigation ont été réalisées en utilisant la microscopie optique pour l'observation et mesurage de l'épaisseur de la couche de revêtement et l'essai de la voie humide par décapage.

La galvanisation n'est pas un simple dépôt de Zn mais une double protection par barrière et galvanique.

Le revêtement de l'acier est le résultat d'une réaction métallurgique entre le Zinc et le Fer. Cette transformation conduit à l'apparition de couches de composées intermétalliques Fe-Zn et d'une couche finale de Zinc externe qui est en réalité une couche d'hydroxyde de Zinc ($Zn(OH)_2$).

Mesures de revêtements

Après la mesure de revêtement et l'essai de la voie humide par décapage, on observe deux problèmes :

- ✓ hétérogénéité du revêtement entre les rives et le centre de la tôle.
- ✓ il existe un écart significatif entre la valeur de poids du revêtement réel et la valeur du poids du revêtement programmé.

Aluminium dans le bain de zinc :

Avantages

- ✓ Améliorer l'adhérence du couche de zinc sur la bande d'acier .
- ✓ Fait monter les mattes de fond en surface du bain de zinc afin de pouvoir les extraire du bain.

Inconvénient

- ✓ Accélère l'usure des organes du rouleau de fond au niveau de bain de zinc.

Consignes à adopter

Afin d'améliorer l'homogénéité de la couche de zinc il est impératif d'appliquer les solutions suivantes :

1. Détermination de la ligne de passe pour pouvoir faire un centrage de bande entre les buses d'essorage et pour réglage adéquat pour éliminé le problème d'oscillation.
2. Analyseur de teneur % Al en ligne par une lecture directe Pour contrôler la teneur d'aluminium.
3. Afin de maîtriser la teneur d'aluminium dans le bain, il est demandé d'utiliser des lingots de zinc avec différente teneur d'aluminium.
4. Contrôler les pressions et le réglage des buses d'essorage pour éviter les turbéree au niveau de la surface de bain zinc (source de formation des mattes).
5. L'essorage à l'azote pur, qui utilise des jets d'azote pur pour régler l'épaisseur du revêtement. Cette méthode d'essorage empêche l'entrée d'oxygène, qui provoquerait les défauts d'oxydes. Elle donne un aspect identique à celui des laminés à froid.

Références bibliographiques

- [1] D. Quantin, "Galvanisation à chaud", *Technique de l'ingénieur*, M1534, 1-28, (2003) .
- [2] R. Fourmentin «Modélisation thermodynamique du système Fe-Zn-Al-Cr A 460°C et son impact sur les procédés de galvanisation » (2004).
- [3] E. Buscarlet « Galvanisation et aluminage en continu » *Technique de l'ingénieur* M1536.
- [4] G. Reumont, P. Perrot, J. Foct, "Thermodynamic study of the galvanizing process in a Zn-0.1 % Ni Bath", *Journal of materials Sciences*, 33, 4759-4768, (1998).
- [5] S.Maeda, "Surface chemistry of galvanized steel sheets relevant to adhesion performance", *Progress in Organic Coatings*, 227-238, (1996).
- [6] P.Vanysek, *Hand Book of chemistry and physics Edition*, CRC- Press, (1986).
- [7] Gérard Béranger et Henri Mazille. « Phénomènes de corrosion ». *Corrosion des métaux et alliages – Mécanismes et phénomènes*. Hermès Science publications (2002).
- [8] J. Foct, A. Iost, G. Reumont, "Mechanical behaviour of zinc coating", *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel edited by A. R. Marder*, 21-30, (1993).
- [9] J. Schramm, *Z. Metallkde*, 30, 122, (1938).
- [10] O. Kubaschewski, "Iron based Binary Diagrams", Springer Verlag Ed., Berlin, (1982).
- [11] I. Hertveldt, "Hot-dip galvanizing and galvannealing of Ti and Nb stabilized interstitial free high strength steels", Thèse, Universiteit of Gent, (2000).
- [12] M. Moncel « Méthodes physiques d'analyse en métallurgie » *Technique de l'ingénieur* M260.
- [13] G.F. Bastin, F.J.J. Van Loo, G.D. Rieck, "A new compound in the iron-zinc system", *Z. Metallkd*, 65, 656-660, (1974).
- [14] P.J. Gellings, E.W. de Bree, G. Gierman. "Synthesis and characterization of homogeneous intermetallic Fe-Zn compounds", *Z. Metallkde*, 70, 312, (1979).
- [15] C. E. Jordan, A. R. Marder, "Fe-Zn phase formation in interstitial-free steels hot- dip galvanized at 450°C", Part I 0.00 wt% Al-Zn baths, *J Mater Sci*, 32, 5593, (1997).
- [16] E. Darque-Ceretti, E. Felder. *Adhésion et adhérence*. CNRS édition, Sciences et

Technique de l'ingénieur, 388 (2003).

[17] Galvazinc Association, Site web de l'association consulté 2018 mai 26, Disponible à l'adresse : <http://www.galvazinc.com>.

[18] Andrew GAST-BRAY, «relations entre les mattes flottantes et la Qualité du revêtement en galvanisation continue». Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille1, (1994).

[19] NF EN 10346, octobre 2015, SIDER EL-HADJAR .

[20] Catalogue de produits sidérurgiques 07-2017 SIDER EL-HADJAR .

[21] G. Reumont, "Etude thermodynamique et structurale du système Fe-Ni-Zn application a la formation des mattes en galvanisation", Thèse, Université des Sciences et Techniques de Lille, (1990).

[22] G.F. Bastin, F.J.J. Van Loo, G.D. Rieck, "A new compound in the iron-zinc system", *Z. Metallkd*, 65, 656-660, (1974).

[23] Guttman, H., Bélisle, S., Gagné, M.: "Management of Continuous Galvanizing Baths with Emphasis on Aluminium", *Intergalva 91*, 3rd Int'l Zinc Coated Sheet Conf., Barcelona (June 1991).

[24] Dreulle, N., Frappa, A., Limare, A., Piessen, P., Sokolowski, R.: Influence de l'Aluminium dans la Protection par le Zinc de l'Acier contre la Corrosion Atmosphérique; *Matériaux et Techniques*, Feb.-Mar. 1985; pp. 77-83.

[25] Sequeira, C.A.C., Pacheco, A.M.G., Nunes, C.M.G.S.: Formation of diffusion coatings on iron and steel: 3 aluminium, chromium, and zinc coatings, *Surface Engineering*, Vol4. N°1 (1988); pp. 65-81.

[26] Pelerin, J., Polard, V.: Recent market and technical developments in hot dip galvanized steel, *Iron and Steel Engineer* (June 1988); pp. 34-39.

[27] Éric BUSCARLET. Galvanisation et aluminiage en continu, Sciences et Technique de l'ingénieur.

[28] Bélisle, S., Lezon, V., Gagné, M.: The Solubility of Iron in Continuous Hot Dip Galvanizing Baths, Galvanizer's Association Mtg. Proceedings, Monterrey, Mexico, 1-21 (October 1989).