

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR - ANNABA
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté : Science de l'ingénierie

Département : Métallurgie et génie des matériaux

Domaine : Science technique

Filière : Métallurgie

Spécialité : Génie des surfaces métalliques

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Thème:

Etude des facteurs qui influent sur l'homogénéité de l'épaisseur de la couche galvanisée .

Présenté par : MEHIBEL Abdelhakim

Encadrant : Pr.BACCOUCHE Mostefa

Université : Badji Mokhtar Annaba

Jury de Soutenance :

| | | | |
|-------------------------|------------|------|-----------|
| ZAHZOUH Moussa | Professeur | UBMA | Président |
| BACCOUCHE Mostefa | Professeur | UBMA | Encadrant |
| KHETTACHE Abdelkader | Professeur | UBMA | Examineur |

Année Universitaire : 2019/2020

REMERCIEMENTS

Avant tous nous remercierons ﷻ ALLAH ﷻ le tout puissant qui nous a donné le courage et la force pour surmonter les difficultés durant notre étude.

Plus particulièrement, je remercie

Pr. BACCOUCHE MOSTEFA pour son encadrement continu, pour les remarques constructives qu'elle nous a fournies ainsi que pour ses précieux conseils durant toute la période de la réalisation de ce mémoire.

Je voudrais adresser mes plus sincères remerciements à Monsieur le professeur ZAHZOUH MOUSSA pour avoir assuré la présidence de mon jury de thèse.

On tient à remercier également monsieur le professeur KHETTACHE ABDELKADER pour avoir accepté d'être examinateur de ce modeste travail.

Je ne saurais terminer ces remerciements sans témoigner toute mon affection à ma famille, en particulier à ma mère, mon grand frère IMAD , mes sœur Widad et la petite Wissal qui ont su m'accompagner et m'encourager pendant ma thèse. Merci infiniment pour les prières que vous avez faites pour moi. Je tiens à m'excuser auprès de toutes les personnes que j'aurais pu oublier de citer dans ces remerciements, et qu'elles reçoivent ici toute ma gratitude et ma sympathie.

TABLE DES MATIERES :

INTRODUCTION GÉNÉRALE CHAPITRE I : 8

| | |
|---|----|
| <u>SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</u> | 8 |
| <u>I.1 Histoire de la galvanisation :</u> | 9 |
| <u>I.2 Aciers destinés à la galvanisation :</u> | 10 |
| <u>I.3 Les différents types de protection</u> | 11 |
| I.3.1 La protection par barrière : | 11 |
| I.3.2 La protection galvanique..... | 12 |
| <u>I.4 La galvanisation à chaud :</u> | 13 |
| I.4.1 Procédé technologique de la galvanisation en continue | 14 |
| I.4.2 La ligne de galvanisation : | 15 |
| <u>I.4.3 Equilibre Fe-Zn :</u> | 15 |
| I.4.3.1 Présentation du système Fe-Zn : | 15 |
| I.4.3.2 Les composés Intermétalliques Fe-Zn : | 17 |
| I.4.3.3 Formation des phases Fe-Zn : | 19 |
| <u>I.4.4 Le transport de l'aluminium</u> | 20 |
| <u>I.5 Le bain de galvanisation ,</u> | 21 |
| I.5.1 Composition du zinc liquide et procédures d'addition : | 21 |
| I.5.1.2 La couche inhibitrice : | 22 |
| I.5.1.3 Les intermétalliques : | 24 |
| <u>I.6 Règles à respecter pour la Galvanisation</u> | 26 |
| I.6.1 Connaître les dimensions des bassins de trempage : | 26 |
| I.6.2 Choisir l'acier approprié | 26 |
| I.6.3 S'assurer de la bonne conception des pièces | 27 |
| I.6.4 Respecter les recommandations . | 27 |
| <u>CHAPITRE II :</u> | 28 |
| <u>PARTIE TECHNOLOGIQUE</u> | 28 |
| <u>II.1. Technologie de fabrication des tôles minces</u> | 29 |
| <u>II.1.1 Laminage à chaud</u> | 29 |
| <u>II.1.2 Laminage a froid</u> | 29 |
| II.1.2.1 Ligne de décapage..... | 29 |
| II.1.2.2 Laminoir tandem | 30 |
| <u>II.1.2.2 Principe de laminage</u> | 31 |

| | |
|---|----|
| <u>II.2 Procédé général de la galvanisation</u> | 31 |
| <u>II.2.1 Rôle d'un revêtement anti corrosion</u> | 35 |
| II.2.2 Types de revêtements à base de zinc | 36 |
| <u>II.2.3 Particularités du zinc</u> | 36 |
| II.3 Influence spécifique des éléments d'addition | 36 |
| <u>II.3.1. Carbone :</u> | 36 |
| <u>II.3.2. Silicium :</u> | 37 |
| <u>II.3.3. Soufre :</u> | 37 |
| CHAPITRE III | 38 |
| <u>LES DIFFÉRENTES PARAMÈTRES QUI INFLUENT SUR L'HOMOGENÉITÉ DE L'ÉPAISSEUR DU COUCHES GALVANISÉ</u> | 38 |
| <u>III. 1 Influence des différents facteurs en galvanisation</u> | 39 |
| <u>III.1.1 Qualité de l'acier (substrat) :</u> | 39 |
| III.1.1.1 Eléments d'alliage contenu dans l'acier | 40 |
| <u>III.1.2 Température du bain de zinc :</u> | 41 |
| <u>III.1.3 Qualité de zinc (bain de galvanisation)</u> | 42 |
| <u>III.1.4 Durée d'immersion :</u> | 44 |
| <u>III.1.5 Refroidissement :</u> | 45 |
| <u>III.2 L'adhérence revêtement – substrat</u> | 45 |
| <u>III.2.1 Paramètres influents l'adhérence :</u> | 45 |
| <u>III.3 Effet des paramètres environnementaux sur la durabilité des revêtements galvanisés</u> | 45 |
| <u>III.3.1 Les paramètres climatologiques :</u> | 46 |
| <u>III.3.2 Les polluants atmosphériques :</u> | 47 |
| <u>III.3.3 Effet de l'oxygène :</u> | 48 |
| <u>III.4 Facteurs qui influent sur l'homogénéité de l'épaisseur de la couche galvanisée :</u> ... | 48 |
| <u>III.4.1 Ondulations :</u> | 48 |
| <u>III.4.2 Oscillation de la bande au moment de sortie du bain de zinc :</u> | 49 |
| <u>III.4.3 Buses d'essorage</u> | 49 |
| <u>III.5 Rôle d'addition d'aluminium dans le bain de zinc :</u> | 50 |
| <u>III.5.1 Avant l'addition d'aluminium</u> | 50 |
| <u>III.5.2 Addition d'aluminium</u> | 51 |
| <u>III.5.2.1 Diagramme ternaire fer-aluminium-zinc</u> | 51 |

| | |
|---|----|
| <u>III.5.2.2 Mattes en surface</u> : | 53 |
| <u>III.5.2.3 Dissolution de fer</u> : | 55 |

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 schéma d'une ligne de galvanisation | 10 |
| Fig. I.4: Diagramme de phases du système Fe-Zn..... | 11 |
| Fig. I.5: Coin riche en zinc du diagramme de phases binaire Fe-Zn..... | 13 |
| Fig. I.6: Représentation schématique des couches des composés intermétalliques Fe-Zn dans un bain à 0,00 masse % en aluminium | 15 |

CHAPITRE II :

| | |
|---|----|
| Fig. I.1: Couches d'oxydes | 24 |
| Fig. II.2: Tandem à cinq cages..... | 25 |
| Fig. II.3: Schéma d'une ligne de galvanisation en continu..... | 26 |
| Fig.II.4 Vue en coupe transverse de phases formées après la galvanisation de l'acier..... | 27 |
| Fig. I.5: Structure en fleur d'un revêtement galvanisé à chaud..... | 28 |
| Fig. II.6 Types de revêtements à base de zinc | 30 |

CHAPITRE III :

| | |
|--|-----|
| Fig. III.1: Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc | 34 |
| Fig. III.2: Revêtement galvanisé : bain Zn + 0,16% Al..... | 36 |
| Fig. III.3: influence de la durée d'immersion sur la structure de revêtement..... | 38. |
| Figure III. 4 : Perte de masse de zinc pur pour différents taux d'humidité relative après 72h d'immersion | 40 |
| Figure (III. 5) : Effet des cycles combinés immersion + séchage + humidité sur la vitesse de corrosion de différents matériaux | 41 |
| Fig.(III.6) : Déférence entre l'ondulation et la rugosité | 42 |
| Fig.III.7: Installation du bain de zinc..... | 43 |

| | |
|---|----|
| Fig.III.8 : schéma de l'essorage | 44 |
| Fig.III.9 : diagramme ternaire fer-aluminium zinc | 46 |
| Fig. III.10: Matte en surface dans le bain zinc..... | 47 |
| Fig. III.11 : Effet d'une matte dans le revêtement..... | 48 |
| Fig. III.12 : Particules des mattes..... | 48 |

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 |

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 : Classification des aciers suivant leur teneur en silicium et en phosphore..... | 32 |
| Tableau III.2 : Classification des aciers suivant leur propriété..... | 33 |
| Tableau III.3 : Composition chimique du zinc..... | 36 |

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction Générale

Les métaux se dégradent sous l'effet de trois causes principales : l'usure, la fatigue et surtout la corrosion. Le problème de corrosion a pris de nos jours une importance considérable, étant donnée l'utilisation de plus en plus des métaux et alliages dans la vie moderne. La corrosion est une destruction relativement lente et progressive qui résulte d'une attaque chimique à basse température ($T < 100$) effectué par les agents atmosphérique (construction métallique, charpentes, pont, chemin de fer ...) par l'eau ou sa vapeur (chaudières, conduites, bateaux) ou par les divers produits chimique (industrie chimique, produits alimentaires).

Les aciers sont d'une importance capitale, puisqu'on les retrouve quasiment dans les domaines. Ils sont élaborés pour résister à des sollicitations mécaniques ou des agressions chimiques où une combinaison des deux. Pour résister à ces sollicitations ou agressions, des éléments chimique peuvent être ajoutés en plus du carbone, dont les plus importants sont les manganèses (Mn), le chrome (Cr), le nickel (Ni), le molybdène (Mo).

Par conséquent on obtient des aciers offrant les caractéristiques suivantes : excellente résistance à la corrosion dans un grand nombre de milieux et résistance mécanique notablement plus élevés que celle des matériaux traditionnels...etc.

La corrosion se traduit généralement par les effets tels que ; la diminution du poids, altération du surface, affaiblissement des propriétés mécanique. Le phénomène de corrosion résulte de la tendance irrésistible de métaux à réagir électrochimiquement avec l'oxygène. L'eau et les autres substances dans l'environnement aqueux pour revenir à l'état naturel cependant, notant qu'heureusement les métaux les plus utiles réagissent avec l'environnement Pour former des films de produits de corrosion, plus ou moins protecteur, qui limitent la réaction de dissolution.

Les structures métalliques exposées à un environnement naturel sont généralement protégées avec des revêtements à base de zinc. Ils offrent une double protection anticorrosion. Tout d'abord, le zinc joue un rôle de barrière en formant une couche de corrosion qui isole le revêtement du milieu agressif. En outre, le zinc a un effet sacrificiel grâce à son électronégativité plus élevée que celle de l'acier. En ce qui concerne la tenue à la corrosion, les oxydes et hydroxydes de zinc pur sont réputés moins protecteurs du fait de leur plus

grande conductivité électronique que les oxydes d'aluminium, de magnésium et de chrome. Les industries qui utilisent le procédé de galvanisation s'adaptent sans cesse à l'évolution des nuances afin d'obtenir des revêtements de qualité, en se basant sur les études concernant l'influence de l'addition d'éléments d'alliages comme l'aluminium, le magnésium.... Au regard de ces études, un intérêt majeur s'est développé pour les revêtements Zn-Al et Zn-Al-Mg. Ces revêtements à base de zinc peuvent être déposés par plusieurs procédés. En raison de son coût compétitif et de sa facilité d'application, le plus utilisé est la galvanisation à chaud., c'est le procédé de galvanisation à chaud en continu qui a été choisi. Ces tôles doivent ensuite subir une mise en forme par déformation à froid (emboutissage, roulage, pliage, poinçonnage..) qui génère des déformations plastiques importantes, des contraintes résiduelles et de l'endommagement pouvant altérer les propriétés protectrices du revêtement. Beaucoup d'études ayant déjà été menées sur la tenue à la corrosion d'aciers galvanisés, l'objectif principal de ce travail est donc de se focaliser sur l'impact d'une déformation plastique initiale sur la durabilité en environnement agressif de ces matériaux.

Le but de cette étude est d'identifier les facteurs qui influent sur l'homogénéité de l'épaisseur de la couche galvanisée (au niveau de SIDER EL-HADJAR mais malheureusement sans coté pratique à cause de COVID-19) en donnant quelques remèdes afin d'améliorer la qualité de ce produit.

❖ Ce travail comprend trois chapitres :

Le premier chapitre présente d'abord une étude bibliographique sur la galvanisation , en ajoutant quelque notions sur les types des protections , mécanisme de de formation des couches , facteurs qui influent sur la galvanisation , l'adhérence et enfin présente les principaux atouts de la galvanisation à chaud et les intermétalliques .

Le deuxième chapitre présente la technologie de fabrication des tôles minces et le processus technologique de galvanisation en continue. En addition on a parler particulièrement du LAF (laminage à chaud , laminoir tandem , laminage à froid ..ect

Le troisième chapitre est consacré à l'étude du différentes paramètres , facteurs environnementaux et industriellement sur la durabilité des revêtements galvanisés qui ont une influence sur l'état du surface généralement et sur la couche galvanisé spécialement .

CHAPITRE I : SYNTHESE 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 protège 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 | $0,15 \leq \text{Si \%} \leq 0,25$ $\text{Si \%} + 2,5 \text{ P \%} \leq 0,325$, $\text{P} \leq 0,040$ |

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^{++} ($Zn \rightarrow 2e^- - Zn^{++}$) . 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'hydroxy carbonate, $Zn_5(CO_3)_2(OH)_6$.

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] .

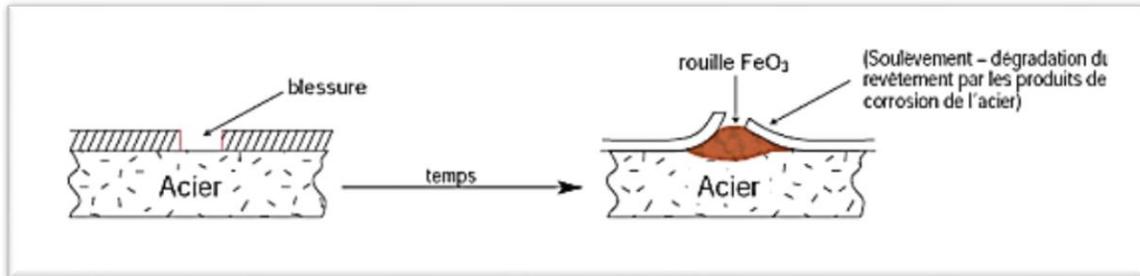


Fig. I.1: Protection barrière simple (exemple peinture).

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 électro-négatif 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 | Mg^{2+} / Mg | -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].

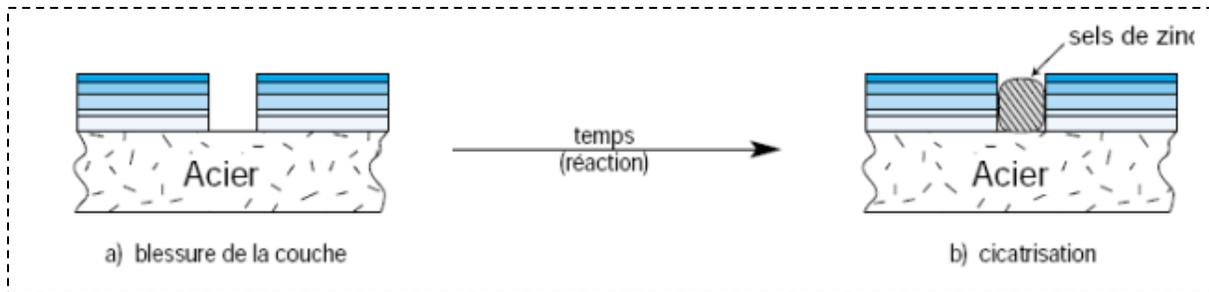


Fig. I.2: Protection par galvanisation (Phénomène de cicatrisation)

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 :

Le procédé de galvanisation à chaud consiste à recouvrir le fer par le zinc fondu à une température de 450° C. Le zinc a un potentiel électrochimique plus négatif que celui du fer.

Dans la pile fer-zinc, il constitue l'anode (zinc) qui est attaquée et se dissout, alors que le fer qui constitue la cathode reste inattaquée. Le zinc protège l'acier électro-chimiquement en se consommant et en formant une couche d'oxyde qui isole le revêtement du milieu agressif. Cette protection est efficace même si le revêtement de zinc est rendu discontinu par rayures aux cassures et se prolonge jusqu'à complète disparition du zinc. Le revêtement ne sera correctement réalisé que si un bon mouillage a été obtenu entre le métal à revêtir et le métal fondu à déposer.

Le mouillage est toujours réactif, en ce sens que des composés intermétalliques précipitent à l'interface entre l'acier et le métal liquide durant l'immersion. La réactivité de l'acier vis-à-vis du bain de métal fondu est gouvernée par quatre familles de facteurs : la composition chimique du bain de métal fondu,

les facteurs déterminant l'état de surface de l'acier à l'immersion, la température à laquelle se déroule la réaction avec le métal liquide et sa durée.

Le zinc en tant que revêtement anticorrosion, reste encore actuellement d'un rapport performance, coût inégalé.

Cela explique l'utilisation de tels produits dans les différents domaines de l'Industrie. [8] [9].

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 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 4400 – 4600C. 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

I.4.2 La ligne de galvanisation :

Le fonctionnement d'une ligne de galvanisation est un procédé semi-continu où le bain de galvanisation peut être considéré comme un réacteur mélangé par le mouvement de la feuille et des rouleaux. Comme la feuille d'acier qui sort du bain consomme une certaine quantité d'aluminium et de fer en présence dans le bain, une alimentation discontinue d'alliage Zn-Al est apportée au bain sous forme de lingots solides ou sous forme liquide, pour maintenir le niveau d'aluminium requis .

Actuellement, les procédures d'addition sont différentes suivant les industries (Belisle, Gagné et Gutman, 1991). Un survol des diverses opérations montre que près de 50% de l'aluminium ajouté au bain est consommé par le revêtement et par la formation d'intermétalliques Fe-Zn-Al dans la masse du fluide (Boston, Brummit et Guttman, 1992 ainsi que Gagné et Guttman, 1992). Ces intermétalliques se retrouvent dans le bain, à sa surface ou au fond, en fonction de leur composition chimique .

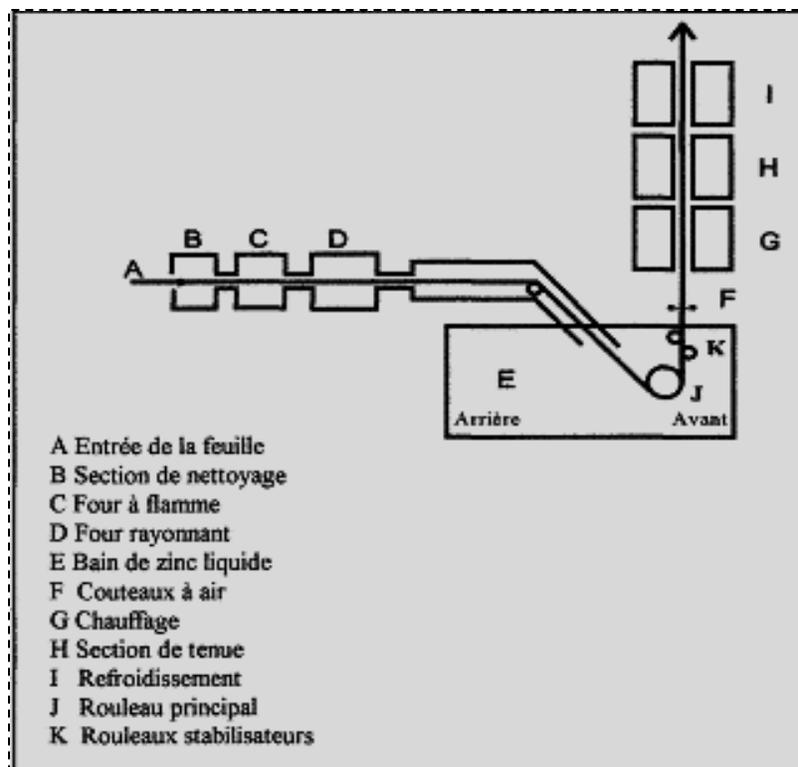


Figure (I.6) Schéma d'une ligne de galvanisation.

I.4.3 Equilibre Fe-Zn :

I.4.3.1 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 : Γ_1 , Γ_2 , δ 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 .

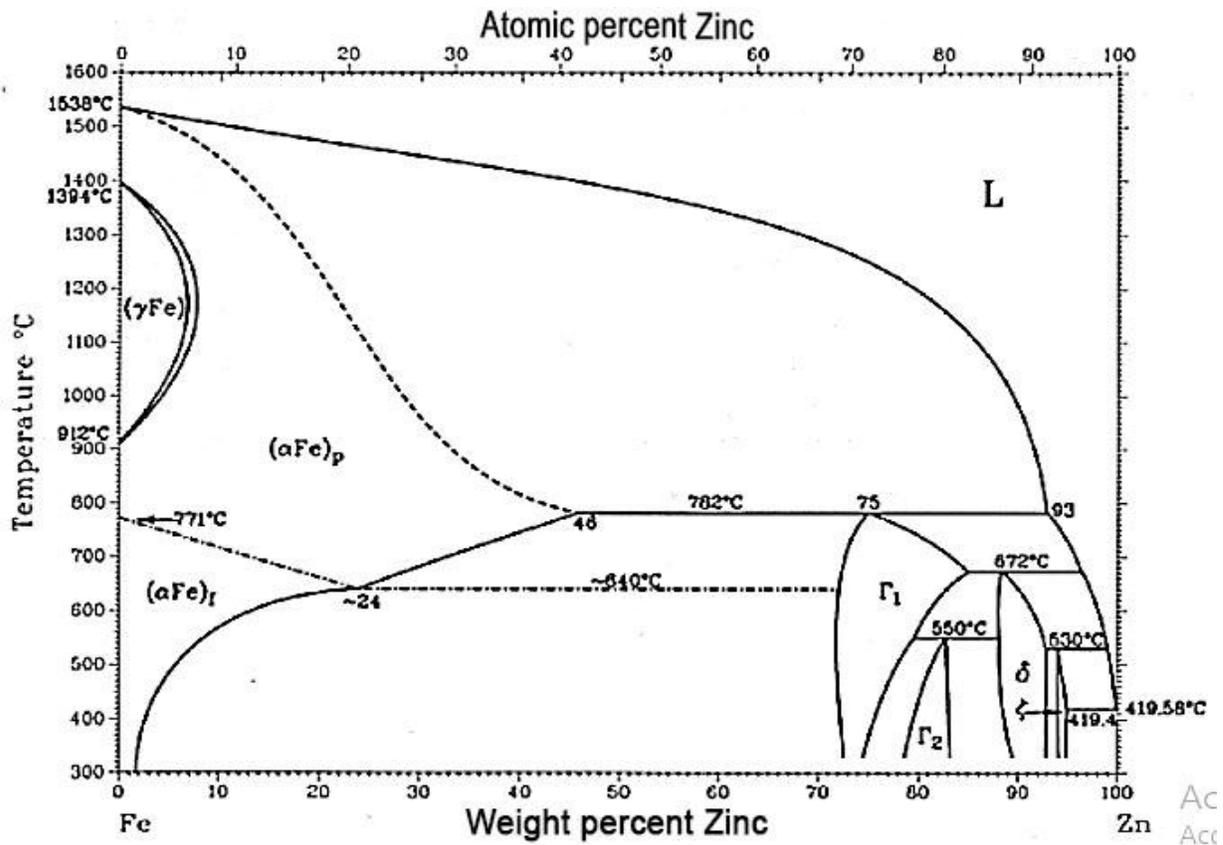


Fig. (I.7) Diagramme de phases du système Fe-Zn [11].

Tableau (1.3) Caractéristiques des différentes phases du système Fe-Zn[13].

| Phase Fe-Zn | Symbole | Structure | Formule stoechiométrique | Dureté (Hv) | Epaisseur 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 |

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.4.3.2 Les composés Intermétalliques Fe-Zn :

Les composés intermétalliques Γ_1 et Γ_2 , tous deux non stœchiométriques, 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 $450^\circ C$. Elle est issue de la réaction péritectique à $782^\circ C$ 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 $450^\circ C$. Cette phase est le résultat d'une réaction péritectoïde entre les phases Γ_1 Et δ à $550 \pm 10^\circ C$. Γ_2 est en outre, la phase dont la dureté est la plus élevée [2,3].

- **La phase solide δ ($FeZn_{10}$)**, également non stœchiométrique 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 $665^\circ C$ [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 $553^\circ C$, 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 $530 \pm 10^\circ C$. Dans un revêtement de galvanisation, en l'absence d'aluminium, ζ se forme entre les phases δ et η [2,3].

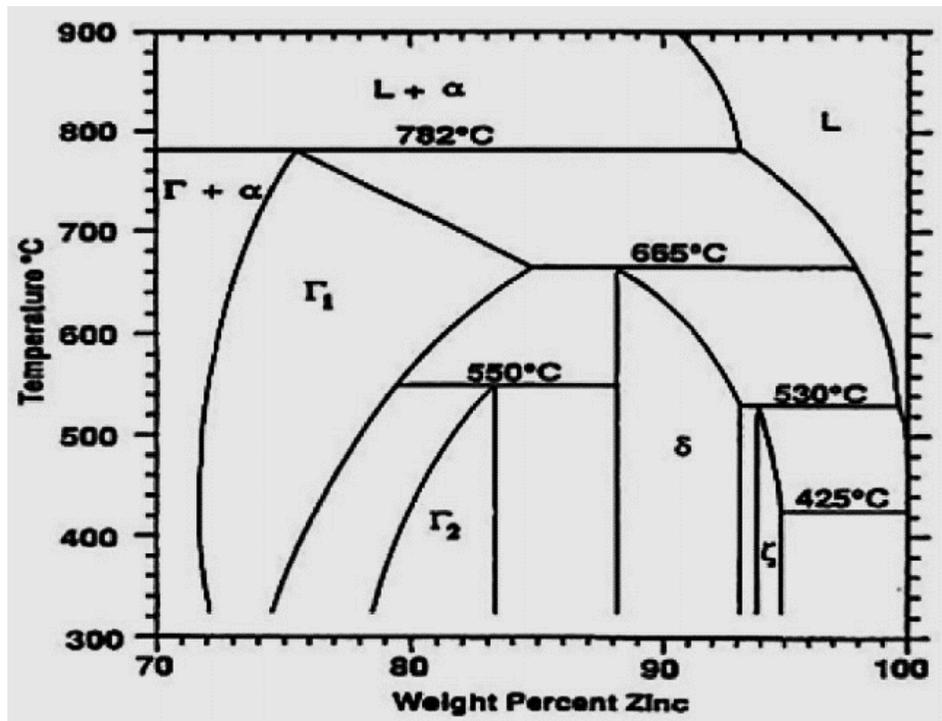


Fig. (I.8) Coin riche en zinc du diagramme de phases binaire Fe-Zn [12].

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.4.3.3 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.

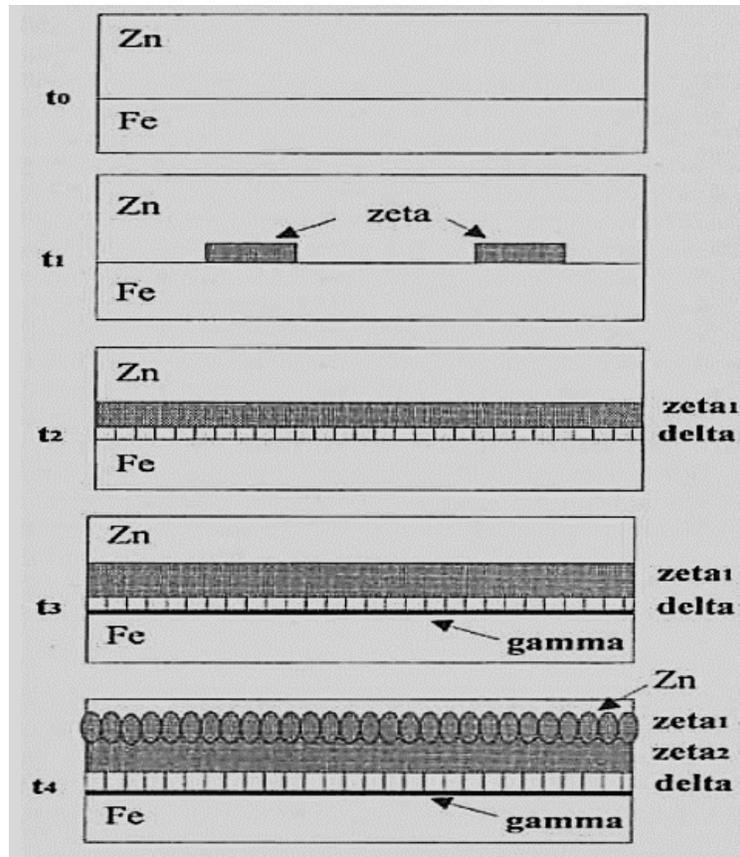


Fig. (I.9) Représentation schématique des couches des composés intermétalliques Fe-Zn dans un bain à 0,00 masse % en aluminium [15].

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.4.4 Le transport de l'aluminium :

Le transport de l'aluminium dans le bain consiste en un transport convectif de l'aluminium dissout jusqu'à la surface de revêtement et à l'entraînement des particules intermétalliques. Ce transport est influencé par l'écoulement et par les gradients de concentration de l'aluminium qui sont établis comme le résultat du mouvement du liquide en contact avec les différentes composantes mobiles de

l'équipement immergé tout comme le mouvement linéaire de la feuille d'acier. De plus, les forces convectives peuvent aussi être créées dans le bain par la fonte des lingots, par les différences de températures entre la feuille et le zinc liquide et par la présence de chauffage par induction ou par résistance électrique.

Le transport de l'aluminium durant le contact initial de la feuille avec le bain liquide est d'une importance critique.

La formation de la couche inhibitrice étant très rapide, d'un ordre inférieur à la seconde, il est alors nécessaire d'avoir un apport d'aluminium constant aussitôt que la feuille entre dans le métal liquide. D'ailleurs, Dubois et Feron (1993) ont observé une petite différence de composition entre le revêtement d'un côté de la feuille et de l'autre, ce qui suggère qu'il existe probablement une variation du niveau d'aluminium dans les différentes sections du bain.

De plus, Dubois et al (1998) ont confirmé que l'hydrodynamique du métal liquide affecte l'épaisseur de la couche inhibitrice.

Il est à ce moment important de connaître le champs de vitesse ainsi que le transport d'aluminium dans la région d'entrée de la feuille, soit, la région de la cloche et dans la région arrière du bain où s'effectuent généralement les additions.

I.5 Le bain de galvanisation :

Le bain de galvanisation est un réservoir dont les parois sont soit d'acier ou de céramique réfractaire, qui contient le zinc liquide dans lequel la feuille est immergée (figure 2.1).

La capacité de ces cuves peut varier de 60 à 265 tonnes de zinc (Guttman et al. 1991). Le bain est maintenu à une température variant, en général, de 450 à 480°C. Cette température est maintenue constante soit à l'aide d'inducteurs, soit à l'aide d'un chauffage par résistance électrique. La température de la feuille qui entre dans le bain est habituellement plus élevée que celle à l'intérieur du bain, contribuant ainsi au chauffage du métal liquide .

I.5.1 Composition du zinc liquide et procédures d'addition :

Dans le métal liquide contenu dans la cuve on retrouve, outre le zinc, de l'aluminium et du fer en solution. L'aluminium est un additif ajouté volontairement car il est un inhibiteur qui permet d'empêcher la formation de phases Fe-Zn non désirables entre le zinc et le fer des feuilles d'acier. La formation de cette couche inhibitrice rend le revêtement plus ductile et plus apte à la mise en forme.

Une partie de l'aluminium ajouté entre en solution dans le zinc liquide et réagit avec la feuille d'acier qui passe dans le bain ou quitte le réacteur avec le zinc liquide qui est entraîné par la feuille. L'aluminium restant réagit pour former des intermétalliques. La teneur en aluminium dans le bain est maintenue entre 0.1 et 0.30% poids. Les teneurs plus

faibles sont utilisées pour la production de revêtements galvanisés alliés alors que les pourcentages plus élevés sont utilisés pour la production d'acier galvanisé.

Comme le zinc et l'aluminium se consomment dans le bain, on doit rajouter ces éléments essentiels à la galvanisation. La procédure d'addition dans le bain est effectuée selon des méthodes qui varient d'une ligne de galvanisation à l'autre. Les additions dans le bain doivent être effectuées de façon à ce que la composition de la cuve reste constante le plus possible. En industrie, on ajoute, des lingots d'une teneur en aluminium 1,5 à 5 fois plus grande que celle voulue dans le bain (Gagné et Guttman, 1992).

Il existe généralement deux types de lingots solides ajoutés au bain. Les premiers sont des blocs de zinc (~1 tonne métrique), soit pur, soit contenant une faible quantité d'aluminium, qu'on appelle communément "jumbo". Les seconds sont des lingots (20 à 25 kg) d'alliage zinc aluminium contenant jusqu'à 10% poids Al.

Ces deux types de blocs solides sont ajoutés au bain en les immergeant dans une section accessible du bain, habituellement l'arrière ou le côté du bain. Le taux horaire des additions totales varie entre 295 et 2400 kg/h (Gagné et Guttman 1992).

Le fer en présence dans le bain provient de plusieurs sources, notamment des particules de fer qui se trouvent à la surface de la tôle lorsque celle-ci est immergée dans le bain, de la dissolution de l'équipement d'acier inoxydable (rouleaux et bras) qui est submergé dans le zinc liquide (Bélisle et al 1991), de la formation et de la dissolution des composés intermétalliques FeZn_7 et $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{Zn}_x$ présents aux interfaces acier-zinc liquide et du changement de la solubilité du fer dans le zinc dû à une variation de la teneur en aluminium ou de la variation de la température du zinc liquide.

I.5.1.2 La couche inhibitrice :

L'aluminium ajouté au bain affecte la relation entre la feuille d'acier et la chimie du bain. En effet, l'aluminium possède la capacité d'inhiber, pour une certaine période de temps d'immersion, les réactions entre le zinc liquide et le fer des feuilles d'acier à galvaniser (Bélisle, Gagné et Guttman, 1991).

Cette caractéristique importante de l'aluminium sera décrite sommairement dans cette section afin de mieux voir le rôle du bain et de sa composition dans la présence et la formation de la couche inhibitrice.

Après de nombreuses recherches, le mécanisme qui produit l'inhibition des réactions entre le zinc et le fer de la feuille s'est avéré être la formation d'une mince couche intermétallique à l'interface. On croit que cette couche inhibitrice est constituée soit de Fe_2Al_5 et d'un composé ternaire $Fe-Al-Zn$, soit de Fe_2Al_5 contenant du Zn en solution, soit de Fe_2Al_5 et de $FeAl_3$ contenant du zinc (Bélisle, Gagné et Guttman, 1991) .

Beaucoup de facteurs peuvent influencer la formation de la couche inhibitrice: la composition chimique de la feuille et son état de surface, la composition du bain et l'écoulement qu'on rencontre dans celui-ci, la température (bain et feuille), le temps d'immersion de la feuille dans le bain, etc.

Selon Bélisle, Gagné et Guttman (1991), le pourcentage en poids d'aluminium dans le bain nécessaire à la formation d'une couche intermétallique utile doit se trouver entre 0,15 et 0,2%. Avec une teneur inférieure à 0,15%, la couche n'est pas uniforme et lorsque le pourcentage d'aluminium est trop élevé dans le bain (>0,2%), l'intermétallique Fe_2Al_5 ($Fe-Al-Zn$) semble se transformer en d'autres phases Al-Fe ($FeAl_3$) qui sont peu désirables.

Tang et Adams(1993) ont étudié la nature de la couche inhibitrice dans des bains de zinc contenant de 0.14 à 0.20% poids Al et des temps d'immersion allant de 3 à 4 secondes. Ils ont observé que le pourcentage de Zn dans la couche de Fe_2Al_5 augmentait avec les temps d'immersion selon une loi de puissance parabolique.

La composition de l'acier à galvaniser affecte la formation de la couche inhibitrice. Par exemple, la présence de silicium tend à augmenter l'effet inhibiteur alors que la présence du titane dans l'acier de la tôle tend à diminuer cet effet.

Les mécanismes de la formation de la couche inhibitrice sont encore méconnus. Haughton (1952), a parlé de réaction directe entre l'aluminium et le fer de l'acier alors que d'autres (Engberg et al, 1989) ont émis l'hypothèse qu'il y a d'abord une formation rapide d'intermétalliques Fe-Zn (<3 secondes) sur la tôle qui réagissent ensuite avec l'aluminium en présence pour former Fe_2Al_5 .

Une autre proposition de mécanisme (Bélisle, Gagné et Guttman, 1991) considère une dissolution de l'acier de la feuille, suivie d'une sursaturation de zinc près de la tôle, suivie d'une précipitation et d'une déposition sur la surface de l'acier, aux joints de grains et ailleurs de façon aléatoire. La possibilité d'une

affinité entre le fer et l'aluminium dans le bain jouerait aussi un rôle lors de la formation de la couche .

De façon certaine, la formation de la couche est très rapide, de l'ordre d'une fraction de seconde (Toussaint, 1997). Il semble aussi que la couche inhibitrice se défait lorsque l'acier de la feuille est en contact trop longtemps avec le zinc liquide contenant de l'aluminium en proportion suffisante. Malgré cette considération, lorsque la teneur en aluminium dans le bain est suffisamment élevée, la cassure de la couche ne survient habituellement pas dans un bain normal en service .

I.5.1.3 Les intermétalliques :

Dans la masse de liquide contenue dans le bain de galvanisation, on constate la présence d'un grand nombre de particules intermétalliques solides. Ces particules sont nuisibles car elles peuvent engendrer des défauts sur le revêtement. De plus, la quantité d'intermétalliques présente dans un bain est un indicateur du degré de contrôle sur le procédé (Bélisle, Gagné et Guttman, 1991; Gagné et Guttman, 1992).

Dans un bain de galvanisation qui ne contient pas d'aluminium, on retrouve des particules intermétalliques composées de fer et de zinc (FeZn_7). Celles-ci sont probablement formées par la réaction entre le zinc liquide et le fer dissout dans le bain. Ces particules sont souvent assez grosses. Leur diamètre moyen varie entre 100 et 200 μm . Ces intermétalliques ont tendance à se déposer dans le fond du bain, leur densité étant généralement plus élevée que celle du zinc liquide (Bélisle, Gagné et Guttman, 1991).

Lorsqu'il y a présence d'aluminium dans le bain, la composition et la formation des intermétalliques sont différentes. À ce moment, on retrouve dans la cuve des particules intermétalliques de Fe-Zn-Al et/ou de $\text{Fe}^{\wedge}\text{lg}$. Leur grosseur est beaucoup moindre que celle des intermétalliques de Fe-Zn. Dans la littérature, on mentionne que les intermétalliques de surface ont un diamètre allant de 20 μm à plus de 100 μm (Bélisle, Gagné et Guttman, 1991). Leur densité a été évaluée comme étant de 3680, 4210 et 4500 kg/m^3 selon divers auteurs (Borzillo et al, 1969; Harvey et al, 1973).

Grâce à cette densité moindre que celle du zinc liquide (environ 6000 kg/m^3) et au mouvement du liquide dans le bain, ces particules intermétalliques ont la particularité de flotter en surface, ce qui permet de les retirer plus facilement et

plus régulièrement du bain. La production de ces intermétalliques de surface varie énormément en industrie.

On parle de 1 à 10 kilogramme d'intermétalliques par tonne d'acier traité (Gagné et Guttman, 1992).

Une étude récente (Ajersch et Trépanier, 1999) a été faite sur 69 échantillons d'intermétalliques de surface provenant de 7 industries.

Les auteurs ont caractérisé les intermétalliques par leur diamètre équivalent et par leur composition chimique.

Ils ont mesuré un diamètre équivalent de 14,98 μm à 64,01 μm pour des particules de Fe_2Al_5 , (n) pour des bains produisant du galvanisé et de 22,46 μm pour les mêmes particules provenant de bains qui produisaient du galvanisé allié. De plus, les bains qui produisent de l'acier galvanisé allié contiennent une plus petite quantité d'aluminium en solution et on retrouve dans leurs intermétalliques de surface des particules de FeZn_7 (5) d'un diamètre équivalent allant de 39,73 μm à 74,59 μm . Les analyses chimiques de ces intermétalliques montrent que les particules de $\text{Fe}_2\text{Al}_5 \cdot x\text{Zn}_x$ contiennent 37,71% Al, 37,01% Fe et 25,80% Zn en moyenne pour celles provenant de bain produisant du galvanisé et de 46,20% Al, 31,10% Fe et 22,71% Zn pour celles provenant de galvanisé allié. La composition des particules 5 est de 2,54% Al, 5,05% Fe et 92,42% Zn en moyenne. De plus, il a été observé que le nombre de particules augmente avec une diminution de la température et avec l'augmentation de l'aluminium du bain .

Le mécanisme qui produit les intermétalliques de surface dans un bain contenant de l'aluminium est encore peu compris. Certains croient que ceux-ci peuvent provenir de la cassure de la couche inhibitrice (Bélie, Gagné et Guttman, 1991). D'autres pensent que l'intermétallique Fe-Zn qui se forme initialement sur la feuille se détache de la tôle et réagit avec l'aluminium présent dans le bain (Engberg et al, 1989).

Une autre hypothèse, émise par Bélie, Gagné et Lezon (1989), considère que des changements apportés au procédé, qu'ils soient localisés ou généralisés, peuvent altérer la solubilité du fer dans le bain assez pour que le fer soit rejeté et forme des intermétalliques avec l'aluminium. Ajersch et Gauthier (1996) pour leur part, ont étudié les transformations des intermétalliques de surface en intermétalliques de fond ($\text{Fe}_2\text{Al}_5 \cdot x\text{Zn}_x$ à δ) et la transformation inverse (δ à

$Fe_2Al_{5.x}Zn_x$) à l'aide d'un simulateur réduit de trempage de feuille d'acier dans du zinc liquide. Ils ont trouvé que la transformation de δ à $Fe_2Al_{5.x}Zn_x$ est due à un mécanisme de dissolution et de croissance. Pour la transformation de $Fe_2Al_{5.x}Zn_x$ à 5, le mécanisme est différent. Il semble que ce soit une transformation interfaciale de croissance en surface de 5 sur $Fe_2Al_{5.x}Zn_x$. Les taux de transformation pour les deux mécanismes sont très élevés .

Il a été observé par Cameron et Ormay (1961) et par Hisamatsu et Yamaguchi (1973) que le pourcentage d'aluminium dans le bain affecte la composition des intermétalliques. Pour un bain qui contient entre 0,12 et 0,3% poids Al, les intermétalliques de surface seraient de composition ternaire (Fe-Al-Zn) alors qu'avec plus d'aluminium en présence (>0,3% Al), les intermétalliques seraient Fe_2Al_5 , $FeAl_3$ et des intermétalliques de composition ternaire avec une plus forte teneur en aluminium selon les premiers de ces auteurs. Hisamatsu et Yamaguchi (1973) ont observé que des intermétalliques de fond 5 ($FeZn_7$) et de surface (Fe_2Al_5) coexistent dans le bain pour un pourcentage d'aluminium allant de 0,09 à 0,14%. Avec une teneur en aluminium plus grande que 0,5%, ces auteurs n'ont pas observé d'intermétalliques de fond ($FeZn_7$).

La procédure d'addition dans le bain influence aussi la formation des intermétalliques. Plus les additions sont riches en aluminium, plus la formation d'intermétalliques est favorisée. Ainsi, l'endroit où l'addition est effectuée risque d'influencer la répartition des particules dans le bain et leur composition aux divers endroits.

I.6 Règles à respecter pour la Galvanisation :

La galvanisation, comme protection de l'acier, est un très bon choix. Par contre, certains critères sont à respecter avant d'entreprendre ce procédé :

I.6.1 Connaître les dimensions des bassins de trempage :

Il est important de connaître les dimensions des bassins de trempage afin de s'assurer que les pièces puissent y être submergées complètement. Certains bassins de trempage sont conçus pour offrir une double immersion permettant aux pièces de grandes dimensions d'être trempées en deux temps. Il faut toutefois prévoir une démarcation à la jonction des deux trempages.

II.6.2 Choisir l'acier approprié :

Afin d'obtenir un revêtement de galvanisation optimal, il est important de bien choisir l'acier. En général, les revêtements galvanisés sont utilisés non pas pour leur apparence, mais bien pour leur résistance anticorrosive. La résistance relative à la corrosion du revêtement normal et anormal est équivalente.

Voici les quantités des quatre éléments de base pouvant affecter négativement le revêtement galvanisé :

- Carbone : en excès de 0,25 %
- Silicium : entre 0,04 % et 0,15 % ou au-dessus de 0,22 %
- Phosphore : en excès de 0,04 %
- Manganèse : en excès de 1,3 %

II.6.3 S'assurer de la bonne conception des pièces :

Des trous d'aération pour l'évacuation de l'air, d'accrochage et d'écoulement du zinc sont requis dans les pièces pour pouvoir les galvaniser. La galvanisation est une protection intégrale, donc le zinc doit pouvoir circuler librement dans toutes les cavités d'une pièce ou d'une structure.

II.6.4 Respecter les recommandations :

Les soudures scellées sont fortement recommandées afin d'éviter des ressues de fluides de préparation de surface pouvant occasionner des manques de revêtement durant la galvanisation. Le scellement des soudures permet de bonifier le travail de la galvanisation dans des endroits considérés à risques.

Un grenailage au minimum avant la galvanisation est également recommandé. Ce dernier nettoie bien l'acier et les soudures en plus de donner un léger profil de surface pour le zinc.

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 .

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.1.1 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.1.2 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.1.2.1 Ligne de décapage :

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

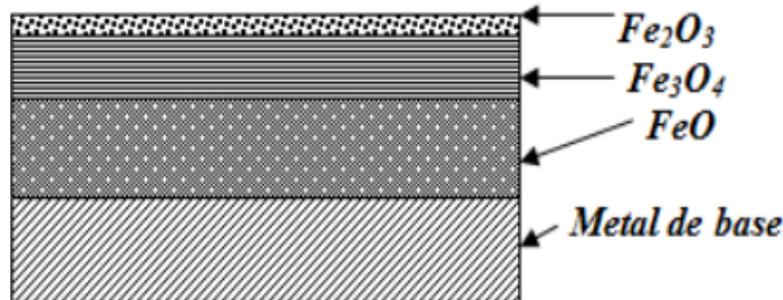


Fig. II.1: Couches d'oxydes

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 (H₂SO₄).
- Mise en forme de la largeur aux dimensions programmées par cisailage des rives.
- Appliquer un huilage de protection pour la bobine.

II.1.2.2 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.1.2.2.1 Objectifs du laminage à froid :

- laminer 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.
- 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.
- Les spires des bobines laminées doivent être uniformes, arrangées, enroulées et tendues pour éviter les défauts de télescopie et d'affaissement.

II.1.2.2 Principe de laminage :

Le laminage à froid se fait par passage de la bande découpée 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 .

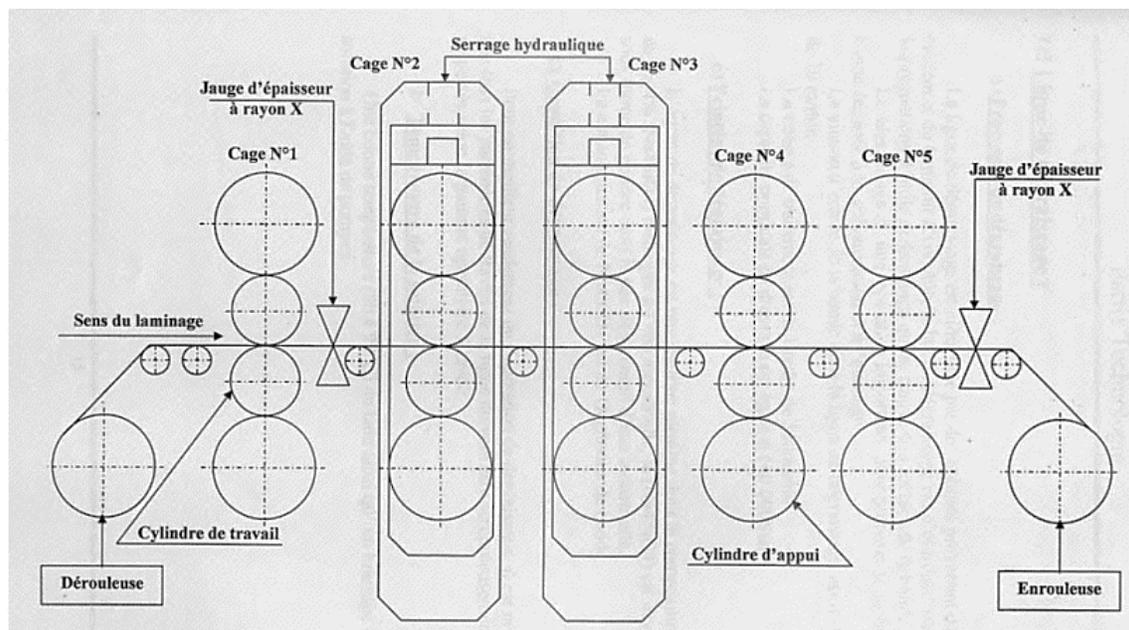


Fig. II.2: Tandem à cinq cages

II.2 Procédé général de la galvanisation :

Le procédé de galvanisation consiste à enduire d'une couche mince de zinc des matériaux d'acier. Cette couche de zinc étant anodique par rapport à l'acier, elle joue un rôle d'anode sacrificielle et protège l'acier de la corrosion. Il existe plusieurs méthodes pour enduire l'acier de zinc, par exemple, on peut mentionner la galvanisation à chaud par immersion et la déposition électrolytique de zinc. Dans ce projet, la galvanisation par trempage des tôles d'acier dans un bain de zinc liquide est considérée .

La galvanisation par trempage est très utilisée dans l'industrie afin de protéger contre la corrosion les tôles d'acier (figure 1.1). Dans ce procédé, la tôle d'acier, initialement sous forme de rouleaux, est entraînée dans diverses sections où elle subit des traitements adéquats. Dans un premier temps, la feuille d'acier est habituellement chauffée dans une atmosphère gazeuse de H_2 afin de réduire les oxydes en surface et pour recristalliser la structure des grains.

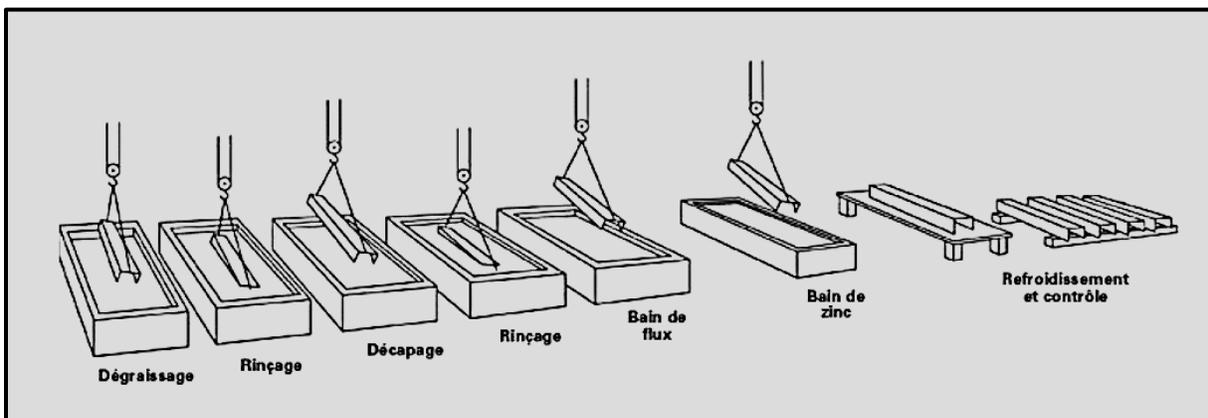


Fig (II.3) Procédé de galvanisation à chaud .

Ensuite, la tôle est conduite dans un bain de zinc liquide à une vitesse allant de 0,5 à 3m/s. La feuille est amenée dans le réservoir via un conduit appelé la cloche (en anglais "snout"). Celle-ci est partiellement immergée dans le zinc liquide et sert à maintenir la tôle sous atmosphère contrôlée avant son entrée dans le bain. La feuille d'acier est entraînée dans le bain par le rouleau principal rotatif et est ensuite amenée vers la sortie du bain en étant préalablement maintenue par un ou deux rouleaux stabilisateurs.

À sa sortie du bain, l'excédent de zinc est essuyé par des "couteaux" qui projettent un gaz à haute vitesse sur la tôle. La feuille est ensuite acheminée vers une zone de refroidissement lorsqu'on veut produire un revêtement galvanisé ou bien elle est conduite à un recuit avant d'être refroidie pour fabriquer un revêtement galvanisé allié.

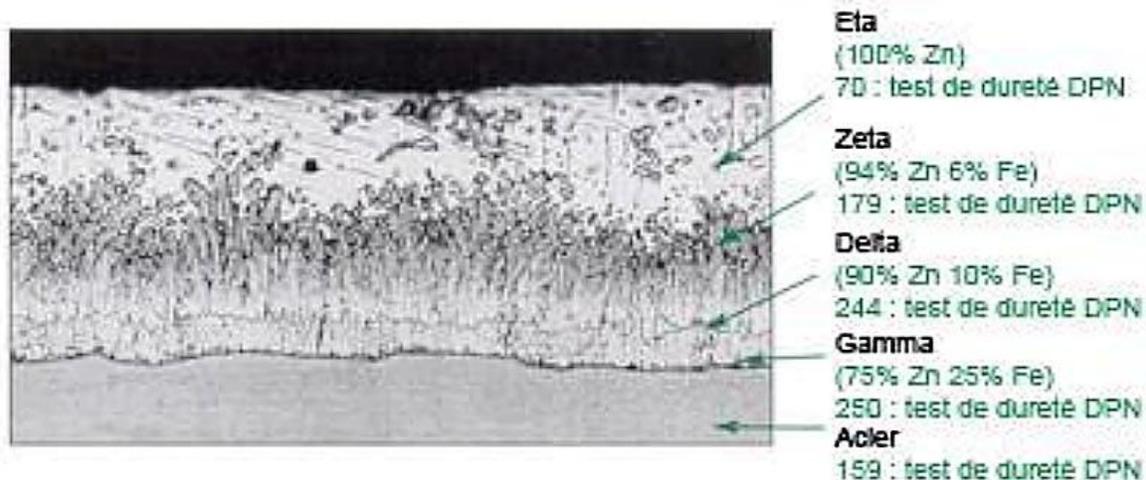


Fig (II.4) : *Vue en coupe transverse de phases formées après la galvanisation de l'acier.*

Lorsque l'acier fraîchement nettoyé est immergé dans un bain de zinc en fusion à 450 oc (840 OF), une liaison métallurgique s'opère déposant en couches successives des alliages de zinc et de fer en divers pourcentages pour terminer son procédé par une couche finale de zinc pur à 100 % (Figure I1.4).

Finalement, la feuille peut subir certains traitements secondaires de surface pour améliorer sa formabilité, sa facilité d'entreposage, améliorer son aspect extérieur, etc.

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. (II.5) 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].

II.2.1. Description des principaux équipements de la ligne de galvanisation en continue :

II.2.1.1 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 :
 - ✓ Poids de revêtement de zinc [20] :
- Z100, Z140, Z200, Z225, Z275, Z350.
En double face (g/m²)

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 |

C- Vitesse de l'installation:

- Entre 15 – 180 m/min

D- Capacité de production:

- Production horaire: Recristallisation = 30 t/h

II.2.1 Rôle d'un revêtement anti corrosion :

D'une manière générale, une protection anticorrosion efficace d'une pièce par un revêtement requiert que certaines conditions soient satisfaites :

- une bonne et durable adhérence du film au substrat;
- l'absence de défauts débouchant à la surface;
- une inertie chimique du dépôt dans le milieu considéré;
- une conductivité très faible destinée à éliminer un éventuel couplage galvanique néfaste au substrat

II.2.2 Types de revêtements à base de zinc :

Pour une protection anticorrosive, cinq méthodes de revêtements à base de zinc sont disponibles dans la majorité des usines . Elles se différencient par l'épaisseur d'alliages de zinc, les méthodes d'application et la durée de vie apportée par chacun des procédés : métallisation, galvanisation à chaud, peinture au zinc, feuille galvanisée et plaquage au zinc (figure I.6).

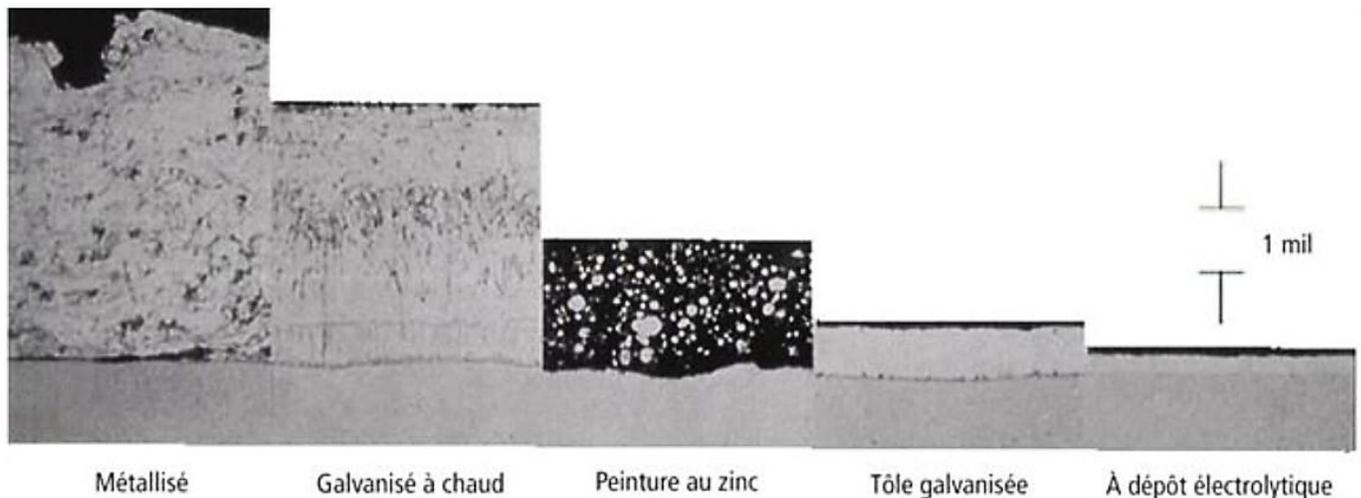


Fig (II.6) Types de revêtements à base de zinc.

II.2.3 Particularités du zinc :

En plus de former une barrière physique contre la corrosion, le zinc appliqué en tant que revêtement de galvanisation à chaud protège de façon cathodique l'acier exposé.

On retrouve aujourd'hui une gamme étendue de produits sidérurgiques qui bénéficient des propriétés de protection offertes par la galvanisation allant du

simple clou jusqu'aux structures d'acier et de ponts.

II.3 Influence spécifique des éléments d'addition :

Les principaux éléments d'addition du fer sont: le carbone, le chrome, le nickel, le tungstène, le molybdène, le vanadium, le manganèse, l'aluminium, le silicium, le titane, le niobium, l'azote; ils ont une influence significative sur les caractéristiques .

II.3.1. Carbone :

Élément fortement gamma gène il contribue à stabiliser l'austénite lors de déformations à froid .Par contre, il peut provoquer la formation de carbures de chrome $Cr_{23}C_6$ inter granulaires qui diminuent la résistance à la corrosion inter granulaire.

II.3.2. Silicium :

Le silicium, autre élément alpha gène, améliore les propriétés d'emploi à haute température mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage Avec une teneur voisine de 0.3% en masse, il est utilisé comme désoxydant dans l'acier liquide au stade final de l'élaboration. Des teneurs d'environ 1 % entraînent une augmentation de la limite élastique, de la résistance à l'oxydation Aude là de $1000^{\circ}C$ et de la trempabilité par effet de synergie avec d'autres éléments d'alliages comme le molybdène .Il permet aussi de diminuer la stabilité des carbures M_2C , ce qui abaisse la fragilité du métal. Comparativement au chrome et à l'aluminium, l'addition de silicium influe d'une manière plus importante sur la résistance à l'oxydation entre 500 et $700^{\circ}C$.L'effet du silicium dans les alliages Fe-Al-Si, est d'établir une couche d'oxyde riche en silicium au-dessus de la couche d'oxyde d'aluminium .L'oxyde formé est plus protecteur que l'oxyde d'aluminium et renforce l'effet protecteur de la couche d'alumine.

II.3.3. Soufre :

Le soufre diminue la résistance à la corrosion.

CHAPITRE III

LES DIFFÉRENTES FACTEURS ET PARAMÈTRES QUI INFLUENT SUR L'HOMOGÉNÉITÉ DE L'ÉPAISSEUR DU COUCHES GALVANISÉ

II.1 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.

III.1.1 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 III.1).

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 III.1 : *Classification des aciers suivant leur teneur en silicium et en phosphore.*

| Élément % | 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 III.1).

Tableau III.2 : 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 |

III.1.1.1 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 exagéré 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].

III.1.2 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).

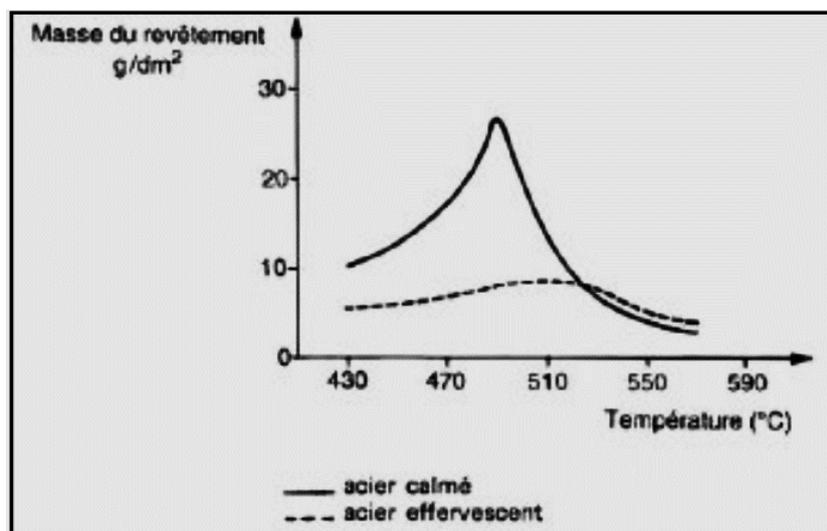


Fig. III.1: Influence de la température de galvanisation sur la prise de zinc.

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.

III.1.3 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. III.2) 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 III.3 : 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 | - | - | - | |

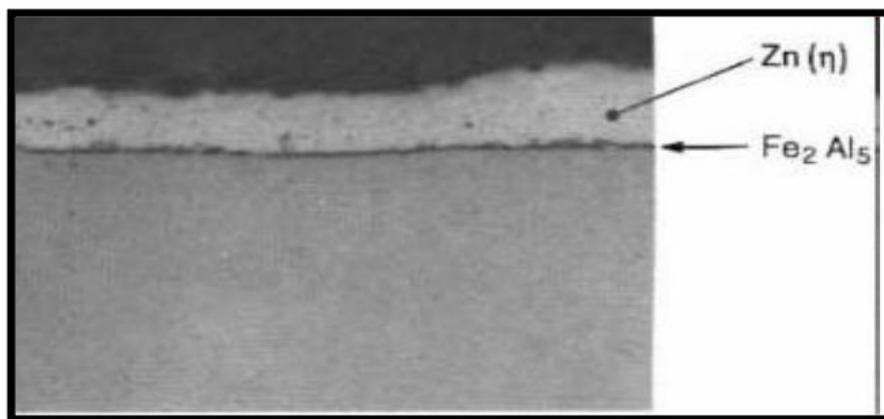


Fig. III.2 : Revêtement galvanisé : bain Zn + 0,16% Al

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 :

1. Le magnésium jusqu'à 0,6% accroît la vitesse de réaction, au delà de cette teneur, son effet diminue en intensité.
2. 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.

3. 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 .

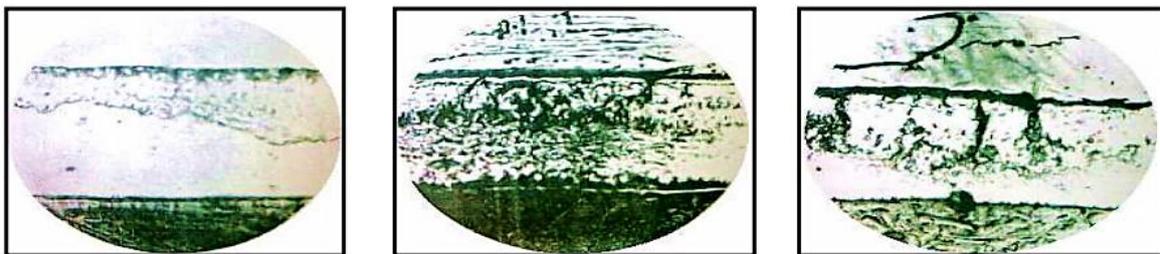
III.1.4 Durée d'immersion :

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. (III.3): *influence de la durée d'immersion sur la structure de revêtement.*

La Figure (III.3) présente l'influence de la durée d'immersion sur le poids de zinc déposé.

La Figure (III.3) (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. III. 3) (a). La phase Γ et la phase δ de la couche de galvanisation sont bien visibles.

III.1.5 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.

III.2 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) qui est la capacité du revêtement à pénétrer dans le substrat au travers de la porosité de la rugosité par exemple.

III.2.1 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] .

III.3 Effet des paramètres environnementaux sur la durabilité des revêtements galvanisés :

Les études portant sur la dégradation des revêtements de zinc ont permis d'identifier les paramètres climatologiques (taux d'humidité, temps d'exposition et cycles humidité-séchage) et les polluants atmosphériques les plus influents sur la corrosion. Il s'agit principalement du dioxyde de soufre, du dioxyde de carbone et des ions chlorures .

III.3.1 Les paramètres climatologiques :

L'augmentation de l'humidité contribue à la formation d'un film d'eau de quelques microns sur la surface.

Une étude récente de Cheng et al. [34] sur du zinc pur confirme que l'accroissement de l'humidité relative augmente la vitesse de corrosion du Zinc (figure III.4)

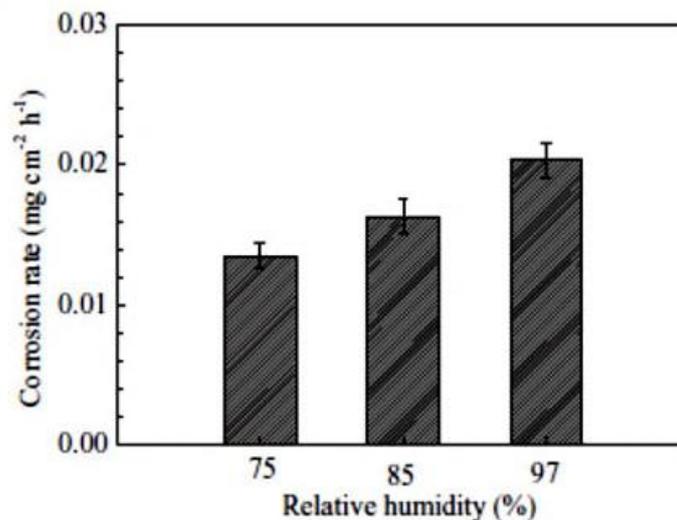


Figure III. 4 : Perte de masse de zinc pur pour différents taux d'humidité relative après 72h d'immersion [34] .

Selon Zhang [35], l'alternance de périodes de mouillage et de séchage permet de représenter les conditions d'exposition réelles. Miki et al. [36] ont comparé les cinétiques de corrosion lors d'essais d'immersion, d'immersion suivie d'une période sèche, d'immersion suivie d'une période humide et d'immersion suivie d'une période sèche et d'une période humide (figure I.10). Les résultats montrent clairement l'effet néfaste des alternances comprenant des périodes humides. Les auteurs expliquent ce résultat par le fait que pendant ces périodes, l'épaisseur du film d'eau présent à la surface est beaucoup plus faible que lors de l'immersion. C'est une situation qui facilite l'apport en oxygène et accélère la vitesse de dégradation des matériaux. Le phénomène est accentué par des périodes de séchage du fait de l'amincissement du film de liquide.

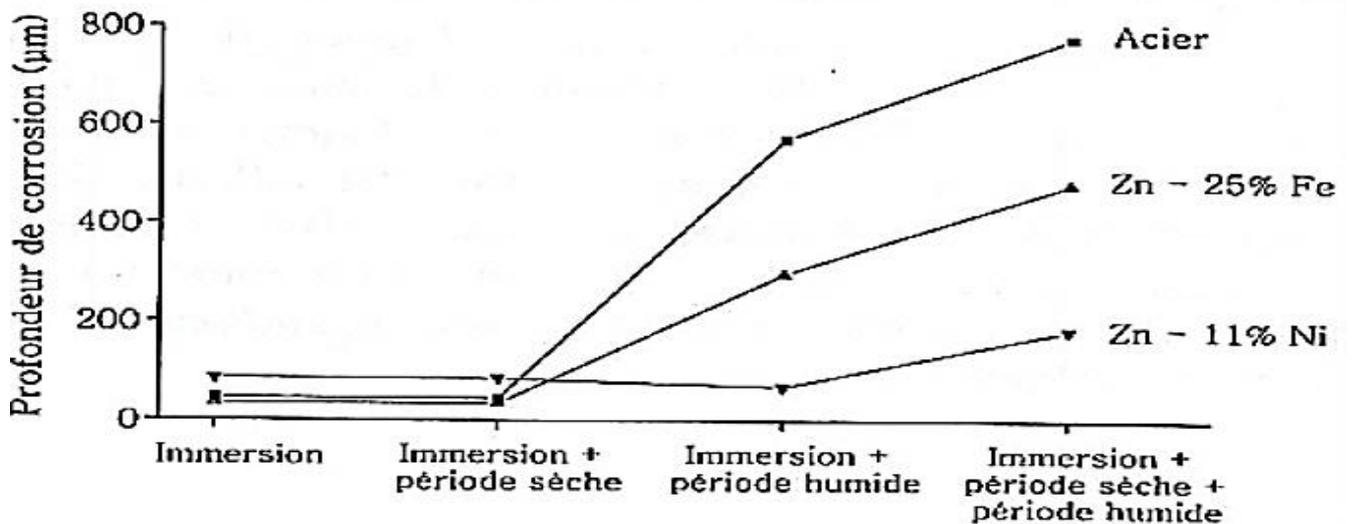


Figure (III. 5) : Effet des cycles combinés immersion + séchage + humidité sur la vitesse de corrosion de différents matériaux [30].

Le pH est considéré comme un facteur essentiel pour le contrôle des mécanismes de corrosion du zinc.

III.3.2 Les polluants atmosphériques :

La présence des espèces SO_2 , Cl et CO_2 influence la vitesse de corrosion des revêtements de zinc et la nature des produits de corrosion. De nombreux travaux montrent que la corrosion atmosphérique est directement liée à la concentration en SO_2 [31, 42, 43]. De même, la salinité augmente nettement les vitesses de corrosion atmosphérique [31, 39, 43].

Le chlore gazeux et le chlorure d'hydrogène en présence d'humidité produisant des environnements acides, ils ont tendance à induire des cinétiques de corrosion plus élevées que les milieux salins chlorurés [31]. Dans une étude consacrée à l'effet de dioxyde de carbone, Flak et al. [45] rapportent que l'augmentation de la concentration en CO_2 accroît aussi la vitesse de corrosion du zinc. Cet effet est causé par l'acidification de l'électrolyte à la surface, induisant une augmentation de la conductivité donc une dissolution accrue du zinc et des phases riches en zinc.

III.3.3 Effet de l'oxygène :

Une étude comparative a été menée sur la tenue à la corrosion des revêtements galvanisés dans différentes conditions : tests de brouillard salin, tests d'humidité et tests d'immersion dans une solution 3.5% NaCl [46]. Les cinétiques de corrosion les plus faibles sont obtenues pour les revêtements soumis à des tests d'immersion car l'apport en oxygène est moins important que dans les tests en atmosphère humide et/ou saline. L'auteur renforce ce résultat par le fait que sur un échantillon vertical immergé, l'intensité de la corrosion diminue au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'interface air/solution .

III.4 Facteurs qui influent sur l'homogénéité de l'épaisseur de la couche galvanisée :

III.4.1 Ondulations :

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

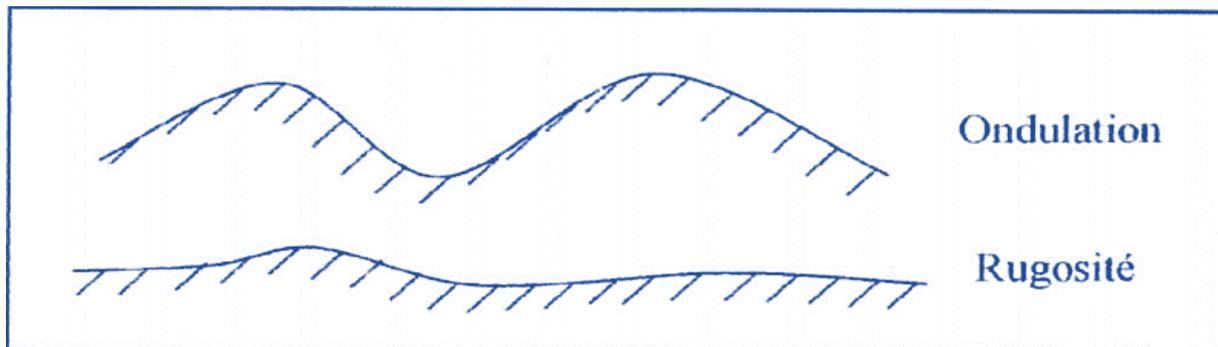


Fig.(III.6) : Différence entre l'ondulation et la rugosité.

- 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 et des coussinets du rouleau de fond 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 .

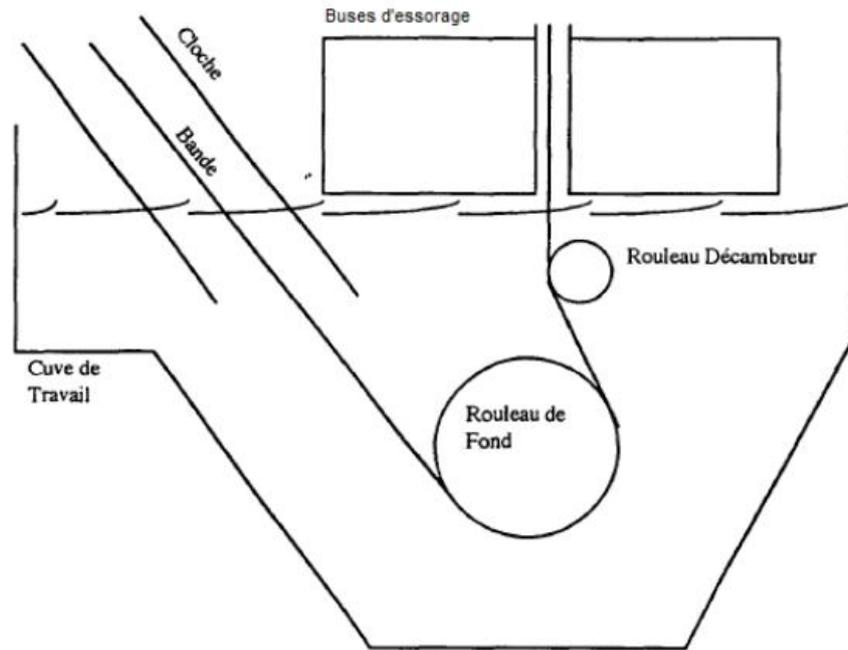


Fig.III.7: Installation du bain de zinc.

III.4.2 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).

III.4.3 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.

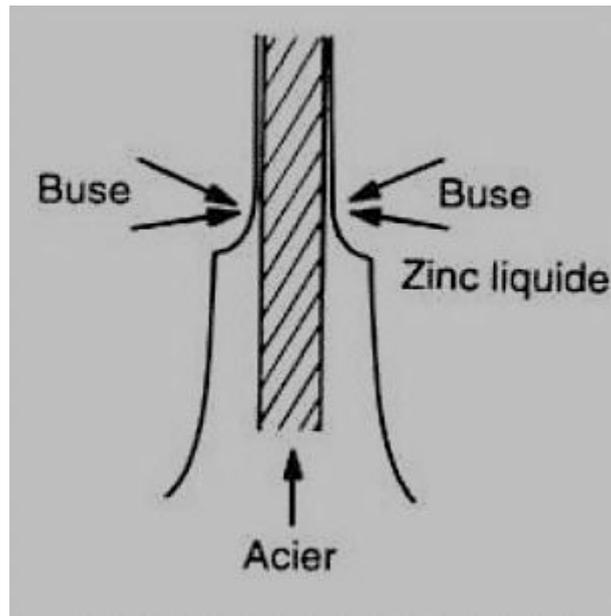


Fig. III.8 : Schéma de l'essorage.

III.5 Rôle d'addition d'aluminium dans le bain de zinc :

III.5.1 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 (FeZn7) ou ξ (FeZn13) 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.

III.5.2 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 ($\rho Fe_2Al_5 = 3.92 \text{ g/cm}^3$ contre $\rho Zn = 7.14 \text{ g/cm}^3$) [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.

III.5.2.1 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.

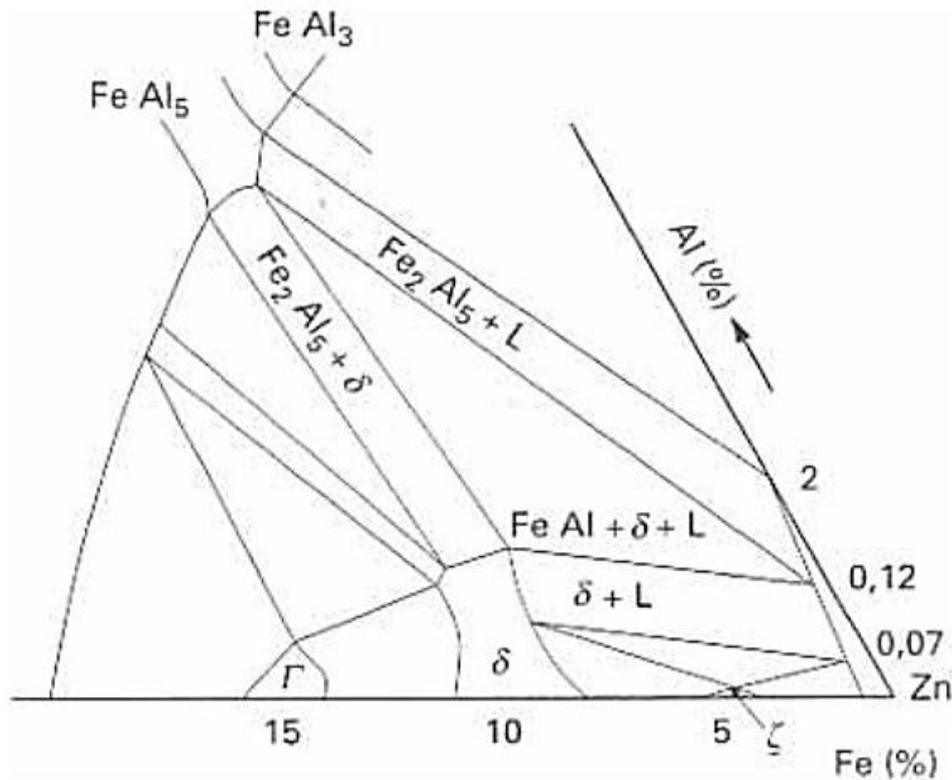


Fig. III.9: Diagramme ternaire fer-aluminium-zinc.

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 Fe_2Al_5 . 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].

III.5.2.2 Mattes en surface :



Fig. III.10: 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 FeZn. 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 .

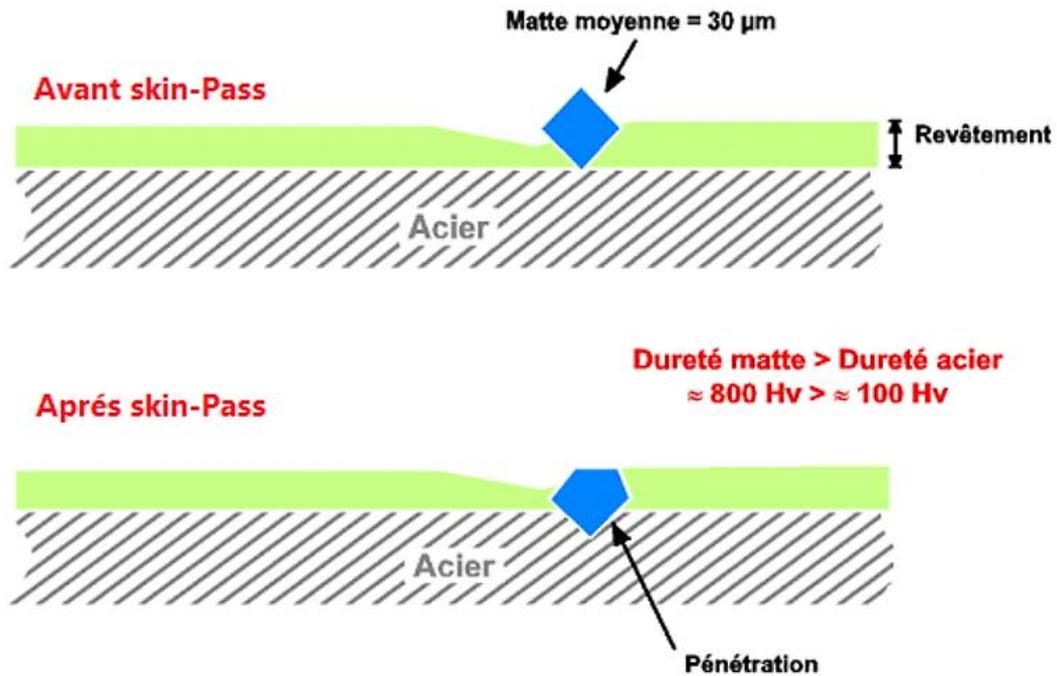


Fig. III.11 : Effet d'une matte dans le revêtement.

Caractéristiques d'une matte

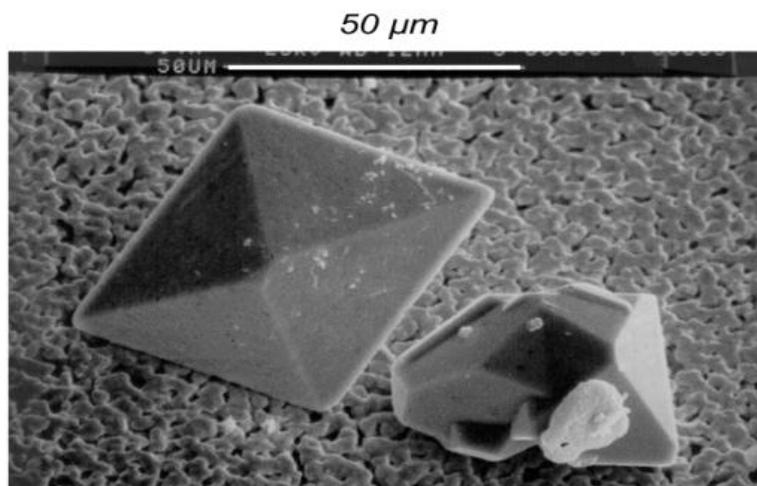


Fig. III.12 : Particules des mattes.

- Formule approchée : Fe_{1,72} Al_{4,43} 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

III.5.2.3 Dissolution de fer :

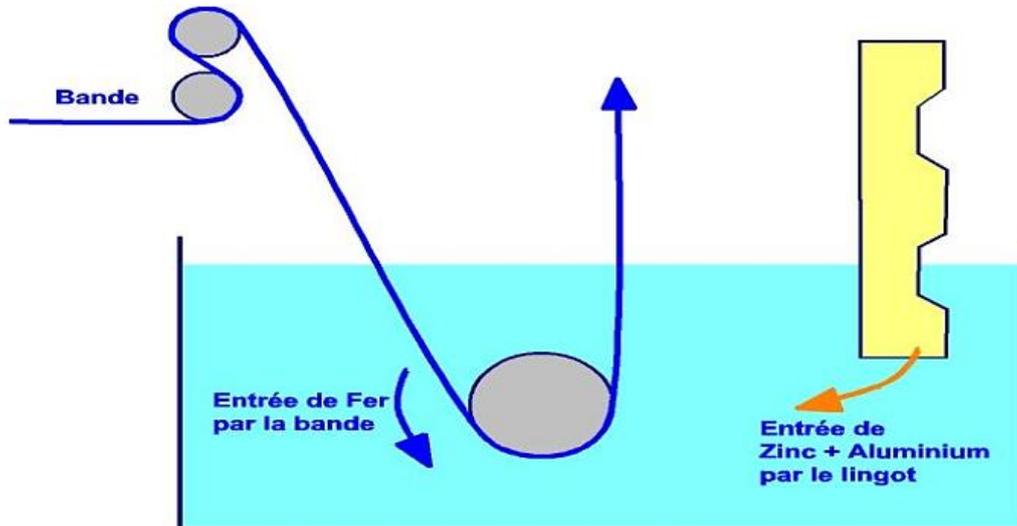


Fig. III.13: Description l'alimentation de bain zinc.

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.

La galvanisation n'est pas un simple dépôt de Zn mais une double protection par barrière et galvanique. Le zinc est un métal de plus en plus utilisé pour la protection des métaux étant donné son électronégativité, sa faible densité et ses bonnes propriétés mécaniques. Lorsqu'il est utilisé comme revêtement (Galvanisation), il se comporte comme une anode sacrificielle et protège le substrat contre la corrosion.

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 FeZn et d'une couche finale de Zinc externe qui est en réalité une couche d'hydroxyde de Zinc ($Zn(OH)_2$).

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] *F.Abdelali* .thèse de doctorat, université mentouri Constantine. (2007)
- [2] *Danièle Quantin* «Galvanisation à chaud procédés». Techniques de l'ingénieur. M 1 531.
- [3] *Marc Landowski* .Bertrand Lemoine Collection Mémentos acier Concevoir et construire en acier.
- [4] *Guy MURRY* «Aciers Généralités,» Technique de l'ingénieur, traité Métallurgie
- [5] *S.Bensaada, D.Felliachi*, Technologie, OPU, 2007.
- [6] *D. Acevedo Reyes*, thèse doctorat évolution de d'état de précipitation à la course de L'austénitisation D'aciers micro alliés au vanadium et au niobium, thèse doctorat, INSA de Lyon, 2007
- [7] Association pour promotion et de développement de la construction de l'acier, métallurgie appliquée, leçon 2.2, les procédés de fabrication et de laminage des aciers.
- [8]*J. Farhi* coulée continue de l'acier; Donne physiques et métallurgiques, technique de l'ingénieur.
- [9] *RogerL.Brockenbrough*, properties of structural steels and effects of steelmaking and fabrication, R.L. brock en brough& associates, Inc. Pittsburgh, Pennsylvania, USA.
- [10] *P. Roquet*, Structure métallographique des aciers extra-doux, mémoire scientifique revue de métallurgie, 1974.
- [11] *B. Thomaset J-H. Schmitt*, « Durcissement des aciers, Mécanismes », Technique de l'ingénieurM4340.
- [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 aluminage 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)
- [31] E. M. Ionescu, M. Patarlageanu, S.Suditu, Pertes des hydrocarbures liquides associées au transport par pipelines, France, (2008).
- [32] Association des techniciens et professionnels du pétrole
- [33] J. Vincent Genod, le transport des hydrocarbures liquides et gazeux par canalisation, éditions Technip, Paris, (1980).
- [34] Y.BERGER, « Corrosion et inhibiteurs des puits et collectes », Edition Technip, Paris, (1981).
- [35] N. Lebozec, Thèse Docteur de l'université de Bretagne Occidentale (2000).
- [36] H.Uhlig, « corrosion et protection », Edition Technique et Documentation, Dunod, Paris, (1970).
- [37] S. Payan, Thèse Doctorat, de l'université de Bordeaux (2001).
- [38] J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot. Métallurgie générale, Masson, 329,436(1969).
- [39] A. Fouchet, croissance et caractérisations de films minces de zno et zno dopé cobalt préparés par ablation laser pulsé..., thèse de doctorat, université de Caen, (2006).