

République Algérienne Démocratique et Populaire

*Ministère de l'Enseignement
Supérieur et de la Recherche
Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique*



وزارة التعليم العالي
و البحث العلمي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

**Projet de fin d'études pour l'obtention du
diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie**

Thème

**Effets des conditions de revêtement du
zinc sur les aciers de construction par
galvanisation et par électrozingage**

Proposé et dirigé par :

Mr K.ABADLI

Etudié par : M^{elle} Nassima CHELABI

M^{elle} Zineb KEBBABI

Juin 2011

ENP. 10 Avenue Hassen Badi-El Harrach, Alger.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تحديد تأثيرا لعوامل الفيزيوكيميائية على نوعية الغطاء الزنكي الموضوع على عينة حديدية تكون معرضة للتآكل.

لذلك قمنا بدراسة عينات مغطاة زنكيا و ذلك باستعمال المجهر الضوئي و جهاز الميكرومتر. النتائج المتحصل عليها تبين ان سمك الغطاء الزنكي يزيد بزيادة هذه العوامل.

الكلمات الافتتاحية

الصلب، ترسب الزنك، الترسيب الكهروكيميائي، التآكل.

Résumé

Cette étude détermine les effets des paramètres physico-chimiques sur la qualité d'un revêtement de zinc réalisé sur des aciers de construction par galvanisation et par électrozingage. Ce revêtement protège les aciers contre la corrosion atmosphérique.

L'étude des revêtements réalisés (soit galvanisés ou zingués) par micrographie optique et essai de microdureté, montre que l'épaisseur du revêtement augmente avec l'évolution de ces paramètres.

Mots clés

Acier de construction, galvanisation à chaud, électrozingage, corrosion atmosphérique.

Abstract

This survey determines the effects of the parameters physical chemistry on the quality of zinc coating achieved on a steel of construction; this last exposed to corrosive surroundings where he corrosion especially exists the atmospheric corrosion.

The survey of the coatings achieved (is galvanized or coated with zinc) by optic micrographic and tests of toughness The gotten results show that the thickness of the coating increase with the one of the parameters shows that the thickness of the coating increases with the evolution of these parameters.

Key words

Steel of construction, galvanization, electrozincage, atmospheric corrosion.

Remerciements

Qu'il nous soit permis de remercier et d'exprimer notre profonde gratitude en premier lieu Allah de notre créature de nous avoir donné toute la force nécessaire d'accomplir ce modeste travail, nous remercions nos parents pour nous avoir aidé dans la mesure de leur possible, et à toute la famille.

Nous remercions Mr. K. ABADLI notre promoteur, pour nous avoir confié un travail aussi intéressant et pour ses conseils et ses encouragements.

Que Mr le président de jury, Mr A.Dellali trouve ici nos remerciements pour nous avoir fait l'honneur de présider notre jury.

Que les membres du jury Mr M.E DJEGHLAL et Mr DAIMELLAH trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude.

Cette liste de remerciements n'est pas exhaustive, que tous ceux avec lesquels nous avons intégré lors de ce travail, sans toutefois les citer ci-dessus, sachent que leur contribution à la réalisation de ce mémoire a été grandement appréciée.

Dédicaces

***A la personne la plus chère, celle que j'admire et j'aime le plus au monde, ma mère, qui s'est donné corps et âme pour l'éducation de ses enfants, et sans qui je ne serais jamais devenu ce que je suis...
A mon père mon premier exemple toujours, qui m'a épaulé tout au long de ma vie, et que j'admire...***

A mes deux grands-parents, que dieu me les garde...

A mes frères et sœurs que j'aime très fort, et à qui je souhaite tout le bonheur et la réussite du monde...

A ma belle sœur que j'estime comme une sœur...

Aux membres de ma famille (oncles, tantes, cousins et cousines)...

A mes camarades de l'école nationale polytechnique surtout classe métallurgie promotion 2011...

A ma binôme Zineb...

A mes amis...

A tous ceux qui comptent pour moi...

A tous ceux qui ont de près ou de loin assisté à ma formation...

Nass

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à

À la mémoire de mes très chers grands-pères qui sont toujours dans mon cœur.

À mes trois grands-mères, que Dieu me les gardes.

À mes chers parents, à qui je dois ce que je suis, qu'ils trouvent dans ce site, le fruit de leurs sacrifices consentis pour mon éducation, et l'expression de mon amour et de ma gratitude pour la bienveillance avec laquelle ils m'ont toujours entouré. Que Dieu leur préserve longue vie et bonne santé.

À Monsieur Lazhar chouia, et Madame Nour-el Houda Chouia, pour leur soutien indéfectible durant toutes mes études universitaires, Qu'ils trouvent dans cet ouvrage ma reconnaissance et mes vifs remerciements.

À ma chère tante Nina et leur enfants : Abd el-Hadi, Abd el-Djabar, et surtout Abd el-Bassat.

À ma belle et unique Sœur *Rakma*,

À mes frères : Faïz, Toufik, Samir Salah-Eddine, Mohcèn, Aymèn, Mohamed, Seif-Eddine, Anès, Abdellatif anis et Taha (tatou).

À mes oncles et leurs familles surtout Mohamed Ali.

À mes tantes et à toute ma famille.

À mes amis : Saïd, Khaoula, Nacer, Nadjat et tous mes camarades et collègues du département de métallurgie.

À ma binôme *Nassima*.

Zinass

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre I. Corrosion atmosphérique des aciers de construction	
I. Aciers de construction.....	2
I.1. Classification et désignation normalisée.....	2
A. Classification des aciers de construction.....	2
B. Désignation symbolique normalisée.....	2
I.2. Constitution des aciers de construction.....	5
A. Diagramme Fer-Carbone.....	5
B. Influence des éléments.....	6
I.3. Aciers de construction d'usage général.....	7
I.4. Aciers de construction pour traitements thermiques.....	7
I.5. Aciers à haute limite élastiques(HSLA).....	7
II. Corrosion atmosphérique des aciers de construction.....	9
II.1. La corrosion atmosphérique.....	9
A. Espèces polluantes contenues dans l'air ambiant.....	10
B. Humidité de l'air ambiant.....	10
C. Caractérisation de la corrosion atmosphérique.....	12
II.2. Mécanisme de la corrosion atmosphérique de l'acier.....	14
II.3. Essais de corrosion atmosphérique.....	15
II.4. Méthodes d'étude de la corrosion générale.....	16
II.5. Mesures gravimétriques.....	16
Chapitre II. Protection des aciers de construction par revêtement de zinc	
I. Procédés de protection de l'acier par revêtements.....	17
II. Procédés de zingage des aciers	18
II.1. Préparation de surface.....	18
II.2. Procédé de galvanisation.....	20
A. Introduction.....	20
B. Principe et objectifs de la galvanisation.....	21
C. Normalisation et classification des aciers de galvanisation.....	23
D. Immersion dans le bain de galvanisation.....	24

III. Paramètres de la galvanisation	24
III.1. Composition du bain de galvanisation.....	24
III.2. La température du bain de galvanisation.....	25
III.3. Le temps de séjour dans le bain de galvanisation.....	26
III.4. La vitesse d'immersion dans le bain de galvanisation.....	26
III.5. Conditions de refroidissement.....	26
III.6. La vitesse de retrait.....	26
IV. Les sous produits du bain de galvanisation.....	26
V. Contrôle et analyse des bains.....	27
VI. Structure et caractéristiques du revêtement de zinc.....	29
VI.1. Diagramme de phase binaire Fer-Zinc.....	29
VI.2. Mécanisme de formation des alliages Fer-Zinc.....	31
VI.3. Cinétique de la formation des alliages Fe-Zn.....	32
VII. Procédé d'électrozingage.....	33
VII.1. Bases fondamentaux de l'électrodéposition.....	33
VII.2. Loi d'électrodéposition.....	35
VII.3. Procédé de zingage électrolytique.....	38
1. Principe et objectifs du zingage électrolytique.....	38
2. Normalisation.....	39
3. Procédé industriel.....	39
VIII. Les propriétés du revêtement de zinc	43
IX. Contrôle des revêtements.....	44
X. Résistance contre la corrosion des aciers revêtus.....	46

Chapitre III. Procédures expérimentales

I. Galvanisation.....	47
I.1. Matériaux utilisés.....	47
I.2. Elaboration des échantillons.....	49
II. Zingage électrolytique.....	50
II.1. Préparation des anodes du zinc.....	50
II.2. Préparation des échantillons.....	50

III. Techniques expérimentales.....	51
III.1. Préparation de surface.....	51
III.2. Traitement de galvanisation.....	52
III.3. Traitement d'électrozingage.....	54
III.4. Analyse des revêtements.....	55

Chapitre IV. Influence des paramètres de la galvanisation sur la qualité des revêtements de zinc

I. Influence du temps de séjour dans le bain de galvanisation.....	60
II. Influence de la température du bain de la galvanisation.....	70
III. Influence de taux de silicium sur l'épaisseur.....	76
IV. Essai de corrosion.....	76
V. Interprétations des résultats	78

Chapitre V. Influence des conditions de zingage électrolytique sur la qualité des revêtements de zinc

I. Influence du temps de séjour dans l'électrolyte.....	81
II. Influence de la tension de courant.....	88
III. Comparaison entre les deux bains.....	96
IV. Essais de Corrosion.....	101
V. Interprétations des résultats.....	103
Conclusion Générale.....	105

Liste des Figures

Chapitre I. Corrosion atmosphérique des aciers de construction

Figure 1. Le domaine des aciers dans le diagramme d'équilibre Fer-Carbone.....	5
Figure 2. Microstructure des échantillons de l'acier (a) X42 et (b) X52.....	8
Figure 3. Coupe dans le sens longitudinal de la microstructure des échantillons de l'acier X60 (a) dans l'état AR, (b) dans l'état HT.....	9
Figure 4. Humidité relative et absolue pour différentes températures.....	11
Figure 5. Masse d'acier corrodée en fonction de l'humidité relative essais de 55 jours en présence de 0.01% SO ₂ (d'après W.H. Vernon).....	12
Figure 6. Corrosion de l'acier sous différentes atmosphères (d'après K.Barton).....	13
Figure 7. Mécanisme réactionnel de la corrosion atmosphérique de l'acier.....	14

Chapitre II. Protection des aciers de construction par revêtement de zinc

Figure 1. Revêtement de zinc endommagé.....	21
Figure 2. Processus de galvanisation.....	24
Figure 3. Diagramme de phase binaire Fe-Zn.....	29
Figure 4. Domaine riche en zinc du diagramme de phases binaires Fe-Zn.....	29
Figure 5. Succession des composés intermétalliques en galvanisation à chaud.....	31
Figure 6. représentation schématique des couches des composés intermétalliques Fe-Zn dans un bain à 0.00% d'Al.....	32
Figure 7. Diagramme d'équilibre potentiel-pH à 25 °C du système zinc-eau (d'après M. Pourbaix).....	34
Figure 8. Représentation d'un système électrolytique.....	37
Figure 9. appareil de quadrillage.....	44
Figure 10. Comparatif du comportement aux blessures entre la galvanisation et les autres protections.....	46

Chapitre III. Procédure expérimentale

Figure 1. La microstructure de l'acier A37.....	48
Figure 2. La microstructure de l'acier 20NC6.....	48
Figure 3. La microstructure de l'acier 25CD4.....	49
Figure 4. La microstructure de l'acier X42.....	49
Figure 5. Éprouvette galvanisée.....	50

Figure 6. Dimensions des échantillons utilisés.....	51
Figure 7. Échantillon zingué.....	51
Figure 8. Four de galvanisation.....	53
Figure 9. Creuset de four de galvanisation.....	53
Figure 10. Montage de l'électrozingage.....	54
Figure 11. Microscope optique de département métallurgie.....	56
Figure 12. Le logiciel ImageJ2 utilisé.....	56
Figure 13. Principe de l'essai de dureté Vickers.....	58
Figure 14. Schéma de l'essai de corrosion en eau de mer artificielle.....	59

Chapitre IV. Influence des paramètres de la galvanisation sur la qualité des revêtements de zinc.

Figure 1. structure de revêtement de galvanisation de l'acier A37.....	61
Figure 2. Structure de revêtement de galvanisation de l'acier 20NC6.....	62
Figure 3. Structure de revêtement de galvanisation de l'acier 25CD4.....	63
Figure 4. Structure de revêtement de galvanisation de l'acier X42.....	64
Figure 5. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier A37 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.....	66
Figure 6. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier 20NC6 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.....	66
Figure 7. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier 25CD4 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.....	67
Figure 8. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.....	67
Figure 9. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur les aciers étudiés en fonction de la durée d'immersion dans le bain.....	68
Figure 10. L'évolution de la masse surfacique de revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.....	69
Figure 11. Evolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.....	70
Figure 12. Effets de la durée d'immersion sur le profil de microdureté du revêtement de zinc sur acier X42.....	71
Figure 13. Structure de revêtement de l'acier A37.....	72
Figure 14. Structure de revêtement de l'acier X42.....	73

Figure 15. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier A37 en fonction de la température du bain.....	73
Figure 16. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier X42 en fonction de la température du bain.....	73
Figure 17. L'évolution des épaisseurs de revêtements sur les aciers étudiés en fonction de la température du bain.....	74
Figure 18. L'évolution de la masse surfacique du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la température du bain.....	75
Figure 19. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la température du bain.....	75
Figure 20. Essai de corrosion pour 10 heures.....	76
Figure 21. Essai de corrosion pour 20 heures.....	77
Figure 22. Essai de corrosion pour 40 heures.....	77

Chapitre V. Influence des conditions de zingage électrolytique sur la qualité des revêtements de zinc

Figure 1. Effets de la durée d'électrodéposition (acier X42) selon la variation de la durée de l'immersion dans le bain alcalin.....	82
Figure 2. L'évolution de l'épaisseur de revêtement en fonction de la durée de l'électrozincage dans le bain alcalin.....	83
Figure 3. L'évolution de la masse surfacique du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée de l'électrozincage dans le bain alcalin.....	84
Figure 4. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la durée de l'électrozincage dans le bain alcalin.....	85
Figure 5. Effets de la durée d'électrodéposition (acier X42) selon la variation de la durée de l'immersion dans le bain acide.....	86
Figure 6. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée de l'électrozincage dans le bain acide.....	87
Figure 7. L'évolution de la masse surfacique du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée de l'électrozincage dans le bain acide.....	88
Figure 8. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la durée de l'électrozincage dans le bain acide.....	88
Figure 9. Effets de la durée d'électrodéposition (acier X42) selon la variation de la tension de courant dans le bain alcalin.....	90
Figure 10. L'évolution de l'épaisseur du revêtement du zinc sur l'acier X42 en fonction de la variation de la tension de courant.....	91

Figure 11. L'évolution de la masse surfacique du revêtement du zinc sur l'acier X42 en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain alcalin.....	91
Figure 12. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain alcalin.....	92
Figure 13. Effets de la durée d'électrodéposition (acier X42) selon la variation de la tension de courant dans le bain acide.....	93
Figure 14. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain acide.....	94
Figure 15. L'évolution de la masse surfacique du revêtement du zinc sur l'acier X42 en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain acide.....	95
Figure 16. L'évolution de l'épaisseur du revêtement du zinc sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain acide.....	95
Figure 17. Comparaison des épaisseurs expérimentales des deux bains obtenues par l'analyse quantitative.....	96
Figure 18. Comparaison des épaisseurs expérimentales des deux bains obtenues par la dissolution chimique du revêtement.....	97
Figure 19. Comparaison des épaisseurs expérimentales des deux bains obtenues par l'analyse quantitative.....	99
Figure 20. Comparaison des épaisseurs expérimentales des deux bains obtenues par la dissolution chimique.....	99
Figure 21. Effets de la nature du bain sur le profil de la microdureté du revêtement de zinc sur l'acier X4.....	101
Figure 22. Profil de la pièce exposé pendant 10 heures.....	101
Figure 23. Profil de la pièce exposé pendant 20 heures.....	102
Figure 24. Profil de la pièce exposé 40 heures.....	102

Liste des tableaux

Chapitre I. Corrosion atmosphérique des aciers de construction

Tableau I. Règles générales de désignation des aciers.....	3
Tableau II. La composition chimique (%) des aciers HSLA.....	8
Tableau III. Les propriétés mécaniques des aciers HSLA.....	9
Tableau IV. Corrosivité de l'atmosphère selon la norme ISO 9226 en fonction des vitesses de corrosion observée pour différentes valeurs de τ , S et P.....	13

Chapitre II. Protection des aciers de construction par revêtement de zinc

Tableau I. Les opérations de préparation de surface.....	18
Tableau II. Les principales normes et ses objets pour la galvanisation à chaud.....	23
Tableau III. Classification des aciers selon les % de Si et % P.....	23
Tableau IV. Présentation d'une fiche de contrôle de préparation de surface.....	27
Tableau V. Caractéristiques des différentes phases du système Fe-Zn.....	30
Tableau VI. Principales propriétés physiques et chimiques du zinc	33
Tableau VII. Les bains de zinc alcalin avec différents teneurs en cyanure.....	39
Tableau VIII. Les bains de zinc acide au chlorure d'ammonium.....	40
Tableau IX. Les bains de zinc acide au chlorure de potassium.....	40
Tableau X. Les bains de zinc alcalin sans cyanure.....	41
Tableau XI. Durée d'immersion et produits de corrosion.....	45

Chapitre III. Procédures expérimentales

Tableau I. Composition chimique des aciers A37, X42, 20NC6, 25CD4.....	47
Tableau II. Caractéristiques mécaniques des aciers A37, X42, 20NC6, 25CD4.....	48
Tableau III. Composition du bain de galvanisation.....	53
Tableau IV. Composition du bain de zinc alcalin et les conditions d'utilisation.....	54
Tableau V. Composition du bain de zinc acides et les conditions d'utilisation.....	55

Chapitre IV. Influence des paramètres de la galvanisation sur la qualité des revêtements de zinc

Tableau I. Effet de la durée d'immersion sur les épaisseurs de revêtement sur les aciers A37, X42, 20NC6, 25CD4.....	65
--	----

Tableau II. Effets de la durée d'immersion sur la masse surfacique du revêtement sur l'acier X42.....	68
Tableau III. Effets de la température du bain sur les épaisseurs du revêtement des aciers A37, X42.....	72
Tableau IV. Effets de la température du bain sur la masse surfacique (acier X42).....	74

Chapitre V. Influence des conditions de zingage électrolytique sur la qualité du revêtement de zinc

Tableau I. Effets de la durée de séjour dans l'électrolyte alcalin sur l'épaisseur du revêtement.....	83
Tableau II. Effets de la durée de séjour dans l'électrolyte alcalin sur la masse surfacique et de l'épaisseur du revêtement.....	84
Tableau III. Effets de la durée de séjour dans l'électrolyte acide sur l'épaisseur du revêtement.....	86
Tableau IV. Effets de la durée de séjour dans l'électrolyte acide sur la masse surfacique et de l'épaisseur du revêtement	87
Tableau V. Effets de la variation de la tension de courant dans l'électrolyte alcalin sur l'épaisseur du revêtement.....	90
Tableau VI. Effets de la variation de la tension de courant dans l'électrolyte alcalin sur la masse surfacique et de l'épaisseur.....	91
Tableau VII. Effets de la variation de la tension de courant dans l'électrolyte acide sur l'épaisseur du revêtement.....	93
Tableau VIII. Effets de la variation de la tension de courant dans l'électrolyte acide sur la masse surfacique et l'épaisseur.....	94
Tableau IX. Comparaison des épaisseurs calculées et expérimentales selon la variation de la durée de l'immersion.....	98
Tableau X. Comparaison des épaisseurs expérimentales et calculées.....	98
Tableau XI. Comparaison des épaisseurs calculées et expérimentales selon la variation de la tension de courant.....	100
Tableau XII. Comparaison des épaisseurs expérimentales et calculées selon la variation de la tension de courant.	100

Introduction Générale

Les aciers de construction occupent une place importante dans tous les secteurs industriels. Ils sont destinés, entre autre, à la fabrication des installations de transport et de stockage des produits pétroliers, gaz naturel. La dégradation par corrosion de ses structures causée par le milieu dans lequel elles sont exposées, pose de sérieux problèmes sur le plan économique, technologique et sécuritaire.

Plusieurs solutions peuvent être adaptées telles que : le choix des matériaux, le contrôle des facteurs de fonctionnement et la protection des surfaces.

Parmi les procédés de protection de surface, nous citons les revêtements de zinc, soit par immersion dans la galvanisation à chaud, ou par voie électrochimique dans l'électrozingage. Mais ce procédé nécessite une maîtrise sérieuse des différents facteurs qui ont une influence sur la qualité des dépôts tels que : la composition des bains, les facteurs électriques, la température et la durée de séjours dans les bains.

En tant que revêtement, le zinc joue un rôle important dans la lutte contre la corrosion provoquée par l'environnement.

Dans le cas de notre étude, nous nous sommes intéressés, d'une part à l'optimisation des paramètres de revêtement du zinc obtenus soit par galvanisation ou par électrozingage réalisés sur plusieurs nuances d'aciers de construction, surtout la nuance X42, et d'autre part à la tenue de ses revêtement dans un milieu corrosif.

Le présent mémoire est organisé selon le plan suivant :

-la première partie

Nous présentons une étude bibliographique dans laquelle le premier chapitre est consacré à la corrosion atmosphérique des aciers de construction. Dans le deuxième chapitre, nous traitons la protection par revêtement du zinc.

-la deuxième partie

Cette partie comprend l'étude expérimentale, elle contient deux chapitres :

- Le chapitre trois est consacré à la procédure expérimentale dans laquelle est exposée la présentation du matériau de l'étude, la préparation des échantillons et la description de différentes méthodes et techniques expérimentales pour réaliser les revêtements du zinc et les tests de corrosion.
- Le quatrième chapitre comprend les résultats obtenus et leurs interprétations.

Une conclusion finale récapitulera l'ensemble du travail.

Chapitre I. Corrosion atmosphérique des aciers de construction

Les aciers de construction sont utilisés, pratiquement, dans tous les domaines de l'industrie sous forme de produits plats, de produits longs ou de composants. Parmi ces domaines, les industries automobiles, la chaudronnerie et l'industrie pétrolière sont les plus consommatrices. Les produits en aciers de construction, sont soumis, au cours de leur fonctionnement, à l'attaque de la corrosion qui conduit à leur dégradation et à la limitation de leur durée de vie. La corrosion atmosphérique est certainement la plus néfaste si on considère le volume utilisé et la diversité des produits exposés.

I. Aciers de construction

Les aciers de construction sont essentiellement des alliages fer-carbone dans lesquels certains éléments peuvent être ajoutés pour améliorer les propriétés mécaniques ou la résistance à la corrosion.

I.1. Classification et désignation normalisée

A. Classification des aciers de construction

Les aciers de construction sont classés en trois groupes selon leurs propriétés et leurs domaines d'utilisation :

- Aciers de construction d'usage général
- Aciers de construction a traitement thermique qui se divisent en sous groupes selon le type de traitement (dans la masse, nitruration et cémentation) et selon leur composition chimiques (non alliés et alliés).
- Aciers à haute limite élastique HSLA.

B. Désignation symbolique normalisée

➤ Désignation des aciers de construction

Les aciers de construction sont désignés, à partir de leur emploi et de leurs caractéristiques mécaniques selon les principes définis par la norme NF EN 10027-1 ; ils sont numérotés selon le système décrit par la norme NF EN 10027-2. Le nouveau système de désignation des aciers (applicable depuis 1992) qui donne le principe des règles de désignation selon les dispositions européennes récentes [application de la NF EN 10027 et documents complémentaires de l'ECISS (European Committee for Iron and Steel Standardization)]. Pour une bonne compréhension de ces appellations nouvelles, la lecture préalable du chapitre de la référence [1] est donc recommandée. Dans la pratique, ces nouvelles désignations sont introduites au fur et à mesure des mises à jour ou révisions des normes européennes et françaises [1].

Tableau I. Règles générales de désignation des aciers. Exemples et comparaison (avec anciennes désignations) [1].

Type d'acier	Désignation acier actuelle	Désignation selon anciennes normes (*) Correspondantes
Acier de construction non allié ou faiblement allié	S 235 JR (selon NF EN 10025)	E 24-2 (selon NF A 35-501) (*)
	<p style="text-align: center;">S 235</p> <p>Symboles principaux, avec la lettre : S (<i>Structural steel</i>: acier de construction), suivie du niveau minimal de limite d'élasticité garanti en N/mm² : 235.</p> <p style="text-align: center;">JR</p> <p>Symboles additionnels, avec J : niveau de résilience de 27 J, et R = + 20°C (<i>Room temperature</i>).</p>	<p style="text-align: center;">E 24</p> <p>Nuance, avec la lettre : E (limite d'élasticité), suivie du niveau minimal d'élasticité garanti en kgf/mm² : 24 (soit 235 N/mm²).</p> <p style="text-align: center;">2</p> <p>Qualité : 2 signifiant 3,5 daJ/cm² (27 J) à + 20 °C (par le passé dit aussi à <i>l'ambiante</i>).</p>
	S 355 K 2 G 3 (selon NF EN 10025)	E 36-4 (selon NF A 35-501) (*)
	<p style="text-align: center;">S 355</p> <p>Symboles principaux, avec la lettre : S (<i>Structural steel</i> : acier de construction), suivie du niveau minimal de limite d'élasticité garanti en N/mm² : 355.</p> <p style="text-align: center;">K 2 G 3</p> <p>Symboles additionnels, avec K : niveau de résilience de 40 J, et 2 = à - 20 oC, G 3 = à l'état normalisé ou équivalent.</p>	<p style="text-align: center;">E 36</p> <p>Nuance, avec la lettre : E (limite d'élasticité), suivie du niveau minimal d'élasticité garanti en kgf/mm² : 36 (soit 355 N/mm²).</p> <p style="text-align: center;">4</p> <p>Qualité, 4 signifiant 5 daJ/cm² (40 J) à - 20 oC, à l'état normalisé ou équivalent.</p>
Acier de construction mécanique non allié ou faiblement allié	E 295 (selon NF EN 10025)	A 50-2 (selon NF A 35-501) (*)
	<p style="text-align: center;">E 295 A 50</p> <p>Symboles principaux, avec la lettre E (acier de construction mécanique), suivie du niveau minimal de limite d'élasticité</p>	<p style="text-align: center;">A 50</p> <p>Nuance, avec la lettre : A (comme acier), suivie du niveau minimal de résistance garanti en</p>

	garanti en N/mm ² : 295. néant 2 Symboles additionnels ici inexistants car seule nuance de son niveau dans la norme du produit.	kgf/mm ² : 50 (soit 490 N/mm ²). 2 Qualité, signifiant niveau de qualité 2 malgré l'existence d'un unique niveau pour cette nuance.
Acier à résistance améliorée à la corrosion atmosphérique	S 235 J 2 W (selon NF EN 10155)	E 24 W 4 (selon NF A 35-502) (*)
	S 235 Symboles principaux, avec la lettre : S (<i>Structural steel</i>), suivie du niveau minimal de limite d'élasticité garanti en N/mm ² : 235. J 2 W Symboles additionnels, avec J : niveau de résilience de 27 J, et 2 = à - 20 oC ainsi que W = résistance améliorée à la corrosion atmosphérique.	E 24 Nuance, avec la lettre : E (limite d'élasticité), suivie du niveau minimal d'élasticité garanti en kgf/mm ² : 24 (soit 235 N/mm ²). W 4 Qualité, W signifiant résistance améliorée à la corrosion atmosphérique, et 4, niveau de qualité de 3,5 daJ/cm ² à - 20 oC.
Acier de construction à grains fins, soudable	S 355 NL (selon NF EN 10113)	E 355 FP (selon NF A 36-201) (*)
	S 355 Symboles principaux, avec la lettre : S (<i>Structural steel</i> : acier de construction), suivie du niveau minimal de limite d'élasticité garanti en N/mm ² : 355. NL Symboles additionnels, avec N = état normalisé ou laminage normalisant et L = pour basse température	E 355 Nuance, avec la lettre : E (limite d'élasticité), suivie du niveau minimal d'élasticité garanti en N/mm ² : 355. FP Qualité, FP = niveau de qualité pour utilisation basse température.
Acier non allié, soudable, à grains fins pour appareils à pression	P 355 NL 1 (selon NF EN 10028)	A 510 FP (selon NF A 36-207) (*)
	P 355 Symboles principaux, avec la lettre : P (<i>Pressure steel</i> : acier pour appareil à pression), suivie du niveau minimal de limite d'élasticité garanti en	A 510 Nuance, avec la lettre : A (comme acier) suivie du niveau minimal de résistance garanti en N/mm ² : 510.

	<p>N/mm2 : 355.</p> <p>N L 1</p> <p>Symboles additionnels, avec N = état normalisé ou laminage normalisant et L = pour basse température ; 1 = niveau de qualité</p>	<p>FP</p> <p>Qualité, FP = niveau de qualité pour utilisation basse température.</p>
--	---	---

I.2. Constitution des aciers de construction

A. Diagramme Fer-carbone

La partie du diagramme correspondante au domaine des aciers est située à gauche du point E, qui correspond aux alliages fer-carbone de concentration en carbone limitée à 1.9 % en poids (*Figure1*). Les aciers de constructions sont des alliages hypoeutectoides. Ils sont ferrito-perlitiques avec des fractions de perlite déterminées par la composition « taux de carbone et éléments carburigènes présents » [2].

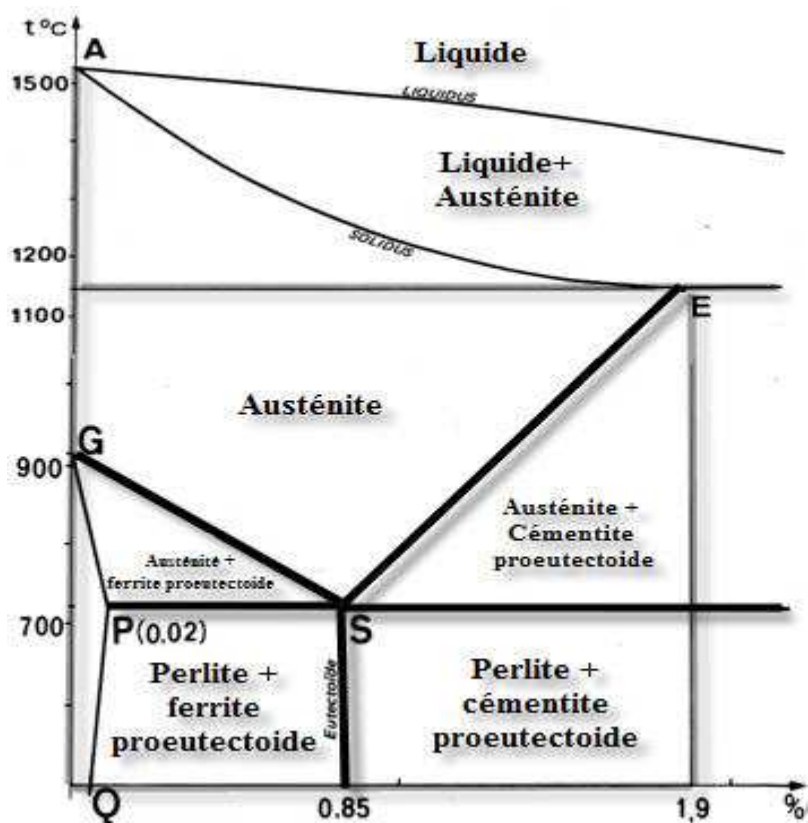


Figure1. Le domaine des aciers dans le diagramme d'équilibre Fer-Carbone [2].

B. Influence des éléments

➤ *Carbone(C)*

Dans les aciers, le carbone intervient pour modifier les conditions des transformations allotropiques du fer, pour former des solutions solides d'insertion (austénite et ferrite) et la précipitation d'un carbure (la cémentite). Ces modifications sont à l'origine des transformations perlitiques, bainitique et martensitique. Sur le plan mécanique, le carbone améliore la ténacité de l'acier [3].

➤ *Manganèse(Mn)*

Le manganèse, élément gammagène, stabilise l'austénite et favorise la formation de la perlite. Participant à la désoxydation en cours d'élaboration, il fixe en outre le soufre sous forme de sulfures et permet le forgeage et le laminage du métal à chaud. La proportion de Mn qui subsiste en solution solide joue plusieurs rôles : durcissement par effet de solution solide et affinement de la structure (et donc durcissement). Il permet au fer de conserver sa capacité au soudage [3].

➤ *Silicium(Si)*

Il est nécessaire à la désoxydation en cours d'élaboration. De ce fait, une certaine proportion est fixée sous forme d'oxydes dans les inclusions, la part non oxydée (et donc en solution solide) participe au durcissement [3].

➤ *Azote (N)*

Les aciers étant généralement élaborés en présence d'air contiennent une faible proportion d'azote résiduel, actuellement celle-ci peut varier de 0.002 à 0.008% environ, en présence d'Aluminium en solution solide, l'azote forme des précipités très fins de nitrures d'Aluminium. Ces précipités permettent de réduire le grossissement des grains au cours d'un réchauffage (à $T^{\circ} < 1000^{\circ}\text{C}$) et facilitent donc l'obtention finale de grains fins. Par ailleurs, en solution solide (d'insertion), l'azote durcit la ferrite, diminue sa résistance à la rupture fragile et engendre le processus de vieillissement après écrouissage [3].

➤ *Soufre (S)*

Impureté résiduelle, cet élément est fixé sous forme de sulfure de manganèse. Les progrès des procédés sidérurgiques ont permis d'abaisser très sensiblement les proportions présentes dans les aciers. Le soufre, abaisse la malléabilité de l'alliage [3].

➤ *Phosphore (P)*

Impureté résiduelle, cet élément est présent en solution solide de substitution. Il durcit la ferrite et dégrade sa résistance à la rupture fragile [3].

➤ *Niobium (Nb) et Vanadium (V)*

Ces éléments participent à la formation de carbures et carbonitrures. Ces précipités très fins et bien dispersés dans la ferrite engendrent un durcissement important qui est utilisé pour la fabrication des aciers à haute limite d'élasticité (à teneur

en carbone identique le durcissement obtenu est plus important à caractéristiques de résistance identiques. Il est possible de diminuer la teneur en carbone) [3].

Les conditions particulières de mise en solution dans l'austénite (nécessité de porter le métal à haute température, ce qui engendre un grossissement des grains indésirables) et de précipitation (au cours de la transformation de l'austénite en ferrite) imposent le contrôle de la taille des grains qui est généralement réalisé à travers les opérations de laminage (dit alors « thermomécaniques ») et de refroidissement en sortie de laminoir. Ces procédures conduisent à un produit prêt à l'emploi qui ne doit plus être soumis à une transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ qui lui ferait perdre ses propriétés sans espoir de récupération.

I.3. Aciers de construction d'usage général

Les aciers de construction d'usage général sont des aciers au carbone. Ils contiennent du manganèse et du silicium comme éléments d'élaboration. Leur structure est ferrito-perlitique et ne nécessitent pas de traitements thermiques. Ces aciers sont utilisés sous forme de tôles, de produits long et de profilés dans les domaines de la chaudronnerie et de la charpente.

I.4. Aciers de construction pour traitements thermiques

Les aciers de construction pour traitements thermiques sont classés selon leur composition chimique en deux classes : aciers au carbone et aciers alliés. Les traitements thermiques appliqués sont : trempe et revenus, recuits, cémentation et nitruration. Ils sont utilisés sous forme de tôles, de tubes, de barres pleines pour fabriquer des pièces usinées.

I.5. Aciers à haute limite élastiques (HSLA)

La présence d'éléments en faible quantité tels que le niobium ou le titane permet une fine précipitation de carbonitride à l'origine d'un affinement du grain et un durcissement notable sans affecter la résilience.

Pour les aciers de la gamme HSLA (High Strength Low Alloy), le durcissement obtenu par précipitation et affinement de la taille de grains permet d'atteindre de hauts niveaux de résistance tout en limitant les teneurs en éléments d'alliage. Ceci favorise les propriétés fonctionnelles telles que soudabilité et choix de revêtement. En effet, ces aciers ne présentent ni adoucissement des zones soudées ni grossissement de grains. Ces produits sont particulièrement destinés aux pièces de structure telles que liaisons au sol, pièces de châssis ou de renfort. Ils présentent chacun, pour leur niveau de limite d'élasticité, d'excellentes propriétés de formage à froid et de résistance à la rupture fragile à basse température (à partir du grade 320).

L'ensemble de la gamme des aciers HSLA se caractérise par une bonne tenue en fatigue (bras de suspension, coupelle d'amortisseur) et une bonne résistance au choc (longerons, traverses, renforts). L'allongement des pièces de renfort et des pièces de structure est ainsi rendu possible par leurs caractéristiques mécaniques. La gamme des aciers HSLA est disponible en laminé à chaud et en laminé à froid. Les différents grades sont identifiés par leur niveau de limite d'élasticité. Les nuances HSLA laminées à

chaud sont aptes à la galvanisation par trempe de classe 1 selon la norme EN 36503 (Post Galvanisation sur pièces). La composition chimique (%) des aciers HSLA est définie de la manière suivante :

Tableau II. La composition chimique (%) des aciers HSLA [1].

Acier	C max	Mn max	Si max
HSLA 260	0.080	0.50	0.04
HSLA 300	0.080	0.50	0.04
HSLA 340	0.080	0.50	0.04
HSLA 380	0.080	0.90	0.35
HSLA 420	0.140	1.60	0.40
HSLA 320	0.080	0.50	0.03
HSLA 360	0.080	0.60	0.03
HSLA 420	0.080	0.60	0.03
HSLA 460	0.120	1.60	0.40
HSLA 500	0.090	1.50	0.03
HSLA 550	0.090	1.65	0.35

La microstructure de ces aciers, selon leur composition en éléments d’alliages, peut être ferritique, ferrito-perlitique ou bainitique. La structure ferritique de l’acier X42 est présentée dans la (*Figure 2.a*). La microstructure ferrito-perlitique dans l’état brut de livraison (nommé AR) est constituée généralement d’une alternance de rangées de ferrite et de perlite qui sont formées par ségrégation pendant la phase de solidification de l’acier en structure en bande par des grains de ferrite (F) et des rangées de perlite (P) disposées quasi régulièrement. A proximité de ces zones perlitiques on peut trouver de la martensite non-revenue (MNR). La structure ferrito-perlitique est obtenue dans l’acier X52 (*Figure 2.b*).

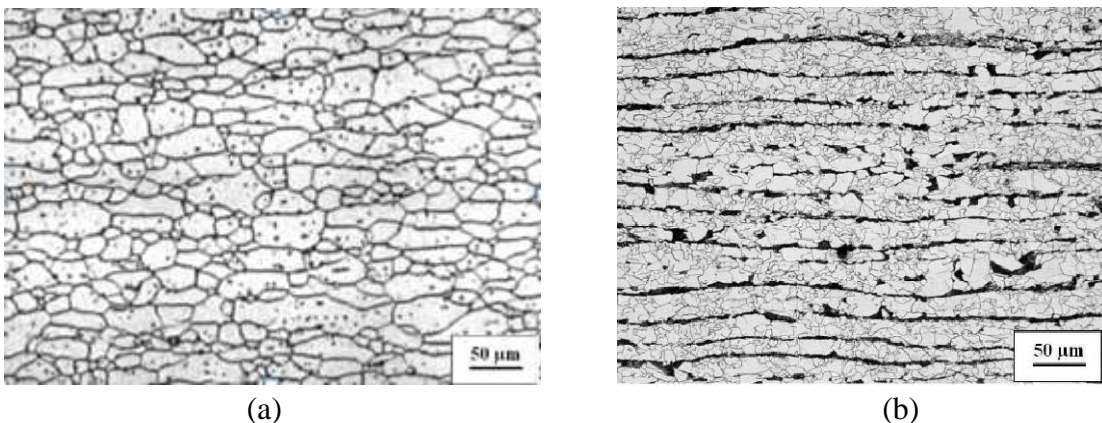


Figure 2. Microstructure des échantillons de l’acier

(a) X42 et (b) X52[1].

La microstructure de l’acier X60 dans l’état brut après le laminage (AR) et après le traitement thermique (HT) effectué dans le laboratoire est présentée sur la (*Figure 3*).

Dans l'état brut, la microstructure est formée par la ferrite (F) et la bainite (B) avec un peu de perlite. F et B sont disposés dans des rangées, comme dans le cas de l'acier X52 (visible sur le grossissement plus faible). La taille de grains ferritiques dans l'acier X60 est environ 8 μ m.

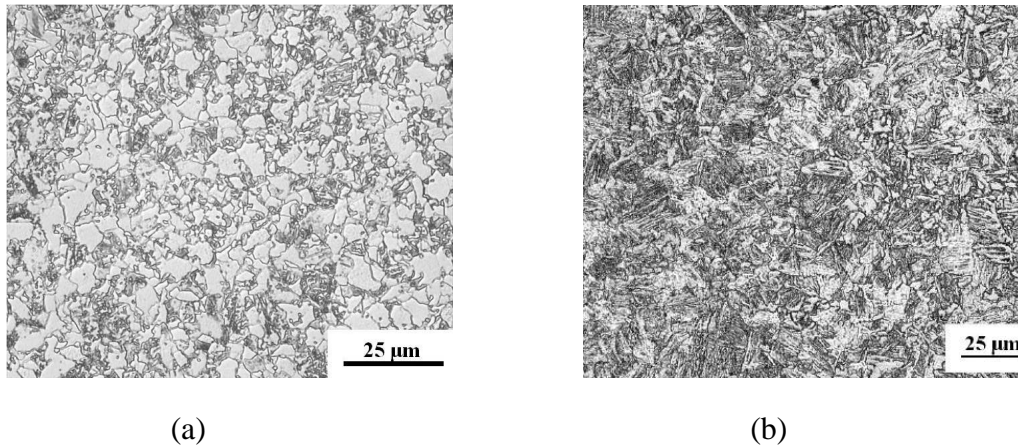


Figure 3. Coupe dans le sens longitudinal de la microstructure des échantillons de l'acier X60 (a) dans l'état AR, (b) dans l'état HT [1].

Le traitement thermique (HT) de trempe et revenu a été effectué de la façon suivante : 870 °C / 30min / trempe à l'eau + 600 °C / 90 min / refroidissement à l'air. On obtient une microstructure fine de martensite et bainite revenue.

Les propriétés mécaniques des aciers HSLA, garantie sur tôle nue selon sens travers de laminage, sont définies dans les limites suivantes :

Tableau III. Les propriétés mécaniques des aciers HSLA [1].

	Re (MPa)	Rm (MPa)	A% L ₀ =80 mm
HSLA 260	260-320	350-410	≥ 28
HSLA 300	300-360	390-450	≥26
HSLA 340	340-400	420-490	≥23
HSLA 380	380-450	460-530	≥20
HSLA 420	420-520	470-590	≥17

II. Corrosion atmosphérique des aciers de construction

II.1. La corrosion atmosphérique

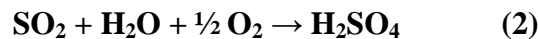
La corrosion atmosphérique désigne la réaction de l'oxygène de l'air à température ambiante avec l'acier lorsqu'à la surface de ce dernier l'humidité et les polluants forment un film d'électrolyte. La corrosion se traduit par la formation de couches d'oxydes de fer. Elle est du type généralisée.

La vitesse de corrosion atmosphérique dépend de la vitesse des réactions partielles anodiques et cathodiques aux interfaces métal-électrolyte et oxyde-électrolyte. Elle est donc en ce sens comparable à la corrosion en milieu liquide à ceci près qu'il n'y a pas

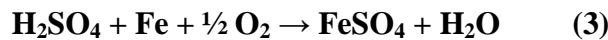
évacuation des produits de corrosion par l'électrolyte et que ce dernier peut éventuellement s'évaporer complètement lors de phases de séchage pour se reformer lors de phases d'humidité élevée. Le phénomène de corrosion atmosphérique va donc dépendre étroitement des polluants présents dans l'air ambiant et de son degré d'humidité.

A. Espèces polluantes contenues dans l'air ambiant

Les principaux polluants contenus dans l'air ambiant sont le dioxyde de soufre SO_2 , les différents oxydes d'azote NO_x , les chlorures Cl^- et les poussières. Du point de vue de la corrosion, les chlorures (surtout présents dans les régions maritimes) et le SO_2 (provenant de la combustion du charbon et du pétrole) sont les espèces les plus importantes. Le SO_2 est responsable des pluies acides car il forme, en réagissant avec l'eau, l'acide sulfureux H_2SO_3 ou, avec l'eau et l'oxygène et en présence de catalyseurs comme les ions ferreux ou ferriques, l'acide sulfurique H_2SO_4 selon les réactions suivantes [4] :



Par réaction de l'acide sulfurique avec le fer on obtient le sulfate ferreux :



Les oxydes d'azote NO_x , qui se forment lors d'une combustion à haute température (dans les moteurs d'automobiles par exemple), ont une influence moins marquée [4].

B. Humidité de l'air ambiant

On distingue l'humidité absolue ($\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$) qui indique la masse d'eau contenue dans un mètre cube d'air et l'humidité relative qui représente, exprimé en pour cent, le rapport de la pression partielle de vapeur d'eau à la pression de saturation. La pression de saturation, qui correspond à la pression de vapeur d'eau en équilibre avec de l'eau liquide, ou autrement dit à la pression de vapeur d'eau à partir de laquelle survient la condensation, dépend de la température. La valeur de l'humidité relative (et en particulier la valeur de 100% correspondant à la condensation) pourra donc être différente pour une même humidité absolue suivant la valeur de la température ambiante, comme illustré à la (*Figure 4.*) [4].

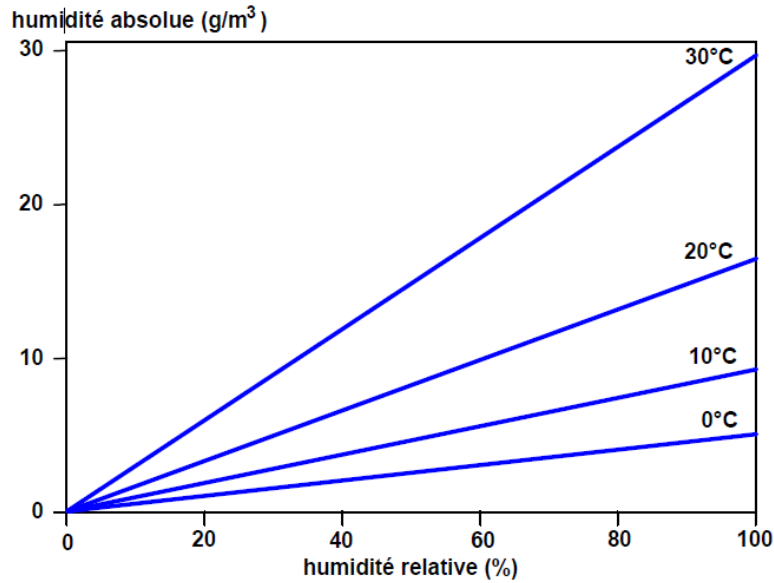


Figure 4. Humidité relative et absolue pour différentes températures [4].

L'humidité relative est considérée comme le paramètre significatif de la corrosion puisqu'elle détermine le degré d'humidité à partir duquel on assistera au phénomène de condensation nécessaire à la formation du film d'électrolyte à la surface du métal. Cette condensation se produit en théorie pour une humidité relative de 100%, mais peut, sous certaines conditions, se manifester à la surface d'un métal pour des valeurs apparemment inférieures. Cela survient notamment lorsque la température du métal est inférieure à celle de l'air ambiant, lorsque sa surface est poreuse (les phénomènes de tension superficielle abaissant la pression saturante à l'intérieur d'un pore), ou lorsqu'elle contient des sels déposés [4].

La présence de sels déposés a une action double car d'une part elle réduit la valeur de la pression saturante et d'autre part crée une situation d'autant plus défavorable sur le plan de la corrosion que ces sels, par dissolution dans l'eau de condensation, peuvent conduire à la formation d'un électrolyte particulièrement agressif, (*Figure 5*) montre l'évolution de la corrosion d'un acier en fonction de l'humidité relative pour une atmosphère polluée par 0,01% de SO₂. On constate ici que la corrosion devient importante dès que l'humidité relative atteint 60% [4].

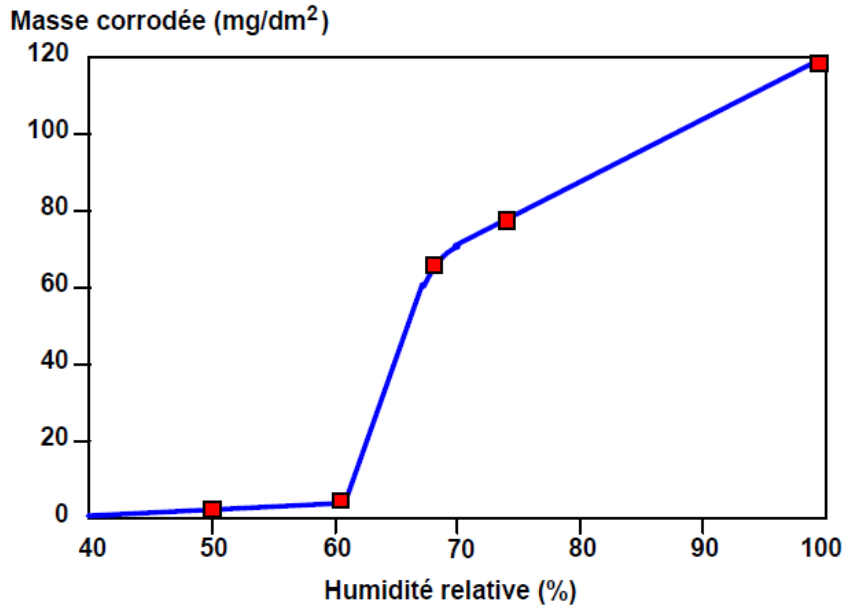


Figure 5. Masse d'acier corrodée en fonction de l'humidité relative essais de 55 jours en présence de 0.01%SO₂ (d'après W.H. Vernon)[4].

C. Caractérisation de la corrosion atmosphérique

Les normes ISO 9223 et 9226 définissent des critères permettant respectivement de caractériser une atmosphère et de définir son degré de corrosivité déterminé à partir de la vitesse de corrosion de métaux étalons. Trois paramètres sont retenus pour la classification de l'atmosphère [4] :

- La **durée d'exposition à l'humidité** (time of wetness) τ : durée pendant laquelle l'humidité relative est supérieure à 80% et la température supérieure à 0° C. 5 catégories sont répertoriées, allant de τ_1 (< 10 h.an-1) à τ_5 (> 5500 h.an-1). L'atmosphère de la côte Normande se classe en 5ème catégorie avec une valeur de τ de 5750 h.an-1 [4];
- La **teneur P en dioxyde de soufre SO₂** : exprimée soit directement en $\mu\text{g.m}^{-3}$, soit en fonction de sa vitesse de dépôt en $\text{mg.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$. 4 catégories sont répertoriées, allant de P0 ($P < 12 \mu\text{g.m}^{-3}$) à P3 ($90 < P < 250 \mu\text{g.m}^{-3}$). Une atmosphère rurale non polluée présente une valeur de P inférieure à $10 \mu\text{g.m}^{-3}$ alors qu'une valeur de P égale à $350 \mu\text{g.m}^{-3}$ a été relevée pour l'atmosphère Londonienne en 1960 [4];
- La **teneur S en ions chlorures Cl⁻** : exprimée en fonction de leur vitesse de dépôt en $\text{mg.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$. On distingue de même 4 catégories différentes allant de S0 ($S < 3 \text{mg.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$) à S3 ($300 < S < 1500 \text{mg.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$). Une atmosphère marine très sévère peut correspondre à une valeur de S supérieure à $1500 \text{mg.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$ [4].

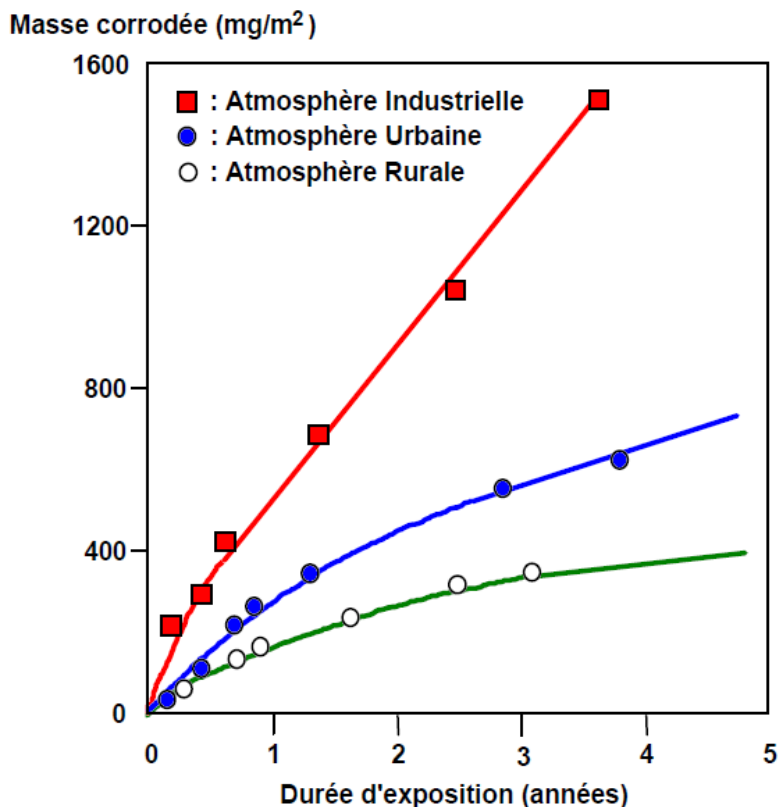


Figure 6. Corrosion de l'acier sous différentes atmosphères (d'après K.Barton) [4].

L'évolution de la corrosion observée sur des échantillons d'acier ordinaire exposés pendant plusieurs années à différents types d'atmosphères, pour chacune des courbes, on observe que la vitesse de corrosion (pente des courbes) atteint une valeur quasi stationnaire après une phase initiale de décroissance.

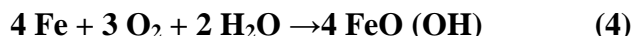
Telle que représentée à la (Figure 6) ci-dessus, la détermination de la vitesse de corrosion d'un métal étalon (acier ordinaire, aluminium, zinc...) pour différentes atmosphères caractérisées par les trois paramètres τ , S, et P permet de classer la corrosivité de chaque atmosphère pour le matériau considéré selon une échelle comportant cinq catégories définies par la norme ISO 9226. Le *tableau IV* suivant illustre cette classification pour un acier ordinaire.

Tableau IV. Corrosivité de l'atmosphère selon la norme ISO 9226 en fonction des vitesses de corrosion observée pour différentes valeurs de τ , S et P. Métal étalon : Acier au carbone [4].

Corrosivité de l'atmosphère		V _{corr} initiale (µm.an ⁻¹)	V _{corr} stationnaire (µm.an ⁻¹)
C ₁	Très faible	< 1.3	<0.1
C ₂	Faible	1.3-25	0.1-1.5
C ₃	Moyenne	25-50	1.5-6
C ₄	Elevée	50-80	6-20
C ₅	Très élevée	80-200	20-90

II.2. Mécanisme de la corrosion atmosphérique de l'acier

La corrosion atmosphérique de l'acier peut être schématiquement décrite par la réaction suivante :



Le composé FeO(OH), qui peut être considéré comme de l'hématite Fe₂O₃ hydratée ($2 \text{ FeO(OH)} \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}$) (5) désigne globalement la **rouille**, qui est en fait un mélange complexe de différentes phases cristallines et amorphes d'oxydes et d'hydroxydes de fer et dont la stœchiométrie ne correspond qu'approximativement à la formule globale FeO(OH). Les trois composants principaux de la rouille sont respectivement :

- **La lépidocrocite** : γ - FeO(OH) de structure rhomboédrique;
- **La goethite** : α FeO(OH) de structure rhomboédrique;
- **La magnétite** : Fe₃O₄ de structure cubique.

La composition de la rouille varie en fonction des conditions climatiques et de la durée d'exposition. Elle varie de plus entre l'intérieur et l'extérieur de la couche :

- La partie extérieure est la plus souvent poreuse et principalement constituée de goethite et de lépidocrocite.
- La partie intérieure, adjacente au métal, est en général relativement dense et formée de magnétite et de phases amorphes de FeO(OH);

Lorsque l'on expose une surface d'acier humide à l'atmosphère, elle se recouvre rapidement d'un film mince de produits de corrosion. Cette réaction de formation de la rouille est d'autant plus rapide que la surface est contaminée par des polluants comme les ions sulfates. Les différentes étapes du mécanisme sont représentées à la (**Figure 7**) [4].

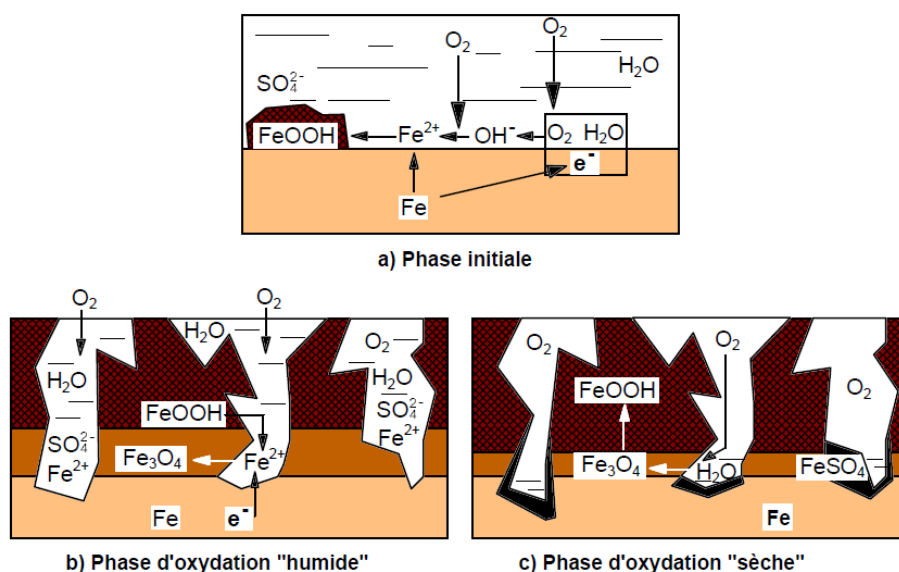
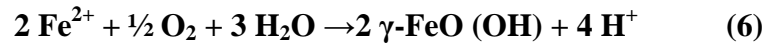


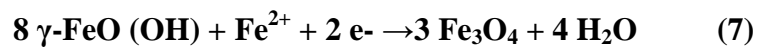
Figure 7. Mécanisme réactionnel de la corrosion atmosphérique de l'acier

[4]

Dans un premier temps (*Figure 7.a*), l'oxygène de l'air diffuse à travers le film liquide et se réduit en ions OH⁻ à la surface du métal tandis que le fer s'oxyde en ions ferreux Fe²⁺ qui passent en solution dans l'électrolyte. Les ions ferreux en solution réagissent ensuite avec l'oxygène dissous pour former la lépidocrocite γ-FeO(OH) selon la réaction :



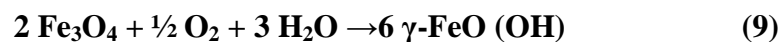
Plus la couche de γ-FeO(OH) devient importante et plus la réaction se ralentit car d'une part la surface de fer "active" diminue et d'autre part la diffusion de l'oxygène est limitée par la présence de la couche de γ-FeO(OH) (*Figure 7.b*). Lorsque la concentration en oxygène est devenue suffisamment faible, la lépidocrocite réagit à son tour avec les ions Fe²⁺ en phase aqueuse pour donner la couche de magnétite selon la réaction :



Soit globalement :



La "rouille" γ-FeO(OH) se comporte donc comme une oxydante vis à vis du fer de la même manière que l'oxygène. Selon (8), la réaction devrait s'arrêter lorsqu'elle a consommé toute la rouille, mais en fait la réduction du γ-FeO(OH) ne se produit qu'en phase aqueuse faiblement concentrée en O₂. Lors des phases "sèches" (film d'eau très mince et forte concentration en O₂), la magnétite réagit avec l'oxygène de l'air (*Figure 7.c*) pour reformer le γ-FeO(OH) selon la réaction [4] :



On assiste donc à un phénomène cyclique entre les phases "humides" et "sèches" conduisant à une transformation de lépidocrocite γ-FeO(OH) en magnétite Fe₃O₄ et réciproquement, avec consommation de métal durant la phase "humide". Si de plus des polluants tels que SO sont présents en phase aqueuse, la consommation de métal est accélérée en phase "humide" et on obtient une précipitation de FeSO₄ lors des phases de "séchage" (*Figure 7.c*).

Les cycles d'humidité (changement périodique entre phase de mouillage et de séchage) ont donc une très forte influence sur la vitesse moyenne de corrosion du métal [4].

II.3. Essais de corrosion atmosphérique

Nous venons de voir que la corrosion atmosphérique des métaux est fortement influencée par les cycles d'humidité et par les polluants présents dans l'atmosphère. La complexité de ce type de corrosion la rend difficilement modélisable, de même qu'il est relativement difficile de se faire une idée du comportement à long terme d'un matériau au moyen d'essais accélérés.

Des expériences "in situ", d'une durée pouvant atteindre plusieurs années, sont de ce fait le plus souvent indispensables. Il existe toutefois quelques types d'essais accélérés dont les protocoles de mise en œuvre font en général l'objet d'une norme et que l'on peut classer parmi les trois catégories suivantes :

- **Les essais en armoire à brouillard salin** : ils consistent à placer les échantillons dans une enceinte spéciale à l'intérieur de laquelle un brouillard salin est généré par pulvérisation d'une solution de NaCl. Ce type d'essai ne tient toutefois pas compte des cycles d'humidité ni de l'action d'espèces comme le SO₂, bien que parfois certains polluants puissent être ajoutés à la solution de NaCl;
- **Les essais en armoire climatique** : assez semblables aux précédents, ils permettent toutefois de simuler les cycles d'humidité et d'ajouter des polluants comme le SO₂ à l'atmosphère d'essai. Afin d'accélérer les résultats, on augmente en général la teneur en polluants par rapport à celle d'une atmosphère réelle;
- **Les essais d'immersion alternée** : dans ce type d'essai, les échantillons sont soumis à une immersion cyclique dans une solution d'électrolyte afin de simuler les phases "d'humidité" et de "séchage" que nous avons évoqué. L'inconvénient de ce type de test est que les produits de corrosion formés peuvent être "lavés" lors des cycles d'immersion dans l'électrolyte, contrairement à ce que l'on observe en situation réelle [4].

II.4. Méthodes d'étude de la corrosion générale

Ainsi que nous l'avons vu précédemment, la vitesse de corrosion générale peut s'exprimer en termes d'épaisseur de métal corrodé en fonction du temps. Plusieurs techniques expérimentales permettent d'accéder à ce paramètre : les mesures gravimétriques, les mesures de résistance de polarisation, et la méthode d'impédance électrochimique [4].

II.5. Mesures gravimétriques

Ce type de mesure simple consiste à suivre au cours du temps la variation de masse d'échantillons exposés au milieu considéré. En général, cette variation de masse est mesurée sur chaque échantillon après desquamation des oxydes adhérents ce qui, chaque examen étant destructif, nécessite un grand nombre d'échantillons. On trace ainsi la courbe "variation de masse - temps" que l'on convertit en épaisseur corrodée en fonction du temps. Les valeurs obtenues sont globales et cette méthode ne donne pas la vitesse de corrosion instantanée [4].

Chapitre II. Protection des aciers de construction par revêtement de zinc

Les métaux et les aciers sont souvent utilisés dans des conditions de travail très sévères, et sont soumis à différents milieux corrosifs. Il est donc primordial de protéger ces matériaux sans altérer leurs propriétés mécaniques et électrochimiques, parmi les techniques utilisés en industrie, la galvanisation et le zingage se sont avérés intéressants. En effet les revêtements de Zinc possèdent un grand pouvoir protecteur contre la corrosion des aciers du fait de leur position anodique par rapport au fer [5].

I. Procédés de protection de l'acier par revêtements

Le choix d'une technique de protection dépend de plusieurs paramètres parmi lesquels nous citons :

- la nature et de l'état du support ;
- l'ambiance et du climat d'implantation ;
- la durée de vie ;
- le milieu ;
- le coût [5].

Il existe plusieurs solutions pour lutter contre la corrosion par revêtement de zinc sur les métaux, et plus particulièrement sur les aciers, comme par exemple :

- **Shérardisation** : procédé thermochimique de diffusion superficielle de zinc dans l'acier, la température de travail est entre 380°C et 400°C, les revêtements peuvent être spécifiés avec une épaisseur de 15µm, 30µm ou 45µm [6].
- **Métallisation** : projection de zinc fondu au pistolet, l'adhérence du revêtement est très sensible à la contamination de la surface. Bien que des revêtements épais puissent être obtenus (25 à 250µm), la consistance du revêtement est dépendante du talent de l'opérateur et de la géométrie de la pièce à revêtir. Comme les revêtements de métallisation sont poreux, il est recommandé de leur appliquer un colmatage dès qu'ils sont refroidis [7].
- **Matoplastie** : élaboration à l'aide d'un moyen d'impact au sein d'un milieu chimique. Dans le procédé de matoplastie, la pièce à revêtir est tout d'abord préparée, puis mise en rotation dans un caisson avec de la poudre de zinc, des billes de verre, de l'eau et des produits chimiques. Les billes de verre projettent le zinc par leurs impacts sur la surface de la pièce, du fait du mouvement de rotation du caisson, ce qui génère un revêtement quasi uniforme [6].
- **Galvanisation à chaud** : immersion dans un bain de zinc fondu à 420°C, L'épaisseur du revêtement de zinc est contrôlée [6].
- **Le zingage électrolytique (ou électrozincage)** : Dans le procédé de zingage électrolytique, un revêtement de zinc est précipité sur la surface d'une pièce soigneusement préparée, par déposition électrochimique [5].

II. Procédés de zingage des aciers

Pour protéger les structures en aciers contre la corrosion atmosphérique, les procédés par revêtements de zinc ont démontré leur efficacité. Ils offrent des rendements très acceptables avec des coûts maîtrisables. Les deux procédés les plus employés sont la galvanisation et le zingage électrolytique. Pour les deux procédés, la première étape avant l'application du revêtement consiste à une bonne préparation de la surface des structures métalliques.

II.1. Préparation de surface

Les opérations préliminaires sont dans l'ordre : dégraissage, rinçage, décapage, rinçage, fluxage, séchage et préchauffage (pour le procédé de galvanisation), passivation (pour le procédé de l'électrozincage), les détails sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau I. Les opérations de préparation de surface.

Dégraissage	<p>-enlever les graisses, les huiles, les lubrifiants et les traces des manipulations précédentes.</p> <p>-il existe : le dégraissage alcalin, acide et le dégraissage à la vapeur des solvants.</p> <p>-avec des solutions aqueuses chaudes et lessives alcalines de détersifs et d'émulsifiants.</p> <p>- l'action se situe au niveau des interfaces métal/salissures/détergents.</p> <p>-l'opération est varier de 1 à 20 minutes, normalement 5 minutes suffit et moins encore si on agit le bain.</p> <p>-température de bain = 60°C [8].</p>
Rinçage après dégraissage	<p>-opération nécessaire.</p> <p>-un rinçage en eau chaude suivi d'un rinçage à l'eau froide courante.</p> <p>-éliminer la totalité de la solution de dégraissage.</p> <p>-une tonne d'acier galvanisée nécessite moins de 25 litres d'eau seulement [8].</p>
Décapage	<p>- débarrasser le métal des oxydes qui peuvent le recouvrir.</p> <p>-ces oxydes de fer comprennent :</p> <ul style="list-style-type: none"> • L'oxyde ferreux FeO (Wustite) : couche au contact du métal de base. • L'oxyde magnétique Fe₃O₄ (Magnétite) : couche intermédiaire. • L'oxyde ferrique Fe₂O₃ (Hématite) : couche extérieure. <p>-en galvanisation à chaud, le décapage par voie humide concerne l'emploi de solutions aqueuses d'acides.</p> <p>- Les deux principaux acides exploités en décapage sont : l'acide chlorhydrique (HCl) et l'acide sulfurique (H₂SO₄).</p> <p>- l'acide chlorhydrique est dilué à 50% à température ambiante (18 à 22°C°).</p> <p>- l'acide sulfurique (H₂SO₄) mis en œuvre à 75-80C°, élimine la calamine par effet mécanique du à une production violente d'hydrogène qui réduit les sels ferriques et fait éclater cette calamine (Fe₂O₃) difficilement soluble, diminuant considérablement le temps de décapage.</p> <p>- l'attaque doit être arrêtée au niveau de l'acier sous-jacent.</p>

	-il faut l'ajout des inhibiteurs d'attaques, réalisant une économie importante d'acide et réduisent le phénomène d'adsorption d'hydrogène par le métal qui est une source de fragilisation de l'acier [8].
Rinçage après décapage	-dissolution des sels (chlorures et sulfates) de fer et des autres traces résiduelle. - Le rinçage se fait dans deux bacs distincts. Dans le cas de décapage avec l'acide sulfurique, le premier rinçage doit se faire à l'eau chaude pour dissoudre le sulfate de fer hydraté [8].
Fluxage	- protéger le métal (acier) contre tout risque d'oxydation avant sa galvanisation. - dissoudre les oxydes de fer reformés à la surface de l'acier au cours du rinçage. - améliore la réaction Fer-Zinc lors l'immersion dans le Zinc en fusion par dissolution des oxydes de Zinc pouvant se former à cet instant précis. - Le bain de fluxage est constitué d'une solution fluxant composée de chlorure de Zinc (ZnCl ₂) et de chlorure d'ammonium (NH ₄ Cl). - Le fluxage se fait généralement à chaud 75 à 80°C [8].
Séchage et Préchauffage	-assurer par un passage par en étuve. -la chaleur du four de séchage provient de l'énergie calorifique du bain de galvanisation. - Le préchauffage facilite l'élimination du flux, et réduit aussi les cendres. - Le temps d'étuvage est de 5 à 20 minutes [8].
Passivation	-La chromatisation est un traitement de conversion chimique pouvant être appliqué par immersion ou par aspersion à partir d'une solution contenant du chrome hexavalent comme constituant principal. Elle permet de former des couches complexes d'oxydes et de sels de chrome sur des revêtements électrolytiques de métaux communs tels que le zinc. Ce procédé confère au matériau des propriétés fonctionnelles intéressantes comme : <ul style="list-style-type: none"> • une amélioration de la résistance à la corrosion des systèmes de protection cathodique de revêtements de zinc sur substrat acier due à l'effet inhibiteur de corrosion du chrome hexavalent ; • une excellente base d'accrochage pour les finitions organiques. <p>Principales réactions</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Réduction du chrome hexavalent : $\text{Cr (VI)} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Cr (III)}$ <p>la forme majoritaire du chrome hexavalent peut varier suivant les valeurs locales de pH, soit :</p>

	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6\text{e}^- \rightarrow 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$ <p style="text-align: center;">ou</p> $2\text{CrO}_4^{2-} + 16\text{H}^+ + 6\text{e}^- \rightarrow 2\text{Cr}^{3+} + 8\text{H}_2\text{O}$ <p>suivant l'équilibre :</p> $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{CrO}_4^{2-} + 2\text{H}^+$ <p>mais aussi :</p> $2\text{HCrO}_4^{2-} + 14\text{H}^+ + 6\text{e}^- \rightarrow 2\text{Cr}^{3+} + 8\text{H}_2\text{O}$ <ul style="list-style-type: none"> ▪ Réduction des protons : $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$ <p>Cette réaction consomme plus de 5 à 15 % des électrons générés par l'oxydation du zinc, son intensité est fonction du pH de la solution, mais aussi de la présence d'éléments alliés dans le dépôt de zinc formant des sites cathodiques favorables à la formation d'hydrogène.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Les phénomènes mis en jeu sont complexes ; de nombreux articles proposent différentes équations de réaction de précipitation participant à la formation de la couche, formant entre autres des oxydes et des hydroxydes [9], telles que : $\text{Cr}^{3+} + \text{OH}^- + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{Cr}(\text{OH})\text{CrO}_4$ $2\text{Cr}^{3+} + 6\text{OH}^- \rightarrow \text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ $2\text{Zn}^{2+} + 2\text{OH}^- + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{Zn}_2(\text{OH})_2\text{CrO}_4$
--	--

II.2. Procédé de Galvanisation

A. Introduction

La galvanisation à chaud est un revêtement métallique de Zinc sur de l'acier ou de la fonte obtenue par diffusion Zinc-Fer à une température d'exécution 450-460°C [10]. Le revêtement ainsi obtenu doit avoir les meilleures qualités de continuité, de régularité d'épaisseur (qui est généralement comprise entre 50 et 250 µm), et d'adhérence au métal de base [11]. C'est la recherche de ces qualités qui conditionne les techniques d'exécution du procédé.

La galvanisation à chaud est un procédé de revêtement anticorrosion traditionnel, inventé par le Français J. Malouin en 1742, il a connu de nombreux développements techniques grâce à Crawford et Sorel au XIXe siècle (brevets 1837). La première usine fut construite en Allemagne à Solingen en 1847. Le nom de galvanisation, donné au procédé par S. Sorel en l'honneur du savant italien Galvani, recouvre en fait la propriété

fondamentale offerte par tout revêtement de zinc, l'effet galvanique qui peut s'appliquer également aux autres procédés d'application du zinc (shéardisation, zingage électrolytique...). [12]. De tous les procédés d'application du zinc employés dans le monde pour protéger les aciers, la galvanisation à chaud est le procédé le plus courant. Il consomme à lui seul 87 % du zinc utilisé pour la protection des métaux, loin devant l'électrozingage ou la projection thermique. La durée de vie d'une galvanisation à chaud est directement liée à l'épaisseur de zinc du revêtement. D'où l'importance de choisir le procédé d'application le mieux adapté afin de répondre aux exigences de durabilité.

B. Principe et objectifs de la galvanisation

La corrosion est certainement le pire ennemi des biens d'équipement et des infrastructures. Elle est considérée comme la principale cause de panne, de dysfonctionnement et de défauts prématurés des composants et systèmes. La protection de l'acier contre la corrosion était habituellement assurée par la galvanisation qui constitue une défense dans la plupart des milieux en consommant sa couche de zinc au profit de l'acier [13].

➤ Le principe de la galvanisation

Lorsque deux métaux sont en contact, un courant électrique est généré. Lorsque le courant passe, l'un des métaux se corrompt plutôt que l'autre. Ce comportement est dû aux propriétés atomiques des métaux, qui ne peuvent pas être modifiées, de telle sorte que ces effets sont déterministes. En ce qui concerne l'acier, composé en majorité de fer, le zinc est un métal protecteur électrochimique [14].

La galvanisation assure, par le recouvrement de l'acier par le Zinc une double protection (*Figure 1*) :

-Physique : exposé à l'atmosphère, le Zinc réagit rapidement pour former une mince couche de carbonate basique de Zinc. Cette couche isole l'acier de l'atmosphère.

-Electrochimique : la réaction électrochimique entre le Zinc et le fer est d'une importance déterminante pour le comportement à long terme du revêtement galvanisé. Dans la plupart des cas, la Zinc est attaqué par la corrosion de préférence au fer qui est un métal noble. Cette protection provoque un effet complémentaire contre une détérioration progressive.

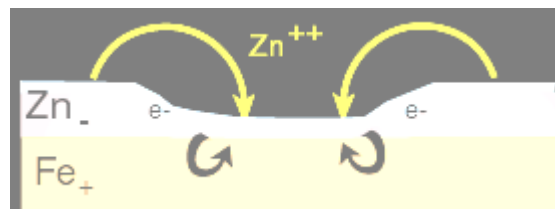


Figure 1. Revêtement de zinc endommagé [15].

➤ Les objectifs de la galvanisation

-Un choix esthétique et durable qui met en valeur un ouvrage : la galvanisation brute est une matière esthétiquement appréciée pour répondre à un souci d'harmonie architecturale, elle peut être peinte dans la teinte de votre choix.

-Des produits directement prêts à l'emploi : une fois galvanisée, une pièce se transporte et se met en œuvre facilement, quelles que soient les conditions météorologiques.

-Une industrie qui offre une assistance technique : la galvanisation c'est un industriel à votre écoute, faites-le intervenir dès la conception de votre pièce ou de votre ouvrage afin de vous conseiller les bons matériaux et les mises en œuvre adéquates.

-Une solution économique très intéressante : sur une durée de vie de l'ordre de 30 ans, galvaniser à chaud revient environ 2 fois moins cher que d'autres systèmes, quelque soit leur coût initial.

-Une longévité exceptionnelle sans entretien : une pièce galvanisée à chaud ne demande aucun entretien pendant plus de 30 ans, dans les conditions normales d'utilisation.

-Une protection intégrale des pièces : une pièce galvanisée à chaud est entièrement protégée à l'extérieur, à l'intérieur, et aux endroits inaccessibles (corps, creux, tubulaires,...) que les autres procédés ne peuvent atteindre. Ce qui lui garantit une protection complète.

-Des propriétés mécaniques remarquables : la surface d'une pièce en acier galvanisée à chaud est constituée de plusieurs couches intermétalliques zinc-fer plus dures que l'acier. Ce revêtement offre une résistance exceptionnelle ainsi qu'une bonne adhérence.

-Des produits doublement protégés : la galvanisation à chaud offre une double protection à l'acier une protection physique et une protection électrochimique.

-Des garanties anticorrosion efficaces : la galvanisation à chaud après fabrication est garantie plus de 10 ans contre la corrosion. Certains constructeurs automobiles qui utilisent l'acier galvanisé accordent une garantie de 12 à 15 ans. D'autres envisagent de l'étendre à 30 ans.

-Des produits parfaitement recyclables : comme l'acier, le zinc utilisé protéger ce métal au travers de la galvanisation est recyclable. Il provient de la nature et peut être réutilisé indéfiniment tout en conservant ses propriétés [16].

C. Normalisation et classification des aciers de galvanisation

Les aciers étant destinés à la galvanisation à chaud, les teneurs de Si et de P devront être conformes à la classe de la forme NF A-35-503, le tableau suivant représente les différentes normes et ses objets :

Tableau II. Les principales normes et ses objets pour la galvanisation à chaud [16].

Normes	Objet
NF EN ISO 1461 Juillet 1999	Elle définit les propriétés et caractéristiques du revêtement de galvanisation par immersion, avec les méthodes d'essai permettant de contrôler : -l'épaisseur de Zinc par unité de surface ; -l'aspect et l'adhérence ; -les critères de conformité.
NF EN ISO 14713 Juillet 1999	Elle complète la norme NF EN ISO 1461 concernant les précautions à prendre sur la conception des pièces pour obtenir les revêtements galvanisés de bonne qualité et précise les techniques connexes après galvanisation.
NF A-35-503 Novembre 1994	Elle fixe les caractéristiques chimiques auxquelles doivent satisfaire les aciers destinés à être galvanisés par immersion à chaud. Elle spécifie 3 classes de qualités d'aciers aptes à la galvanisation.

➤ **Classification des aciers de galvanisation**

C'est en 1942 [17] que Sandelin a montré la première fois, que la présence de Si dans l'acier soulève un certain nombre de difficultés dans la pratique du procédé de galvanisation : une couche de galvanisation très épaisse, une couleur grise, aspect mat, absence de brillance et revêtement fragile [18]. La classification des aciers se fait selon la teneur en Si et en P, hypo-Sandelin, semi- Sandelin, Sandelin et hyper-Sandelin, le tableau suivant représente les différentes classes :

Tableau III. Classification des aciers selon les % de Si et % P [17].

Classe	%Si	%P	Caractéristiques du revêtement
Hypo-Sandelin	%Si < 0.035	%P < 0.025	Structure et croissance normale
Semi-Sandelin	0.035<%Si<0.045	-	Réactivité n'est pas remarquable
	-	0.025<%P<0.035	
	0.045<%Si<0.135	-	-prise de Zinc importante.

Sandelin	-	%P>0.035	-ξ représente 90% de la couche.
Hyper-Sandelin	%Si>0.135	%P≠0	-prise de Zinc très importante. -ξ représente 75% de la couche. -couche extérieure est du Zinc pur.

D. Immersion dans le bain de galvanisation

Avant d'avoir faire l'immersion dans le bain de zinc fondu, les échantillons subissent d'abord une série d'opérations de préparation de surface pour avoir un meilleur revêtement.

La température du bain est située entre 420 et 460 °C. La durée d'immersion, qui dépend du volume de la pièce, doit être suffisante pour permettre d'obtenir l'épaisseur nécessaire de protection, c'est-à-dire jusqu'à la fin de l'évolution (instant où la pièce aura atteint la même température que le zinc, soit environ 450°C). Ce temps varie également entre 3 et 10 minutes et peut dépasser 15 minutes pour des pièces massives. Lorsque l'on immerge un élément en acier dans le zinc liquide et qu'on le retire du bain, il n'y a pas simplement entraînement et solidification du zinc en surface de l'acier, mais réaction métallurgique de diffusion entre le zinc et le fer, avec formation de couches d'alliage Fer-Zinc. La dureté des différents composés Fer-Zinc formés en surface contribue à améliorer la résistance au frottement et à l'abrasion [19].

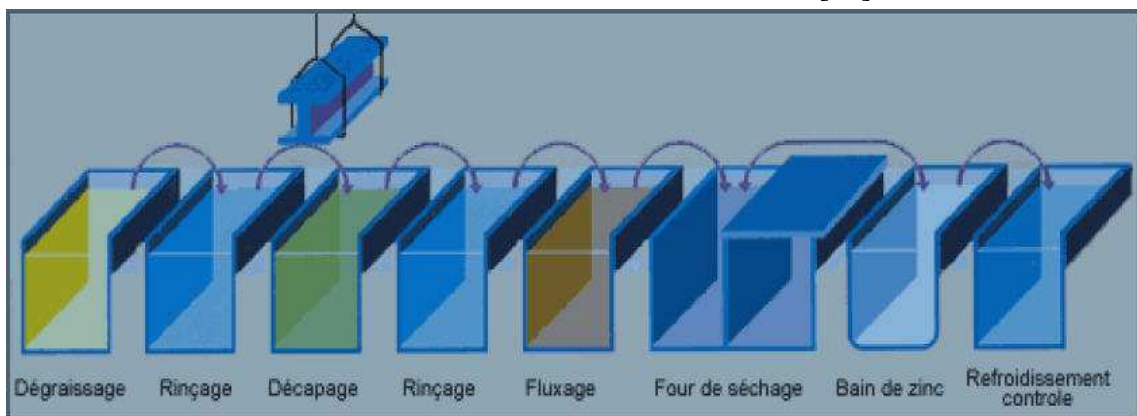


Figure 2. Processus de galvanisation [20].

III. Paramètres de la galvanisation

La qualité d'un revêtement de zinc dépend aussi bien des conditions de préparation de surface que des conditions de déroulement de la galvanisation. Les paramètres qui interviennent dans le procédé de galvanisation sont : la composition du bain, la température du bain, la durée du traitement et les vitesses d'immersion et d'émersion. [21]

III.1. Composition du bain de galvanisation

Le bain de galvanisation est constitué essentiellement de zinc avec de faibles additions d'aluminium (maxi : 0.25%) et de plomb environ (1%). L'aluminium est

ajouté sous forme d'alliage de Zn (Zamak 5), le zinc utilisé doit être suffisamment pur pour des nuances Z8, Z9 [99.99% et plus] livré en lingot en conformité avec la norme NF A55-101. L'influence des autres éléments se présente comme suit :

1-L'aluminium : l'aluminium ajouté volontairement au bain de zinc permet de diminuer la vitesse d'oxydation superficielle du bain de zinc par formation d'une très fine pellicule d'alumine. Un bain sans aluminium s'oxyde très vite, ce qui donne un reflet à la surface du bain. L'aluminium augmente donc de ce fait, la brillance de revêtement galvanisé mais n'a pas d'effet sur la réaction zinc-fer dans la gamme des teneurs habituelles à 0.01% à des teneurs plus importantes de l'ordre de 0.04% d'Al, il a un effet sur la réaction zinc-fer des aciers au silicium.

2-Le plomb : le plomb a un bon pouvoir mouillant sur l'acier et sur la décantation des mattes ; son effet commence de 0.1% à 0.15%. Le plomb n'a pas d'influence sur la réaction de galvanisation fer-zinc. Il agit sur le fleurage, notamment lorsqu'il est associé à l'étain à la température de 450°C, sa limite de solubilité dans le zinc est de l'ordre de 1.2%. Au-delà de cette concentration, il se trouve à l'état liquide au fond de la cuve de galvanisation, on l'ajoute parfois volontairement pour limiter la corrosion du fond de la cuve par zinc [21].

Suivant la nature et l'origine des zincs utilisés. Les bains peuvent contenir certains éléments tel que : cadmium, étain, antimoine, cuivre et le fer. En général, les teneurs en ces éléments des bains de galvanisation sont assez faibles, d'où une incidence assez peu marquée des effets sur le bain lui-même ou le revêtement, sauf pour l'étain qui associé au plomb accentue la cristallisation du zinc à la surface des pièces (fleurage) [21]. Suivant la norme NF A07.830, les teneurs des éléments pour le bain de galvanisation sont les suivants :

Al	de 0.01%	à 0.25% ;
Cd	de 0.01%	à 0.50% ;
Cu	de 0.005%	à 0.25% ;
Fe	de 0.005%	à 0.15% ;
Pb	de 0.01%	à 1.25% ;
Sn	de 0.01%	à 1.50% [23].

III.2. La température du bain de galvanisation

La température du bain est extrêmement importante car les résultats peuvent être différents si elle n'est maintenue constante, la température utilisée dans l'industrie varie de 445°C à 460°C. La réaction fer-zinc formant les couches d'alliages est quasiment en fonction de la température linéaire en fonction de la température pour les intervalles suivants :

-de 420°C à 480°C ;

-au-delà de 520°C.

On doit procéder à la température la plus basse possible pour obtenir une fluidité suffisante et un revêtement d'épaisseur acceptable, car l'épaisseur croît rapidement avec la température du bain. Entre 480°C et 520°C on constate une accélération brutale de l'attaque de l'acier par le zinc, ce qui provoque la dégradation de la cuve [23].

III.3. Le temps de séjour dans le bain de galvanisation

Ce facteur a une grande influence sur les résultats obtenus. Il varie dans le même sens que la température normale de la galvanisation (vers 450°C) dans le bain de zinc classique, un acier galvanisé présente une réaction de galvanisation d'allure parabolique en fonction du temps. Signalons qu'une durée prolongée dans le bain engendre la formation des mattes [23].

III.4. La vitesse d'immersion dans le bain de galvanisation

La vitesse d'immersion est très importante au niveau opératoire puisqu'on doit tenir compte de la masse des pièces, de la température et de l'état de surface.

La vitesse d'immersion de pièces galvanisées a une influence sur l'épaisseur finale du revêtement et sur la régularité du dépôt. Elle conditionne essentiellement l'épaisseur de la couche Eta. L'immersion lente et régulière est recommandée pour éviter le choc thermique tandis que la vitesse d'immersion doit être grande pour favoriser un écoulement de zinc et une bonne vitesse des solidifications [24].

III.5. Conditions de refroidissement

Lorsqu'une pièce sort du bain de galvanisation jusqu'à son refroidissement au environ de 300°C, le fer continue à diffuser pour former les alliages delta (δ) et dzêta (ξ) [25]. Un refroidissement rapide empêche la diffusion du fer et aussi des couches d'alliages trop épaisses ayant pour conséquence la fragilité du revêtement au choc [26].

III.6. La vitesse de retrait

La vitesse de retrait, conditionne la quantité de prise au bain par effet mécanique et aussi la régularité du dépôt. L'immersion lente et régulière est à recommander, par contre la vitesse de retrait doit être grande [27].

IV. Les sous produits du bain de galvanisation

La galvanisation génère trois types de sous produits qui sont : les cendres, les mattes et les mattes flottantes [28].

Les cendres

Les cendres sont des oxydes de zinc formés par l'action de l'oxygène de l'air sur le zinc fondu, et mélangés à des chlorures provenant de la remontée des sels de flux qui ont remplis leurs fonctions de protection. Elles contiennent également du fer lorsque le flux n'est pas épuré et qu'il contient des sels de fer. La formation des cendres est fonction de plusieurs facteurs importants en galvanisation :

-La température de galvanisation : elle intervient pour beaucoup dans l'oxydation du zinc ;

- La surface de la cuve ou surface de contact du zinc avec l'oxygène de l'air ;
- Stockage défectueux du zinc : lorsque les lingots sont entreposés dans un endroit humide ou l'air n'est pas renouvelé.

La composition des cendres est la suivante [29] :

- Zinc total environ 80 à 90% ;
- Chlore environ 2 à 3% ;
- Le reste est des oxydes de fer et de zinc.

Les mattes

Dans la galvanisation, les sources de production des mattes sont multiples. Elles proviennent principalement d'un :

- Décapage insuffisant qui donne une très mince couche d'oxyde de fer subsistant après décapage qui se dissout dans le zinc en fusion et qui forme ainsi des mattes ;
- Rinçage insuffisant qui laisse sur la surface à galvaniser une couche de sels de fer qui formera des mattes ;
- Bain de fluxage souillé par des pièces mal rincées, ce qui entrainera le même phénomène que précédemment ;
- On peut, entre autres causes, citer une température de galvanisation trop élevée ou une immersion trop prolongée.

La production de mattes en galvanisation est un élément important dans l'appréciation du prix de revient ; puisque le zinc sous forme de mattes voit sa valeur marchande abaissée d'environ 50%. Les mattes trouvent leur utilisation dans la fabrication des produits chimiques et depuis quelques années dans la fabrication du zinc de bonne qualité.

V. Contrôle et analyse des bains de préparation de surfaces

Pour obtenir un rendement optimal du procédé, on procède au contrôle des bains quotidiennement selon le tableau suivant :

Tableau IV. Présentation d'une fiche de contrôle de préparation de surface [22].

Type de bain	Résultats d'analyse	Paramètres d'exploitation	Observation
1-Dégraissage -Alcalinité libre -Température	ALC= T°=	30 à 50 g/l 70 à 90°C	
2-Rinçage -Température	T°=	Max 50°C	

3-Décapage -Acidité -Fer -Température	ACD= Fe= T°=	180 à 220 g/l Max 90 g/l 60 à 70°C	
4-Rinçage -Acidité -Fer -pH	ACD= Fe= pH=	Max 40g/l Min 5	
5-Fluxage -Densité -pH -Fer -Température	P= pH= Fe= T°=	28 à 32 B°é 4 à 4.5 Max 4 g/l 50 à 60 °C	

➤ **Bain de dégraissage**

On introduit 10 ml de bain de dégraissage dans un erlenmeyer, on lui ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine jusqu'à coloration rose, après on tire avec la solution d'acide sulfurique (H₂SO₄ à N/10) jusqu'à la disparition de la coloration. Le nombre de ml versé correspond à l'alcalinité du bain exprimé en point, un bain qui est constitué de 50 g/l titre environ 41.5 points [30].

➤ **Bain de décapage**

Pour maintenir le bain à sa concentration voulue, il est nécessaire de vérifier quotidiennement son acidité libre, ainsi que sa teneur en fer de la manière suivante :

-Acidité ACD : on prélève 10 ml de bain de décapage par pipetage, on les verse dans un bêcher contenant 25ml d'eau distillée, après on titre avec une solution de soude caustique (NaOH à 1N) jusqu'à la coloration verte, le nombre de ml de (NaOH) versé nous indique l'acidité du bain [30], la teneur obtenue en acide est :

$$T_{(H_2SO_4)} = n (\text{volume NaOH versé}) \times 10$$

-Teneur en fer : on prend la solution déjà titrée, on lui ajoute quelques gouttes d'acide sulfurique (H₂SO₄) à 50% jusqu'à la disparition de la coloration verte, on ajoute quelque ml d'eau distillée pour refroidir la solution, ensuite on ajoute quelque ml du permanganate de potassium (K_mn O₄ à N/10), goutte à goutte jusqu'au virage de l'incolore à l'orange, la teneur obtenue en fer est :

$$T_{(fer)} = n (\text{volume K}_{m_n} \text{O}_4 \text{ N/10}) \times 5.6$$

3- Bain de fluxage

La teneur en fer, la densité et le pH sont les paramètres à contrôler en bain de fluxage.

-Densité : le calcul de la densité se fait un densimètre, on prélève 1l du bain de fluxage dans un bêcher, on immerge de densimètre, jusqu'à la stabilité, ensuite on lit la valeur indiquée

-pH : On utilise un papier pH.

-Teneur en fer : on prélève 1l du bain de fluxage dans un bêcher, on prend un papier filtre, on le pèse on filtre la solution prélevée, après on fait sécher le papier filtre dans un four, puis on le pèse à nouveau, la différence des deux poids nous indique la teneur en fer [30].

VI. Structure et caractéristiques du revêtement de zinc

VI.1. Diagramme de phase binaire Fer-Zinc

Le diagramme Fe-Zn (*Figure 4*) a été établi depuis 1938 [31], et aussi était sujet de recherche par plusieurs auteurs [32] surtout dans la partie riche en zinc (*Figure 5*) où la présence des différentes phases (Gamma, Zêta, Delta, Eta).

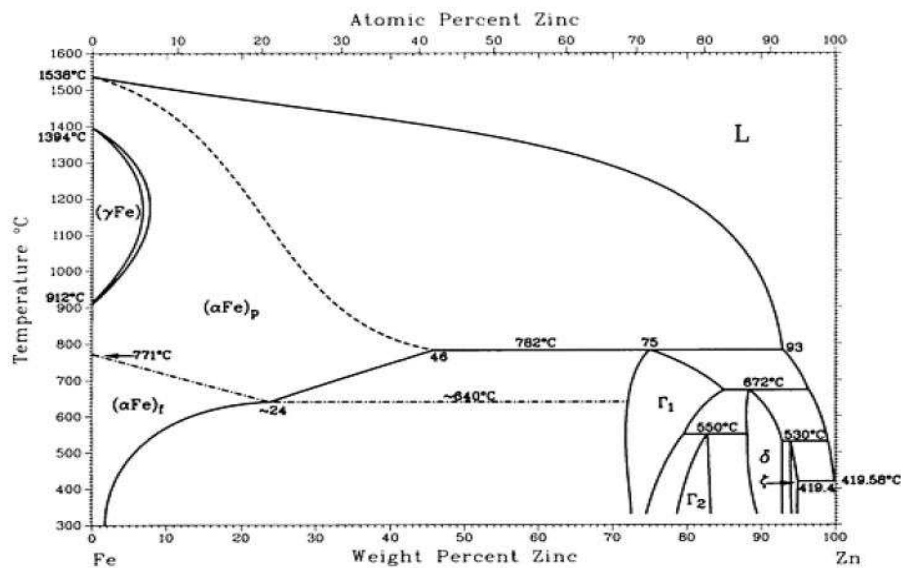


Figure 4. Diagramme de phase binaire Fe-Zn [33].

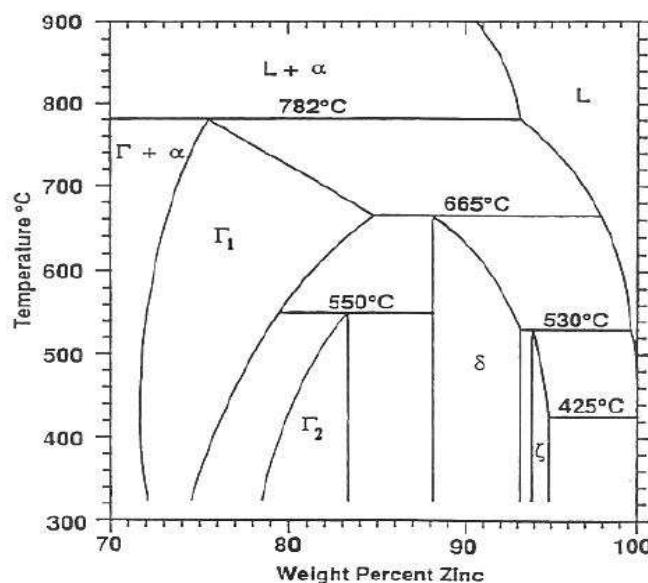


Figure 5. Domaine riche en zinc du diagramme de phases binaires Fe-Zn [35].
ENP 2011

A la température de galvanisation 460°C, d'après le diagramme de phases binaires Fe-Zn les composés intermétalliques Γ_1 , Γ_2 , δ et ξ sont présents et peuvent se former à la surface de la pièce métallique par diffusion, tout comme la solution solide α Fe et le zinc liquide [34].

Lorsqu'on retire l'acier du bain, il y a entrainement 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 la galvanisation. La (**Figure 5**), représentant un revêtement caractéristique de la galvanisation à chaud, 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 δ_p . Cette succession de composés intermétalliques n'est valable que pour la galvanisation à chaud [34].

Les compositions, les structures ainsi que les duretés des différentes phases Fe-Zn sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau V. Caractéristiques des différentes phases du système Fe-Zn [34].

Phase Fe-Zn	Symbole	Structure	Formule stœchiométrique	Fe (wt%) à 450°C	Dureté (HV)
Fer	A	CC	Fe	95	150
Gamma	Γ_1	CC	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$	23.5-28	326-496
	Γ_2	CFC	$\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$	17-19.5	505
Delta	Δ	Hexagonal	FeZn_7	7-12	304
Zeta	Ξ	Monoclinique	FeZn_{13}	5-6	112
Eta	H	Hexagonal	Zn	<0.03	70

➤ **La phase Gamma 1 (Γ_1)**

La phase Gamma Γ , $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$, a une structure cubique centrée avec un pourcentage de fer 17 à 19.5% à 450°C. Elle est le résultat d'une réaction péritectique entre la phase α de Fe et zinc liquide à 728°C, et représente une grande solubilité de fer dans le zinc à la température péritectique de la formation de la phase (δ) 665°C.

➤ **La phase Gamme 2 (Γ_2)**

la phase Gamma 2 (Γ_2), $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$, a une structure cubique à faces centrées avec un pourcentage de fer 23.5 à 28.0% à 450°C. Elle est le résultat d'une réaction peritectoïde entre la phase gamma Γ et la phase delta δ à 550°C, caractérisée par une forte dureté (505 HV).

➤ **La phase Delta (δ)**

Phase Delta (δ), FeZn_{10} , a une structure hexagonale, le pourcentage de fer représente 7.0 à 11.5%, elle est formée d'une réaction péritectique entre Gamma et le zinc liquide à une température 665°C. La dureté de cette phase est de l'ordre 358°C.

➤ **La phase Zêta (ξ)**

La phase ξ zêta (FeZn_{13}) a une structure monoclinique, elle est le résultat d'une réaction péritectique entre la phase delta et le zinc liquide à une température de 530°C . Le pourcentage massique du fer représente 5 à 6%. Cette phase a une dureté de 112 HV.

➤ **La phase Eta (η)**

La phase η Eta représente la phase extérieure, elle est formée de 100% zinc, caractérisée par une faible dureté 70 HV.

VI.2. Mécanisme de formation des alliages Fer-Zinc

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 , ξ et η (**Figure 6**).

C'est par la nucléation de la phase ξ que débute la formation du revêtement de galvanisation (**Figure 7**), 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 ξ 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/ξ . Ces deux phases, ξ 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 Γ se forme à l'interface δ / fer .

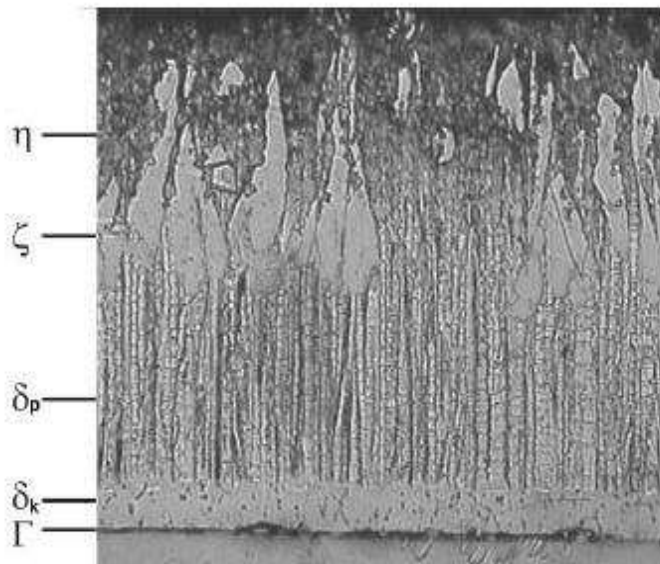


Figure 6. Succession des composés intermétalliques en galvanisation à chaud [34].

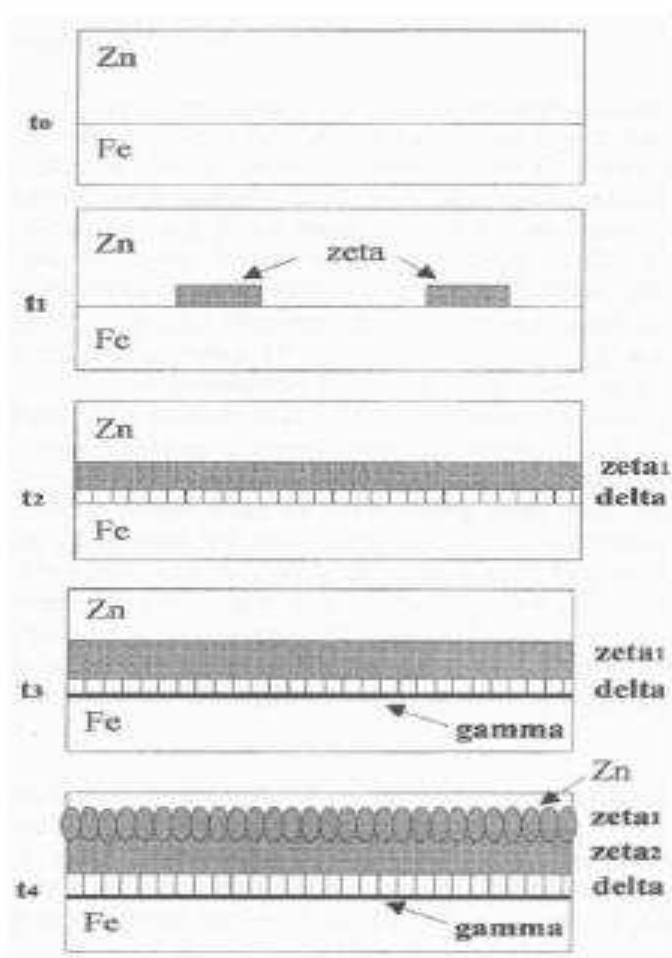


Figure 7. représentation schématique des couches des composés intermétalliques Fe-Zn dans un bain à 0.00% d'Al [34].

VI.3. Cinétique de la formation des alliages Fe-Zn

La cinétique de la croissance des différentes phases obéit à la loi : $Y=kt^n$, avec

Y : épaisseur de la couche (μm) ;

t : temps de réaction (s) ;

k : constante de croissance ;

n : constante du temps.

La constante n indique le type de croisement cinétique de la couche de zinc, on distingue empiriquement deux régimes de dissolution du fer et de croissance des phases Fe-Zn pendant l'immersion. Dans la majeure partie du domaine de température, du point de fusion du zinc (419°C) jusqu'à 720°C , l'accroissement est parabolique, pour $n=0.5$ (croissance proportionnelle à la racine carrée du temps de réaction), ce qui est la caractéristique d'un phénomène contrôlé par la diffusion en volume, en principe à travers les intermétalliques déjà formés. Dans l'intervalle de température qui va de 490°C à 530°C , l'accroissement est linéaire, pour $n=1$ (croissance proportionnelle au temps de réaction), caractéristique d'un phénomène contrôlé par une réaction de surface.

Les valeurs de n tendent vers 0.50 pour la croissance de la phase delta et de la couche totale, tandis que cette valeur est de l'ordre de 0.35 et 0.25 respectivement pour la formation de la phase zéta et de la phase gamma. La constante n dépend de la composition du zinc utilisé (%Al, %Pb, %Ge, %Fe...) [35.36.37.38], et de la composition du substrat (%P, %Si, %Ti...) [27] et de la température du bain de zinc.

VII. Procédé d'électrozingage

VII.1. Bases fondamentaux de l'électrodéposition

1) À propos du Zinc

Élément essentiel à la vie, le zinc est naturellement présent dans l'eau, l'air et la croûte terrestre. Recyclable indéfiniment, il contribue au développement durable, ce qui lui confère une place particulière au regard des autres métaux [6].

Préconisé pour la protection du fer en raison de ses propriétés sacrificielles, le zinc est devenu, depuis le milieu des années 1970, la protection anticorrosion n° 1 des aciers doux ou faiblement alliés. Ainsi, en prolongeant leur tenue en service, il contribue non seulement à pérenniser les investissements, mais aussi à préserver les ressources de minerais de fer et d'énergie [6].

➤ Propriétés physiques et chimiques

Les principales propriétés physiques et chimiques du zinc sont consignées dans le (Tableau VI) [6].

Tableau VI. Principales propriétés physiques et chimiques du zinc[6].

Symbole chimique	Zn
Numéro atomique	30
Groupe, période, bloc	12, 4, d
Configuration électronique	[Ar]3d ¹⁰ 4s ²
Masse atomique	65.37 g.mol ⁻¹
Masse volumique (à 25°C)	7133 kg.m ⁻³
Structure cristalline	Hexagonal c/a = 1.856
Electronégativité	1.65 (Echelle de Pauling)
Etats d'oxydation	0, II
Potentiel standard/ ESH	-0.76 V
Température de fusion	419°C
Température d'ébullition	907°C
Résistivité électrique (20°C)	5.96μΩ .cm
Conductivité thermique (solide 18°C)	113 W.m ⁻¹ .K ⁻¹

➤ Propriétés chimiques et électrochimiques

Le zinc présente une réactivité importante en milieu aqueux comme l'indique le diagramme potentiel-pH du système Zn-H₂O à 25 °C (**Figure 8**) sur lequel apparaissent les domaines d'immunité, de corrosion et de passivation. Selon ce diagramme, le zinc ne présente aucun domaine de stabilité commun avec celui de l'eau. Il s'oxyde donc avec un dégagement de dihydrogène dans les solutions acides ou fortement basiques désaérées sous la forme d'ions divalents : Zn²⁺ en milieux acides et en milieux fortement alcalins. Aux pH neutre ou faiblement basiques, l'oxydation du zinc conduit à la formation d'hydroxyde. L'introduction d'ions carbonate dans le système a pour effet d'élargir le domaine de passivation vers les pH légèrement acides, suite à la formation d'hydroxycarbonate de zinc [6].

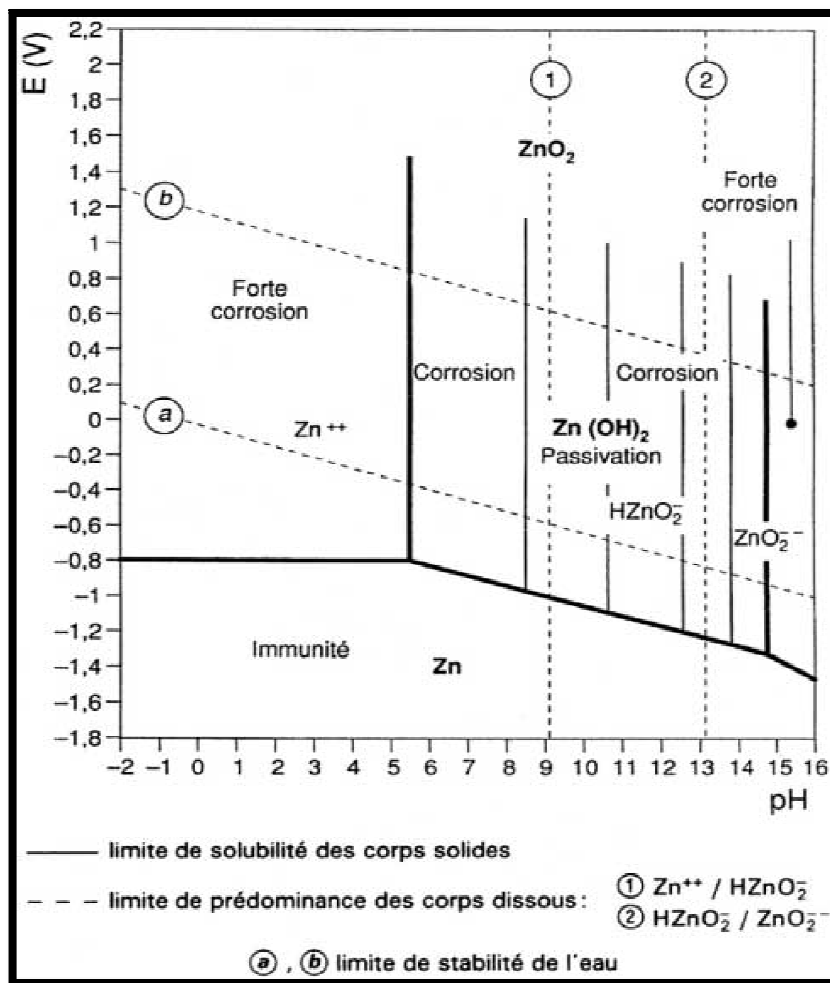


Figure 8. Diagramme d'équilibre potentiel-pH à 25 °C du système zinc-eau (d'après M. Pourbaix) [6].

La position du zinc dans l'échelle des potentiels standard d'électrodes justifie son utilisation en qualité de revêtement protecteur, à caractère sacrificiel, des pièces en aciers au carbone ou faiblement alliés : $E^{\circ} (\text{Zn}^{2+}/\text{Zn}) = -0,76 \text{ V/ESH}$, $E^{\circ} (\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}) = -0,44 \text{ V/ESH}$. Le comportement du revêtement de zinc en atmosphères naturelles est fonction de l'agressivité du milieu (rural, marin, urbain ou industriel) et en

particulier de la présence ou non de certains polluants. Le zinc métallique et son oxyde sont amphotères. Leur solubilité dépend fortement du pH.

Le zinc forme avec de nombreux agents chimiques des composés de solubilité variable (sulfates, chlorures et carbonates) qui jouent un rôle privilégié dans la corrosion du zinc. L'ion zincique (Zn^{2+}) a un rayon ionique de 0,74 Å (échelle de Pauling) et un nombre d'hydratation de 16. Sa configuration électronique lui confère la propriété de former des complexes tétraédriques en solution, principalement avec l'ammoniac dissous et les ions hydroxyle, halogénure, tartrate, cyanure...

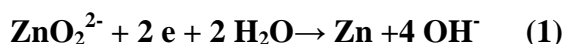
➤ Réactions électrochimiques

Le domaine du diagramme correspondant à la stabilité de $Zn(OH)_2$ est appelé pour cette raison domaine de passivation thermodynamique du zinc. Les domaines correspondants à la stabilité des formes oxydées dissoutes, c'est-à-dire non protectrices, sont appelés domaines de corrosion. Le domaine de stabilité du zinc : « Zn » correspond à l'immunité du métal [6].

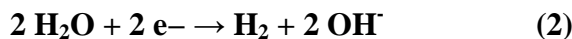
Dans le réacteur de l'électrozingage il vient de considérer :

Les réactions cathodiques

- Réduction des ions métalliques

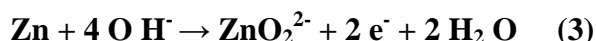


- Réduction du solvant (eau)

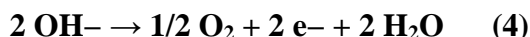


— Les réactions anodiques : selon la nature de l'anode (zinc et/ou acier)

- Oxydation du zinc



- Oxydation du solvant (eau)



VII.2. Loi d'électrodéposition

1. Définition de l'électrodéposition

L'électrodéposition est une méthode qui permet soit de recouvrir un objet d'une couche métallique, soit de purifier des métaux.

La technique du revêtement métallique consiste à traiter des surfaces couvrant les métaux de base peu coûteux et largement disponibles avec des couches de différents métaux plaqués adhérents ayant des propriétés supérieures aux matériaux de base.

2. Principe de l'électrodéposition

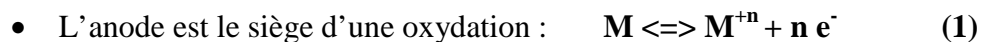
- Du point de vu de la physique, c'est l'électrodéposition d'un métal sur une surface pour améliorer ses propriétés, cela permet d'obtenir grande dureté, une plus longue durée de vie, ou les deux [39].
- Le processus peut se résumer en un transfert des ions métalliques depuis l'anode vers la cathode dans un milieu liquide qu'on appelle électrolyte, ce dernier est composé fondamentalement par des sels métalliques et légèrement acidulés.
- La déposition des ions métalliques sur la surface préparée pour les recevoir s'effectue en suivant fidèlement les détails qui forment cette surface, les molécules s'unissant en perdant leurs charges positives et adhérant fortement entre elles, formant ainsi une surface métallique, avec les propriétés correspondantes au métal qui la compose [39].

3. Principe de l'électrolyse

On peut résumer la procédure de la façon suivante :

La cellule électrochimique comporte nécessairement deux électrodes immergés dans un électrolyte bien défini tel que la matière à décomposer ou à transférer est dissoute dans un solvant approprié, ou fondue de sorte que ses ions constitutifs soient disponibles dans l'électrolyte [39].

Une différence de potentiel électrique suffisamment élevée est appliquée entre les deux électrodes, tel que l'électrode reliée au pôle (+) du générateur est le siège de réactions d'oxydation selon la réaction chimique (1), cette électrode appelée anode et l'électrode reliée au pôle (-) du générateur est le siège de la réaction de réduction selon la réaction chimique (2), cette électrode est appelée cathode telles que ces réactions ont lieu exclusivement à l'interface, donc entre la surface de l'électrode et l'électrolyte :



La figure suivante représente la disposition d'une cellule électrolytique :

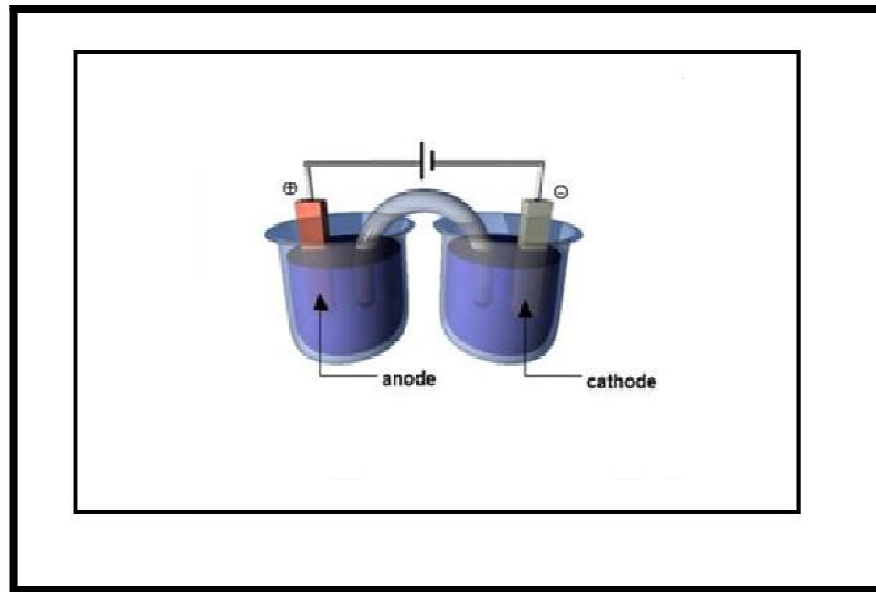
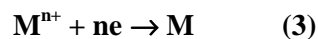


Figure 9. Représentation d'un système électrolytique [39].

Le métal à déposer se trouve sous forme d'ions hydratés en solution aqueuse ou sous forme d'une anode soluble (ou les deux à la fois) :

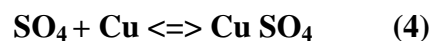
a. Cas des ions métalliques en solution

Les cations M^{n+} dissous dans la solution électrolytique sont attirés par le pôle négatif (cathode) et captent les électrons arrivant à la surface de la cathode par le circuit extérieur pour être réduits en métal M qui se dépose sur la cathode selon la réaction de réduction (3) [40].



b. Emploi d'une anode soluble

Electrolysons par exemple une solution de sulfate de cuivre avec une anode en cuivre. Le métal du sulfate se dépose sur la cathode. A l'anode SO_4 se combine au cuivre constituant l'électrolyte suivant la réaction (4) :



Le sulfate de cuivre ainsi régénéré se dissout dans le bain. On remarque enfin que la cathode se recouvre d'une couche de cuivre, et que l'anode est rongé d'une quantité à celle qui est déposée et que la masse de sel en solution, reste constante.

Le seul effet du courant est donc pratiquement de transporter le cuivre de l'anode sur la cathode [39].

4. Migration des ions

Dans l'électrolyte les ions chargés positivement vont être attirés par l'électrode négative, et les ions chargés négativement par l'électrode positive. En arrivant au contact des électrodes, ces ions perdront leurs charges par combinaison électronique, car

l'équilibre attractif sera rompu et les ions déchargés seront mis en liberté (dépôt, précipitation). En même temps qu'ils perdent leurs charges, ces ions neutralisent celles des électrodes pour maintenir la différence de potentiel entre les deux électrodes constantes [40].

5. Pouvoir de pénétration

On appelle pouvoir de pénétration d'un bain l'aptitude de celui-ci à déposer électrolytiquement autant de métal dans les régions de la cathode éloignée de l'anode que dans les régions qui en sont rapprochées.

- Le pouvoir de pénétration augmente avec la conductivité de la solution.
- Il est beaucoup plus grand pour les bains cyanurés que pour les bains de sels normaux [40].

6. Lois de Faraday

Michael Faraday a établi la relation entre la masse du dépôt formé à la cathode avec la quantité d'électricité passée :

$$m = (1/F) \cdot (M/n) \cdot q$$

- m : la masse déposée à l'électrode.
- M : la masse molaire du métal.
- F : le nombre de Faraday : étant la quantité d'électricité contenue dans une mole d'électrons.
- n : le nombre des électrons mis en jeu par chaque ion (la valence).
- q : la quantité de l'électricité passée dans la solution [40].

VII.3. Procédé de zingage électrolytique

1. Principe et objectif du zingage électrolytique

Dans le procédé de zingage électrolytique, un revêtement de zinc est précipité sur la surface d'une pièce soigneusement préparée, au moyen d'un courant direct. L'épaisseur du revêtement de zinc est généralement comprise entre 5µm et 25µm. Ce procédé est utilisé sur des pièces relativement petites, produites en grande série, telles que vis, boulons, crochets, etc. Les tôles et fils d'acier peuvent également être électrozingués en continu, et l'épaisseur du revêtement de zinc est comprise dans ce cas entre 2,5 et 7,5µm.

Les revêtements de zinc appliqués de façon électrolytique reçoivent souvent une passivation au chrome pour améliorer la protection anticorrosion [5].

2. Normalisation

Le zingage électrolytique est spécifié par les normes NF EN 1403, NF EN 10152 et NF EN 12329 (ex NF A 91-102).

NF EN 1403 : Protection des métaux contre la corrosion - Revêtements électrolytiques - Méthodes de prescription générales.

NF EN 12329 : Protection contre la corrosion des métaux - Revêtements électrolytiques de zinc avec traitement complémentaire du fer ou acier.

NF EN 10152 : Protection plats en acier, laminés à froid, revêtus de zinc par voie électrolytique - Conditions techniques de livraison.

3. Procédé industriel

➤ Les composants des différents bains de zingage

A l'exception des aciers de décolletage pouvant présenter des risques de piqûres, nous pouvons affirmer sans trop de risques que tous les aciers peuvent être plongés dans un bain de zingage [41].

En fait, il serait plus correct de mettre le mot zingage au pluriel dans la mesure où nous dénombrerons successivement des bains :

- De zinc alcalin avec une haute, une moyenne ou une basse teneur en cyanure,
- De zinc acide au chlorure d'ammonium ou au chlorure de potassium,
- De zinc alcalin sans cyanure.
- Dont nous détaillons dans les tableaux suivants :

Tableau VII. Les bains de zinc alcalin avec différents teneurs en cyanure [41].

Formule du bain	Zinc standard	Zinc moyen cyanure	Zinc bas cyanure
Oxyde de zinc (g/l)	42	25	10
Cyanure de sodium (g/l)	92	40	16
Soude caustique (g/l)	28	55	70
Brillanteur	Suivant fournisseur	Suivant fournisseur	Suivant fournisseur
Composition analytique			
Zinc (g/l)	34	20	8
Cyanure total (g/l)	92	40	16
Soude caustique (g/l)	70	80	80
Composition d'utilisation			
Température (°C)	18-30	18-30	18-25
ddc cathodique (A/cm ²)	1-4	1-4	1-3
ddc anodique (A/cm ²)	1-3	1-3	1-3
Anode	Zinc	Zinc	Zinc
Agitation	Conseillée	Conseillée	Conseillée
Filtration	Conseillée	Conseillée	Conseillée

Tableau VIII. Les bains de zinc acide au chlorure d'ammonium [41].

Formule de bain	Bain mort
Chlorure de zinc (g/l)	73
Chlorure d'ammonium (g/l)	156
Brillanteur	Suivant fournisseur
Formule analytique	
Zinc (g/l)	35
Chlorure total (g/l)	140
Condition d'utilisation	
Température (°C)	15-30
pH	4.5-5.8
ddc cathodique (A/dm ²)	0.5-6
Rendement cathodique (%)	95
ddc anodique (A/dm ²)	1-2.5
Agitation	Agitation cathodique
Filtration	Obligatoire

Tableau IX. Les bains de zinc acide au chlorure de potassium [41].

Formule du bain	Bain mort
Chlorure de zinc (g/l)	73
Chlorure de potassium (g/l)	214
Acide borique (g/l)	25
Brillanteur	Suivant fournisseur
Formule analytique	
Zinc (g/l)	35
Chlorure total (g/l)	140
Conditions d'utilisation	
Température (°C)	20-35
pH	5-5.8
ddc cathodique (A/dm ²)	1-5
Rendement cathodique (%)	95
ddc anodique (A/dm ²)	1-2.5
Agitation	Agitation cathodique
Filtration	Obligatoire

Tableau X. Les bains de zinc alcalin sans cyanure [41].

Formule de bain	Bain mort
Oxyde de zinc (g/l)	15
Soude caustique (g/l)	150
Brillanteur	Suivant fournisseur
Formule analytique	
Zinc (g/l)	12
Soude caustique (g/l)	150
Conditions d'utilisation	
Température (°C)	20-30
ddc cathodique (A/dm ²)	2-4
ddc anodique (A/dm ²)	1-3
Anodes	Zinc +fer
Agitation	Par air
Filtration	Conseillée

➤ **Paramètres de l'électrolyse**

1- La densité de courant

Tout d'abord précisons que les contacts électriques doivent être d'une propreté absolue car des salissures pourraient être la cause de problèmes de mauvais passage de courant et donc engendre les hétérogénéités au niveau de l'épaisseur.

Il est important de souligner que l'épaisseur est gérée par l'intensité ; cette dernière, exprimée en A est en relation avec la densité de courant (ddc, en A/dm²) et la surface (en dm²) par l'équation suivante :

$$I (A) = ddc (A/dm^2) \times S (dm^2)$$

La densité de courant n'est pas sans effet sur le dépôt lui-même : plus elle est importante, plus la structure est fine. Par ailleurs, elle conditionne la vitesse du dépôt et son aspect [42].

2- La température

Il existe une forte interdépendance entre la température et la densité de courant, la première étant à l'origine du second. Son élévation augmente les vitesses des réactions électrochimiques : c'est ainsi qu'un nickelage à froid qui admet une densité de courant de 2 A/dm² peut tolérer jusqu'à 5 A/dm² lorsque la température est de 60°C. De plus, elle est responsable de solutions plus concentrées et peut modifier la vitesse de dépôt [42].

3- L'agitation

L'agitation augmente, elle aussi, la densité de courant. Son action est particulièrement bénéfique dans la mesure où elle favorise le départ des bulles de gaz et, par là, évite la formation de piqûres éventuelles. Il faut dissocier deux sortes d'agitation : celle provenant des pièces ou celle émanant de l'électrolyte qui peut être due à de l'air ou à la circulation du bain [38].

➤ **Contrôle et analyse des bains**

Comme pour les bains de nickelage, les méthodes modernes d'analyse permettent d'effectuer rapidement et avec précision le contrôle analytique des bains de zingage. Les éléments à titrer sont relativement réduits, en l'occurrence :

- Le zinc métal ;
- Le cyanure total ;
- La soude ;
- Le carbonate (éventuellement).

Liste de réactifs nécessaires pour ces titrages :

- Ammoniaque pure.
- Pastilles-tampons Merck.
- Complexon III N/10.
- Nitrate d'argent N/10.
- Solution de soude à 20%.
- Solution d'iodure de potassium à 10%.
- Solution de cyanure de sodium (ou potassium) à 20%.
- Indicateur carmin d'indigo.
- Acide chlorhydrique N/l.

Réactifs nécessaires au titrage du carbonate dans les bains de laiton (méthode est en tous points identique)

Mode opératoire

Prélever exactement 10ml de bain et les diluer à 100ml avec de l'eau distillée. Prélever à nouveau 10 ml de cette solution et les transférer dans un erlenmeyer. Diluer à 150 ml environ et ajouter une pastille-tampon Merck. Dès qu'elle est en solution, ajouter quelques gouttes d'ammoniaque et titrer aussitôt avec le complexon III N/10 jusqu'à virage du rose au vert, via le gris. Si l'on a utilisé A ml de complexon III N/10, la teneur en zinc métal est de :

$$Ax6.54 = \text{g/l de Zn métal dans le bain.}$$

Prélever maintenant 20 ml de la solution précédemment préparée et les diluer à 100ml environ dans un erlenmeyer. Ajouter 10 ml de soude à 20% et 4 à 5 ml de solution d'iodure de potassium à 10%. Tirer avec le nitrate d'argent N/10 jusqu'au trouble permanent. Si l'on a utilisé B ml de nitrate d'argent N/10, la teneur en cyanure total est de :

$$Bx4.9 = \text{g/l de cyanure total dans le bain.}$$

Prélever enfin 10 ml de bain normal et les diluer à 150 ml environ.

Ajouter environ 10 ml de la solution de cyanure de sodium à 20% ainsi que quelques gouttes de l'indicateur carmin d'indigo. Titrer avec HCl N/l jusqu'à virage du jaune au bleu. Si l'on a utilisé C ml de solution HCl N/l, la teneur en soude est de :

Cx4.1 = g/l de soude dans le bain.

VIII. Les propriétés du revêtement de zinc

Parmi les propriétés recherchées dans une pièce galvanisée à chaud, on peut citer l'aspect, l'épaisseur et l'adhérence du film du zinc.

1-Aspect

Le revêtement doit être exempt des rugosités, picots, résidus du flux ou de cendre et des zones non revêtues. Cependant, la rugosité ou l'aspect lisse sont des notions relatives et dépendent essentiellement de l'état de surface du substrat avant traitement. En effet, par exemple l'aspect des produits semi-finis (toles et fils) est meilleur que celui des pièces galvanisées après fabrication (produits finis).

2-Epaisseur

L'épaisseur de la tole d'une pièce galvanisée à chaud influence directement sur l'épaisseur de la couche de zinc déposée. Parmi les méthodes les plus utilisées pour mesurer l'épaisseur de la couche de zinc, on a la méthode gravimétrique et la méthode magnétique.

- **La méthode gravimétrique :** cette méthode conforme à la norme ISO 1461 ; soit m_f la masse (g) de l'éprouvette galvanisée, m_0 la masse (g) finale après dézincage dans l'acide chlorhydrique et chlorure d'antimoine.
 $m_z = m_f - m_0$. La masse de zinc déposée (m_z) par unité de surface (A_s), la formule utilisée est la suivante :
 $y = m_z / A_s$ (g/m²)
avec. m_z : masse du zinc déposée (g) ;
 A_s : surface totale de la pièce (m²).
- **La méthode magnétique :** cette méthode conforme à la norme ISO 2178, fréquemment utilisée dans les industries de revêtement de surfaces. C'est une méthode de contrôle non destructive et elle convient pour un contrôle périodique de la qualité.

3-Adhérence

L'adhérence du revêtement de zinc sur les aciers conformément à la norme NF A 35-503 est contrôlée par l'essai de quadrillage. En trois endroits différents de la surface galvanisée, on trace au moyen d'une pointe à tracer en acier trempé ou au moyen d'un outil tranchant à pastille de carbure de tungstène de type analogue. Une bonne adhérence ne correspond à aucun décollement d'un seul carré du quadrillage [43].

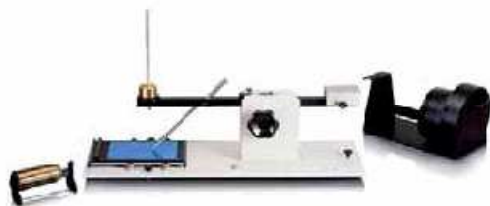


Figure 8. appareil de quadrillage[44].

IX. Contrôle des revêtements

1. Brouillard salin

Les tests de corrosion accélérée sont souvent utilisés dans le but de déterminer la résistance à la corrosion de métaux et de revêtements métalliques. Un des tests les plus utilisés est le test au brouillard salin selon la norme ASTM B-117 (Standard Practice for Operating Salt Spray Testing Apparatus). Pour l'acier galvanisé cependant, il y a une différence substantielle et systématique entre la durée de vie calculée au départ des résultats du test au brouillard salin et les performances véritables lors d'une exposition aux conditions atmosphériques. Le zinc est bien connu pour sa très bonne résistance à la corrosion. Ce qui est souvent moins bien connu est que cette propriété est le résultat de la formation d'une « patine de zinc » à la surface galvanisée exposée à l'atmosphère. Cette patine de zinc est composée d'hydroxycarbonate de zinc qui se forme par réaction du zinc avec le CO₂ de l'atmosphère dans une atmosphère humide. La patine de zinc est un couche très dense et impénétrable qui – en outre - présente une très grande stabilité chimique (peu soluble). Ce n'est que lorsque cette patine a eu l'occasion de se former que la résistance à la corrosion de l'acier galvanisé à chaud atteint son niveau maximal. Dans le test au brouillard salin, les cycles surface sèche / surface humide qui donnent naissance à la patine sont inexistantes. La surface du revêtement de galvanisation est en permanence humide et la solution saline, très agressive, attaque le zinc de manière continue. Cet environnement artificiel de laboratoire donne dès lors des indications très fautive concernant la véritable durée de vie de l'acier galvanisé à chaud. Le tableau ci-dessus repris de l'ouvrage « Corrosion Resistance of Zinc and Zinc Alloys » de Frank Porter démontre la discordance entre les consommations de zinc (g/m²) dans le test au brouillard salin et dans le cas d'une exposition atmosphérique naturelle [44].

2. Tests de corrosion

Les essais de corrosion nécessitent des temps d'exposition en atmosphère naturelle relativement longs, incompatibles avec les impératifs d'un contrôle qualité industriel. Aussi a-t-on recours aux tests de corrosion accélérée censés simuler, en un temps réduit, la dégradation du revêtement observée dans différentes conditions d'exposition naturelle. Les tests de corrosion accélérés sont nombreux. Certains sont normalisés, à l'instar du brouillard salin (NF EN ISO 9227, mars 2007), des tests cycliques (NF EN 60068-2-30, août 1999 ; NF EN ISO 11507, novembre 2001), du test de Kesternich (NF EN ISO 3231, avril 1998), d'autres font référence à des spécifications propres à un secteur industriel d'activité [45].

Tableau XI. Durée d'immersion et produits de corrosion [46].

Electrolyte contenant du CO ₂ , H ₂ O ₂ et	Durée d'immersion avant perforation de la couche de zinc (h)	Produits de corrosion	Pouvoir protecteur
NaCl	20 à 21	Zn ₅ (OH) ₈ Cl ₂ .H ₂ O	Faible
Na ₂ SO ₄ ²⁻	Au moins 90	Zn ₄ SO ₄ (OH) ₆ .5 H ₂ O	Très fort
NaCl + Na ₂ SO ₄ ²⁻	85	NaZn ₄ Cl(OH) ₆ SO ₄ .6H ₂ O	fort

3. Brunissage

Les résultats de cet essai sont essentiellement qualitatifs. La surface concernée et la durée de l'essai peuvent être recommandées (6 cm² pendant 15 s). L'outil peut être une bille d'agate montée sur un manche ou un barreau d'acier de 6 mm de diamètre avec une extrémité hémisphérique (norme NF EN ISO 2819). La pression doit être suffisante pour brunir la surface à chaque passage mais elle ne doit pas creuser le revêtement. L'apparition de cloques est une preuve de mauvaise adhérence [45].

4. Essai de choc ou de martèlement

L'essai est effectué avec un marteau ou en laissant tomber une bille d'acier de masse connue, d'une hauteur mesurée. Il est important d'assurer la reproductibilité des conditions de l'essai pour que la comparaison des résultats ait une signification véritable. L'essai avec chute de bille paraît donc plus crédible. On observe la déformation du revêtement autour du cratère formé par la bille (ou autour de l'impact du marteau). Ce type d'essai est donc assez peu adapté aux revêtements ductiles ou peu durs [45].

5. Essai de sectionnement

A l'aide d'un outil tranchant, on effectue une série de traits parallèles équidistants ou un quadrillage : la distance entre les traits est de dix fois l'épaisseur du revêtement avec un minimum de 0,4 mm. La pression exercée sur l'outil doit être suffisante pour trancher tout le revêtement jusqu'au substrat. Toute portion du revêtement qui se détache entre les traits révèle une adhérence insuffisante. L'essai de sectionnement peut être couplé à un essai d'arrachement, avec l'emploi d'un ruban adhésif collé sur le quadrillage. Ce double essai constitue un test sévère. L'essai de sectionnement s'applique difficilement aux revêtements épais [45].

6. Essai de choc thermique

L'échantillon est préchauffé à une température fixée (*Tableau I*) et maintenu à ± 10 °C de la température nominale. Au cours de ces opérations, il faut diminuer les risques d'oxydation de la surface en limitant la durée de l'essai (15 min). La pièce est ensuite trempée dans l'eau ou dans un autre liquide, à la température ambiante. Une exfoliation est la preuve de mauvaise adhérence. La présence de cloques traduit le fait que l'électrolyte est resté emprisonné dans les pores du revêtement. Pour conclure à une adhérence imparfaite, il faut pouvoir détacher le revêtement autour des cloques. L'interprétation des résultats de cet essai est délicate : il faut en effet s'assurer qu'il ne peut pas se former de composés intermétalliques fragilisant par diffusion du revêtement

dans le substrat. Dans ce cas, la rupture s'effectuant au niveau de cette mince couche, il ne faut pas conclure à une adhérence imparfaite du revêtement [45].

7. Essai d'arrachement

L'essai consiste à coller ou à souder une bande de laiton ou d'acier de 20 mm de largeur et environ 1,5 mm d'épaisseur sur une partie plane du revêtement de la pièce à tester. La direction de l'effort d'arrachement doit être normale à la surface. La reproductibilité de l'essai impose ici encore la normalisation de la bande, la vitesse d'arrachage et la direction. Il est également important de considérer les caractéristiques propres de la colle ou de la soudure utilisées (charge de rupture, coefficient de cisaillement). Une mauvaise adhérence se traduit par une rupture au niveau de l'interface revêtement-substrat [45].

X. Résistance contre la corrosion des aciers revêtus

Le but premier du revêtement par le zinc est de recouvrir l'acier d'une couche de zinc qui agira contre la corrosion. En effet, l'oxydation du zinc est lente comparativement à celle de l'acier. Il est aussi possible d'ajouter de l'aluminium au zinc. Cet ajout produit un enduit qui procure une résistance accrue contre la corrosion en plus de mieux résister à la micro fissuration et le fendillement lors du façonnage ou suite aux impacts. Mais ce produit reste néanmoins peu utilisé.

Le zinc constitue également une protection sacrificielle en cas de blessure ou de discontinuité de revêtement, grâce à l'effet de pile produit entre l'acier et le zinc. Cette protection cathodique très efficace est spécifique à la galvanisation. Les revêtements organiques (peintures) ou les autres revêtements métalliques n'offrent pas cette seconde protection.

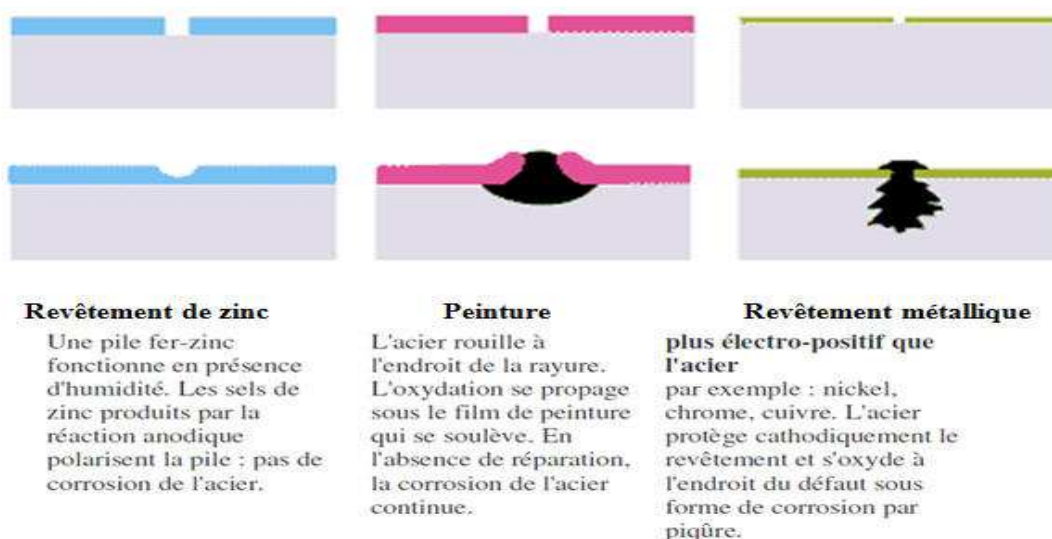


Figure 8. Comparatif du comportement aux blessures entre la galvanisation et les autres protections [33].

Chapitre III.

Procédure

expérimentale

Nous avons illustré les différentes techniques utilisées pour l'achèvement de ce travail, nous abordons dans ce chapitre les résultats de ces techniques.

I. Galvanisation

Choisir le revêtement des aciers par le zinc, c'est opter pour une bonne résistance à la corrosion. Ce revêtement des pièces galvanisées (épaisseur, structure, et aspect) varie principalement suivant la composition de l'acier, notamment sa teneur en Si et en P, qui joue un rôle important sur sa réactivité vis-à-vis du zinc liquide ; aussi suivant aux conditions de travail, le temps d'immersion dans le bain de galvanisation, la température et la composition du bain, et la vitesse d'émersion,...etc.

Nous présentons dans ce chapitre les résultats de l'étude de la croissance de l'épaisseur du revêtement de zinc en fonction de la durée d'immersion dans le bain de galvanisation et sa température des aciers déjà galvanisés au niveau des entreprises BATICIM et ANABIB en 2000. En outre, dans ce travail, on a réalisé des essais de galvanisation à chaud d'un autre acier à fin d'étudier l'effet des paramètres physiques.

A ce fait, des essais de contrôles étaient faits pour mettre en évidence l'importance de ces facteurs (température, temps, et teneur de Si).

I.1. Matériaux utilisés

A. Caractéristiques des aciers utilisés

Le choix des 4 nuances d'acier différents s'est fait pour les raisons suivantes :

- Les trois aciers A37, 20NC6, 25CD4, ont été galvanisés chez l'entreprise ANABIB ; et l'acier X42 est galvanisé au niveau de laboratoire du département métallurgie à l'école, ont des nuances différentes en se basant sur les éléments carbone et silicium mais toujours dans le domaine des aciers de construction.
- L'acier A37 à bas silicium fréquemment utilisé en galvanisation, présente un revêtement anormalement épais.
- Les aciers 20NC6, 25CD4 de construction faiblement alliés, très utilisés dans la fabrication mécanique, contiennent jusqu'à 0.4% de Si.
- L'acier X42 aussi de construction, pour la réalisation de la galvanisation au niveau de l'école ENP.

A.1. Composition chimique des aciers

La composition chimique de chacun des quatre aciers étudiés est présentée dans le tableau ci-dessous.

Tableau I. Composition chimique des aciers A37, X42, 20NC6, 25CD4.

Élément	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P
Nuance								
A37	0.087	0.055	0.223	0.038	0.060	0.007	0.007	0.021
X42	0.104	0.246	1.010	0.011	0.058	0.004	0.004	0.011
20NC6	0.197	0.360	0.740	1.550	0.975	0.031	0.030	0.035
25CD4	0.243	0.330	0.690	0.220	0.920	0.270	0.030	0.030

A.2. Caractéristiques mécaniques des aciers

Le tableau suivant représente les caractéristiques mécaniques de chacun des quatre aciers : la limite élastique, résistance à la traction, l'allongement et la dureté.

Tableau II. Caractéristiques mécaniques des aciers A37, X42, 20NC6, 25CD4.

Caractéristique Nuance	Re _{0.02} (MPa)	Rm (MPa)	A(%)	Dureté HB
A37	210	435	26	87
X42	343	476	32	145
20NC6	320	550	15	115
25CD4	390	20	22	159

A.3. Caractéristiques micrographiques des aciers

L'examen métallographique de chacun des quatre aciers a permis la mise en évidence des microstructures suivantes :

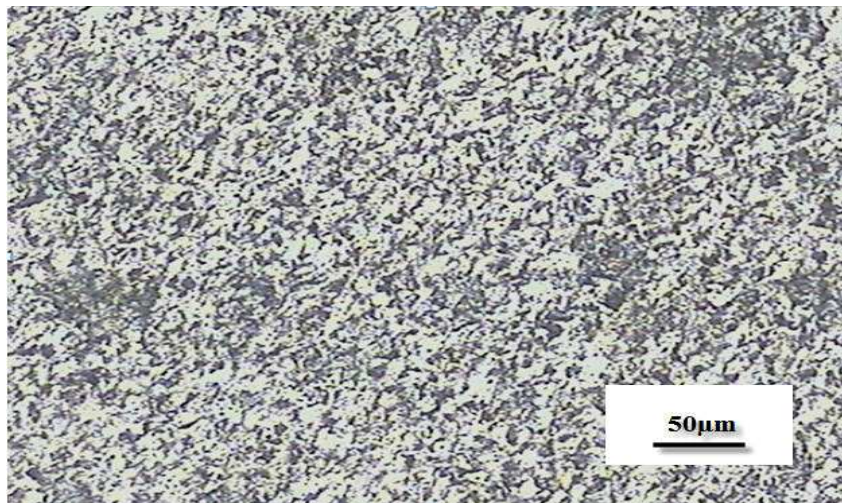


Figure 1. La microstructure de l'acier A37.

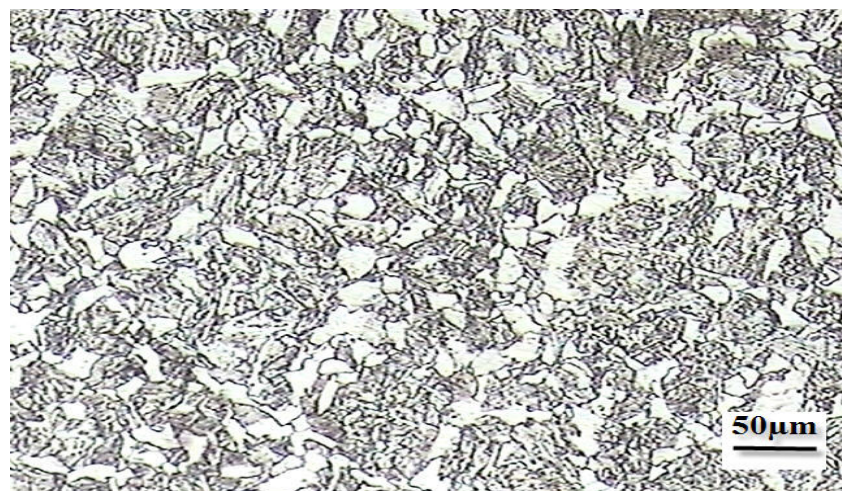


Figure 2. La microstructure de l'acier 20NC6.

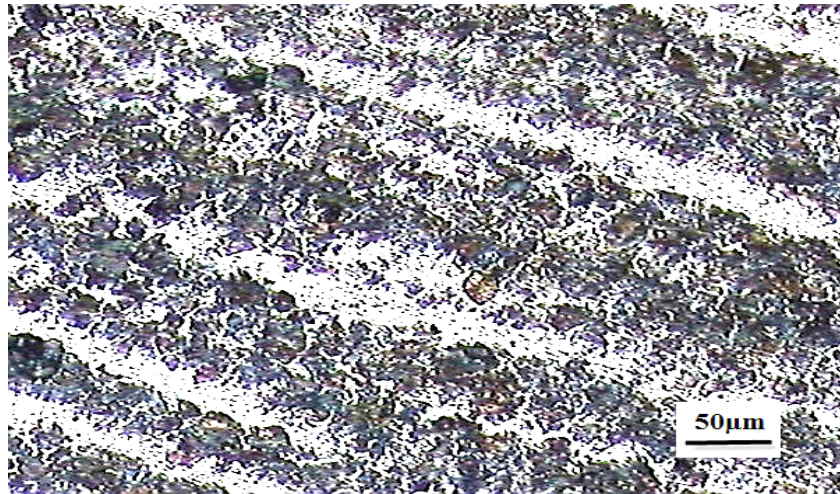


Figure 3. La microstructure de l'acier 25CD4.

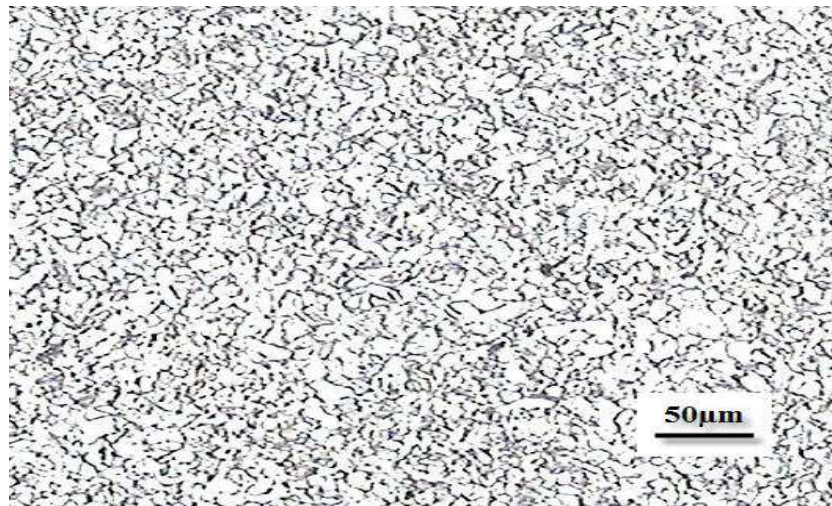


Figure 4. La microstructure de l'acier X42.

Les quatre aciers sont dans un état normalisé «recuit de normalisation» après le traitement de laminage à chaud, d'après les figures on constate que les aciers possèdent des structures ferrito-perlitiques, la perlite est de couleur noire située au niveau des joints de grains, tandis que la ferrite est de couleur blanche. À cause de sa faible teneur en carbone l'acier A37 représente une structure quasiment ferritique ; les structures des aciers 20NC6 et X42 sont semblables, des plages de ferrite et une ferrite dans les joints de la perlite (ferrite proeutectoïde). La structure de l'acier 25CD4 apparaît en bandes de ferrite et de perlite due au procédé de mise en forme (laminage).

I.2. Préparation des échantillons

Les éprouvettes étudiées des aciers A37, 20NC6, 25CD4 sont déjà découpées et déjà enrobées, c.-à-d. préparées depuis l'année 2000, et pour l'acier X42, on a découpé des échantillons des tôles d'épaisseur 4mm et de dimension (20x40) mm², on a fait deux fentes au bord de l'éprouvette pour faire l'accrochage durant l'opération de galvanisation.



Figure 5. Éprouvette galvanisée.

II. Zingage électrolytique

L'acier utilisé est l'acier de construction de nuance X42, pour la réalisation du zingage électrolytique au niveau du laboratoire de l'Ecole Nationale Polytechnique.

La composition chimique, les propriétés mécaniques et la micrographie de cet acier sont déjà mentionnées dans le paragraphe de la galvanisation.

II.1. Préparation des anodes du zinc

Pour les anodes, L'alliage de zinc provient de l'Entreprise Nationale de Réparation Navale, ERENAV à Alger, sous forme de lingots que nous avons découpés pour pouvoir les utiliser pour fabriquer des anodes adéquates à notre étude.

II.2. Préparation des échantillons

Les échantillons ont été découpés à l'aide d'une tronçonneuse, pour former des pièces rectangulaires de 20mm de longueur et de largeur de l'ordre de 10mm et 5 mm d'épaisseur. Ces échantillons sont minces, On relie l'échantillon à des fils électriques en cuivre dans les trous puis on mesure une surface de 1cm² sur l'échantillon qui constitue la cathode.

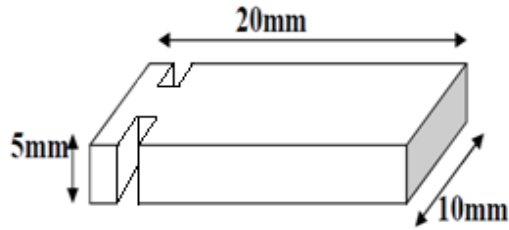


Figure 6. Dimensions des échantillons utilisés.

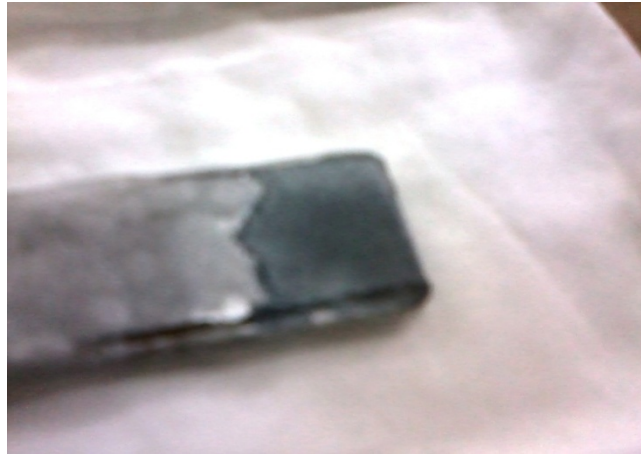


Figure 7. Échantillon zingué.

III. Techniques expérimentales

III.1. Préparation de surface

L'intérêt de la préparation de surface avant le revêtement est d'assurer son rôle, une meilleure protection contre la corrosion, et un bel aspect esthétique. Pour cela, le revêtement doit être adhérent, uniforme, suffisamment épais et exempt de défauts.

Il s'agit de la préparation de la surface de la pièce à recevoir dans les meilleures conditions le revêtement en éliminant tous les produits indésirables qui peuvent par leur présence perturber l'opération de recouvrement par le zinc. Il faut donc supprimer tous les corps étrangers qui proviennent du mode de fabrication, du transport et du stockage. Ces corps étrangers peuvent classés en deux catégories :

- les corps gras (huile-graisses) éliminés lors du dégraissage ;
- les oxydes (calamine-rouille) éliminés lors du décapage.

La surface nettoyée de tous ces corps étrangers est très réactive, elle aura tendance à se polluer rapidement au contact de l'air et de l'eau. Le fluxage dans le cas de la galvanisation, va la protéger pendant les opérations de transfert vers le bain de zinc et lors l'immersion dans le zinc liquide [préparation de surface].

Au niveau du laboratoire, la préparation de surfaces a été réalisée dans les mêmes conditions que celles utilisées dans les industries. En effet nous avons réalisé les différentes opérations (dégraissage, décapage, et fluxage,...).

➤ **Les bains de préparation de surface**

La chaîne de traitement est formée d'une série de bains en matière pyrex, le volume de chaque solution est de 100 ml.

- **Bain de dégraissage**

Le bain utilisé est un dégraissage par solution alcaline à chaud de composition chimique NaOH, plus Na_2CO_3 , chauffé à une température 70°C , pour un temps de 10 min et avec une concentration de [5g/100ml].

Il existe d'autres types de dégraissage comme celui par une solution alcaline à froid, le dégraissage par vapeurs de solvant, et le dégraissage acide.

- **Bain de rinçage après dégraissage**

Le rinçage après le dégraissage se fait dans deux bains le premier contient de l'eau chaude à 50°C , et le deuxième de l'eau froide courante, 3min pour chacun.

- **Bain de décapage**

Le bain utilisé est un décapage acide avec HCl dilué à 50% à l'ambiante, pour un temps de 15min.

Il existe aussi le décapage sulfurique avec H_2SO_4 , et le décapage avec HF (pour les fontes).

- **Bain de rinçage après décapage**

Le rinçage après le décapage se fait avec de l'eau courante.

- **Bain de fluxage**

Le bain de fluxage utilisé est constitué d'un mélange de 56% ZnCl_2 et 44% NH_4Cl , la concentration de la solution est [70g/100ml], à une température de 80°C et pour un temps d'une minute jusqu'à 2 min, le pH=4 est contrôlé par papier pH.

Ces étapes sont suivies d'un séchage à l'aide d'un séchoir pour évaporer l'eau, ensuite l'éprouvette a été mise dans une étuve à une température de 120°C , pour 20min pour ne pas avoir une trempe lors de l'immersion dans le bain de galvanisation.

III.2. Traitement de galvanisation

A. le Four de galvanisation

La galvanisation s'est faite au niveau du laboratoire du département de métallurgie à l'ENP dans un four à creuset en matière réfractaire de 2kg de poids.



Figure 8. Four de galvanisation.



Figure 9. Creuset de four de galvanisation.

B. Composition du bain de galvanisation

Le bain de galvanisation utilisé est composé de Zn, Al, et Pb. Le zinc, le plomb, et l'aluminium sont introduit sous forme morceaux de plaques à l'état pur. Le tableau suivant représente la composition du bain.

Tableau III. Composition chimique du bain de galvanisation.

Elément	Zn	Pb	Al
%	98.97	1.00	0.03
Masse (g)	989.7	10	0.30

La masse de chaque élément est prise à l'aide d'une microbalance au niveau du laboratoire de l'école avec une incertitude de précision de 0.001g.

C. Le remplissage du bain de galvanisation

Le remplissage du bain de galvanisation s'est fait de la manière suivante : On a introduit tout d'abord les plaquettes de plomb au fond du creuset, ensuite celles de l'aluminium, on a ajouté les morceaux de zinc qui doivent être en contact avec les parois du creuset, la température du bain est de 450°C.

Il faut signaler que le plomb fond à 327°C, et la température de fusion de l'aluminium est environ de 600°C, est celle du zinc est de 419°C. Au cours de la fusion le Pb a fondu le premier après c'est le Zn ; l'Al flotte à cause de sa légèreté, alors au cours de sa flottation il s'est fondu, à la fin on a obtenu un bain de galvanisation homogène.

III.3. Traitement d'électrozingage

A. Montage de l'électrolyse



Figure 10. Montage de l'électrozingage.

Le montage expérimental pour l'électrodéposition est constitué des éléments suivants :

- 1- le circuit électrique qui comprend un générateur de courant continu, d'une résistance variable et des appareils de mesures électriques (ampèremètre et voltmètre).
- 2- Un électrolyseur qui contient quatre cuves sous forme de béccher de capacité de 2l, une résistance pour le chauffage des bains.
- 3- Les électrodes : les anodes de zinc pur et les pièces métalliques qui constituent les cathodes de notre montage.

B. Préparation des bains de zingage

On a utilisé pendant cette étude deux bains, un bain de zinc alcalin et un deuxième bain acide.

Pendant la première expérience le bain de zingage utilisé est un bain de zinc alcalin sans cyanure, à base de : {Oxyde de zinc (ZnO), Soude caustique (NaOH)}

Tableau IV. Composition du bain de zinc alcalin et les conditions d'utilisation.

Formule du bain	Bain mort
Oxyde de Zinc (g/l)	15
Soude caustique (g/l)	150
Conditions d'utilisation	
Température (°C)	25
Anodes	Zinc pur
Densité de courant (A/dm ²)	3
Tension de courant (V)	3-5

L'oxyde de zinc et la soude caustique sont solides, donc ils sont pesés directement à la balance électronique qui est un appareil numérique à affichage digital.

Dans la deuxième partie, on a utilisé un bain de zinc acide à base de :

{Chlorure de Zinc($ZnCl_2$), Chlorure d'ammonium(NH_4Cl)}.

Tableau V. Composition du bain de zinc acide et les conditions d'utilisation.

Formule du bain	Bain mort
Chlorure de Zinc (g/l)	15
Chlorure d'ammonium (g/l)	150
Conditions d'utilisation	
Température (°C)	25
Anodes	Zinc pur
Densité de courant (A/dm^2)	2
Tension de courant (V)	2-4

III.4. Analyse des revêtements

III.4.1. Analyse de l'aspect

L'aspect du revêtement est contrôlé à l'œil nu, la couche de zinc doit être exempte de discontinuité et de défauts qui portent préjudice à l'utilisation du produit fini.

III.4.2. Analyse micrographique

L'étude au microscope de la structure micrographique des revêtements permet de relever le nombre de sous-couches, la structure et l'épaisseur de chaque sous-couche. Les pièces galvanisées ont été préparées dans le laboratoire comme suit :

- Découpage à l'aide d'une scie-à-métaux ;
- Enrobage à chaud et à froid ;
- Polissage aux papiers abrasifs (120 à 1200) ;
- Finition au tissu avec de l'alumine $3\mu m$;
- Nettoyage avec l'ultrason ;
- Attaque chimique au Nital (acide nitrique+alcool éthylique) 4% ;
- Observation au microscope.

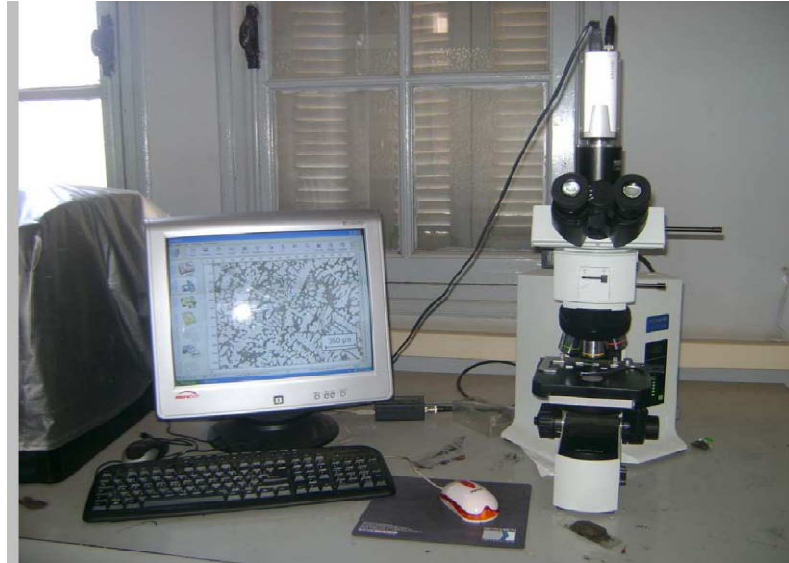


Figure 11. Microscope optique de département métallurgie.

III.4.3. Mesure de l'épaisseur de revêtement

L'épaisseur de revêtement de zinc est déterminée en utilisant le logiciel ImageJ2, en prenant plusieurs valeurs d'épaisseur de la couche de dépôt de zinc pour chaque pièce galvanisée, et faisant la moyenne.

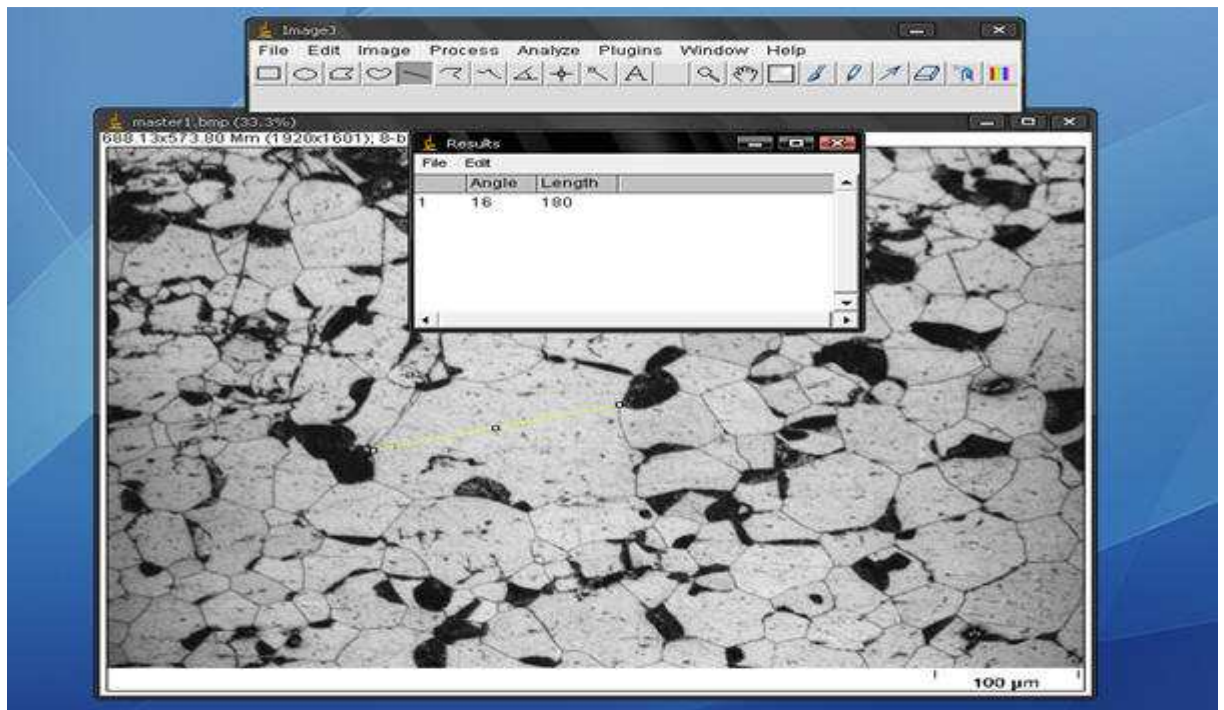


Figure 12. Le logiciel ImageJ2 utilisé.

III.4.4 Contrôle de la masse de zinc

En mesurant la masse surfacique de l'acier X42 par la méthode de la dissolution chimique au niveau du laboratoire de département de métallurgie, on a remarqué que l'épaisseur mesurée par cette méthode est similaire à celle prise par le logiciel ImageJ2. la différence peut être due à l'incertitude de travail, surtout qu'on fait les mesures de la surface sont manuelles.

➤ **Matériels utilisés**

- HCl ;
- La balance d'une précision 0.001g ;
- Un bécher de 100ml ;
- Une pince ;
- Un séchoir.

➤ **Mode opératoire**

- Peser l'échantillon galvanisé ;
- Plonger l'échantillon dans un bêcheur contenant HCl, laisser jusqu'à l'enlèvement de dépôt de zinc en dégageant de l'hydrogène, à l'exception de quelques bulles;
- Laver l'échantillon, le brossé avec de l'eau courante, l'essuyer avec un chiffon puis le sécher avec un séchoir ;
- Peser à nouveau l'échantillon.

➤ **Calcul de la masse de zinc déposée**

$$M = m/S$$

Avec :

$$m = m_1 - m_2$$

$$e = M/7.1428$$

Tel que :

- m_1 : la masse d'échantillon avec revêtement (g) ;
- m_2 : la masse d'échantillon sans revêtement (g) ;
- m : la différence des deux masses avec et sans revêtement (g) ;
- M : la masse surfacique du zinc (g/m²) ;
- S : la surface d'échantillon (cm²) ;
- e : l'épaisseur du revêtement (μm) ;
- ρ : La masse volumique du zinc (g/cm³).

III.4.5. Mesure de la dureté

Les mesures de microdureté ont été effectuées avec un Microduromètre de marque BUEHLER. Nous avons pris la dureté de revêtement du zinc. Le pénétrateur est une pyramide droite à base carrée et d'angle au sommet de 136°. Sous une charge F, la pyramide est imprimée dans l'échantillon. On mesure les diagonales « d » de l'empreinte et on calcule la valeur de la dureté Vickers à partir de la formule suivante :

$$HV = 0.1892 (F/d^2)$$

Où F est le niveau de la charge appliquée, d est le diamètre de l'empreinte et dm est la moyenne des deux diagonales de l'empreinte ; $d_m = (d_1 + d_2) / 2$.

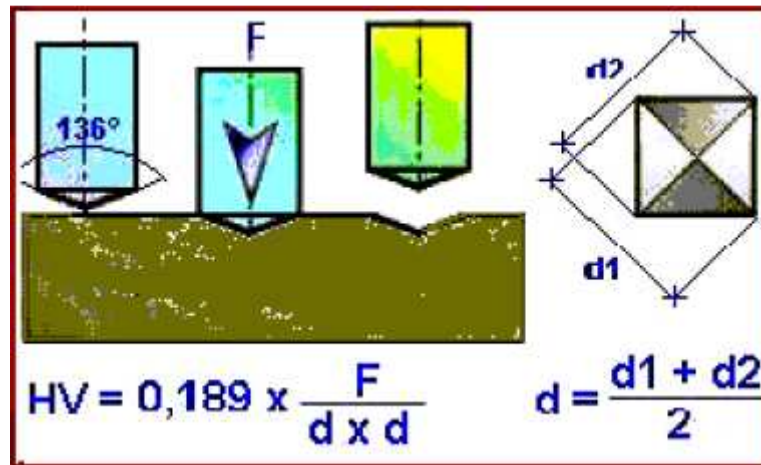


Figure 13. Principe de l'essai de dureté Vickers.

Dans notre étude, nous avons effectué un balayage le long de l'échantillon, en prenant pour chaque échantillon trois (3) valeurs, et après cela on calcule la moyenne en HV, et pour cela, on a appliqué une charge de 100gf sur Le revêtement pendant 5 à10 secondes, sans choc ou vibration.

III.4.6. Essai de corrosion en eau de mer artificielle

Un des échantillons galvanisés est pris pour l'essai de corrosion dans une eau de mer préparée au niveau de laboratoire pour des périodes différentes, pour connaître la résistance la corrosion marine tout en remarquant l'aspect de revêtement à l'œil nu après chaque essai.

On a préparé 100ml d'eau de mer contenant 5.816g de NaCl de pureté 98%, plus de 9.88ml d'eau oxygénée H₂O₂ de concentration [30.363 g/dm³].



Figure 14. Schéma de l'essai de corrosion en eau de mer artificielle.

Chapitre IV. Influence des paramètres de la galvanisation sur la qualité des revêtements de zinc

L'objectif de nos travaux est d'étudier les effets de conditions de la galvanisation sur la qualité du dépôt de zinc sur quatre aciers de construction. Les paramètres étudiés sont :

- La composition ;
- La structure ;
- La température du bain ;
- La durée d'immersion.

Nous avons étudié l'évolution de l'épaisseur, la masse surfacique, l'aspect de la couche et la dureté du revêtement de zinc, en fonction des paramètres physiques.

I. Influence du temps de séjour dans le bain de galvanisation

Nous avons procédé à des traitements de galvanisation à la température de 450 °C des aciers A37, X42, 20NC6 et 25CD4. Les durées d'immersion dans le bain de zinc pendant des durées de 2 à 6 minutes.

I.1. Analyse de la structure micrographique des revêtements

Après la préparation micrographique des échantillons pour l'observation micrographique, l'examen des photographies des différentes pièces a donné les résultats ci-dessous. Les Structures micrographiques des revêtements obtenues montrent que les revêtements sont constitués de quatre sous-couches, l'ordre de ces sous-couches partant de l'acier se présente comme suit (*Figures 1-4*) :

- Première sous-couche Gamma (Γ) ;
- Deuxième sous-couche Delta (δ) ;
- Troisième sous-couche Dzêta (ξ) ;
- Quatrième sous-couche Eta (η).

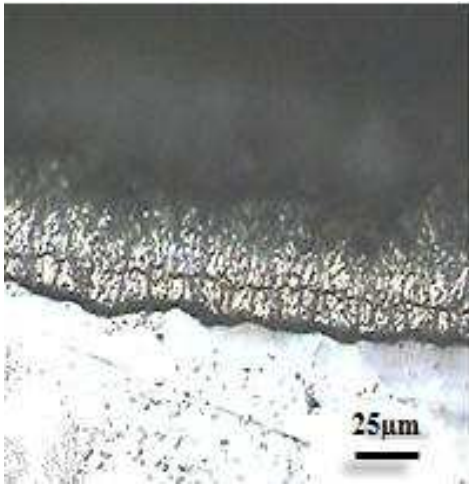


Figure 1. A

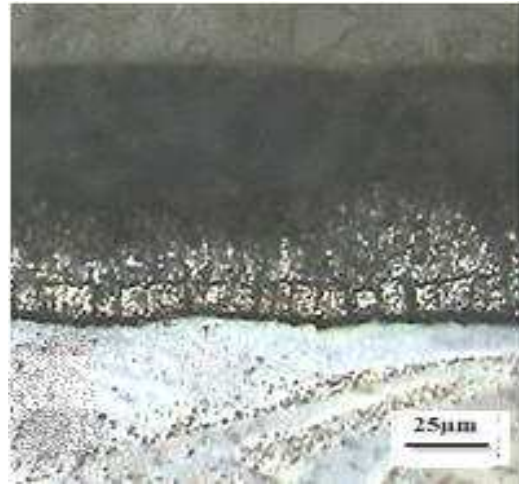


Figure 1. B

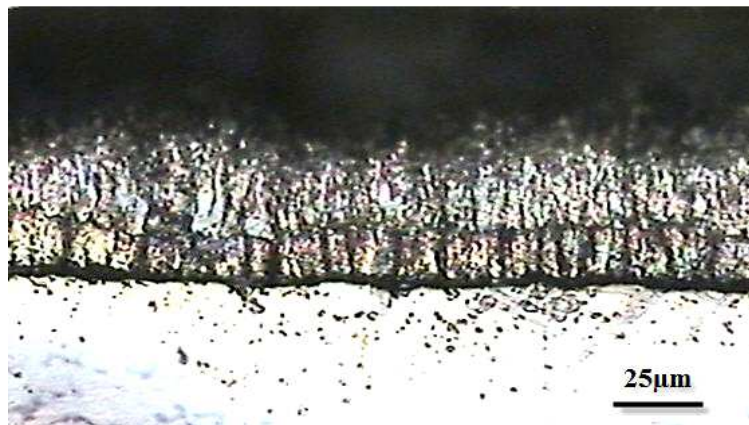


Figure 1. C

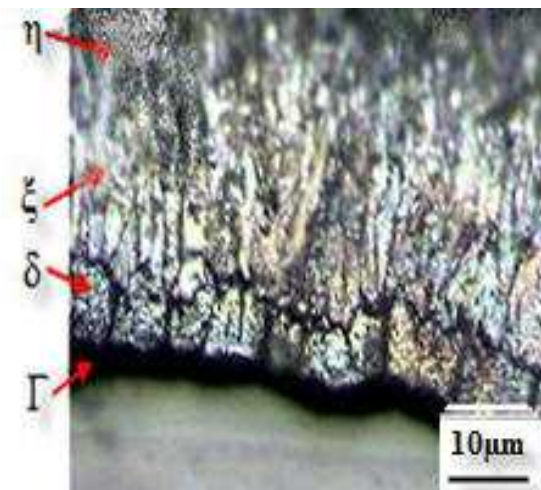


Figure 1. D

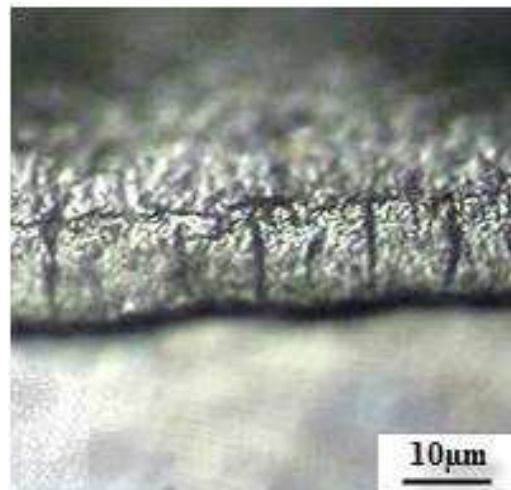


Figure 1. E

Figure 1. structure de revetement dede galvanisation de l'acier A37.

A-2min B-3min C-4min D-5min E-6min

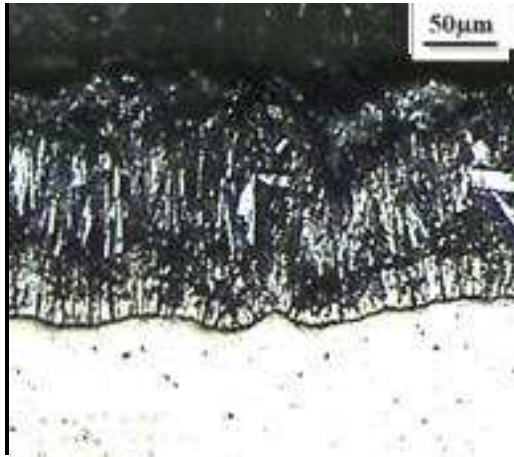


Figure 2. a

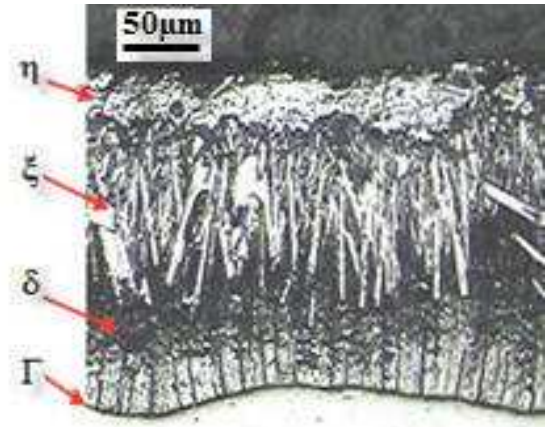


Figure 2. b

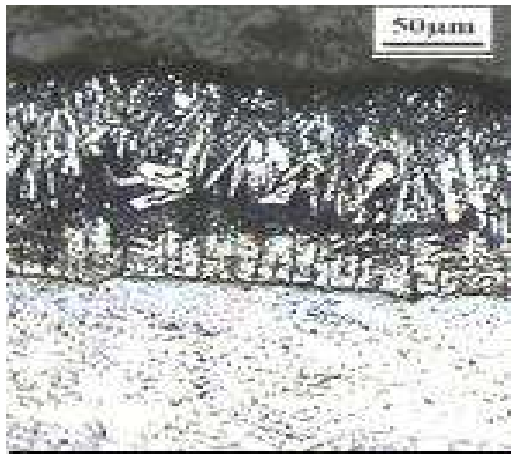


Figure 2. c

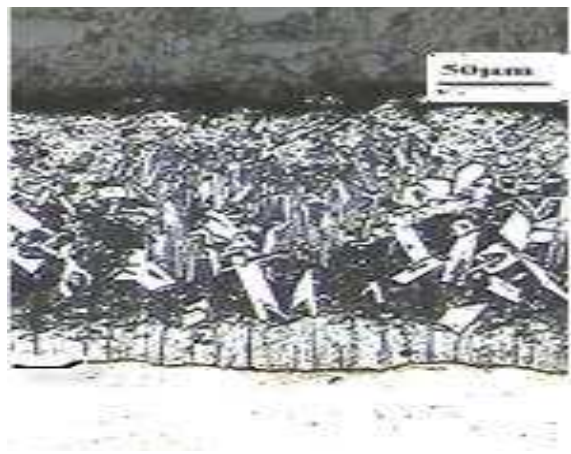


Figure 2. d

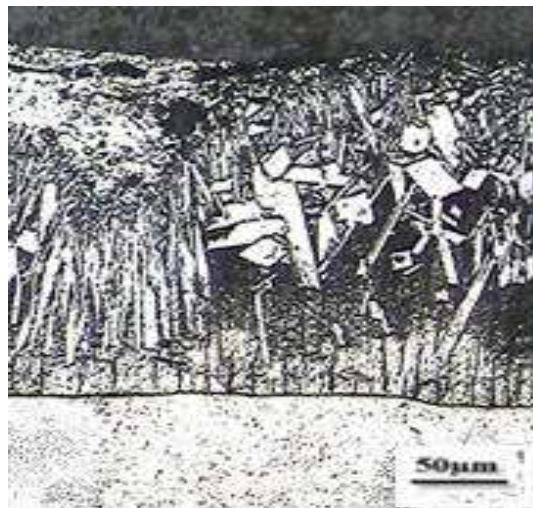


Figure 2. e

Figure 2. Structure de revêtement de galvanisation de l'acier 20NC6.

a-2min b-3min c-4min d-5min e-6min

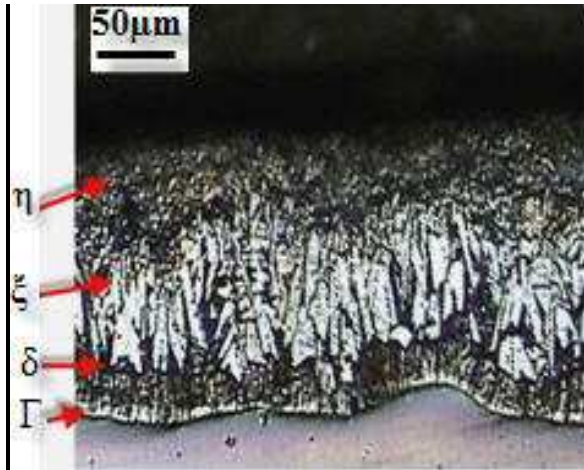


Figure 3. A

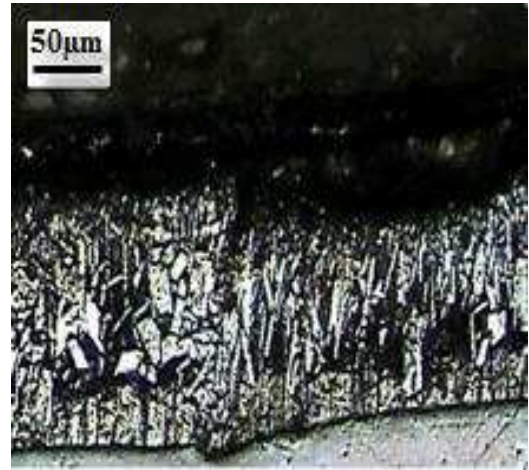


Figure 3. B



Figure 3. C

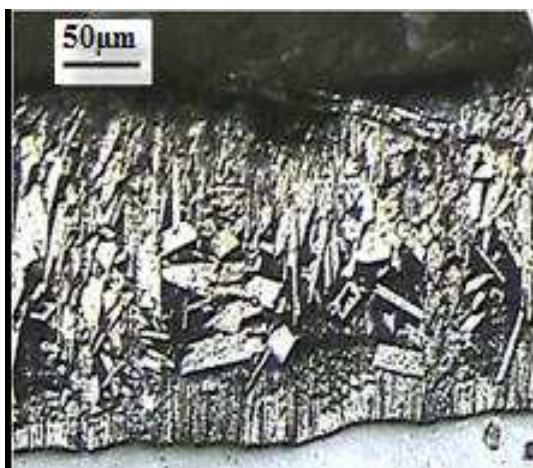


Figure 3. D

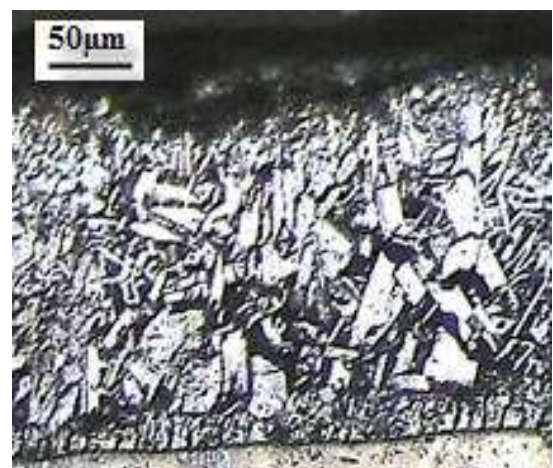


Figure 3. E

Figure 3. Structure de revêtement de galvanisation de l'acier 25CD4.

A-2min B-3min C-4min D-5min E-6min

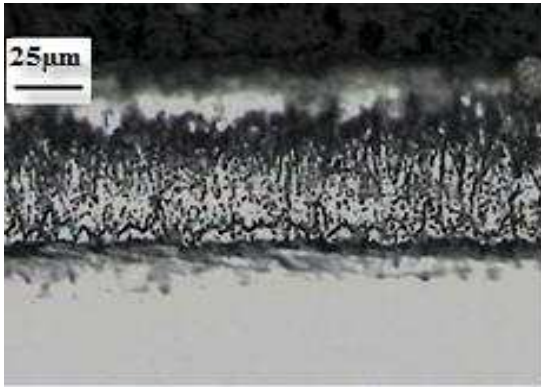


Figure 4. A



Figure 4. B

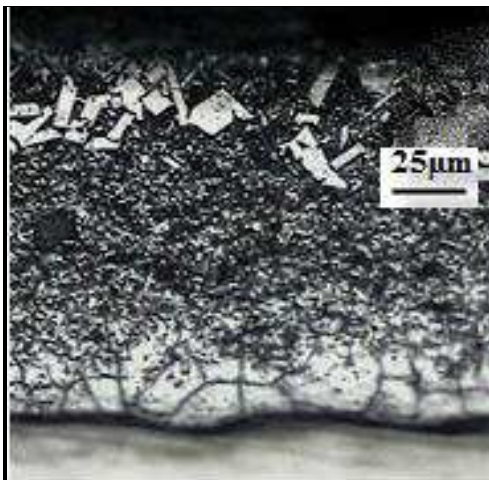


Figure 4. C

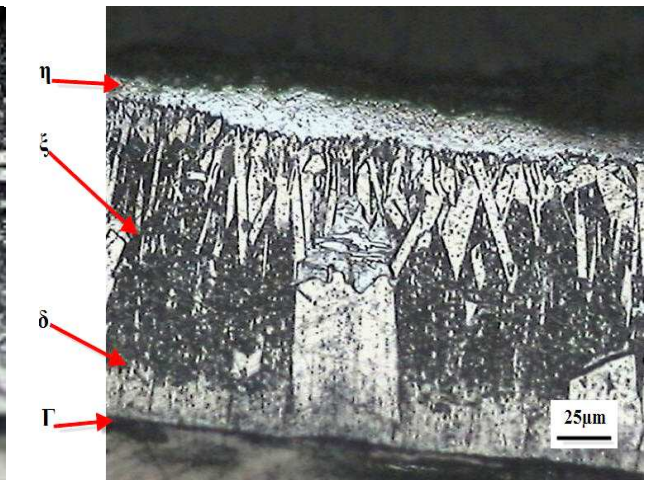


Figure 4. D

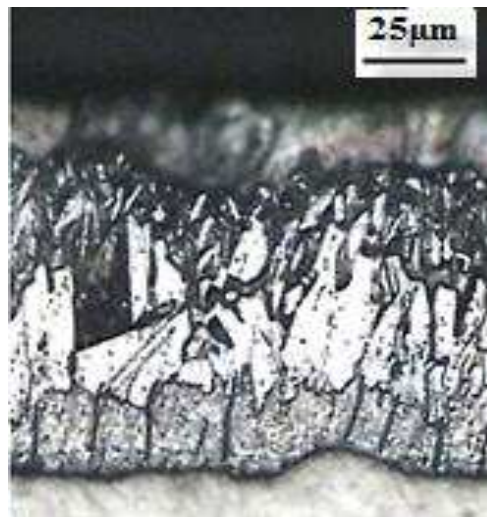


Figure 4. E

Figure 4. Structure de revêtement de galvanisation de l'acier X42.

A-2min B-3min C-4min D-5min E-6min

- **La sous-couche Γ** , relativement fine, elle apparait avec un aspect sombre et possède l'épaisseur la plus faible mais qui reste uniforme ;
- **La sous-couche δ** , présente une cristallisation grossière dirigée et perpendiculaire à l'interface de revêtement ;
- **La sous-couche ξ** , présente une cristallisation allongée et orientée perpendiculaire à l'interface de dépôt. Les cristaux ont la forme d'aiguille. Cette sous-couche est la plus épaisse des autres sous-couches ;
- **La sous-couche η** , possède une cristallisation plus fine que les sous-couches Delta et Dzêta. La structure n'est pas orientée, elle est aciculaire ; son épaisseur est légèrement inférieure à celle de la sous-couche Delta.

Pour les aciers A37 et 20NC6, on constate que l'épaisseur de la couche Delta vaut environ le tiers de l'épaisseur totale du revêtement. Par contre dans le cas de l'acier 25CD4 les limites entre les sous-couches Delta et Dzêta ne sont pas définies ce qui ne permet pas d'estimer les épaisseurs.

Pour l'acier X42, l'apparition des quatre sous-couches est claire, avec une adhérence et un état de dépôt uniforme.

I.2. Effets sur l'épaisseur

L'épaisseur du revêtement a été mesurée par deux méthodes : par microscopie quantitative (utilisation du logiciel ImageJ2). Et par méthode de dissolution chimique et pesée du dépôt. Les résultats obtenus sont :

A. Résultats de la microscopie quantitative

L'épaisseur du revêtement croit avec la durée de maintien dans le bain de zinc. Comme les durées d'immersion sont faibles, l'augmentation de l'épaisseur est relativement faible (**Figures 5-8**). La comparaison des résultats sur les quatre aciers montre que les dépôts sur l'acier A37 est le plus faible et celui réalisé sur l'acier 25CD4 est le plus épais (**Figure 9**).

Tableau I. Effet de la durée d'immersion sur les épaisseurs de revêtement sur les aciers A37, X42, 20NC6, 25CD4.

t (min)	2	3	4	5	6
A 37	75.70	81.85	83.35	85.65	92.10
20NC6	144.70	167.55	189.85	215.90	232.85
25CD4	136.75	179.05	205.75	219.43	250.15
X42	45.95	97.95	140.00	155.00	163.00

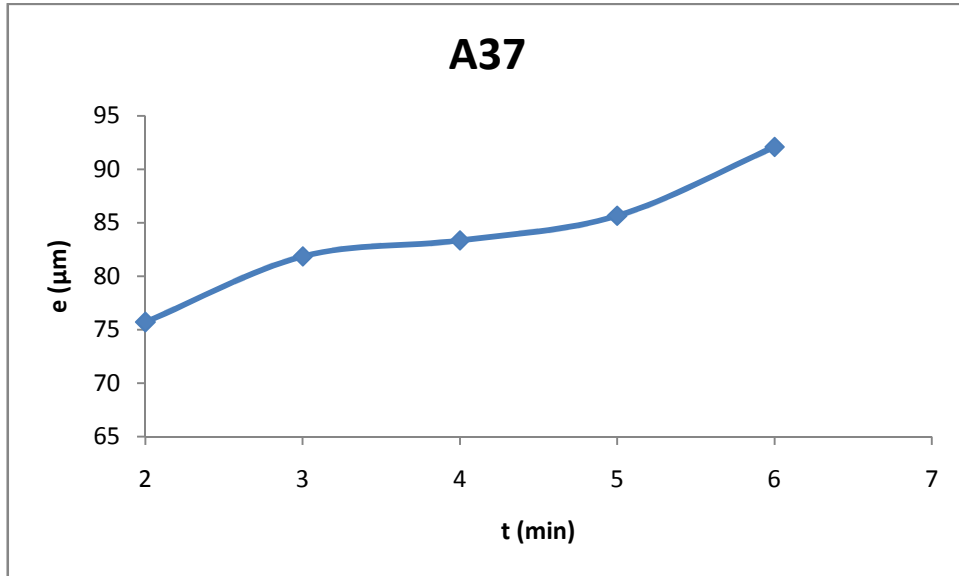


Figure 5. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier A37 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.

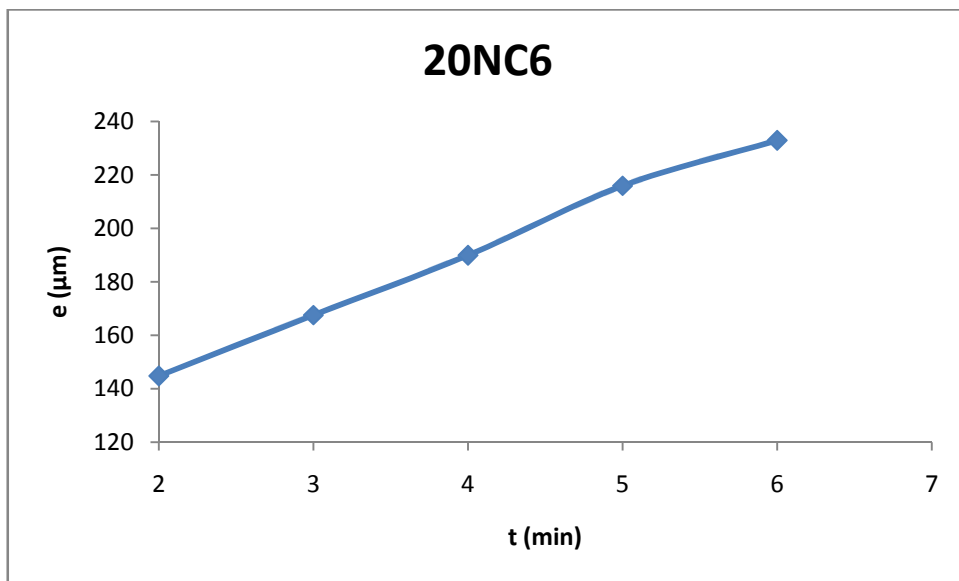


Figure 6. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier 20NC6 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.

- Les épaisseurs de l'acier 20NC6 sont relativement grandes par rapport à celles de l'acier A37, elles évoluent de manière parabolique avec la durée de séjour dans le bain de la galvanisation (**Figures 5-6**) ;
- pour l'acier 25CD4 le dépôt est relativement épais, son épaisseur augmente avec la durée d'immersion dans le bain, comme le montre La figure suivante :

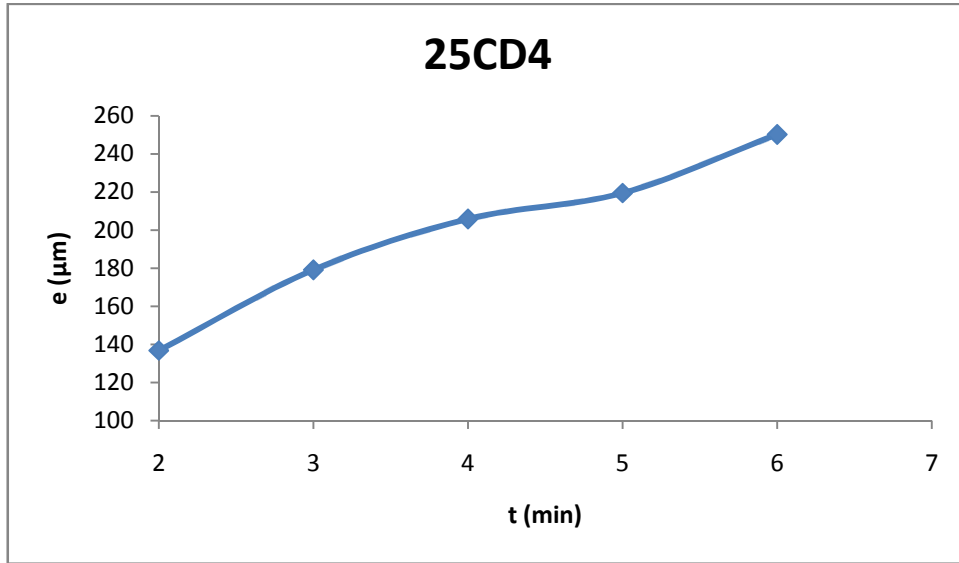


Figure 7. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier 25CD4 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.

➤ Pour l'acier X42, une augmentation des épaisseurs de revêtement avec l'augmentation du temps d'immersion dans le bain de zinc fondu (*Figure 8*), mais est toujours inférieure à celle de 25CD4.

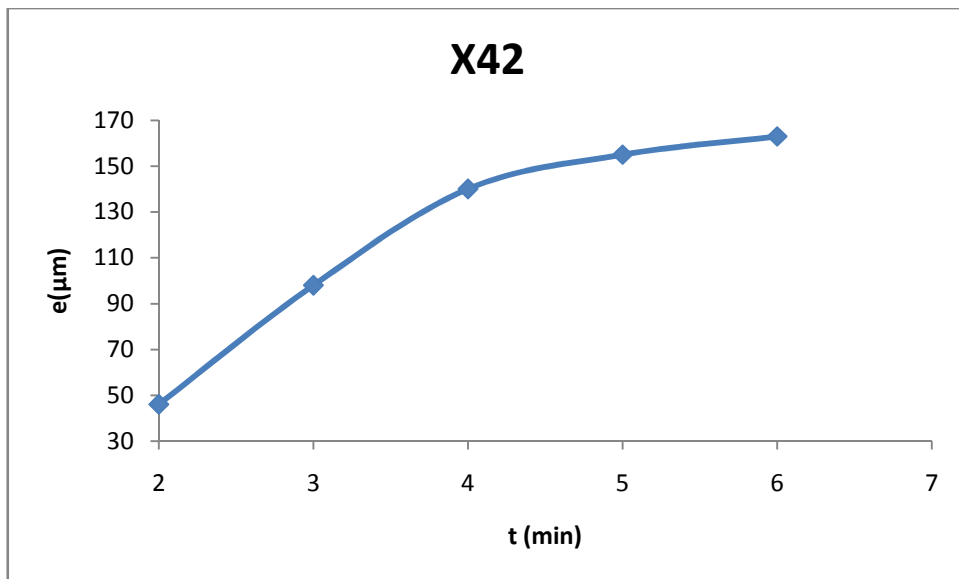


Figure 8. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.

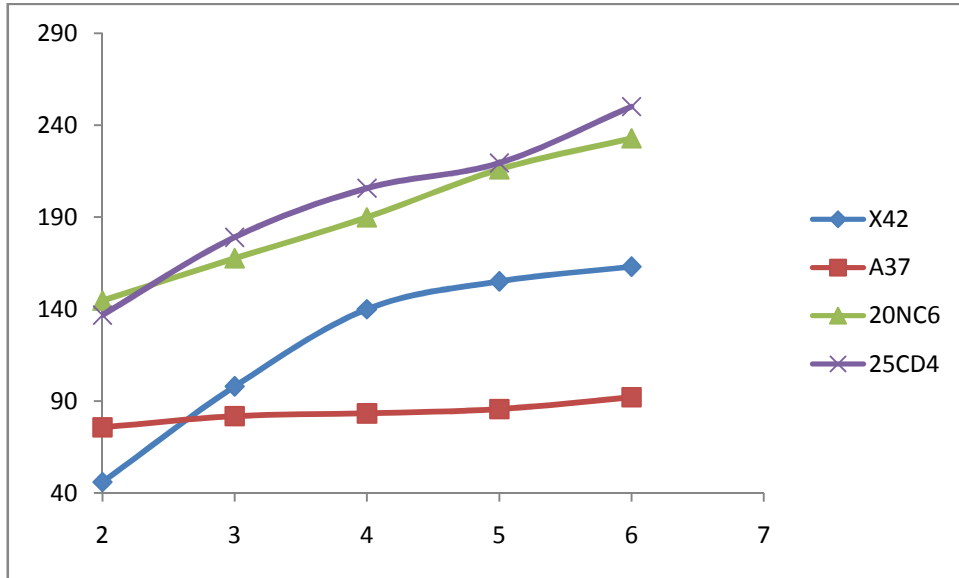


Figure 9. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur les aciers étudiés en fonction de la durée d'immersion dans le bain.

B. Par méthode de la dissolution chimique.

Les résultats obtenus par cette méthode (exposée dans le chapitre III) sont proches de ceux obtenus par microscopie quantitative. La différence est due certainement à la nature de la méthode manuelle de la dissolution chimique.

Les résultats des variations de la masse surfacique et de l'épaisseur du revêtement en fonction du temps d'immersion sont présentés dans le (**Tableau II**). Et dans les (**Figures 10-11**) pour l'acier X42.

Tableau II. Effets de la durée d'immersion sur la masse surfacique du revêtement sur l'acier X42.

t (min)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m (g)	S (cm ²)	M (g/m ²)	e (μm)
2	1.911	1.821	0.090	270	333.330	46.670
3	2.610	2.387	0.227	321	693.780	97.13
4	3.167	2.867	0.300	300	1000.000	140.600
5	2.530	2.162	0.368	330	1115.151	155.020
6	2.688	2.366	0.322	240	1570.833	187.835

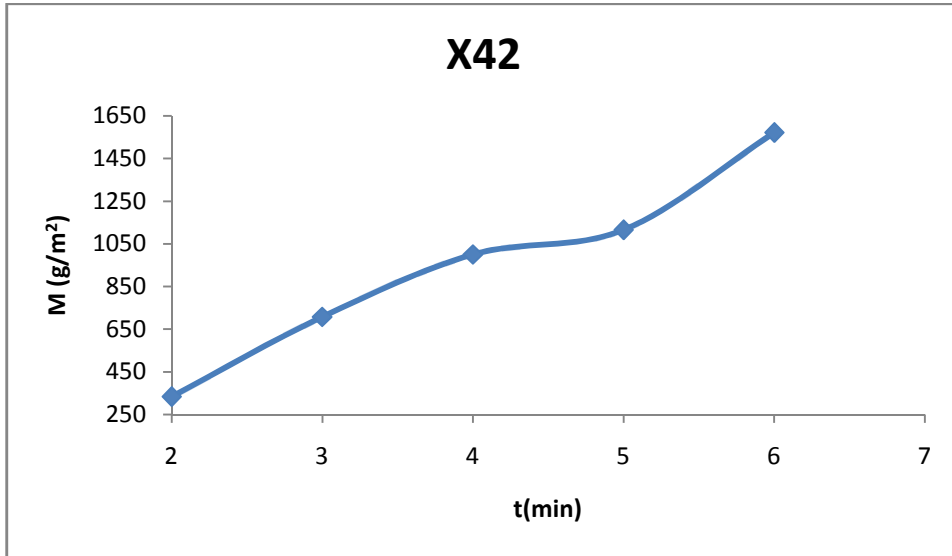


Figure 10. L'évolution de la masse surfacique de revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.

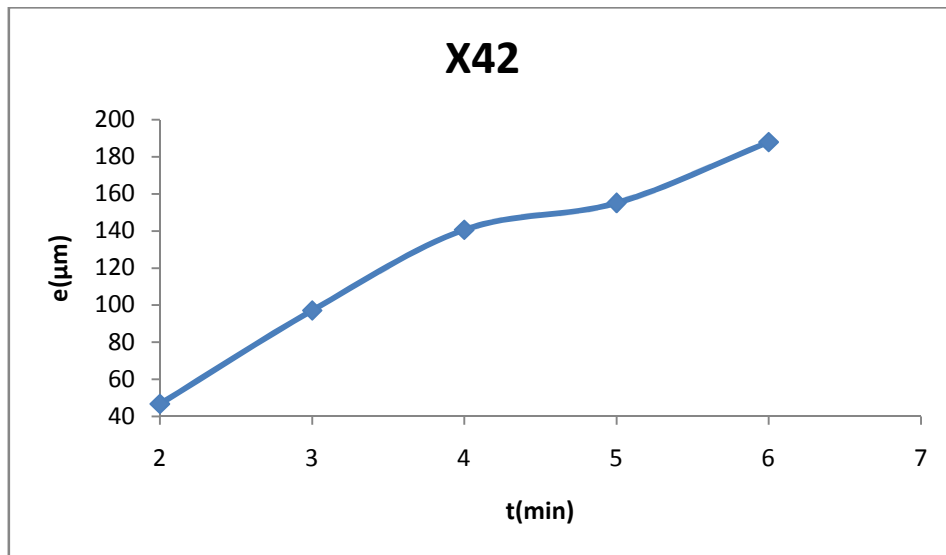


Figure 11. Evolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée d'immersion dans le bain.

Les trois aciers A37, 20NC6, 25CD4 sont déjà contrôlés par la dissolution chimique, l'évolution est parabolique et normale, l'épaisseur de dépôt de zinc sur A37 demeurait toujours inférieure à celle de l'acier 20NC6 et 25CD4.

C. Effets sur la dureté du revêtement

Des essais de dureté sont faits sur des échantillons de la nuance X42 galvanisés à des différents temps d'immersion (2, 4, 6 mn), les résultats sont présentés dans la figure suivante :

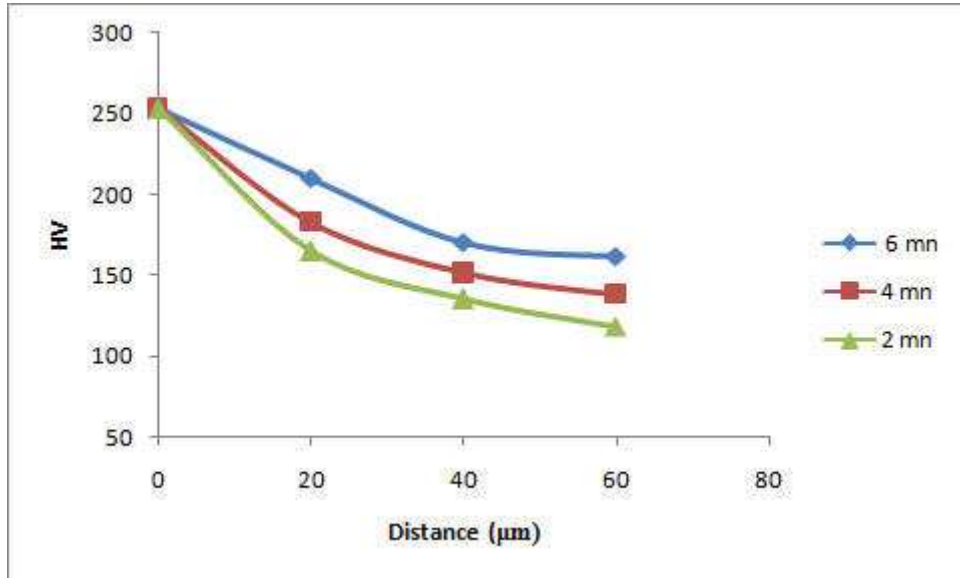


Figure 12. Effets de la durée d'immersion sur le profil de microdureté du revêtement de zinc sur acier X42.

La dureté du revêtement décroît avec la profondeur car la valeur de la dureté passe de celle d'un matériau dur (l'acier) vers un matériau moins dur (le zinc). Pour une profondeur de 60 µm la chute est importante elle atteint 50%.

La dureté augmente avec la durée d'immersion car l'épaisseur est plus importante et la distance fer- zinc plus importante.

II. Influence de la température du bain de la galvanisation

L'objectif de cette partie est d'étudier les effets de la température du bain de galvanisation sur les paramètres de la qualité du revêtement tels que :

- Epaisseur de la couche de dépôt ;
- Structure de la couche ;
- La masse surfacique du zinc ;
- L'aspect de la couche.

Le principe consiste à soumettre des éprouvettes préalablement préparées à des galvanisations à différentes températures de 430 à 460°C pendant 3min, ces éprouvettes ont subi des préparations de surface complètes. Nous avons procédé à l'écumage de la surface du bain juste avant l'introduction et juste avant la sortie des pièces du bain.

II.1. Analyse de la structure micrographique des revêtements

Les échantillons ont subi une préparation micrographique pour l'observation microscopique, l'examen des photographies des différents échantillons a donné les quatre sous-couches bien apparaitre successivement dans le sens à l'extérieur du revêtement Γ , δ , ξ , et enfin η . Et les microstructures sont présentées dans les (*Figures 13-14*).

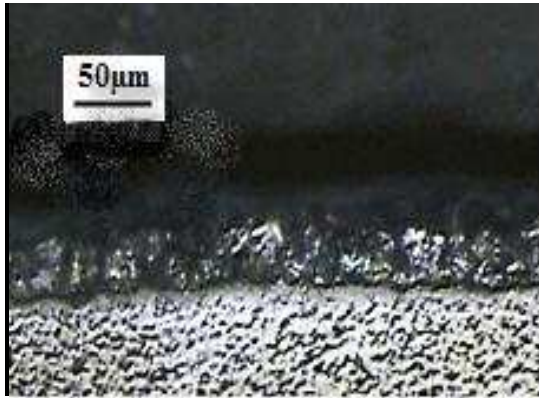


Figure 13. A

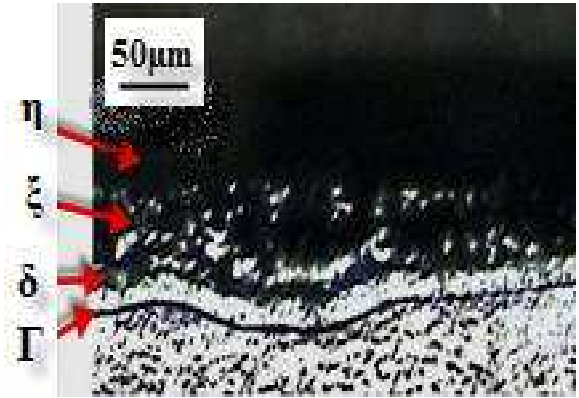


Figure 13. B

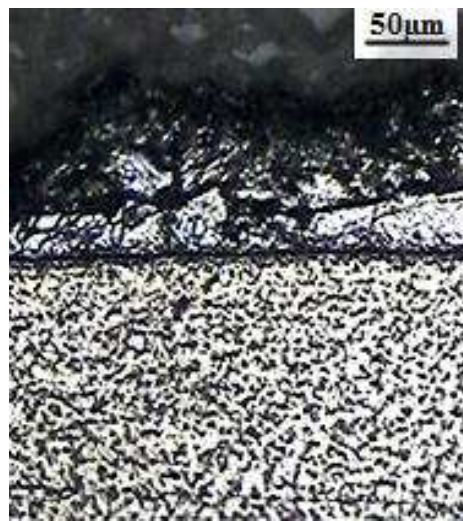


Figure 13. C

Figure 13. Structure de revêtement de l'acier A37.

A-430°C B-440°C C-460°C

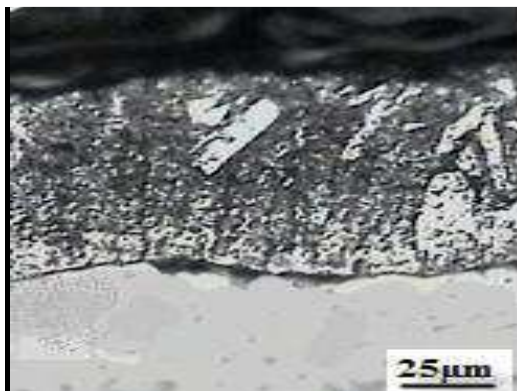


Figure 14. A

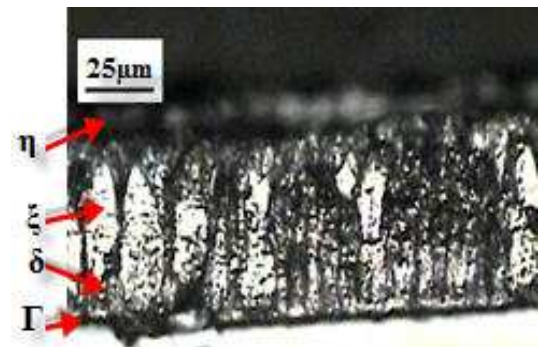


Figure 14. B

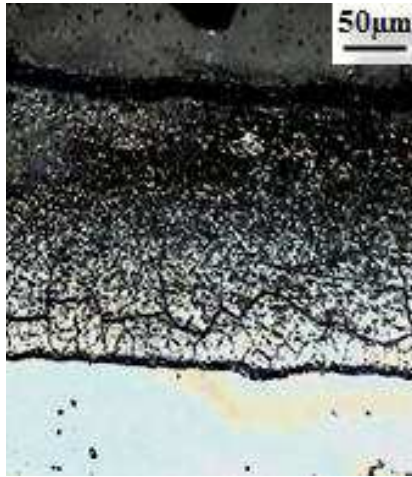


Figure 14. C

Figure 14. Structure de revêtement de l'acier X42.

A-430°C B-440°C C-460°C

On remarque le revêtement de l'acier X42 est régulier et continu, avec les quatre sous-couches ; à la température 460°C une cristallisation lente, même remarque pour l'échantillon A37.

II.2. Effets sur l'épaisseur

1) Par mesure quantitative

L'épaisseur du revêtement croît avec la température du bain de zinc. La croissance des épaisseurs de revêtement sur les aciers A37, X42 et est faible jusqu'à 440°C, ensuite elle augmente dans l'intervalle de 440 à 450°C, avant qu'elle ralentisse à partir de la température 450°C (*Figures 15, 16*). La comparaison des résultats sur les trois aciers montre que les dépôts sur l'acier A 37 est le plus faible (*Figure 17*).

Les résultats obtenus du calcul des épaisseurs par la mesure quantitative sont montés dans le tableau suivant :

Tableau III. Effets de la température du bain sur les épaisseurs du revêtement des aciers A37, X42.

T (°C)	430	440	450	460
A 37	55.83	63.33	81.85	94.05
X42	87.21	94.40	129.98	245.65

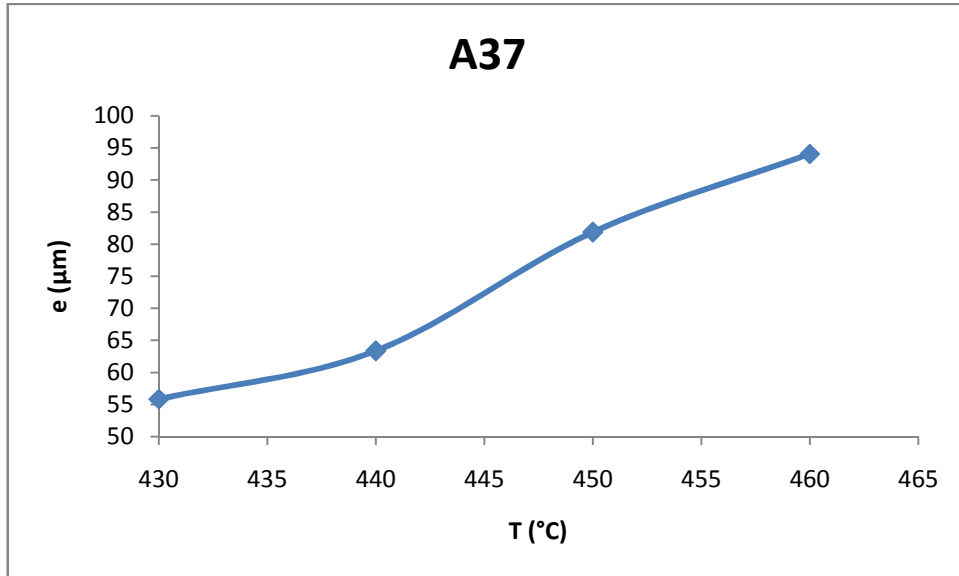


Figure 15. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier A37 en fonction de la température du bain.

- l'épaisseur du revêtement sur l'acier A37 est relativement faible, elle satisfait les conditions définies par les spécifications, cette épaisseur évolue correctement de manière paraboliquement croissant avec de la température du bain de zinc fondu.
- Pour l'acier X42, l'épaisseur augmente avec l'augmentation de la température du bain de la galvanisation, l'allure est proche d'une exponentielle que d'une parabole (**Figure 16**).

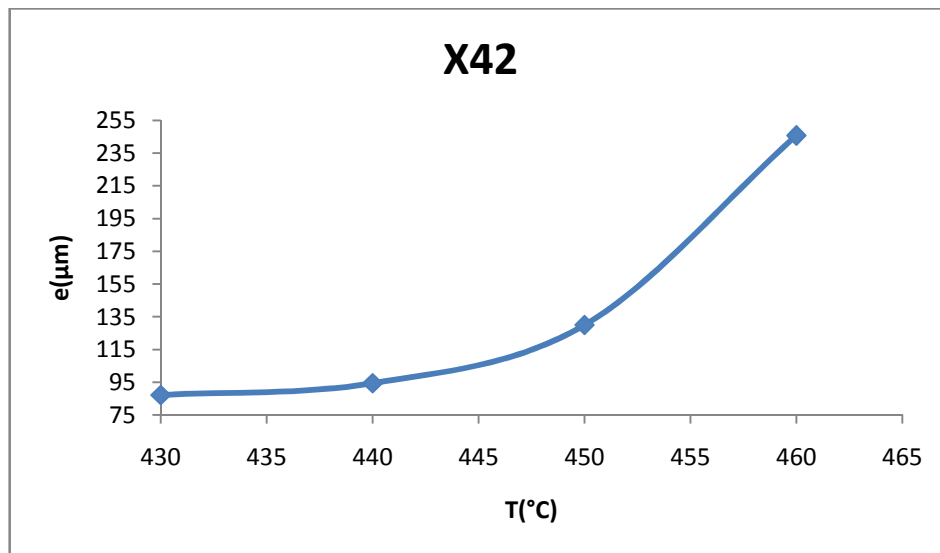


Figure 16. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier X42 en fonction de la température du bain.

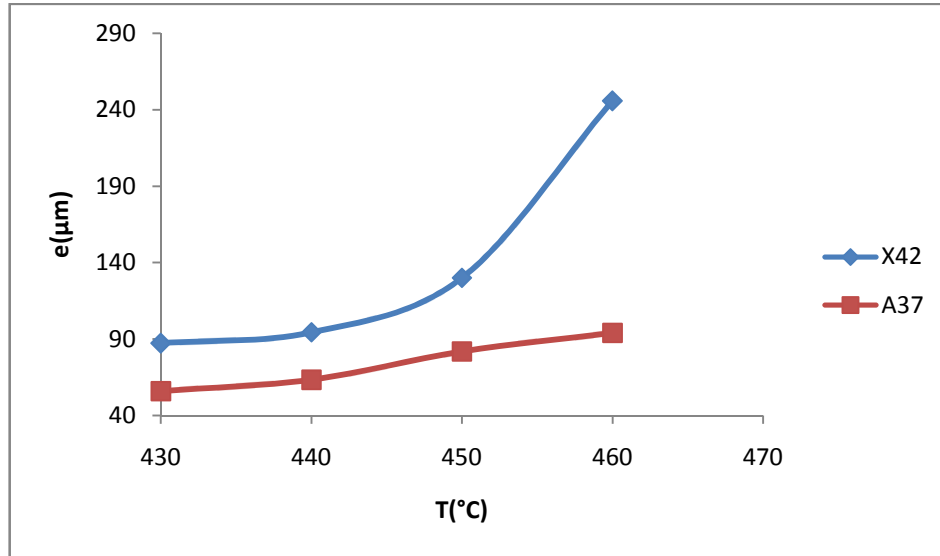


Figure 17. L'évolution des épaisseurs de revêtements sur les aciers étudiés en fonction de la température du bain.

2) Par méthode de la dissolution chimique

En mesurant la masse surfacique de l'acier X42 par la méthode de la dissolution chimique au niveau du laboratoire de département de métallurgie, on a remarqué que l'épaisseur mesurée par cette méthode est similaire à celle prise par le logiciel ImageJ2. La différence est due aux incertitudes inhérentes aux deux méthodes.

Avec la même procédure qu'on a utilisée avec les échantillons pour l'étude de l'influence du temps d'immersion, on a effectué les essais pour des échantillons de la nuance X42 galvanisés à différentes températures.

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant pour l'acier X42. Et les figures présentent la variation de la masse surfacique et l'épaisseur du revêtement toujours pour l'acier X42 en fonction de la température du bain de galvanisation.

Tableau IV. Effets de la température du bain sur la masse surfacique (acier X42).

T (°C)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m (g)	S (cm ²)	M (g/m ²)	e (µm)
430	3.619	3.388	0.231	390	580.120	82.924
440	3.059	2.845	0.214	330	648.484	90.789
450	2.679	2.383	0.296	330	899.86	125.981
460	2.179	1.778	0.401	236	1699.153	237.880

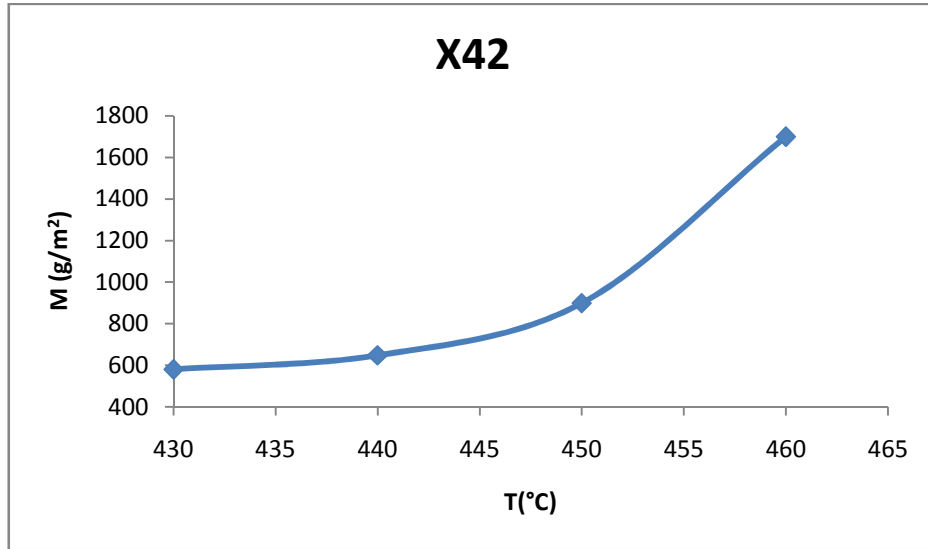


Figure 18. L'évolution de la masse surfacique du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la température du bain.

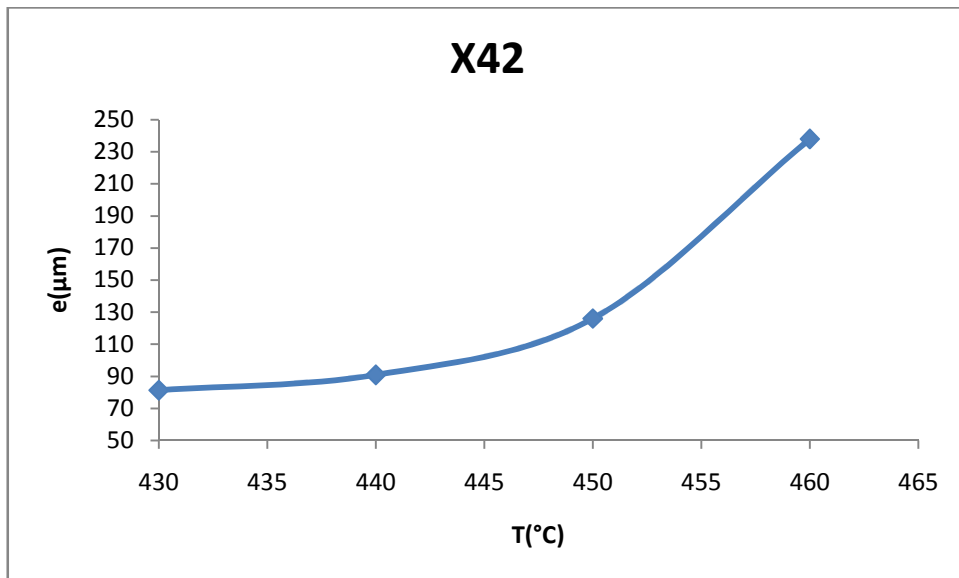


Figure 19. L'évolution de l'épaisseur de revêtement sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la température du bain.

III. Influence de taux de silicium sur l'épaisseur

Pour mettre en évidence l'effet de silicium sur la qualité de revêtement, nous avons choisi les deux aciers A37 et X42 qui ont des taux de carbone proches mais des taux de silicium différents.

- 0.055% Si dans l'acier A37 ;
- 0.246% Si dans l'acier X42.

L'effet du taux de silicium sur l'épaisseur

Les résultats obtenus dans le (*Tableau III*) montrent que l'épaisseur du revêtement croît sensiblement avec le taux de silicium, ceci est révélé par la (*Figure 17*), qui montre que pour une température du bien de 460°C, l'épaisseur sur l'acier X42 est nettement supérieur à celle sur l'acier A37. Ce résultat montre l'effet de la composition chimique du substrat sur l'épaisseur de revêtement.

IV. Essai de corrosion



Figure 20. Essai de corrosion pour 10 heures.

L'observation de dépôt qui a été soumis pendant 10h, à l'essai de corrosion montre que le revêtement a bien résisté à l'attaque (*Figure 20*).



Figure 21. Essai de corrosion pour 20 heures.



Figure 22. Essai de corrosion pour 40 heures.

Les observations sont les mêmes pour l'état de revêtement exposé en temps de 20 heures. Par contre, le revêtement soumis à la corrosion pendant 40 heures, a subi une attaque visible sous forme de corrosion localisée (*Figure 22*).

V. Interprétions des résultats

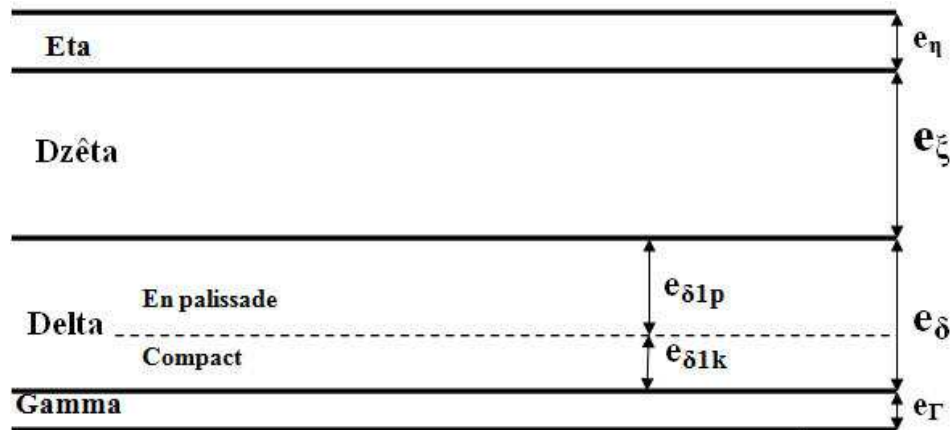
A partir de cette étude pratique, on a montré les effets des paramètres étudiés (température, temps et taux de silicium) sur le dépôt de zinc par les résultats obtenus.

V.1. la nature du revêtement

D'après les structures micrographiques obtenues à partir des aciers galvanisés, le dépôt de zinc se constitue de quatre sous-couches successives

- Première sous-couche Gamma (Γ Fe₃Zn₁₀) ;
- Deuxième sous-couche Delta (δ FeZn₁₀) ;
- Troisième sous-couche Dzêta (ξ FeZn₁₃) ;
- Quatrième sous-couche Eta (η Zn).

✚ Structure de revêtement



$$e_\delta = e_{\delta 1k} + e_{\delta 1p}$$

$$e_\Gamma < e_\eta < e_\delta < e_\xi$$

V.2. L'effet de la composition (taux de silicium)

D'après les résultats obtenus sur les aciers A37 et X42, on constate qu'une augmentation de silicium de 0.055% (A37) à 0.246% (X42) a un effet remarquable sur le dépôt.

Et d'après le classement de Sandelin l'acier A37 est un acier Sandelin ($0.045 < \%Si < 0.135$) son dépôt est caractérisé par une prise importante de zinc, et la sous-couche ξ représente 90% de l'épaisseur de revêtement, alors que l'acier X42 est un acier hyper-Sandelin ($\%Si > 0.135$), son revêtement est caractérisé par une prise de zinc très importante, et ξ représente 75% de la couche.

Aussi plus la teneur de silicium augmente dans la composition de l'acier, plus sa réactivité augmente, ce qui conduit à un revêtement épais et de couleur gris. Ceci confirme les résultats obtenus.

V.3. L'effet de la durée d'immersion dans le bain de la galvanisation

D'après les résultats des différents aciers étudiés, l'épaisseur varie de manière parabolique selon une loi de type :

$$e = k \cdot t^n$$

n: constante du temps ;

k: constante de croissance.

Il s'agit du mécanisme de la diffusion des atomes de zinc dans l'acier en formant des composés intermétalliques, ce phénomène thermique évolue dans le temps qui avec lui l'épaisseur de revêtement croit.

Les courbes de l'évolution de l'épaisseur de dépôt présentent approximativement de taux de croissance pour les aciers 20NC6 et 25CD4, celui de l'acier A37 est faible, alors que celui de l'acier X42 est moyen entre les deux (*Figure 9*).

La masse surfacique augmente avec de la durée d'immersion présentant une courbe presque linéaire.

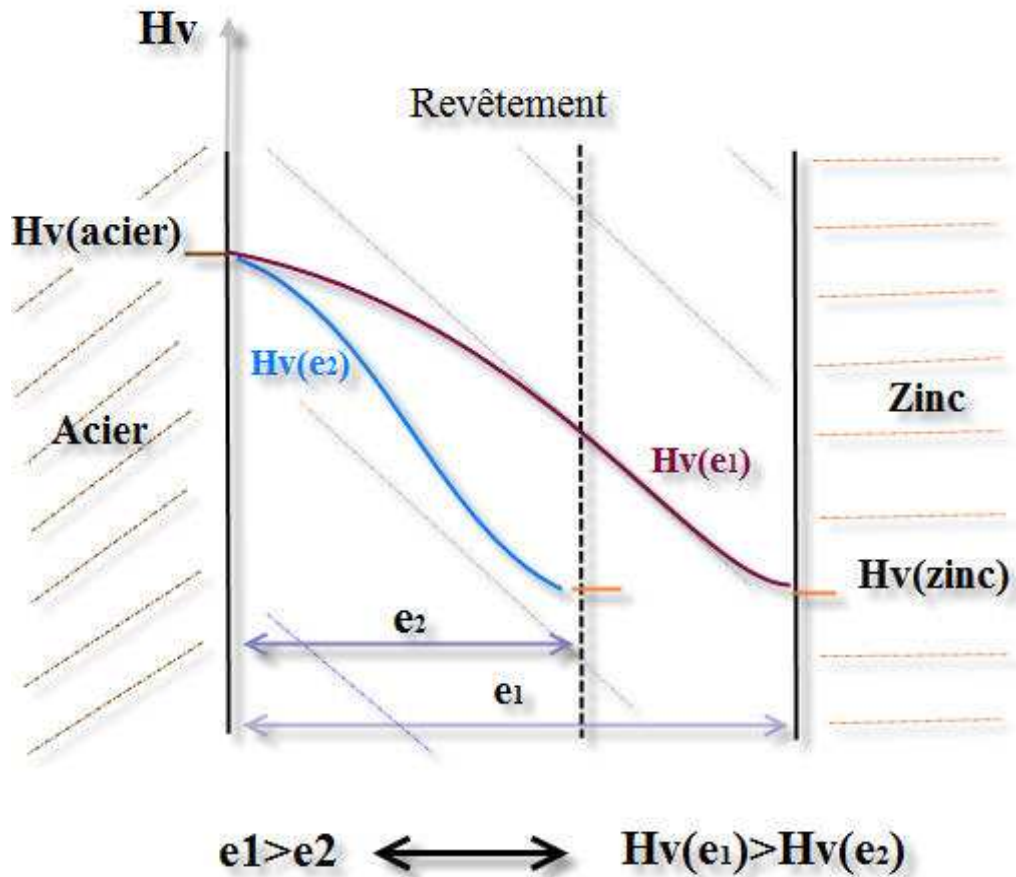
V.4. Effet de la température du bain de galvanisation

L'épaisseur de revêtement augmente avec la température du bain, cette température joue un rôle très important dans la formation des alliages intermétalliques Fe-Zn au cours de la galvanisation.

Quand la température du bain augmente, l'interface entre l'acier et le zinc fondu sera un milieu activé thermiquement, donc une diffusion importante, mais à une température supérieure à 450 °C la diffusion sera difficile, la couche δ devient une barrière de diffusion [24]

V.5. Dureté de revêtement

D'après les résultats, la dureté des revêtements croit avec l'épaisseur. Ceci est compréhensible car on passe d'un matériau dur (l'acier) à un matériau moins dur (zinc). Donc plus la distance qui sépare ces deux matériaux est grande plus la dureté est élevée pour un point donné du revêtement. Comme l'épaisseur croit avec la durée de maintien et avec la température du bain, donc la dureté croit avec ces deux paramètres. (*Figure 12*). Le schéma suivant montre l'explication :



V.6. Résistance du revêtement à la corrosion

Les résultats des essais montrent une résistance dans un milieu particulièrement corrosif du revêtement jusqu'à une exposition de 20 heures. L'attaque est du type localisée à cause de la présence des ions chlorures dans un milieu aqueux.

**Chapitre V. Influence
des conditions de
zingage électrolytique
sur la qualité des
revêtements de zinc**

Nous nous intéressons à établir les conditions pour obtenir des revêtements de zinc qui répondent, en qualité, aux normes en matière d'épaisseur, d'adhérence, de morphologie et de dureté.

Nous avons étudié l'évolution de l'épaisseur, la masse surfacique et l'aspect de la couche de zinc, en fonction de ses paramètres physiques. Les paramètres étudiés sont le temps de séjour dans l'électrolyte, la tension de courant et la nature de l'électrolyte.

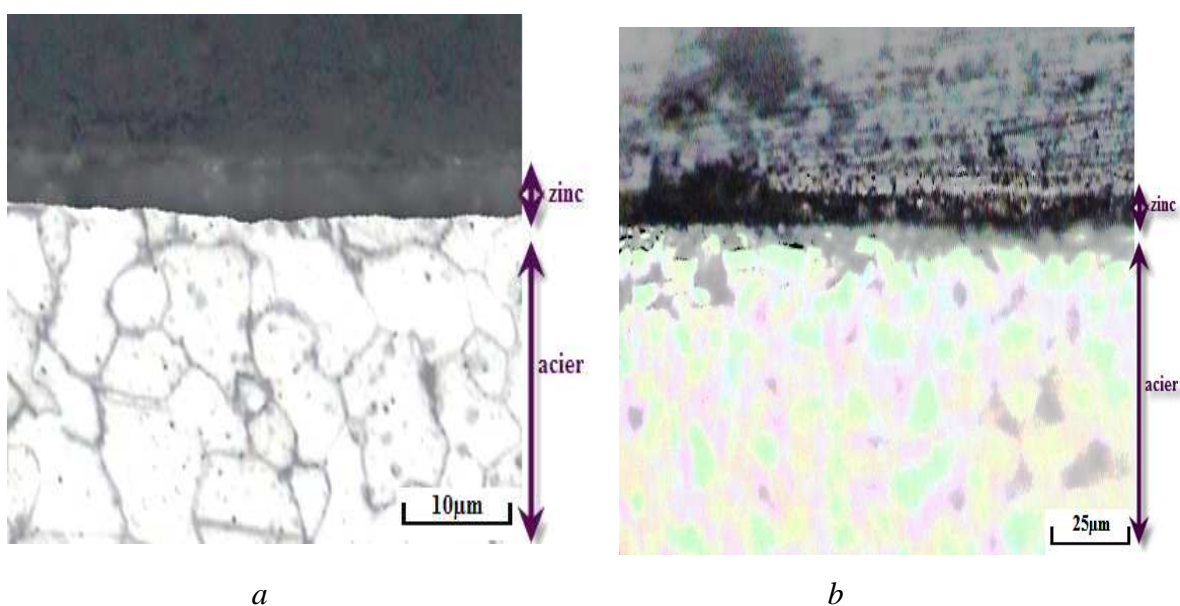
I. Influence du temps de séjour dans l'électrolyte

I.1. Le bain alcalin

La tension de courant a été fixée à 3V, et on fait les essais de revêtement de zinc sur l'acier X42 pour des durées de 5 minutes à 25 minutes.

A. Analyse de la structure micrographique des revêtements

L'examen des photographies des différentes pièces a donné les résultats ci-dessous. Les revêtements sont constitués d'une seule couche. Le dépôt ne possède pas de constitution micrographique ce qui est normal dans les procédés électrolytiques. Il présente une bonne adhérence et une porosité faible. L'épaisseur du revêtement croît avec la durée de l'opération (*Figure 1*)



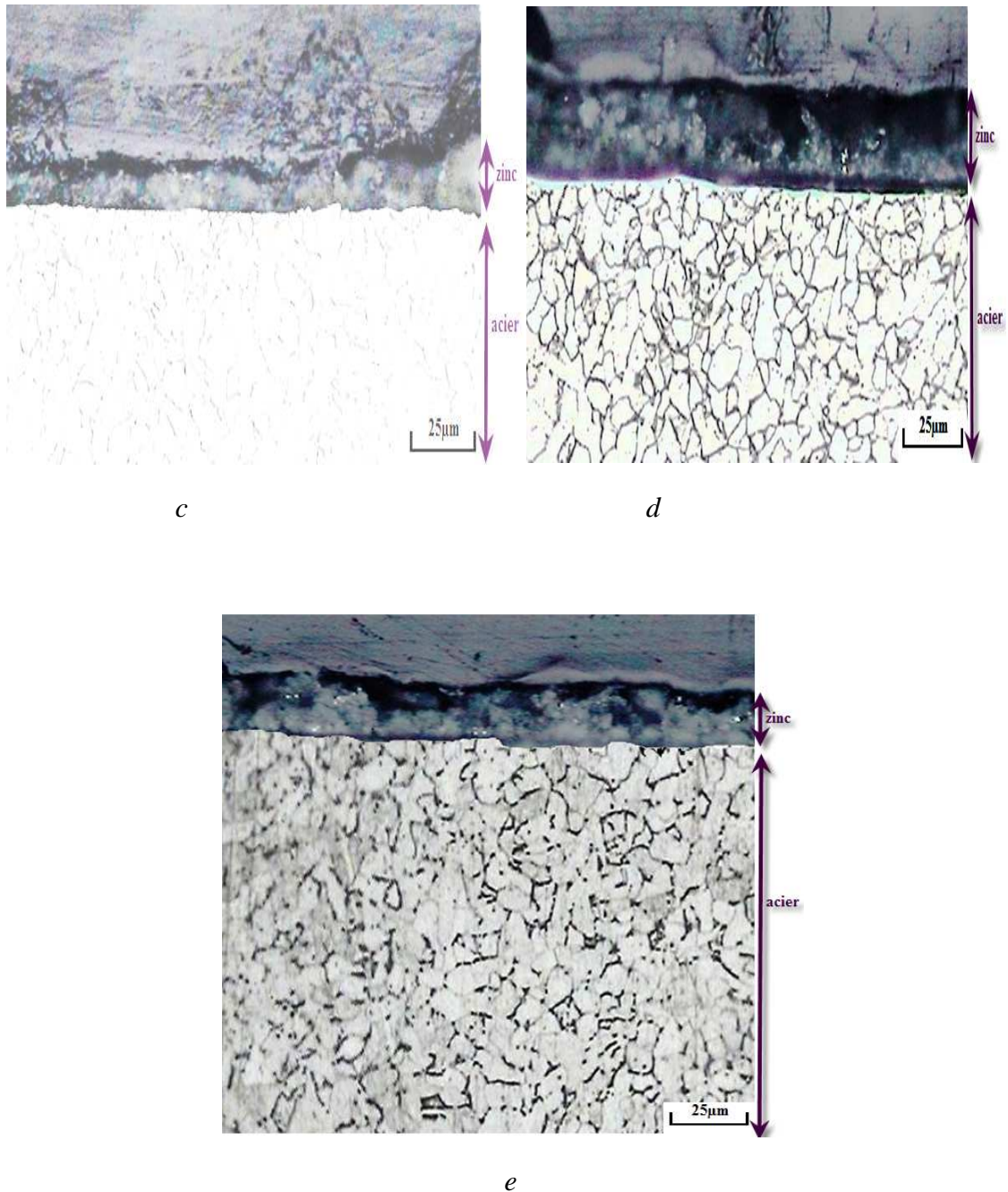


Figure 1. Effets de la durée d'électrodéposition (acier X42) selon la variation de la durée de l'immersion dans le bain alcalin.

a : 5min, b : 10min, c : 15min, d : 20min, e : 25min.

On voit que le revêtement du zinc obtenu est :

- Constitué d'une seule couche brillante ;
- La couche est uniforme ;
- Cette couche est adhérente (absence de cavité, de discontinuité à l'interface) ;
- Une couche à faible rugosité.

B. Analyse de l'épaisseur

L'épaisseur du revêtement a été mesurée par deux méthodes : méthode par analyse quantitative à l'aide d'un microscope optique et d'un logiciel (*Image J*) et méthode par dissolution chimique du revêtement.

B.1. Analyse par microscopie quantitative

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau I. Effets de la durée de séjour dans l'électrolyte alcalin sur l'épaisseur du revêtement.

	5min x3V	10min x3V	15min x3V	20min x3V	25min x3V
1	8.5	9	14	25	24
2	7.5	10	19	24	24
3		12	17	25.5	
4					
e_{moy}	8	10.35	16.65	24.85	24

Les variations de l'épaisseur de la couche de zinc avec la durée de séjour dans le bain alcalin sont illustrées par la (*Figure 1*).

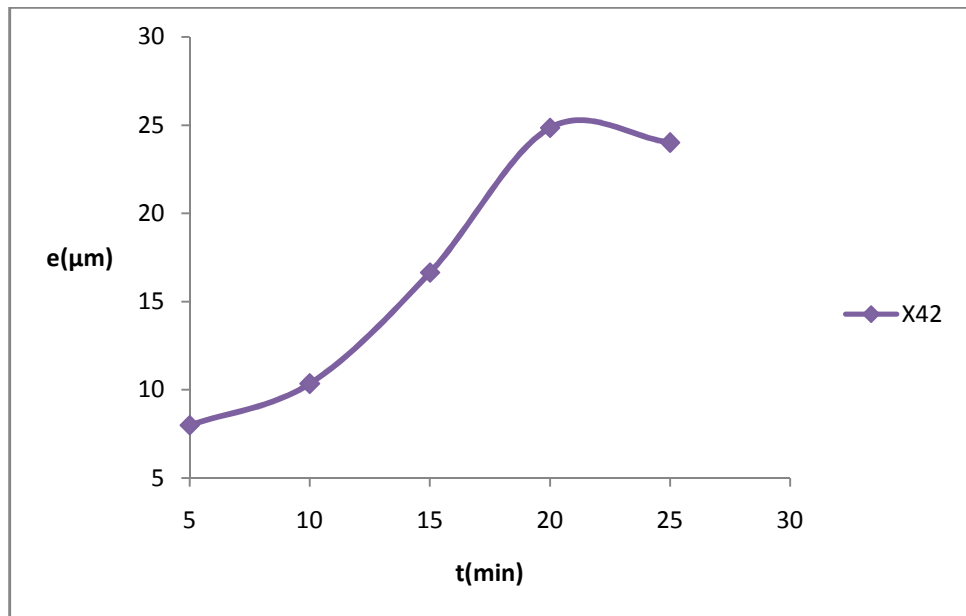


Figure 2. L'évolution de l'épaisseur de revêtement en fonction de la durée de l'électrozingage dans le bain alcalin.

De 5min à 20 min :

- l'épaisseur augmente avec la durée de l'immersion, conformément à la loi de Faraday qui relie l'épaisseur avec la durée de séjour dans l'électrolyte ;

- Le maximum est atteint à 20min, à partir de cette durée l'épaisseur décroît sensiblement pour atteindre 24 μ m à 25 min.

B.2. Contrôle par méthode de la dissolution chimique

La méthode a été exposée dans le chapitre III. En mesurant la masse surfacique de l'acier X42 par la méthode de la dissolution chimique au niveau du laboratoire de département de métallurgie, on a constaté que les résultats obtenus par les deux méthodes sont proches. La différence peut être due aux incertitudes attribuées aux deux méthodes.

Les résultats obtenus sont présentés dans le *tableau II* suivant. Les variations de la masse surfacique et de l'épaisseur en fonction de la durée d'immersion sont illustrées dans la (*Figure 1*).

Tableau II. Évolution de la masse surfacique et de l'épaisseur du revêtement.

t(min)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m(g)	S(m ²)	M(g/m ²)	e(μ m)
5	1.495	1.492	0.003	0.000072	41.67	5.85
10	1.317	1.313	0.004	0.000066	60.60	8.50
15	1.146	1.141	0.005	0.000050	100.00	14.00
20	1.420	1.406	0.014	0.000084	166.70	23.35
25	1.516	1.504	0.012	0.000077	155.85	21.80

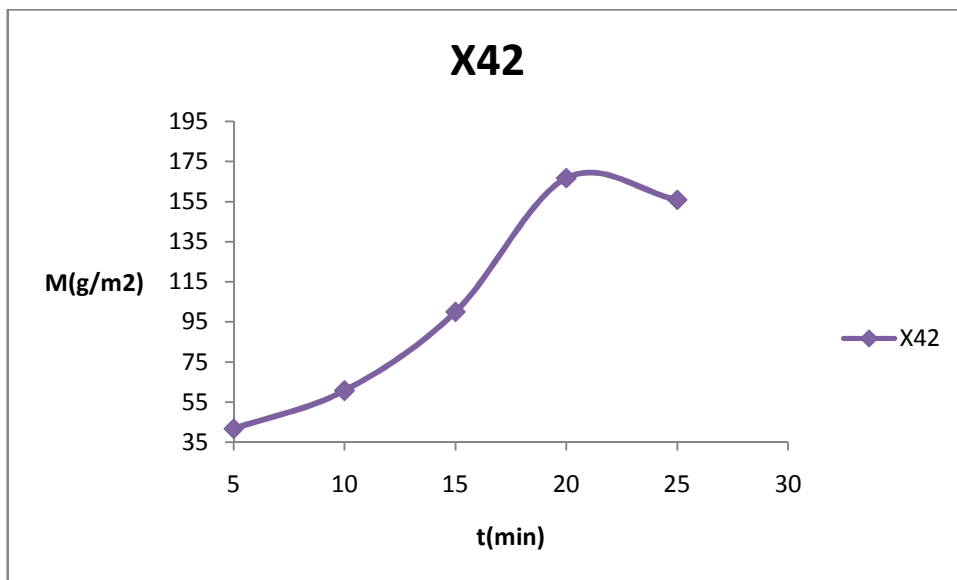


Figure 3. L'évolution de la masse surfacique du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée de l'électrozingage dans le bain alcalin.

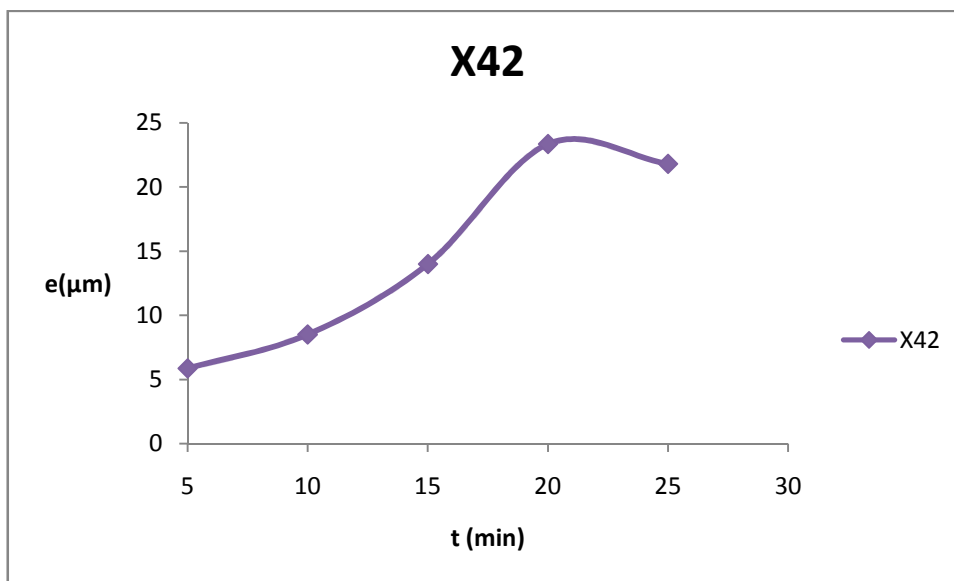


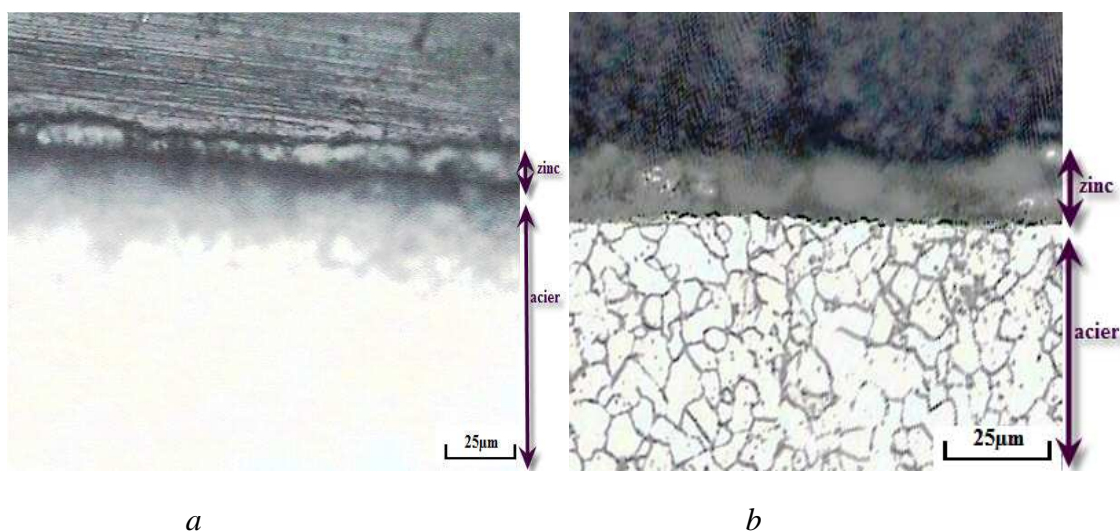
Figure 4. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la durée de l'électrozingage dans le bain alcalin.

I.2. Le bain acide

Dans cette expérience, nous travaillons avec un bain acide dont la composition est donnée dans le chapitre III. La tension de courant a été fixée à 3V. Les essais de revêtement de zinc sur l'acier X42 ont été réalisés pour des durées de 10 minutes à 20 minutes.

A. Analyse de la structure micrographique des revêtements

L'examen des photographies a donné les résultats présentés dans les figures suivantes. Les revêtements sont constitués d'une seule couche. La structure du revêtement est uniforme, présentant une bonne adhérence et une faible porosité (**Figure 5**):



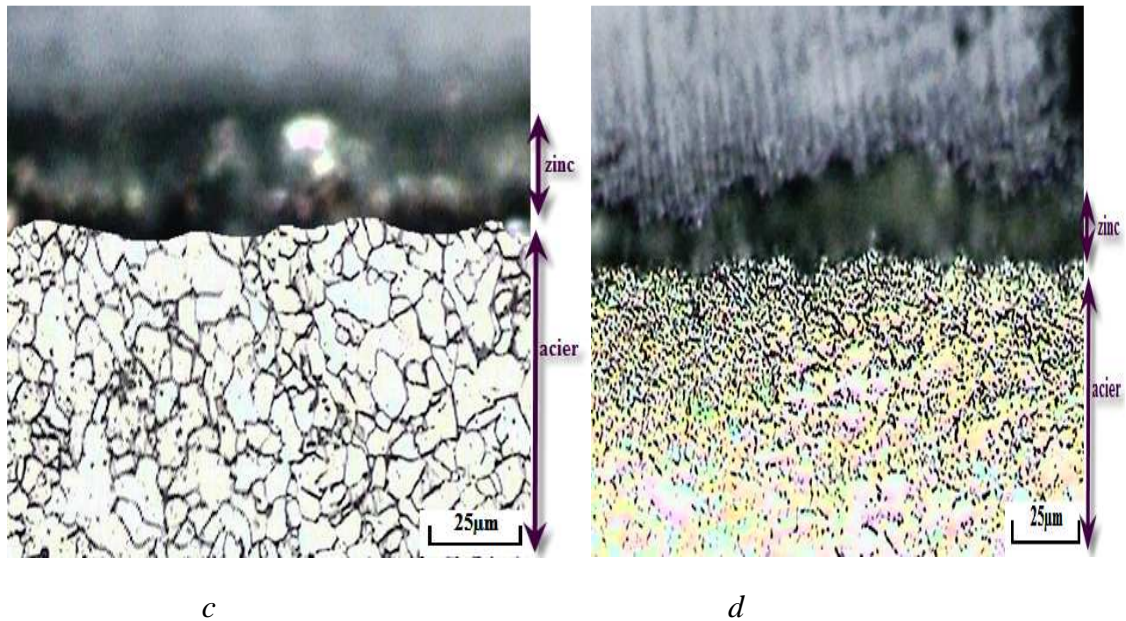


Figure 5. Effets de la durée d'électrodéposition (acier X42) selon la variation de la durée de l'immersion dans le bain acide.

a : 5min, b : 10min, c : 15min, d : 20min.

On voit que le revêtement du zinc obtenu est :

- Constitué d'une seule couche brillante ;
- La couche est uniforme ;
- Cette couche est adhérente (absence de l'interface entre l'acier et la couche) ;
- Une couche à faible rugosité.

B. Analyse de l'épaisseur

B.1. Analyse par microscopie quantitative

Les mesures sont dans le *tableau III* suivant :

Tableau III. Évolution de l'épaisseur du revêtement en fonction de la variation de la durée de l'électrozingage dans le bain acide.

	3V x 5min	3V x10min	3V x15min	3V x20min
1	10	12	24	21
2	7	14.25	24	22
3	8	17	20	18.75
4		16		18.5
e_{moy}	8.35	14.80	22.65	20.45

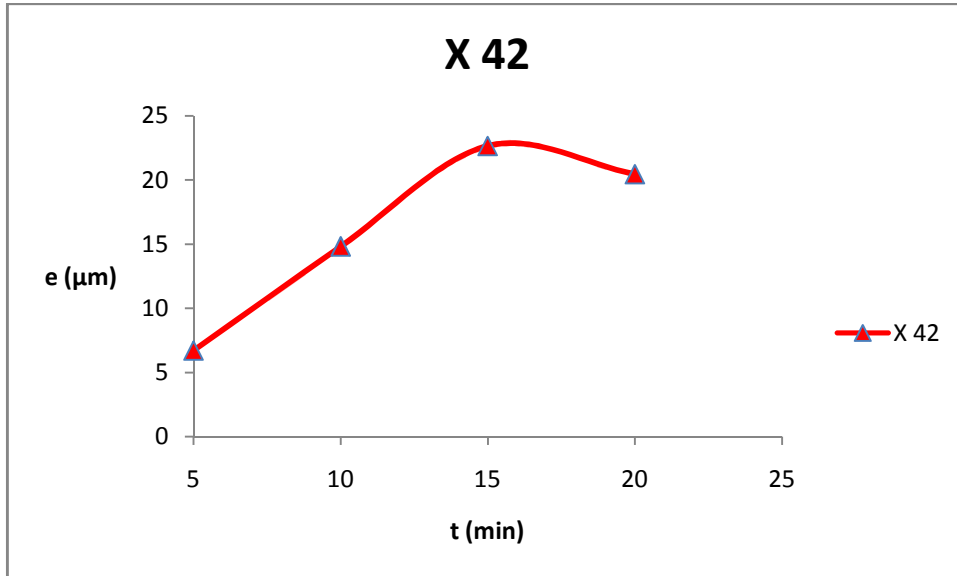


Figure 6. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée de l'électrozingage dans le bain acide.

De 5min à 15 min :

- L'épaisseur augmente avec la durée de l'immersion dans le bain acide, ce résultat est conforme avec la loi de Faraday.
- A 15 min l'épaisseur est maximale, au-delà l'épaisseur décroît pour atteindre 20µm pour une durée de 20min.

B.2. Contrôle par méthode de la dissolution chimique

On va suivre la même méthode faite pour les pièces zinguées en bain alcalin. Les résultats obtenus sont regroupés dans le *tableau IV* suivant :

Tableau IV. Évolution de la masse surfacique et de l'épaisseur du revêtement.

t (min)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m(g)	S (m ²)	M (g/m ²)	e (µm)
5	1.395	1.392	0.003	0.000066	45.45	6.36
10	1.003	0.999	0.004	0.000050	80	11.20
15	1.532	1.522	0.010	0.000091	109.89	15.38
20	1.180	1.173	0.007	0.000070	100.00	14.00

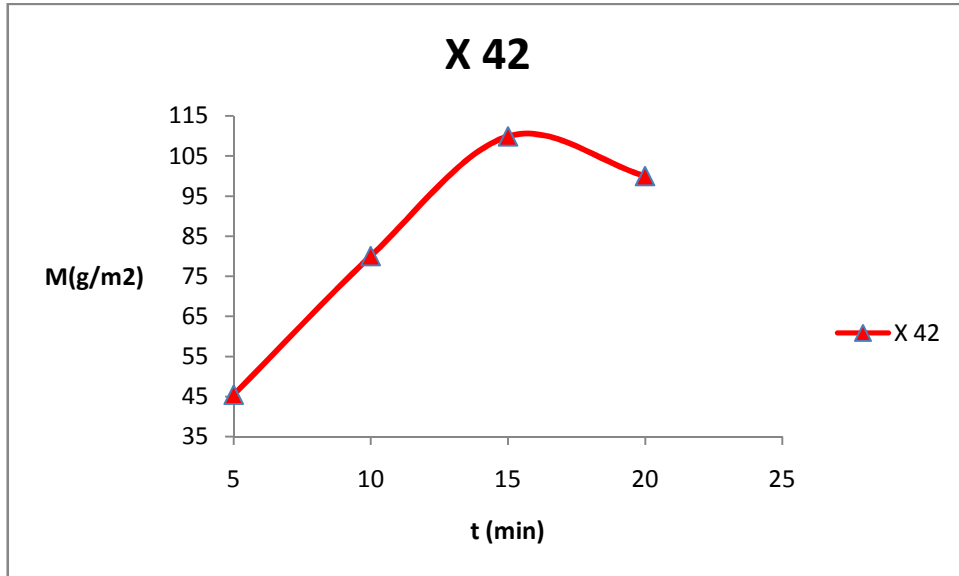


Figure 7. L'évolution de la masse surfacique du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la durée de l'électrozingage dans le bain acide.

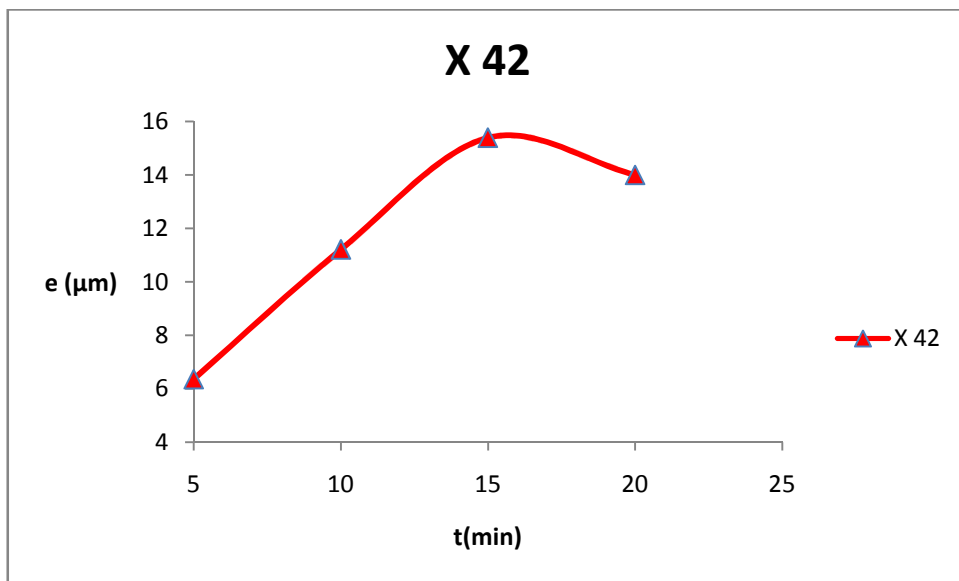


Figure 8. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la durée de l'électrozingage dans le bain acide.

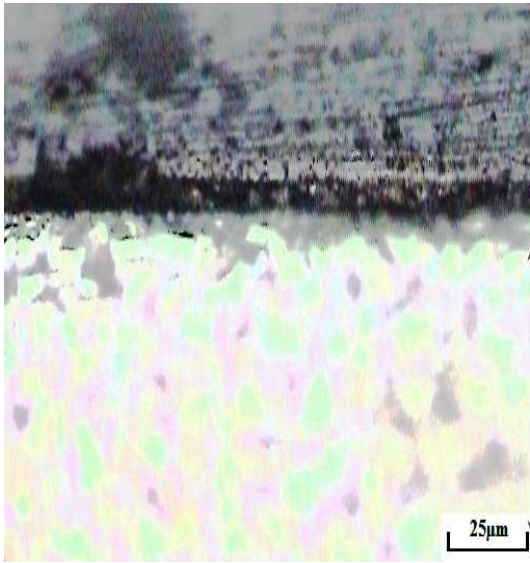
II. Influence de la tension de courant

II.1. Le bain alcalin

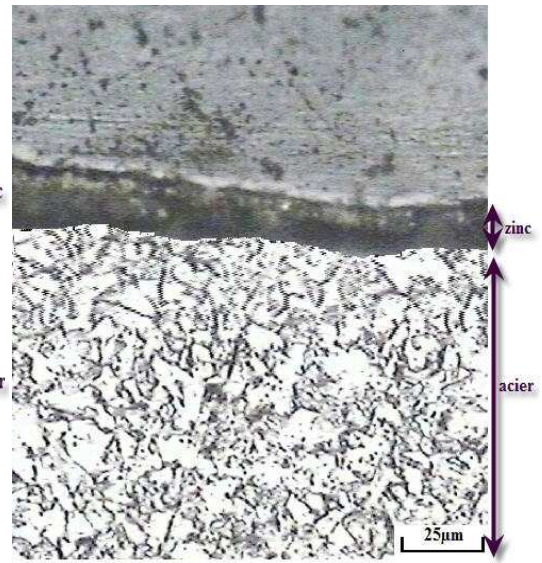
Le temps de séjour dans l'électrolyte a été fixé à 10 minutes, et on fait les essais de revêtement du zinc sur l'acier X42 en variant la tension de courant de 3V à 5V.

A. Analyse de la structure micrographique des revêtements

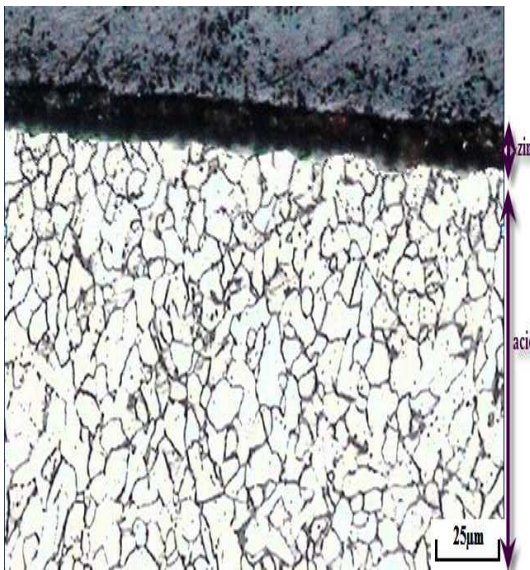
Après la préparation micrographique des échantillons pour l'observation micrographique, l'examen des photographies des différentes pièces a donné les résultats ci-dessous. Les revêtements sont constitués d'une seule couche. La structure du revêtement est la suivante :



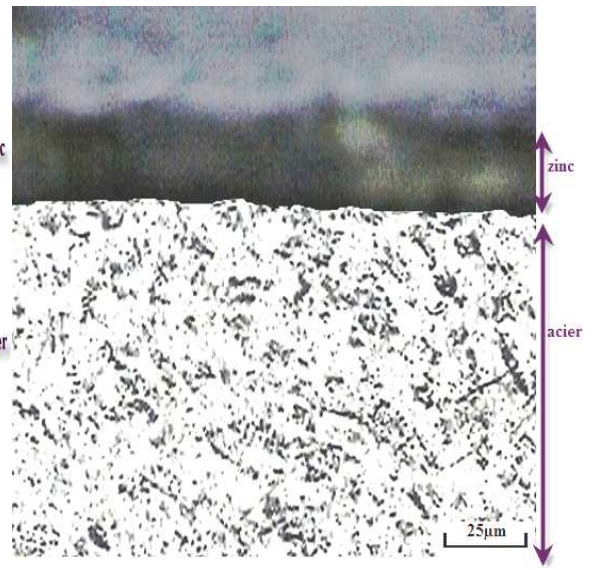
a



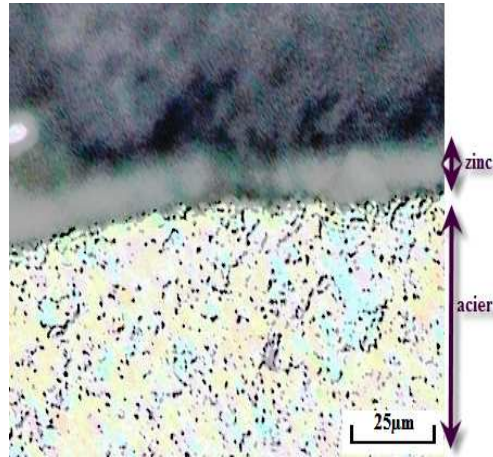
b



c



d



e

Figure 9. Effets de la durée d'électrodeposition (acier X42) selon la variation de la tension de courant dans le bain alcalin.

a : 3V, b : 3.5V, c : 4V, d : 4.5V, e : 5V.

On voit que le revêtement du zinc obtenu est :

- Constitué d'une seule couche brillante ;
- La couche est uniforme ;
- Cette couche est adhérente (absence de l'interface entre l'acier et la couche) ;
- Une couche à faible rugosité.

B. Analyse de l'épaisseur

B.1. Analyse par microscopie quantitative

Les mesures obtenues sont regroupées dans le *tableau V* suivant :

Tableau V. Évolution de l'épaisseur du revêtement en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain alcalin.

	3V x10min	3.5V x10min	4V x10min	4.5V x10min	5V x10min
1	9	22	25.5	24	17
2	10	22	27.5	29	16
3	12			25	19
4					
e_{moy}	10.35	22	26.5	26	17.35

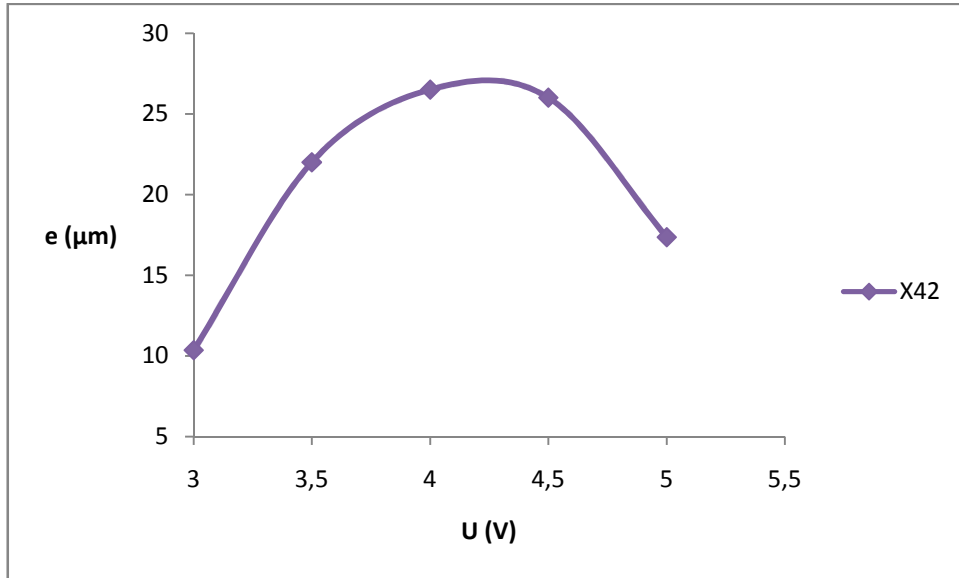


Figure 10. L'évolution de l'épaisseur du revêtement du zinc sur l'acier X42 en fonction de la variation de la tension de courant.

B.2. Contrôle par méthode de la dissolution chimique

Les résultats obtenus d'après cette expérience sont dans le *tableau VI* suivant :

Tableau VI : évolution de la masse surfacique et de l'épaisseur en fonction de la variation de la tension de courant.

	$m_1(g)$	$m_2(g)$	$m(g)$	$S(m^2)$	$M(g/m^2)$	$e(\mu m)$
3V	1.317	1.313	0.004	0.000066	60.60	8.50
3.5V	1.530	1.520	0.010	0.000077	129.87	18.18
4V	1.886	1.874	0.0126	0.000088	143.18	20.04
4.5V	2.174	2.160	0.014	0.000099	141.41	19.8
5V	2.147	2.136	0.011	0.000117	102.14	14.3

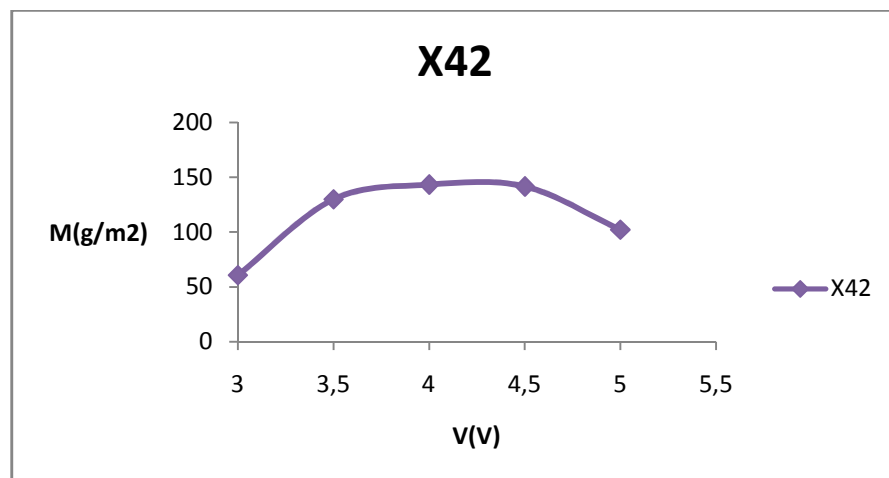


Figure 11. L'évolution de la masse surfacique du revêtement du zinc sur l'acier X42 en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain alcalin.

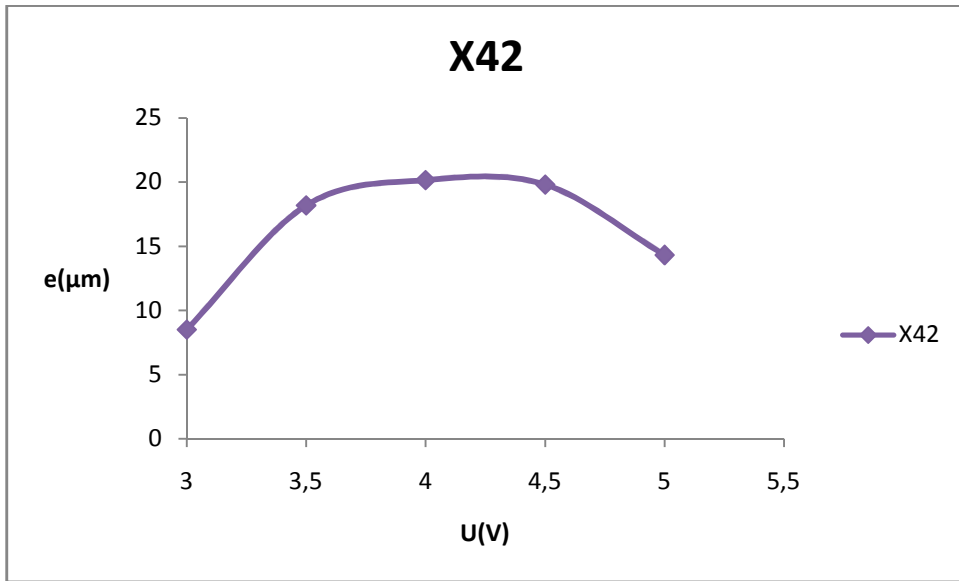


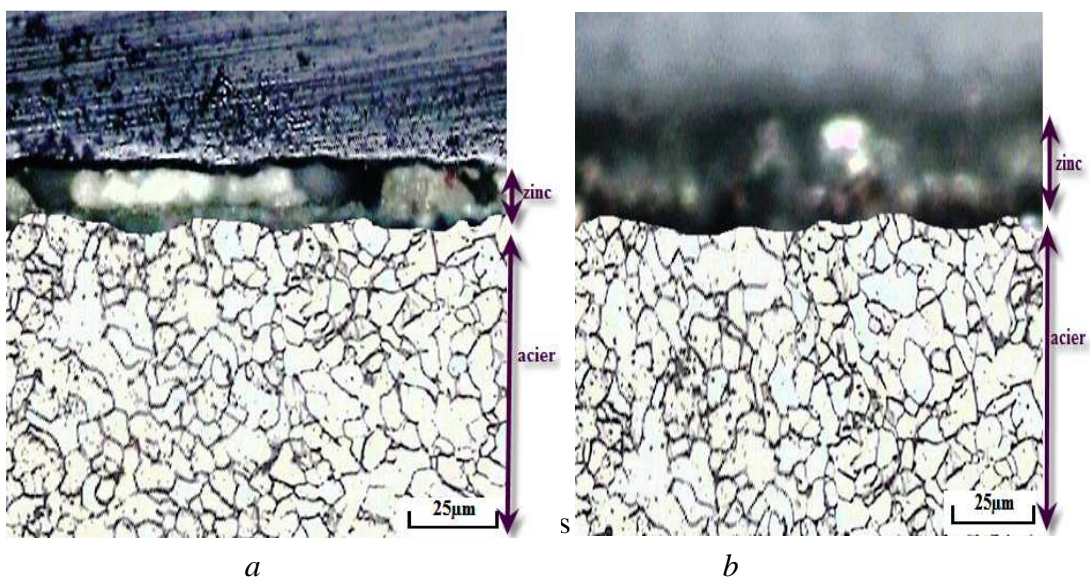
Figure 12. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain alcalin.

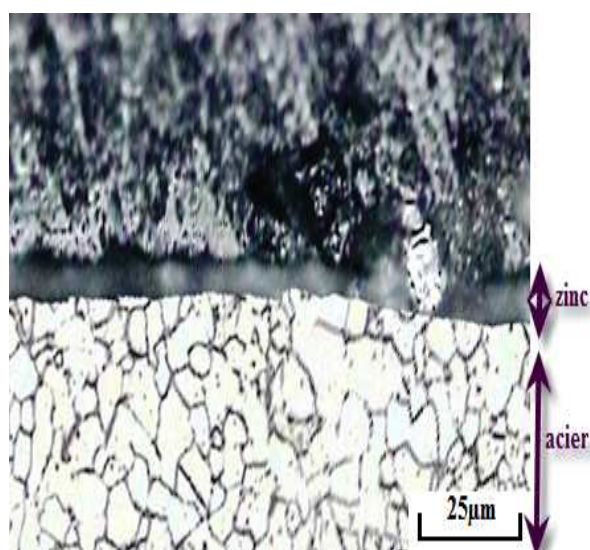
II.2. Le bain acide

Le temps de séjour dans l'électrolyte a été fixé à 15 minutes, et on fait les essais de revêtement du zinc sur l'acier X42 en variant la tension de courant de 2V à 4V.

A. Analyse de la structure micrographique des revêtements

Après la préparation micrographique des échantillons pour l'observation micrographique, l'examen des photographies des différentes pièces a donné les résultats ci-dessous. Les revêtements sont constitués d'une seule couche. La structure du revêtement est la suivante :





c

Figure 13. Effets de la durée d'électrodeposition (acier X42) selon la variation de la tension de courant dans le bain acide.

a : 2V, b : 3V, c : 4V.

On voit que le revêtement du zinc obtenu est :

- Constitué d'une seule couche brillante ;
- La couche est uniforme ;
- Cette couche est adhérente (absence de l'interface entre l'acier et la couche) ;
- Une couche à faible rugosité.

B. Analyse de l'épaisseur

B.1. Analyse par microscopie quantitative

Les résultats sont résumés dans le **tableau VII** suivant :

Tableau VII. Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la variation de la tension de courant.

	2V x15min	3V x15min	4V x15min
1	15	24	22
2	19	24	13
3	18	20	13
4			
e_{moy}	17.35	22.65	16

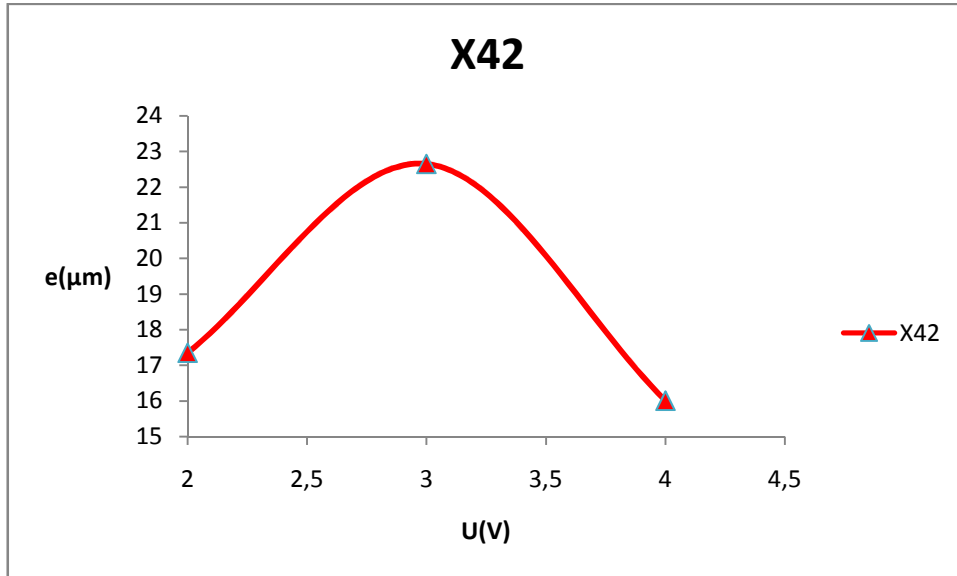


Figure 13. L'évolution de l'épaisseur du revêtement sur l'acier X42 en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain acide.

Dans l'intervalle 2 à 3V, on voit que l'épaisseur avec la tension de courant conformément à la loi de Faraday qui relie l'épaisseur avec les paramètres électriques ;

A 3v l'épaisseur atteint la maximum puis elle décroît.

B.2. Contrôle par méthode de la dissolution chimique

Les résultats obtenus d'après cette expérience sont représentés dans le *tableau VIII* suivant :

Tableau VIII. Variation de la masse surfacique et l'épaisseur en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain acide.

	$m_1(g)$	$m_2(g)$	$m(g)$	$S(m^2)$	$M(g/m^2)$	$e(\mu m)$
2V	1.223	1.217	0.006	0.000066	90.90	12.72
3V	1.532	1.522	0.010	0.000091	109.89	15.38
4V	1.347	1.341	0.006	0.000070	85.70	12.00

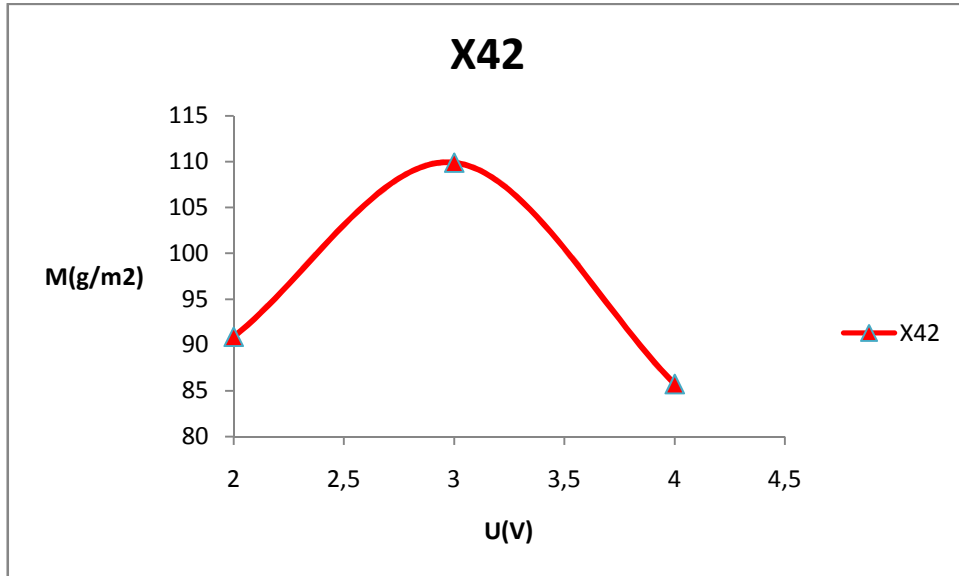


Figure 15. L'évolution de la masse surfacique du revêtement du zinc sur l'acier X42 en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain acide.

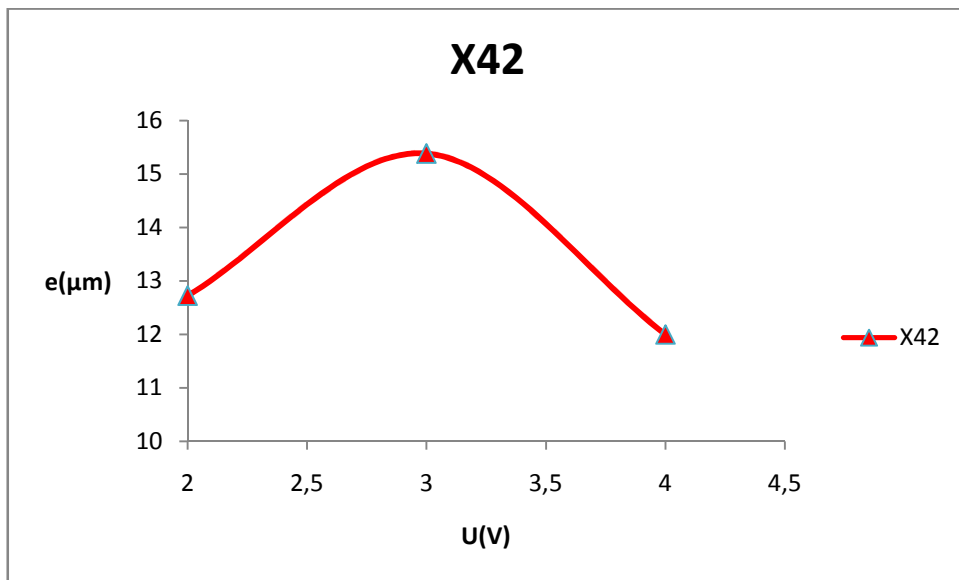


Figure 15. L'évolution de l'épaisseur du revêtement du zinc sur l'acier X42 à partir de la masse surfacique en fonction de la variation de la tension de courant dans le bain acide.

III. Comparaison entre les deux bains

On va comparer d'une part les résultats obtenus dans les deux bains, et d'autre part les résultats expérimentaux avec ceux théoriques obtenus par la loi de Faraday, dans les deux parties traitées avant (variation de la durée de l'immersion et la variation de la tension de courant) et avec les deux méthodes, celle d'analyse d'épaisseur et de la dissolution chimique.

A. Influence de la durée de l'immersion

A.1. Mesure par analyse quantitative

On utilise les résultats le *tableau I* et *III*, pour dessiner le graphe suivant :

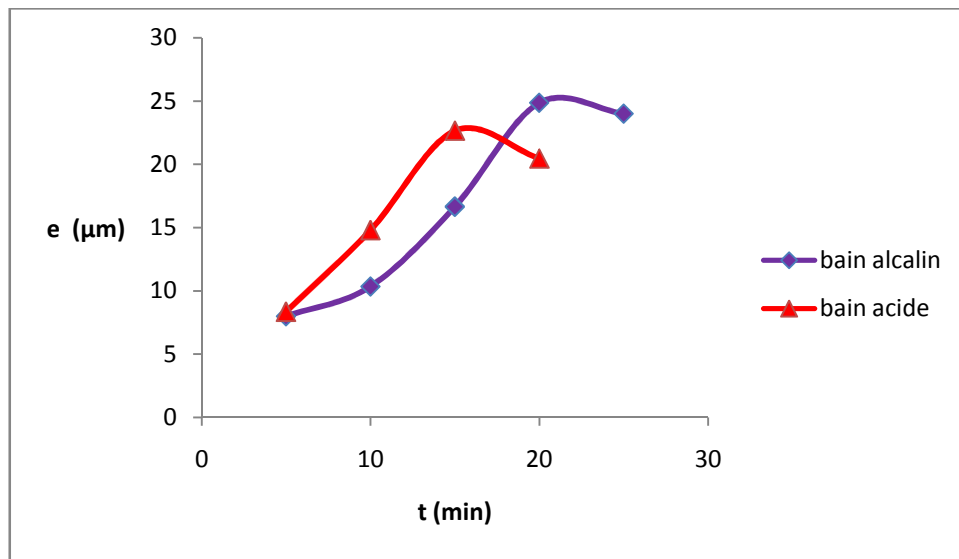


Figure 17. Comparaison des épaisseurs expérimentales des deux bains obtenues par l'analyse quantitative.

Jusqu'à $t = 15 \text{ min}$: les épaisseurs des bains acides sont supérieures à celles des bains alcalins, ensuite la tendance est inversée.

On observe un abaissement de l'épaisseur à partir d'une taille critique.

A.2. Contrôle par méthode de la dissolution chimique

On utilise les résultats des *tableaux II* et *IV*, on aura le graphe suivant :

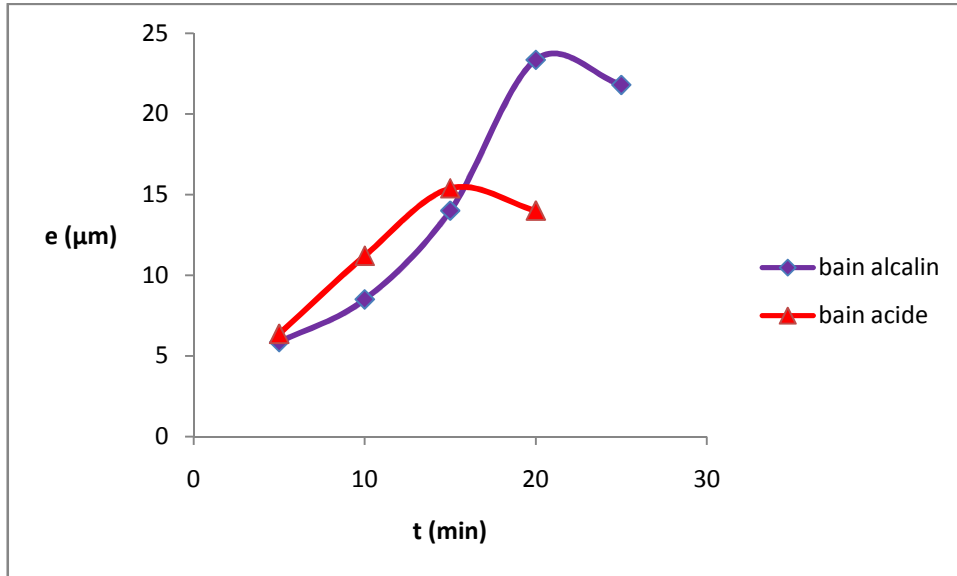


Figure 18. Comparaison des épaisseurs expérimentales des deux bains obtenues par la dissolution chimique du revêtement.

Pour les valeurs de t inférieur à 15 min ,les épaisseurs de la couche obtenue par électrodéposition dans un bain acide sont plus élevées par rapport à ceux des bains alcalins .

Au-delà d'une taille critique la tendance est inversée.

A.3. Calcul des épaisseurs à partir de la loi de Faraday

On a la loi de Faraday qui établie une relation entre la quantité du dépôt formé à la cathode avec la quantité d'électricité passée :

$$m = (1/F) \cdot (M/n) \cdot q$$

A partir de cette relation, on peut établir une relation entre l'épaisseur de la couche déposée avec l'intensité de courant I (A/dm²) et aussi la durée de l'immersion t (min), qui est la suivante :

$$e = (1/F) \cdot (M/n\rho) \cdot (I/S) \cdot t$$

- | | | |
|------------------|---|--------------------------------|
| - e : μm | ; | - n=2. |
| - F= 96487 C/mol | ; | - ρ= 7.14 g/cm ⁻³ . |
| - t : second | ; | - M= 65.409 g. |
| - I : A | ; | - S : dm ² |

➤ **Le bain alcalin**

Tableau IX. Comparaison des épaisseurs calculées et expérimentales selon la variation de la durée de l'immersion.

t (min)	e_{théorique} (µm)	e_{expérimentale} (µm)
5 min	4.27	8
10min	8.54	10.35
15 min	12.8	16.65
20 min	17.08	24.85
25 min	21.35	24

➤ **Le bain acide**

Aussi on applique la loi de Faraday pour calculer les épaisseurs, on obtient les résultats suivants :

Tableau X. Comparaison des épaisseurs expérimentales et calculées.

t(min)	e_{théorique} (µm)	e_{expérimentale}(µm)
5	2.84	8.35
10	5.69	14.8
15	8.54	8.54
20	11.38	20.45

La comparaison des valeurs théoriques et expérimentales des épaisseurs montre que les résultats expérimentaux sont supérieurs par rapport à ceux obtenus par calcul et cette différence peut être due aux facteurs secondaires qui interviennent dans la pratique et qui sont favorables à la cinétiques de la déposition.

B. Influence de la tension de courant

B.1. Mesure par l'analyse quantitative

Les tableaux utilisés sont : *V* et *VII* :

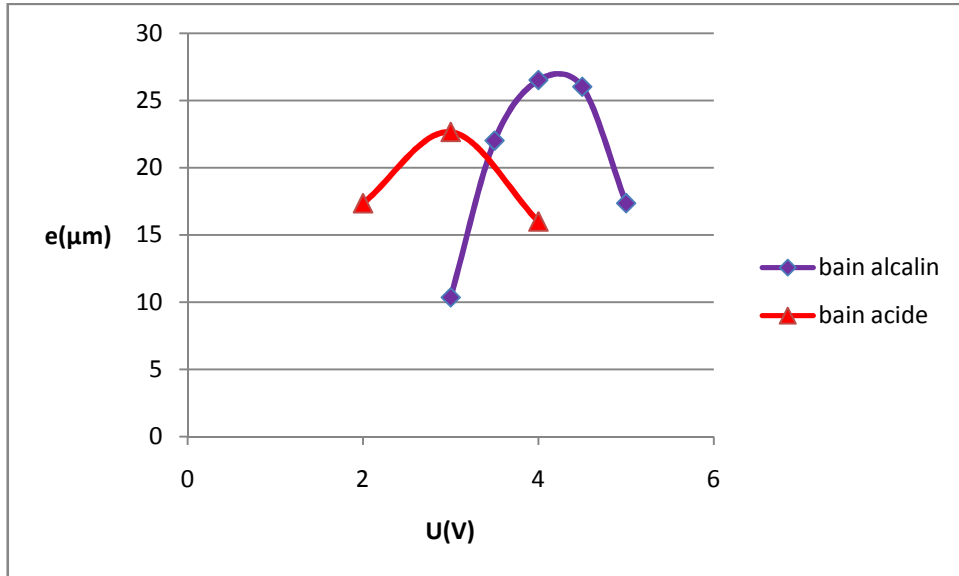


Figure 19. Comparaison des épaisseurs expérimentales des deux bains obtenues par l'analyse quantitative

On voit aussi que pour les épaisseurs du dépôt des bains acides sont supérieures à celles des bains alcalins jusqu'à une taille critique puis la tendance est inversée.

B.2. Contrôle par méthode de la dissolution chimique

On utilise les résultats des *tableaux VI* et *VIII* :

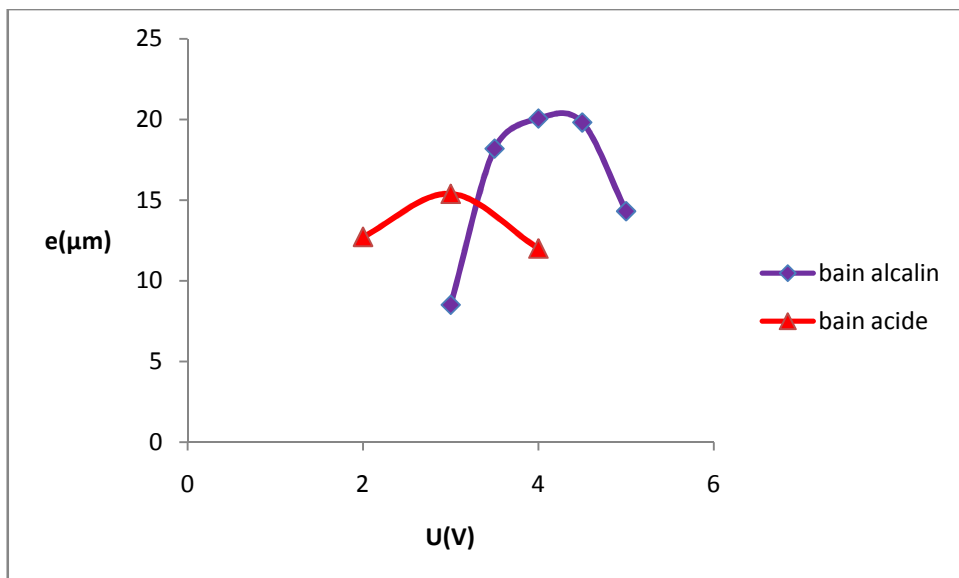


Figure 19. Comparaison des épaisseurs expérimentales des deux bains obtenues par la dissolution chimique.

Pour U jusqu'à 3V les épaisseurs des bains acides sont supérieurs à celles des bains alcalins, ensuite le tendance sera l'inverse.

B.3. calcul des épaisseurs par la loi de Faraday

On a : $U = R.I$ tel que

- U : tension de courant (V) ;
- I : intensité de courant (A) ;
- R : résistance (Ω).

➤ Le bain alcalin

On injecte cette relation dans la loi de Faraday et on obtient les résultats suivant selon le *tableau XI* :

Tableau XI. Comparaison des épaisseurs calculées et expérimentaux selon la variation de la tension de courant.

U (V)	R (Ω)	e _{théorique} (μm)	e _{expérimentale} (μm)
3	34	8.35	10.35
3.5	60	16.59	22
4	65	16.91	23
4.5	75	17.08	26
5	92	15.47	17.35

➤ Le bain acide

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau XII . Comparaison des épaisseurs expérimentales et calculées selon la variation de la tension de courant.

U (V)	R(Ω)	e _{théorique} (μm)	e _{expérimentale} (μm)
2	80	10.67	17.35
3	85	15.07	22.65
4	120	14.23	16

Les mêmes remarques sont observées dans ce bain que celles dans le premier bain.

C. La microdureté

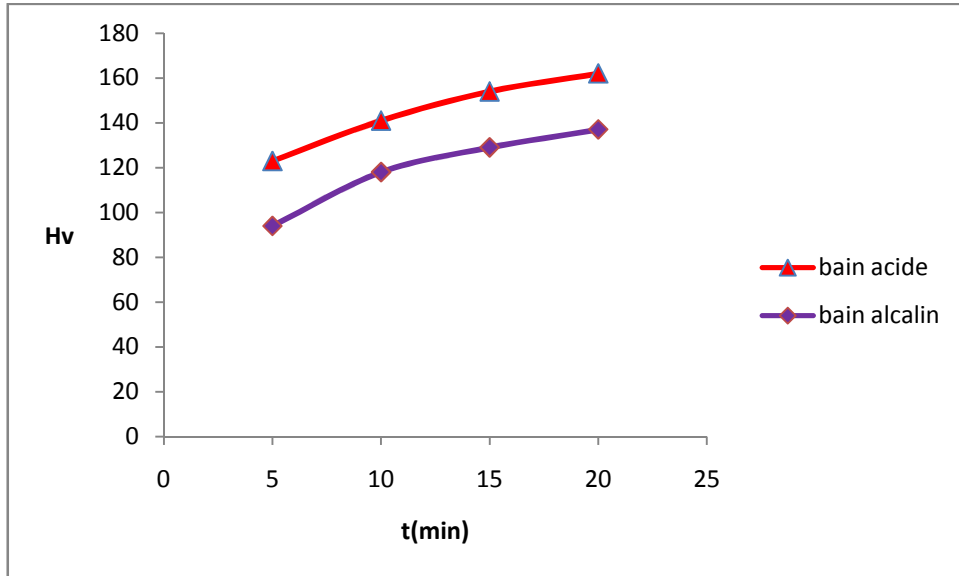


Figure 20. Effets de la nature du bain sur le profil de la microdureté du revêtement de zinc sur l'acier X4.

La dureté du revêtement croît avec la durée de maintien dans le bain.

Les bains acides donnent un revêtement plus dur que les bains alcalins pour les duretés de maintien inférieures à 20 min.

IV. L'essai de corrosion

1. Essai de 10 heures



Figure 22. Profil de la pièce exposé pendant 10 heures.

2. Essai de 20 heures



Figure 23. Profil de la pièce exposé pendant 20 heures.

3. Essai de 40 heures



Figure 23. Profil de la pièce exposé 40 heures.

- 1) Essai de 10heures : l'analyse du revêtement de la pièce exposé pendant 10 heures montre une légère corrosion sur la surface.
- 2) Essai de 20 heures : l'analyse du revêtement exposé pendant 20heures montre une corrosion importante qui atteint presque 50% de la surface, la corrosion est de type généralisé.

- 3) Le même phénomène pour le revêtement exposé pendant 40 heures mais avec une attaque plus importante.

V. Interprétations

V.1. Morphologie du dépôt

Le dépôt obtenu est monocouche typique des dépôts électrolytiques. Il est caractérisé par son uniformité, son adhérence et l'absence de porosités et des défauts. La rugosité est faible.

V.2. Effet de la durée d'immersion

L'épaisseur est proportionnelle avec la durée d'immersion dans l'électrolyte qui est conforme avec la loi de Faraday qui établit une relation entre la quantité de zinc déposée au niveau de la cathode et la durée d'immersion, donc plus la durée de l'immersion augmente donc la déposition augmente.

$$\text{La loi de Faraday : } e = (1/F) \cdot (M/np) \cdot (I/S) \cdot t$$

Pour la diminution de l'épaisseur constatée après 20 min pour les bains alcalins et 15 min pour les bains acides, elle est due à la sursaturation de l'interface en zinc qui provoque la diminution du gradient de potentiel entre l'interface et le milieu, donc la cinétique de la déposition du zinc va diminuer.

V.3. Effet de la tension de courant

La couche de zinc se développe et croît avec l'augmentation de la tension de courant qui est conforme aussi avec la loi de Faraday qui relie l'épaisseur du dépôt avec l'intensité de courant. Cette dernière étant proportionnelle avec la tension de courant d'après la loi d'Ohm ($U = RI$), donc l'épaisseur de la couche est proportionnelle avec la tension de courant.

Lorsque la tension de courant augmente, la vitesse de migration du zinc augmente puisque la différence de potentiel est grande. Cependant, cette augmentation du potentiel engendre la surtension de l'hydrogène à l'interface. Cette surtension provoque les phénomènes suivants :

- un désordre de déposition du zinc au niveau de l'interface
- création des pores de l'hydrogène, qui va constituer un film isolant entre l'interface et le milieu donc la masse du zinc déposée va diminuer.

V.4. Effet de la nature du bain

Les épaisseurs des bains acides sont supérieures à celles des bains alcalins puisque l'effet de pénétration des bains acides est supérieur à celui des bains alcalins.

Pour une taille critique cette tendance est inversée à cause de la surtension de l'hydrogène qui sera plus importante dans les bains acides que dans les bains alcalins. Cette surtension va ralentir la cinétique de la déposition.

V.5. Effet du dégagement de l'hydrogène

Le dégagement de l'hydrogène au niveau de la cathode va freiner la cinétique de la déposition puisque il crée une surtension au niveau de la cathode, qui va constituer un film d'isolation électrique au sein de l'interface de l'attaque.

V.6. La dureté du revêtement

Les bains acides donnent des revêtements plus durs que les bains alcalins à cause du dégagement de l'hydrogène. Dans les bains alcalins le dégagement de l'hydrogène est moins important donc il existe un phénomène d'adsorption coexistant sur l'interface de déposition qui va affaiblir la dureté.

Conclusion Générale

Les travaux présents dans ce mémoire ont pour objectifs de fixer les conditions optimales qui permettent d'obtenir des revêtements de zinc sur quatre aciers de construction.

Les aciers étudiés sont utilisés sous forme de tube ou pipes pour le transport de gaz ou de pétrole.

Deux procédés de revêtement ont été étudiés : la galvanisation (revêtement par immersion dans un bain fondu) et l'électrozingage. Les travaux sur la galvanisation nous ont permis de fixer les conditions du procédé car les revêtements sont conformes aux normes.

Pour les travaux sur le zingage électrolytique sur l'acier HSLA ont donné de bons résultats car le dépôt est uniforme, continu avec une bonne adhérence et une faible porosité. Nous n'avons pas utilisé de brillanteur car ce n'était pas dans nos objectifs.

Ces résultats, encourageants méritent d'être poursuivis pour une meilleure optimisation des paramètres et une meilleure compréhension de différents phénomènes et mécanismes qui interviennent dans ces deux procédés. Nous recommandons la poursuite des études dans les domaines suivants :

1. Procédé de galvanisation :
 - Effet de la composition du substrat ;
 - Mécanisme de diffusion du zinc dans l'acier ;
 - Effets du temps et la température de galvanisation ;
 - Cinétique de formation et rôle de chaque sous couche des revêtements ;
2. Procédé du zingage électrolytique :
 - Mécanismes électrolytiques dans les différents bains (alcalin, acides...) ;
 - Cinétique et rôle du dégagement de l'hydrogène ;
 - Effets de la tension et de la densité de courant ;

Ces travaux, afin qu'ils soient rigoureux, doivent être réalisés par des moyens adéquats :

- Electrolyseur de précision avec contrôle de la tension et de la densité de courant ;
- Analyse du dégagement d'hydrogène ;
- Analyse des bains ;
- Analyse et caractérisation des revêtements
 - Microscopie quantitative.
 - Diffraction X.
 - MEB.
 - Microdureté.
- Essai de corrosion au brouillard salin.

Références bibliographiques

- [1]. **J.P.BARET.** « **Aciers de construction non alliés ou faiblement alliés** » Techniques de l'ingénieur, M308, (Année 2000).
- [2]. **H.OUADI.** « **Etude métallurgique de dépôts obtenus par soudage sur fonte grise** ». Mémoire de PFE. ENP (2008).
- [3]. **G.MARRY, J.P.PESCATORE.** « **Aciers de construction métallique** » Techniques de l'ingénieur, C2501, (Année 2003).
- [4]. <http://www.phénomènedecorrosion.com>.
- [5]. <http://www.galvazinc.com>.
- [6]. **H.F.AYEDI, M.DEPETRIS-WERY.** « **Eléctrozingage** » Techniques de l'ingénieur, M1600, (Année 2007).
- [7]. **C.CODDET.** « **Introduction aux traitements de surface par impact** » Technique de l'ingénieur, M1640, (Année 2000).
- [8]. Document BATCIM, « **La préparation de surface Galva Conseils** », partie I, (pp 10,63), 1982].
- [9]. **M.P.GIGANDET, L.THIERY.** « **Chromatation** » Techniques de l'ingénieur, M1558, (Année 2005).
- [10]. **M.PUECH.** « **Galvanisation par immersion à chaud** » Techniques de l'ingénieur, (Année 1974).
- [11]. **K.REMMER.** « **Les cuves de galvanisation-leur durée et les paramètres de celle-ci** » Rapport ANABIB.
- [12]. **D.QUANTIN.** « **Traitements de surface des métaux-Galvanisation à chaud** » Techniques de l'ingénieur, M1534, (Année 2001).
- [13]. BEZINAL 2000, page2, PDF.
- [14]. **M.ANDRE, J.BAZIN, C.FOUACHE, H.PAYRAUDEAU.** « **Techniques de prévention des pathologies de corrosion des structures métalliques** ». MEDACHE. Interreg IIIB ATLANTIC 5, Projet N°197.GeM].
- [15]. ASSOCIATION BELGE POUR LA PROMOTION DE LA GALVANISATION A CHAUD, Fiche Technique N°20, « **La galvanisation à chaud et la protection cathodique** », PDF.
- [16]. Info@galvazinc.com.
- [17]. **R.W. Sandelin.** « **Wire and wire product** », (1940), 15(11), 655(12), 722(1941), 16(1), 28.

- [18]. **D.HORSTMANN**. «**Formation and growth of iron-zinc alloy layers**», in proceedings of 14th International Hot Dip Galvanization Conference London: Zinc Development Association 1886.p.6/1.
- [19]. **D.ANDRIEUX, M.FAURE, J.LEFEUVRE**. «**La corrosion des pieux en milieu marin** », maîtrisé IUP GCI de Saint Mazaire (2003.2004).
- [20]. **J.P.BOUILLITTE**. «**Constructions métalliques-Protection des constructions en aciers** » Techniques de l'ingénieur.
- [21]. **F.SAIB, H.SEROUTI, H.SLIMANI**. «**Etude des effets des paramètres de la galvanisation sur la qualité du revêtement de zinc** ». Mémoire de fin d'études, Université de Mouloud MAMMERI, Tizi Ouzou, (2000).
- [22]. **S.A.REMMOUCHE**. «**Etude de l'influence de la composition du bain de galvanisation sur la longévité de la cuve utilisée** ». Mémoire de PFE. ENP (1997).
- [23]. **N.GHINOUS**. «**Morphologie de la corrosion** ». INI. Boumerdes.
- [24]. Document BATICIM «**Galvanisation à chaud** ».Galvazinc Association (1901).
- [25]. **A.FERRIER, F.GALDON**. «**Relation entre état de surface et comportement de l'acier à la galvanisation à chaud** ». Journée d'automne SFM 1981-IRSID. RF.916.
- [26]. Document BATICIM. «**Zinc formation-la galvanisation à chaud** ». (1981).
- [27]. **J.BEN NASR**. «**L'importance de la vitesse d'émersion dans la galvanisation à chaud des aciers réactifs** ». Thèse de doctorat. Université de SFAX, faculté des sciences de SFAX. (2008).
- [28]. **M.BOUTECHBAK, M.DJELLABI**. «**Fissuration de la cuve de galvanisation-GALVA** ». Unité /P.T.S.
- [29]. **Z.OUCHENE**. «**Influence du nickel sur le bain de galvanisation à chaud des aciers de construction** ». Mémoire de PFE. ENP (1992).
- [30]. Sendzimer. T. U. S. Patent, 2(1938) 893.
- [31]. **D.HORSTMANN**. «**Reaction between iron and zinc**». London. Zinc Development Association, 1978-SChamm. J. Z Metallkde, 30(1938) 122.
- [32]. **B.P. BURTON, P.PERROT**. «**Alloy phase diagrams**». Handbook. volume3. (1992).
- [33]. **R.FOURMENTIN**. «**Modélisation thermodynamique du système Fe-Zn-Al-Cr à 460°C, et son impact sur les procédés de galvanisation** ». Thèse de doctorat. Université des sciences et technologies de Lille. (2004).
- [34]. **CE.JORDAN, AR.MARDER**. «**Fe-Zn phase formation in interstitial free steels hot-dip Galvanized at 450°C** ». Part I, 0.00wt% Al-Zn baths. J. Mater. Sci 32 (1997) 5593.
- [35]. **N.Y. TANG**. «**Thermodynamics and Kinetics of alloy formation in galvanized, coating systems** », protection and performance. Warrendale, PA, TMS, 1998.p.3.

- [36]. **CE.JORDAN, AR.MARDER.** « **Fe-Zn phase formation in interstitial free steels hot-dip Galvanized at 450°C** ». Part II, 0.20wt% Al-Zn baths. J.Mater. Sci.32 (1997) 5603.
- [37]. **A.BORHAN, TAVAKOLI.** « **Mécanisme d'action de Germanium lors de la galvanisation à chaud à 723°K (420°C) dans un bain aluminisé** ». Japan Institute Of Metals, 26 no, 2(1985)10.
- [38]. **M.ITIM.** « **Etude des conditions d'obtention des dépôts épais d'un alliage Au-Ag, 18 Carat par voie électrolytique dans le cadre d'un projet d'électroformage** ». Mémoire de PFE. ENP (2004).
- [39]. **G.MILAZZO.** « **Bases théoriques-Application analytique-Electrochimie des colloïdes** ». Tomes I, DUNOD (1969).
- [40]. **A.QUERUEL.** « **Aide-mémoire-Traitement de surface des aciers** ». (pp.224-225, 240-245). 4^{ème} Edition. DUNOD (2007).
- [41]. **NF A35-503.** « **Aciers pour galvanisation par immersion à chaud** ». Novembre 1994.
- [42]. <http://www.progalvabe/documents/procede-product/Zincoatinglifepredictor.xml?/ang=n/>.
- [43]. **R.LEVY, M.SAURAT.** « **Revêtements en production industrielle : contrôles essentiels** » Techniques de l'ingénieur. M1680. (Année 2005).