

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université de Biskra

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie Mécanique

Filière : Métallurgie

Option : Métallurgie physique

Réf:.....

Mémoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

Thème

**SYNTHESE ET CARACTERISATION DE
DEPOT ZN SUR L'ACIER DOUX**

Présentée par :

Lamia MEGHAZI

Proposé et dirigé par :

Dr. Fatima Zohra LEMMADI

Promotion : Juin 2017

Dédicace

Tous les mots ne pourraient exprimer la profondeur de mon amour et mon affection. Aucun mot ne saurait exprimer mon immense gratitude et l'ampleur de ma reconnaissance pour tous les sacrifices que tu as fournis à la file de toutes ces années, pour mon éducation et mon bien être.

À vous (*ma mère, mon père*) : je dédie cette travail, qui sans vos profond soutien, vos amour, n'aurait pu avoir le jour.

Je vous prie mes cher, de trouver dans ce travail le fruit de votre dévouement et de vous sacrifices.

Merci tout simplement d'être mes parents puisse dieu tout puissant, vous protéger et vous accorder santé et longue vie

A vous (*mes sœur, mes frères*) : vous êtes dans les yeux du droit des rois et sultans

Aux yeux de la gauche Panacée (*Ahmed, Mohammed, ABD Madjid, Zahra, Saïd, Houssam, Abir, Hadil*) et les oiseaux de mon cœur (*Hanaa, Maram, Djohina*)

L'amitié c'est être frère et sœur, doux même qui se touchent sans se confondre, les deux doigts de la main. L'amour c'est être deux et n'être qu'un.

A toi : *Samia, Meriem, Abir, Wafa, Fairouz, Khaltoum, Zwina, Soumia, Hamida, Khadidja, Abd Raouf, Mostapha...*

A tous ceux qui prise une place en mon cœur

♥L♥A♥M♥I♥A KASKA

REMERCIEMENTS

Je remercie Dieu, le tout Puissant, pour tout

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de **Couches minces** au Département Sciences de la Matière à la Faculté des Sciences Exactes, des Sciences de la nature et de la Vie et **Hall de mécanique** et laboratoire de **Métallurgie** à la Département de Science et Technologie.

Premièrement, je remercie mon encadreur **Dr. Fatima Z.LEMMADI** et **Dr. Nadjete BELHAMRA** pour ses directions et ses conseils constructifs.

Je remercie vivement le **Pr. Masbah ZIDANI** et le **Dr. Mounir DJELLAB** pour l'honneur qu'ils m'attribuent en acceptant d'être le jury de ce travail.

J'exprime mes sincères remerciements à tous les enseignements de métallurgie pour les formations dispensées, pour la richesse scientifique exprimée et pour tous ses conseils alloués durant les années de formation.

Monsieur **Samir** ingénieur responsable du laboratoire de métallurgie.

Je remercie infiniment *les ingénieurs de Hall mécanique* : **Lazher, Boubeker, Yassin, Farrouk**, pour tout son aide.

Monsieur **Ibrahim GUESMI** ingénieur responsable du laboratoire des DRX, trouvent ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

Mes remerciements s'adressent, également, à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin dans la réalisation de ce modeste travail.

LISTE DES TABLEAU

LISTE DES TABLEAU

CHAPITRE I : TRAITEMENT DE SURFACE

Tab I.1 : Les différents types de corrosion.....	14
--	----

CHAPITRE II : ELECTRODEPOSITION ET GALVANISATION

Tab 1 : Caractéristique des phases Fe-Zn [18].....	31
--	----

CHAPITRE III : MATERIAUX ET MATERIEL EXPERIMENTAL

Tab III. 1 : Composition chimique de l'acier.....	34
Tab III.2 : Les compositions, les concentrations et les quantités du bain de Zinc pur.....	35
Tab III.3 : Propriétés générales du zinc	44

CHAPITRE IV : Résultats expérimental et interprétations

Tab IV.1 : Taille moyenne de l'acier doux	57
Tab IV.2 : Mesures de Microdureté de l'acier doux en fonction de charge.....	57
Tab IV.3 : Caractéristiques électrochimiques de l'acier doux	58
Tabl IV.4 : Mesure des épaisseurs de revêtement par l'électrodéposition	62
Tab IV.5 : taille moyenne de couche de Zn	66
Tab IV. 6 : Mesures de Microdureté et Résistance mécanique	66
Tab IV.7 : Caractéristiques électrochimiques de l'acier déposé par Zn.....	67
Tab IV. 8 : Taille moyenne de couche de Zn par galvanisation de Tréfissoud.....	74
Tableau IV. 9 : Caractéristiques électrochimiques de l'acier galvanisé de Tréfissoud.....	75
Tab IV.10 : Mesure des épaisseurs de revêtement par galvanisation à chaud	79
Tab IV.11 : Taille moyenne de couche de Zn	83
Tab IV. 12 : Caractéristiques électrochimiques de l'acier galvanisé	84
Tabl IV.13 : Caractéristiques électrochimiques de nos échantillons	91

LISTE DES FIGURES

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I : TRAITEMENT DE SURFACE

Fig I.1 : Propriétés fonctionnelle de surface	3
Fig I.2 : Les principales techniques utilisées en traitement de surface	4
Fig I.3 : Revêtement cathodique	5
Fig I. 4 : Revêtement anodique	5
Fig I. 5 : principe d'immersion en métal fondu (galvanisation à chaud)	6
Fig I. 6 : Principe de dépôts physiques en phase vapeur	7
Fig I. 7 : Principe de dépôts chimiques en phase vapeur	7
Fig I. 8 : Principe de dépôts chimiques	8
Fig I.9 : Schéma de montage de cellule d'électrolyse	9
Fig I. 10 : Distribution du pourcentage du Carbone après la cémentation	10
Fig I. 11 : Corrosion uniform	12
Fig I. 12 : Corrosion localisée	12
Fig I. 13 : Les différents types de Corrosion localisée	13
Fig I.14 : Corrosion galvanique	14
Fig I.15 : Corrosion par piqûres	14
Fig I.16 : Corrosion intergranulaire	14
Fig I.17 : Corrosion sélective	15
Fi I.18 : Corrosion sous contrainte	15

CHAPITRE II : ELECTRODEPOSITION ET GALVANISATION

Fig II. 1 : Principe d'électrodéposition	19
Fig II.2 : Diagramme d'équilibre Fer-Zinc	24
Fig II. 3 : Principe de galvanisation à façon ou au trempé	25
Fig II. 4 : Principe de galvanisation en continu	26
Fig II. 5 : Enchainement des étapes du procédé industriel (préparation de surface pour galvanisation à chaud)	27
Fig II. 6 : Effet de Si sur la structure des revêtements galvanisés	28
Fig II. 7 : Influence de température de galvanisation sur la prise de Zn	29

LISTE DES FIGURES

Fig II. 8 : Influence d'Al sur l'épaisseur et la masse de couche de Zn	30
Fig II. 9 : Microstructure d'une couche de galvanisation	31

CHAPITRE III : MATERIAUX ET MATERIEL EXPERIMENTAL

Fig III. 1 : Echantillon de l'acier doux	34
Fig III. 2 : Plaques de Zn.....	35
Fig III. 3 : a) Polisseuse mécanique, b) Papiers abrasifs, c) Papier feutre	37
Fig III. 4 : a) Dégraissage, b) Décapage, c) Rinçage ; Séchage.	38
Fig III. 5 : Bain de Zn pur sous agitation.	38
Fig III. 6 : NaOH, HCl	39
Fig III. 7 : Matériels utilisés dans l'électrodéposition : a) PH-mètre ; b) Agitateur mécanique ; c) Générateur de courant continu ; d) Balance électronique ; e) Thermomètre	40
Fig III. 8 : Schéma de montage d'électrodéposition.	41
Fig III. 9 : Acier déposé par Zn.....	41
Fig III. 10: Les moyens de préparation des échantillons de galvanisation	42
Fig III. 11 : Zn pur.....	43
Fig III. 12 : Bain de Zn.....	43
Fig III.13 : Four électrique pour galvanisation à chaud	45
Fig III. 14 : Chalumeau pour galvanisation à chaud	45
Fig III. 15 : Procédé de galvanisation à chaud par chalumeau.....	46
Fig III. 16 : Echantillon d'acier galvanisé.....	46
Fig III. 17 : Microscope optique.....	47
Fig III. 18 : Microscope Electronique à Balayage.....	48
Fig III. 19 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg	49
Fig III. 20 : Diffractomètre des Rayon X	49
Fig III. 21 : Schéma de principe de la Microdureté HV.....	50
Fig III. 22 : Microduremètre Zwik/Roell	51
Fig III. 23 : Le dispositif de mesure électrochimique (potensioestat)	52
Fig III. 24 : Courbe de droites de Tafel.....	52

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE IV : Résultats expérimental et interprétations

Fig IV.1 : Microstructure de l'acier doux	55
Fig IV. 2 : Spectre de rayon x de l'acier doux	56
Fig IV.3 : La taille moyenne des cristallites de l'acier doux.....	57
Fig IV.4 : Courbes de polarisation de l'acier doux (a) linéaire, (b) logarithmique.....	58
Fig IV. 5 : Microstructure de l'acier doux : a) avant la corrosion (sans attaque), b) après la corrosion.....	59
Fig IV.6 : Spectre de rayon x de l'acier doux après la corrosion	60
Fig IV. 7 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier doux avant et après la corrosion.....	61
Fig IV.8 : Variation de l'épaisseur de revêtement par l'électrodéposition en fonction de temps	62
Fig IV.9 : Microstructure de dépôt de Zn par électrodéposition	63
Fig IV.10 : Spectre de rayon X de dépôt de Zn par électrodéposition	64
Fig IV.11 : spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier doux et dépôt de Zn par électrodéposition	65
Fig IV. 12 : Courbes de polarisation de l'acier déposé par Zn (a) courbe linéaire, (b) courbe logarithmique.	67
Fig IV. 13 : Microstructure de l'acier doux déposé par Zn après la corrosion	68
Fig IV.14 : Spectre de rayon x de l'acier dépôt de Zn par électrodéposition après corrosion	69
Fig IV. 15 : Spectres superposés de rayon X en superposé de dépôt de Zn par électrodéposition avant et après corrosion	70
Fig IV.16 : Microstructure par MEB de la couche de zinc électrodéposition :a) avant teste de corrosion, b) après teste de corrosion.	70
Fig IV.17 : Microstructure de l'acier doux après la galvanisation à chaud de Tréfigisoud..	71
Fig IV.18 : Spectre de rayon x de l'acier galvanisé de Tréfigisoud	72
Fig IV.19 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier doux et l'acier galvanisé de Tréfigisoud	73
Fig IV.20 : Courbes de polarisation de l'acier galvanisé de Tréfigisoud (a) courbe linéaire, (b) courbe logarithmique.	74

LISTE DES FIGURES

Fig IV. 21 : Microstructure de l'acier galvanisé à chaud de Tréfissoud après teste de corrosion.....	76
Fig IV. 22 : Spectre de rayon x de l'acier galvanisé de Tréfissoud après corrosion	77
Fig IV.23 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier galvanisé de Tréfissoud avant et après la corrosion.....	78
Fig IV.24 : Variation de l'épaisseur de revêtement par galvanisation à chaud en fonction de temps	79
Fig IV. 25 : Microstructure de l'acier galvanisé à chaud	80
Fig IV.26 : Spectre de rayon x de l'acier galvanisé	81
Fig IV.27 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier doux et acier galvanisé	82
Fig IV. 28 : Courbes de polarisation de l'acier galvanisé (a) courbe linéaire, (b) courbe logarithmique.	84
Fig IV. 29 : Microstructure de l'acier galvanisé à chaud après teste de corrosion	85
Fig IV.30 : Spectre de rayon x de l'acier galvanisé après la corrosion.....	86
Fig IV. 31 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier galvanisé avant et après la corrosion	87
Fig IV. 32 : Microstructures de l'acier :a) acier doux, b) dépôt de Zn par électrodéposition, c) galvanisé de Tréfissoud, d) galvanisé à chaud	88
Fig IV. 33 : Spectres superposés de rayon x de l'acier : acier doux, dépôt de Zn par électrodéposition, galvanisé de Tréfissoud, galvanisé à chaud.....	89
Fig IV. 34 : Courbes de polarisation linéaire de : l'acier doux, déposé par Zn, galvanisé de Tréfissoud, galvanisé après la corrosion	90
Fig IV. 35 : Courbes de polarisation logarithmique de : l'acier doux, déposé par Zn, galvanisé de Tréfissoud, galvanisé après la corrosion	91
Fig IV.36 : Spectres superposés de rayon x de : l'acier doux, déposé par Zn, galvanisé de Tréfissoud, galvanisé après la corrosion	92

LISTE DES ABRÉVIATIONS

Abréviations

Å	Unité de mesure de distance ; $1 \text{ m} = 10^{10} \text{ Å}$
an	Ans
β	Largeur à mi-hauteur du rai
CVD	<i>Dépôt chimique en phase vapeur</i>
cm ²	Centimètre carré
DRX	Diffraction des rayons X
E	Potentiel électrode/solution
Ecorr	Potentiel de corrosion
e	Epaisseur du dépôt
Fe	Fer
ICDD	Centre international de données de diffraction
ISO	Organisation internationale de normalisation
Icorr	Densité de courant de corrosion
kΩ	Kilohom
K	constante de matériau
λ	longueur d'onde
MEB	Microscope électronique à balayage
MO	Microscope Optique
mi	Masse de l'échantillon avant revêtement.
mf	Masse de l'échantillon après revêtement
mv	Millivolt
PVD	<i>Dépôt physique en phase vapeur</i>
Rp	Résistance de polarisation
ρ	Masse volumique de dépôt
S	Surface du substrat,
sec	Second
T _m	Taille moyenne des cristallites (Å°)
2 θ	Angle de Bragg de sommet du rai
μA	Microampère
μm	Micromètre
Zn	Zinc

SOMMAIRE

Dédicace	
Remerciements	
Lises des Tableaux	
Lises des figures	
Résumés	

SOMMAIRE

Introduction général.....	1
Références de l'introduction.....	2

CHAPITRE I : TRAITEMENT DE SURFACE

I.1. Généralité sur traitement de surface	3
I.1.1. Définition de traitement de surface.....	3
I.1.2. Le but des traitements de surface	3
I.1.3. Quelques techniques et procédés de traitements de surface	4
I.1.3.1. Revêtements cathodiques	4
I.1.3.2. Revêtement anodique.....	5
I.1.3.3. Immersion en métal fondu	6
I.1.3.4. Le dépôt physique en phase vapeur (PVD).....	6
I.1.3.5. Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD).....	7
I.1.3.6. Les procédés chimiques	8
I.1.3.7. Les procédés électrodépositions	9
I.1.3.8. La carburation (cémentation)	9
I.1.3.9. La nitruration	10
I.2. Notion sur la corrosion	10
I.2.1. Définition de la corrosion	10
I.2.2. Les forme de corrosion	11
I.2.2.1. La corrosion chimique	11
I.2.2.2. La corrosion électrochimique.....	11
I.2.2.3. La biocorrosion	11

SOMMAIRE

I.2.3. Les types de corrosion	11
I.2.3.1. Corrosion uniforme	11
I.2.3.2. La corrosion localisée	12
I.2.4. Morphologie de corrosion.....	13
Références de chapitre I	16

CHAPITRE II : ELECTRODEPOSITION ET GALVANISATION

II.1. Généralité sur Electrodeposition	18
II.1.1. Définition électrodeposition	18
II.1.2. Principe d'électrodeposition.....	18
II.1.3. Les différents modes de dépôt d'électrolytiques	19
II.1.3.1. Les dépôts en cuve ou au trempé.....	19
II.1.3.2. Les dépôts au tonneau.....	19
II.1.3.3. L'électrolyse au tampon	19
II.1.4. Paramètres influençant l'électrodeposition.....	20
II.1.4.1. Température	20
II.1.4.2. Agitation de l'électrolyse.....	20
II.1.4.3. PH du bain	20
II.1.4.4. La densité de courant	20
II.1.4.5. Composition d'électrolyte	21
II.1.4.6. Nature du métal à déposer	21
II.1.4.7. Nature du substrat	21
II.1.5. Préparation de surface	22
II.1.5.1. Polissage mécanique.....	22
II.1.5.2. Dégraissage.....	23
II.1.5.3. Décapage	23
II.1.5.4. Lavage, rinçage, égouttage, séchage.....	23
II.2. Généralité sur galvanisation.....	23
II.2.1. Définition de galvanisation à chaud	23
II.2.2. Le principe de la galvanisation.....	24
II.2.3. Les procédés industriels de galvanisation	24
II.2.3.1. La galvanisation à façon ou au trempé	24
II.2.3.2. La galvanisation en continu	25
II.2.4. Préparation de surface	26

SOMMAIRE

II.2.4.1. Le dégraissage	26
II.2.4.2. Le décapage	26
II.2.4.3. Le fluxage	27
II.2.4.4. Rinçage	27
II.2.4.5. Le séchage	27
II.2.5. Paramètres de la réaction.....	28
II.2.5.1. Composition de l'acier.....	28
II.2.5.2. Température du bain.....	29
II.2.5.3. Composition de bain.....	29
II.2.6. Microstructure des couches de galvanisation.....	30
Références de chapitre II	32

CHAPITRE III : MATERIAUX ET MATERIEL EXPERIMENTAL

III.1. Matériaux.....	34
III.1.1. Substrat utilisé.....	34
III.1.2. plaques de Zn	34
III.1.3. Bain d'électrolytique (Zn pur)	35
III.1.4. Influence des compositions de bain d'électrodéposition	35
III.1.4.1. Sulfate de Zinc [Zn SO ₄].....	36
III.1.4.2. Acide Borique [H ₃ BO ₃].....	36
III.1.4.3. Sulfate de Sodium [(Na ₄) ₂ SO ₄].....	36
III.1.4.4. Citrate de Sodium [Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ,2H ₂ O].....	36
III.2. Techniques Expérimentales	36
III.2.1. Procédé d'électrodéposition.....	36
III.2.1.1. Préparation des échantillons.....	36
III.2.1.1.1. Polissage mécanique.....	36
III.2.1.1.2. Dégraissage.....	37
III.2.1.1.3. Décapage	37
III.2.1.1.4. Rinçage	37
III.2.1.3. Les conditions de l'électrodéposition.....	39
III.2.1.4. Matériels utilisés dans l'électrodéposition	40
III.2.1.5. Procédé d'électrodéposition	40
III.2.2. Procédé de galvanisation.....	41
III.2.2.1. Préparation des échantillons.....	41

SOMMAIRE

III.2.2.3. équipements utilisés dans la galvanisation	45
III.2.2.4. Procédé de galvanisation	46
III.3. Techniques de caractérisation.....	47
III.3.1. Analyse métallographie	47
III.3.1.1. L'analyse micrographique(MO).....	47
III.3.1.2. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	48
III.3.2. Diffraction de rayons X (DRX)	48
III.3.2.1. Principe.....	48
III.3.3. La Microdureté.....	50
III.3.4. Evaluation de corrosion	51
III.3.4.1. Mesures électrochimiques	51
III.3.5. Mesure de l'adhérence de la couche (choc thermique).....	53
Références chapitre III.....	54

CHAPITRE IV : RESULTATS EXPERIMENTAL ET INTERPRETATIONS

IV.1. L'acier doux	55
IV.1.1. Observation microscopique de l'acier doux	55
IV.1.2. Diffraction des rayons x.....	55
IV.1.3. La taille moyenne des cristallites.....	56
IV.1.4. La Microdureté et Résistance mécanique	57
IV.1.5. Evaluation de corrosion	58
IV.1.5.1. Test de polarisation	58
IV.1.5.2. Observation microscopique.....	59
IV.1.5.3. Diffraction des rayons x après la corrosion	60
IV.2. Procédé d'électrodéposition	61
IV.2.1. Elaboration des couches de Zn par électrodéposition.....	61
IV.2.2. Mesure de l'épaisseur des couches de Zn.....	62
IV.2.3. Contrôle de l'adhérence de dépôt	63
IV.2.4. Observation microscopique	63
IV.2.5. Diffraction des rayons X.....	64
IV.2.6. La taille moyenne des cristallites.....	65
IV.2.7. La Microdureté et Résistance mécanique	66
IV.2.8. Evaluation de corrosion	66
IV.2.8.1. Test de polarisation	66

SOMMAIRE

IV.2.8.2. Observation microscopique.....	68
IV.2.8.3. Diffraction des rayons X après la corrosion.....	69
IV.2.8.4. Observation par MEB	70
IV.3. Procédé de galvanisation à chaud.....	71
IV.3.1. Galvanisation à chaud de Tréfissoud	71
IV.3.1.1. Contrôle de l'adhérence de couche	71
IV.3.1.2. Observation microscopique.....	71
IV.3.1.3. Diffraction des rayons X	72
IV.3.1.4. La taille moyenne des cristallites	73
IV.3.1.5. Evaluation de corrosion	74
IV.3.1.5.1. Test de polarisation	74
IV.3.1.5.2. Observation microscopique	76
IV.3.1.5.3. Diffraction des rayons X après la corrosion	77
IV.3.2. Galvanisation à chaud.....	78
IV.3.2.1. Elaboration des couches de Zn par galvanisation à chaud.....	78
IV.3.2.2. Mesure des épaisseurs de revêtement par galvanisation à chaud.....	78
IV.3.2.3. Contrôle de l'adhérence de dépôt.....	80
IV.3.2.4. Observation microscopique.....	80
IV.3.2.5. Diffraction des rayons X.....	81
IV.3.2.6. La taille moyenne des cristallites.....	82
IV.3.2.6. Evaluation de corrosion	83
IV.3.2.6.1. Test de polarisation	83
IV.3.2.6.2. Observation microscopique.....	85
IV.3.2.6.3. Diffraction des rayons X après la corrosion	86
IV.7. Comparaison entre les procédés de revêtements utilisés.....	88
IV.7.1. Microscope optique.....	88
IV.7.2. Les analyses des diffractions des rayons X	89
IV.7.3. Test de corrosion	90
IV.7.4. Les analyses des diffractions des rayons X après la corrosion.....	92
Références de chapitre IV.....	93
Conclusion général.....	94

INTRODUCTION GENERAL

INTRODUCTION GENERAL

Depuis plusieurs années, l'homme était toujours à la recherche de matériaux de qualité, d'un aspect décoratif (aspect présentable vis à vis de la touche, visuel,...) et résistants à la corrosion d'où le traitement de surface métallique. Les traitements et revêtements de surface constituent actuellement un des moyens essentiels pour améliorer les propriétés fonctionnelles des métaux, notamment la résistance à l'oxydation et à la corrosion, la tenue à la fatigue sous toutes ses formes (fatigue mécanique, fatigue thermique, fatigue de surface), la résistance au frottement et à l'usure, sans oublier la couleur et l'aspect esthétique [1].

Notre étude consiste à l'étude des couches de zinc déposées sur un acier doux à partir électrodéposition et galvanisation à chaud et leurs caractérisations

Le présent travail est organisé comme suit :

Dans la première partie, le chapitre I, II nous comptons présenter d'une manière synthétique la partie bibliographie que dans laquelle nous allons faire un rappel des bases des théories existantes, pour décrire la corrosion et les moyens de protection, et l'électrodéposition et galvanisation

Chapitre III : dans ce chapitre nous allons voir le choix des matériaux et les méthodes expérimentales et d'analyses c'est-à-dire, la diffraction des rayons X, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, les mesures de la microdureté et teste électrochimique

Chapitre IV : le dernier chapitre comportera les résultats expérimentaux et leurs interprétations.

Et à la fin nous essayerons de résumer ce travail à travers une conclusion générale.

Références de l'introduction

[1] R. Lévêque, Livre : Traitements et revêtements de surface des métaux, Dunord, 20013.

CHAPITRE I
TRAITEMENT DE SURFACE

I.1. Généralité sur traitement de surface

Les traitements et revêtements de surface constituent actuellement un des moyens essentiels pour améliorer les propriétés fonctionnelles des métaux, notamment la résistance à l'oxydation et à la corrosion, la tenue à la fatigue sous toutes ses formes (fatigue mécanique, fatigue thermique, fatigue de surface), la résistance au frottement et à l'usure, sans oublier la couleur et l'aspect [1].

I.1.1. Définition de traitement de surface

Un traitement de surface est une opération mécanique, chimique, électrochimique ou physique qui a pour conséquence de modifier l'aspect ou la fonction (fig I. 1) de la surface des matériaux afin de l'adapter à des conditions d'utilisation données [2].

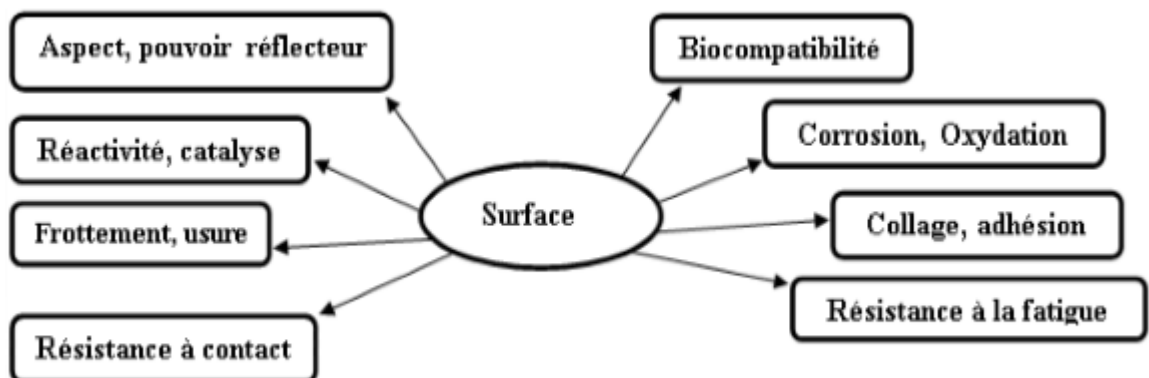


Fig I.1 : Propriétés fonctionnelle de surface [1]

I.1.2. Le but des traitements de surface

Un traitement de surface est généralement réalisé dans le but d'améliorer les caractéristiques superficielles d'un matériau (dureté, module d'élasticité, résistance à l'usure ou à l'oxydation, modification de la conductivité thermique ou électrique, aspect visuel) tout en préservant son intégrité dans son volume [3]. Ces traitements peuvent être répartis en catégories (fig I .2).

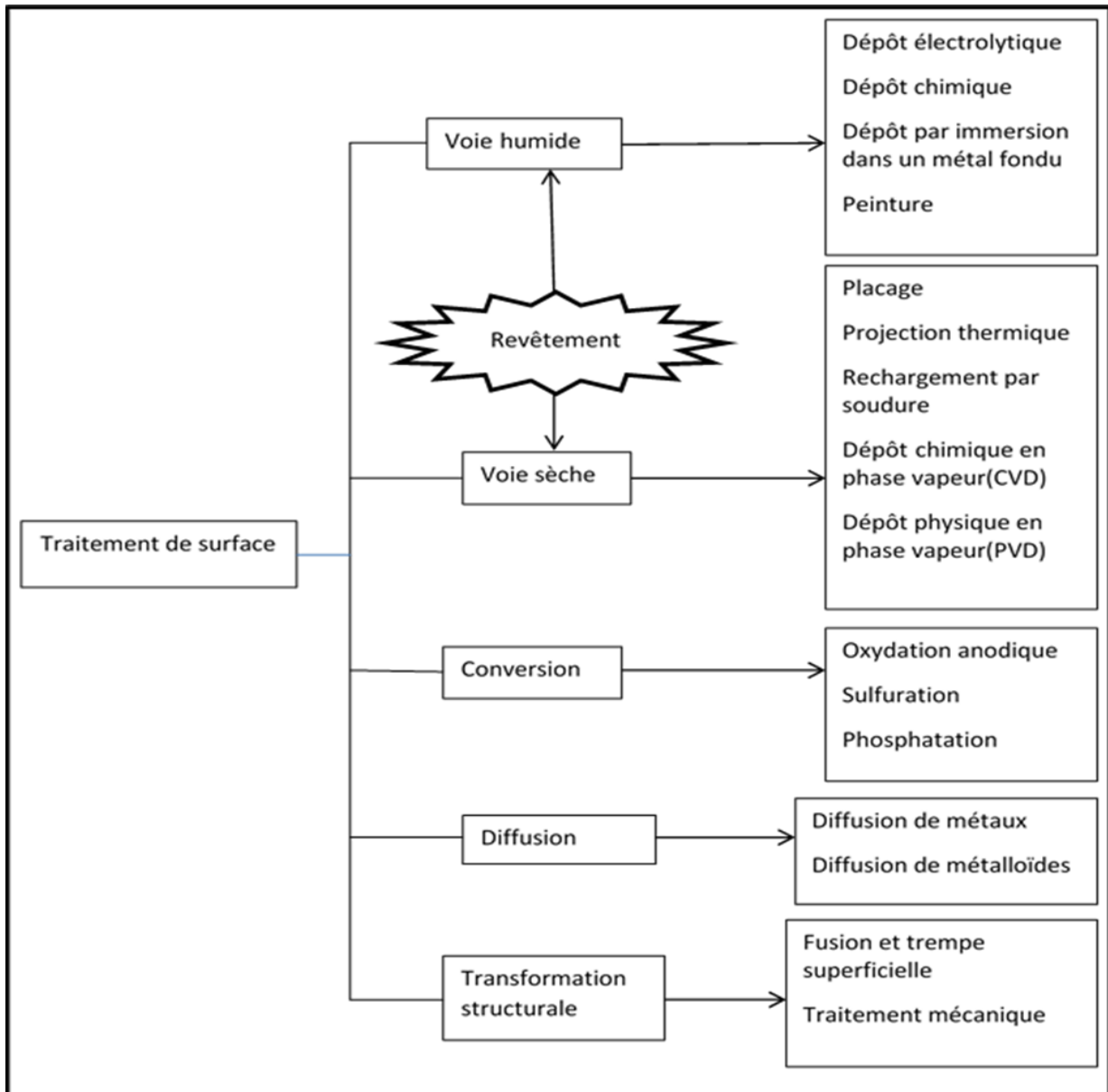


Fig I.2 : Les principales techniques utilisées en traitement de surface [4]

I.1.3. Quelques techniques et procédés de traitements de surface

I.1.3.1. Revêtements cathodiques

Le métal protecteur est plus noble que le métal à protéger. C'est le cas par exemple d'un revêtement de nickel ou de cuivre sur de l'acier (fig I.3). . En cas de défaut du revêtement, la pile de corrosion qui se forme peut conduire à une perforation rapide du métal de base, aggravée par le rapport "petite surface anodique" sur "grande surface cathodique". Dans ce cas, la continuité du revêtement est donc le facteur primordial [5].

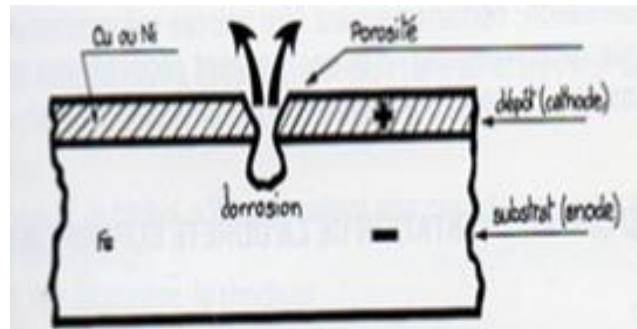


Fig I.3 : Revêtement cathodique [6]

1.1.3.2. Revêtement anodique

Le métal protecteur est moins noble que le métal à protéger. C'est le cas du procédé de galvanisation (revêtement par le zinc (fig I.3)), que nous avons déjà évoqué. En cas de défaut du revêtement, il y a formation d'une pile locale et ce dernier se corrode en protégeant cathodiquement le métal de base. La protection reste donc assurée tant qu'une quantité suffisante de revêtement est présente. Plus que l'absence de défaut, c'est donc l'épaisseur qui est un élément important de ce type de revêtement [5].

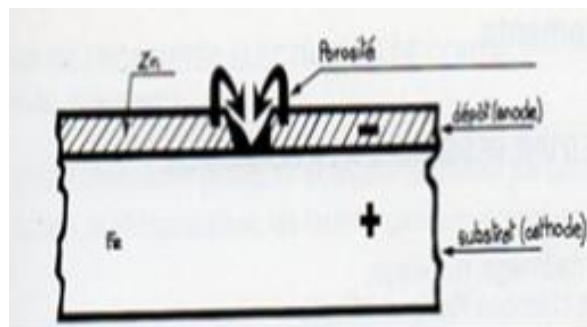


Fig I. 4 : Revêtement anodique [6]

1.1.3.3. Immersion en métal fondu

Le métal à protéger est plongé dans un bain de métal protecteur fondu (figure I. 5) l'opération se faisant à chaud, la couche formée est complexe car des phénomènes de diffusion interviennent .cette méthode est utilisées en particulier pour le dépôt de Zinc (galvanisation) ou d'Etain (étamage) [7].

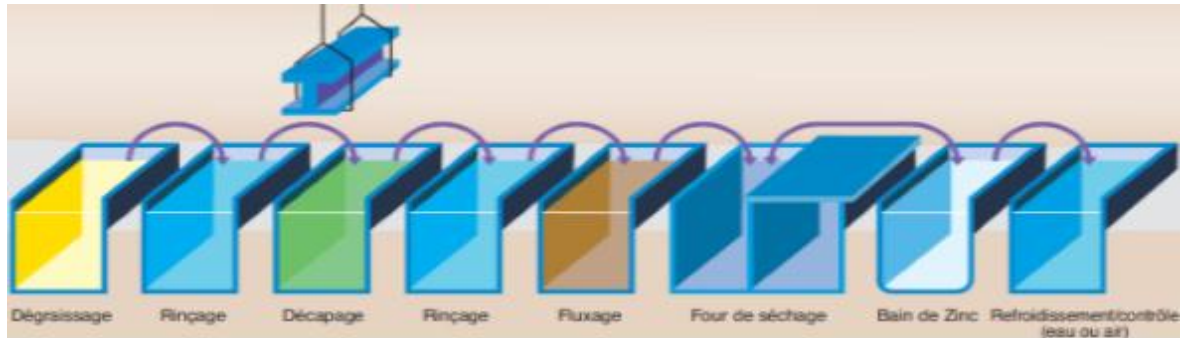


Fig I. 5 : principe d'immersion en métal fondu (galvanisation à chaud) [1]

1.1.3.4. Le dépôt physique en phase vapeur (PVD)

Les dépôts physiques en phase vapeur consistent à utiliser des vapeurs du matériau à déposer pour réaliser un dépôt sur un substrat quelconque [8] le principe de PVD dans la (fig I .6).

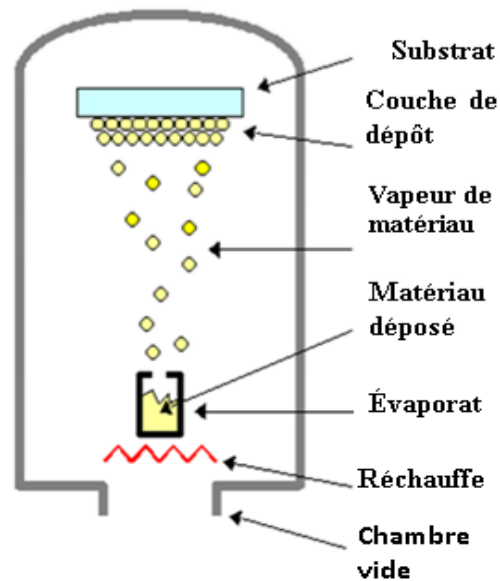


Fig I. 6 : Principe de dépôts physiques en phase vapeur [9]

1.1.3.5. Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

Le dépôt en phase vapeur chimique CVD (Chemical Vapor Deposition) est une méthode dans laquelle le ou les constituants d'une phase gazeuse réagissent pour former un film solide déposé sur un substrat [8] le principe de CVD dans la (fig I. 7).

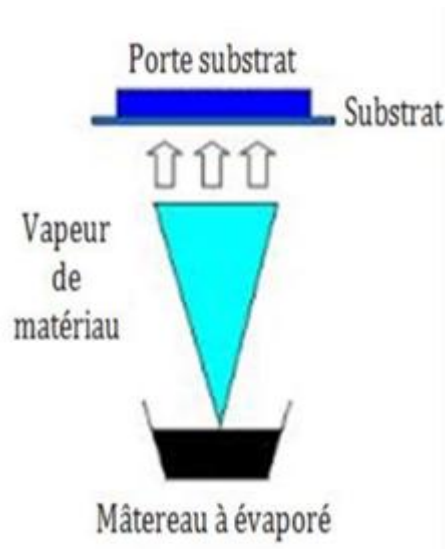


Fig I. 7 : Principe de dépôts chimiques en phase vapeur [9]

1.1.3.6. Les procédés chimiques

Ce sont les procédés qui utilisent des réactions chimiques entre la surface à recouvrir et le contenu du bain (Fig I. 8). Lorsqu'il s'agit d'un dépôt de métaux sur une surface métallique on parle de métallisation chimique : le dépôt se crée alors soit par réaction entre ces deux espèces soit avec un apport de métal couplé avec le substrat. L'ionisation du métal se fait par contact métallique ou par déplacement [10].

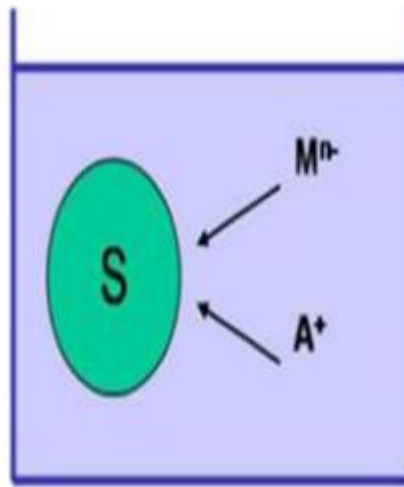


Fig I. 8 : Principe de dépôts chimiques [12]

1.1.3.7. Les procédés électrodépositions

L'électrodéposition est une réaction d'oxydoréduction qui est déclenchée par une source de courant. Le bain d'électrolyse contient le sel métallique approprié, le substrat (électrode de travail) sur lequel doit s'effectuer le dépôt et l'électrolyte dans lequel il baigne les ions métalliques [11]. La (Fig I. 9) présente Schéma de montage d'une cellule d'électrolyse.

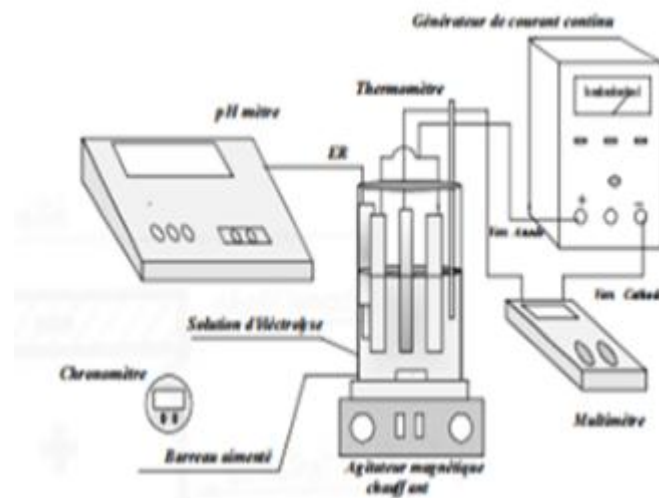


Fig I.9 : Schéma de montage de cellule d'électrolyse [13]

1.1.3.8. La carburation (cémentation)

La carburation superficielle des aciers, appelée (cémentation) .s'effectue en phase γ . Le procédé le plus ancien consistait à mettre en contact l'acier avec du graphite ou un carbonate [14]. Après traitement de cémentation, on résulte distribution du pourcentage du carbone comme montre la figure I.10.

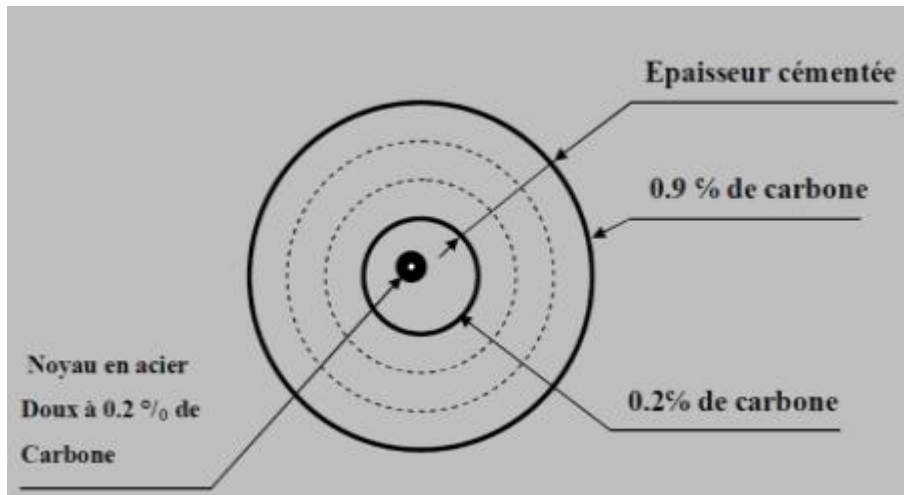


Fig I. 10 : Distribution du pourcentage du Carbone après la cémentation [14]

1.1.3.9. La nitruration

A la différence de la carburation basée sur une mise en solution, la nitruration des aciers tend à réaliser la formation d'un composé superficiel, de nitrure dont les propriétés mécaniques sont élevées. La nitruration s'effectue à température modérée (500 à 650°) dans des atmosphères contenant de l'azote [14].

1.2. Notion sur la corrosion

La corrosion est le phénomène suivant lequel les métaux ont tendance, sous l'action d'agents atmosphériques ou de réactifs chimiques, à retourner à leur état originel d'oxyde, sulfure, carbonate, plus stable par rapport au milieu considéré, et ainsi à subir une détérioration de leur propriétés [7].

1.2.1. Définition de la corrosion

D'après la norme internationale ISO 8044 (1999), la corrosion est définie comme « l'interaction physico-chimique entre un métal et son milieu environnant entraînant des modifications dans les propriétés du métal et pouvant conduire à une dégradation significative de la fonction du métal, du milieu environnant ou du système technique dont ils font partie » [17].

I.2.2. Les formes de corrosion

I.2.2.1. La corrosion chimique

Elle se manifeste par une attaque directe du métal lorsqu'il est en contact avec des solutions non électrolytiques ou avec des gaz secs. Au cours de cette corrosion l'oxydation du métal et la réduction de l'oxydant se produisent en un seul acte.

L'action de l'oxygène reste l'exemple typique de la corrosion chimique.

Exemple : $2\text{Fe} + \text{O}_2 \longrightarrow 2\text{FeO}$ [15].

I.2.2.2. La corrosion électrochimique

Appelée aussi corrosion humide, elle se produit lorsqu'il y a hétérogénéité soit dans le métal ou l'alliage métallique soit dans le milieu. Il y a formation d'une pile avec passage de d'un courant [16].

I.2.2.3. La biocorrosion

La biocorrosion appelée encore corrosion bactérienne, rassemble tous les phénomènes de corrosion dans lesquels les bactéries agissent directement ou par l'intermédiaire de leur métabolisme en jouant un rôle primordial, soit en accélérant un processus déjà établi, soit en créant les conditions favorables à son établissement [21]

I.2.3. Les types de corrosion

Plusieurs formes de corrosion peuvent être dénombrées, caractérisées par des modifications de propriétés physiques du métal :

I.2.3.1. Corrosion uniforme

La corrosion uniforme est une perte de matière plus ou moins régulière sur toute la surface (Fig I.11). Le métal dans ce cas est dans l'état actif. Elle est aisément contrôlable par des mesures de perte de poids ou la diminution d'épaisseur du métal [18].

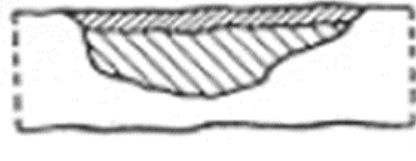


Fig I. 11 : Corrosion uniform

1.2.3.2. La corrosion localisée

La corrosion localisée est la forme la plus insidieuse. Elle survient sur une partie du métal qui représente un lieu spécifiquement anodique, clairement distingué, dont la surface est très faible devant le reste de la structure métallique qui constitue la zone cathodique (fig I.12) [15].



Fig I. 12 : Corrosion localisée

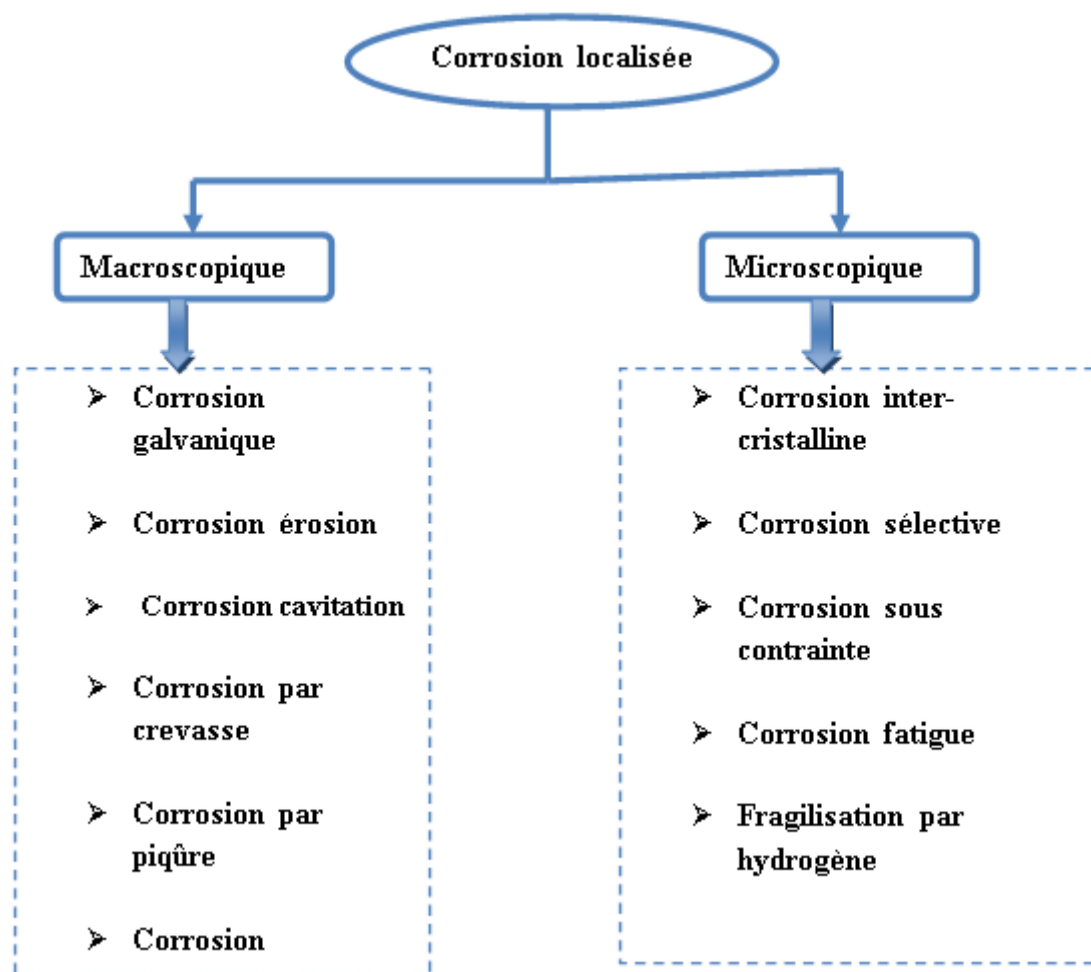
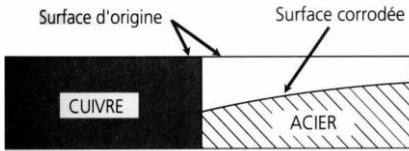
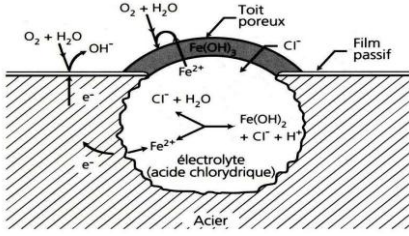
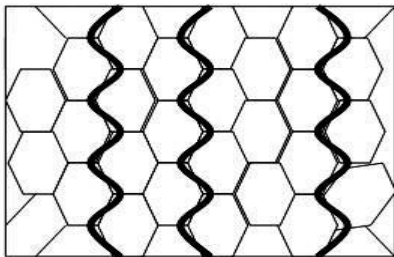



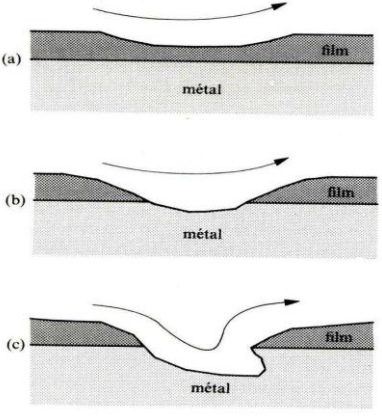
Fig I. 13 : Les différents types de Corrosion localisée [19]

I.2.4. Morphologie de corrosion

Le processus de la corrosion des métaux prend quelques nombreux de types, qui sont classées principalement selon la forme qui se manifeste à la surface corrodé :

Tab I.1 : Les différents types de corrosion

Types	Définition	Caractéristiques
 <p>Fig I.14 : Corrosion galvanique [19]</p>	<p>Appelée aussi corrosion bimétallique, est due à la formation d'une pile électrochimique entre deux métaux différents [19].</p>	<p>L'attaque peut être considérée comme localisée à un endroit précis, mais la forme de l'usure est généralisée [19]</p>
 <p>Fig I.15 : Corrosion par piqûres [19]</p>	<p>Cette forme de corrosion est particulièrement insidieuse. L'attaque se limite à des piqûres, très localisées et pouvant progresser très rapidement en profondeur, alors que le reste de la surface reste indemne [19].</p>	<p>Attaque fortement localisée aux secteurs spécifiques ayant pour résultat des petits puits qui pénètrent dans le métal et peuvent mener à la perforation [20].</p>
 <p>Fig I.16 : Corrosion intergranulaire [19]</p>	<p>Elle se manifeste aux joints intergranulaires. Elle est due en général à la précipitation d'une phase ou à la formation préférentielle d'un produit de corrosion aux joints de grains [7].</p>	<p>La corrosion intergranulaire est due à la présence d'impuretés dans le joint et l'enrichissement ou l'épuisement local de l'un des constituants dans la zone proche du joint [19].</p>

 <p><i>Fig I.17 : Corrosion sélective [20]</i></p>	<p>Elle consiste en la dissolution sélective d'un élément d'un alliage, les autres éléments restent non attaqués. Le métal devient poreux et perd sa résistance [18].</p>	<p>Un composant d'un alliage (habituellement les plus actifs) est sélectivement enlevé d'un alliage [20].</p>
 <p><i>Fi I.18 : Corrosion sous contrainte [19]</i></p> <p>a)érosion du film, (b) corrosion de la surface métallique exposée au milieu, (c) formation d'une figure d'attaque.</p>	<p>La corrosion sous contrainte est une fissuration du métal qui résulte de l'action commune d'une contrainte mécanique et d'une réaction électrochimique. Le processus se déroule en deux phases successives, à savoir une d'initiation et une de propagation [18].</p>	<p>Corrosion- Érosion, corrosion sous tension, corrosion par fatigue [20]</p>

Références de chapitre I

- [1] R. Lévêque, Livre : Traitements et revêtements de surface des métaux, Dunord, 2007.
- [2] Caisse Régionale d'Assurance Maladie d'Ile-de-France (CRAMIF), Traitement de surface substituer ou défaut, réduire et maîtriser l'exposition au Chrome hexavalent.
- [3] L. Duburg, Développement d'alliage de surfaces élaborées sous faisceau laser sur substrat Aluminium : application au rechargement de surface, thèse de doctorat.
- [4] A. BADJILLALI et M. A. MAMMADI, Optimisation d'adhérence des couches de Zinc dans la galvanisation à chaud par immersion, Mémoire de l'ingénieur, Université Mohamed Khider Biskra, 2010.
- [5] M .Bouaoud, Tenue à la corrosion en milieu acide d'un dépôt de Zn Sn sur acier inoxydable, Mémoire de Magister, université Ferhat Abbas-Sétif, 2014.
- [6] www.tmn-industries.fr.
- [7] J. Benard, J. Philibert, A. Michel et J. Talbot, Livre : Métallurgie générale, 2^{ème} édition ; Masson, 1984.
- [8] S. Hariach, Elaboration et caractérisation des couches minces de sulfure de Cadmium (Cd S) préparés par bain chimique (CBD), Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, 2009.
- [9] web.tuat.ac.jp/English/depot.
- [10] CIRTA : Centre d'Ingénieur en Traitements et Revêtement de surface Avances.
- [11] S .DERBAL, Electrodeposition et caractérisation de couches minces métalliques ternaires CuZnSn, Mémoire de Magister, Université Ferhat ABBAS-Setif1, 2014.
- [12] www.emse.fr.
- [13] A. Mihi, N. Bouzeghaia et R. Benbouda, Caractérisation des dépôts composites électrolytique Nickel-Aluminium sur acier doux(E34) par des tests de corrosion, article, Université de Batna ,2007.
- [14] A. Djeribaa, Influence des traitements de surface sur les propriétés mécaniques, Mémoire de Magister, Université Mentouri Constantine.
- [15] O .Belahssen, Comportement à la corrosion électrochimique de l'acier 32CrMoV13 nitruré par procédé plasma, Mémoire de Magister, Université Badji Mokhtar Annaba, 2008.

- [16] B.Grosgea, P.Colon, Société Francophone de Biomatériaux Dentaires, université Médicale Virtuelle Francophone, 2009-2010.
- [17] A. Maillet, Interactions argilite de Tournemire /Fer métal en contexte in situ : Résultats à 10 ans de contact, thèse de doctorat, Ecole doctorale : Gay Lussac, 2012.
- [18] A .Oulabbas, Nouvelles voie d'inhibition de la corrosion des aciers plus respectueux de l'environnement, Mémoire de Magister, université Mohamed Chérif Messaadi-Souk Ahras, 2013.
- [19] M. C. Nebbar, Etude de la tenue à la corrosion de l'acier N80 et évaluation de l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion, Mémoire de Magister, Université Mohamed Khider – Biskra, 2010.
- [20] S .SAADOUNE, Synthèse et caractérisation d'inhibiteur bi-fonctionnels : application à la corrosion de construction, Mémoire de Magister, Université de Ferhat Abbas-Sétif, 2010
- [21] M. Hellie, Livre : Corrosion des matériaux métalliques : Corrosion sèche, aqueuse, par métal liquide, méthodes de protection, Ellipses, 2015.

CHAPITRE II
ELECTRODEPOSITION ET
GALVANISATION

II.1. Généralité sur Electrodéposition

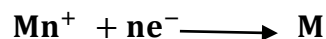
Les techniques qui consistent à obtenir par voie électrolytique, sur une surface conductrice, un ou plusieurs revêtements métalliques, composés d'un ou plusieurs métaux, relèvent du galvano technique. Ces opérations ont pour but de conférer au métal certaines propriétés de surfaces telles que : la résistance à la corrosion, l'aspect (mat, semi-brillant, brillant, satiné...), les propriétés optiques, la soudabilité, la conductibilité, la résistance de contact, la dureté, la ductilité, la résistance à l'usure, à l'abrasion et au frottement, la rugosité, la tenue au vide et la non-toxicité [1].

II.1.1. Définition électrodéposition

C'est une réaction électrochimique résulte d'un déplacement d'équilibre entre une électrode et l'électrolyte dans lequel elle se trouve immergée. L'immersion peut être totale ou bien ne concerner qu'une partie du matériau (ruissellement ou contact avec des gouttes par exemple) [2].

II.1.2. Principe d'électrodéposition

Les dépôts électrolytiques sont relativement simples à analyser : la pièce à revêtir est placée en position cathodique au contact d'une solution électrolytique contenant des ions Mn^{+} du métal à déposer ou sous d'autres formes (Fig II.1), en particulier de complexes cyanurés. Ceux-ci subissent à la surface de la pièce, une réaction de réduction :



Le plus souvent, la consommation en ions Mn^{+} est compensée par une dissolution symétrique des anodes en métal M. Pour quelques dépôts, en particulier ceux de Chrome, de Nickel et de Zinc, le métal M est introduit sous forme de sels qui se décomposent au contact de l'anode [3].

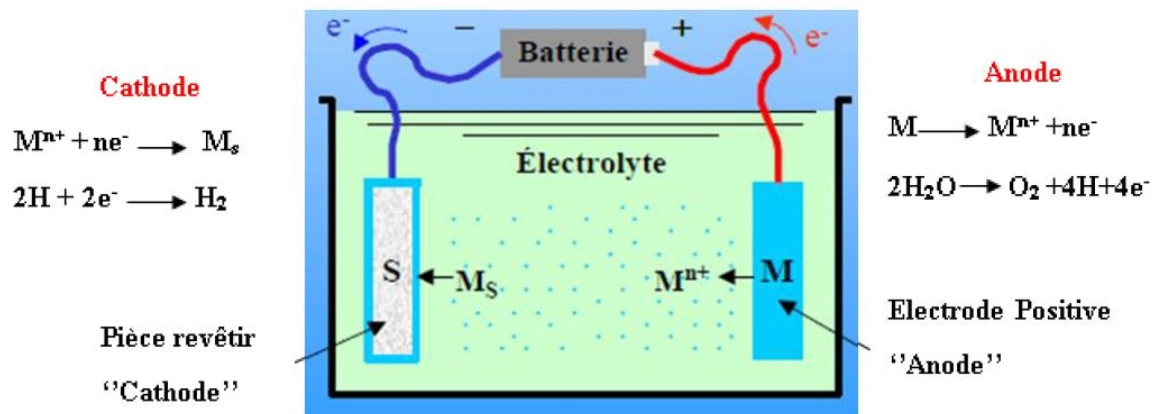


Fig II. 1 : Principe d'électrodéposition [4]

II.1.3. Les différents modes de dépôt d'électrolytiques

Il existe quatre procédés de mise en œuvre des dépôts galvaniques :

II.1.3.1. Les dépôts en cuve ou au trempé

C'est la mise en œuvre la plus courante, les pièces sont plongées dans une cuve d'électrolyse. Compte tenu des législations de plus sévères sur l'environnement (en particulier sur le Cadmium et le chrome), des dispositifs de traitement des effluents sont mis en place. Le plus souvent, les cuves d'électrolyse sont intégrées à des lignes de traitement ou se succèdent des cuves de dégraissage, de décapage et de rinçage [3].

II.1.3.2. Les dépôts au tonneau

Il ne s'agit que d'un complément aux équipements précédents pour le traitement de petites pièces. Ces dernières sont placées en vrac dans un tambour perforé en rotation [3].

II.1.3.3. L'électrolyse au tampon

L'électrolyse au tampon est un procédé sélectif d'électrolyse sans immersion dont le principe est le suivant : l'anode, ou plus exactement le dispositif anodique, est imprégnée

d'une solution électrolytique spéciale ; ce dispositif anodique est déplacé sur la pièce à revêtir qui constitue la cathode. Sous l'action du courant électrique le métal se dépose sur la pièce [3].

I.1.4. Paramètres influençant l'électrodéposition

II.1.4.1. Température

L'intérêt d'une élévation de température est donc d'accroître le maximum admissible de densités de courant. En effet, elle augmente aussi bien les vitesses de réactions électrochimiques que celle de diffusion. Ce qui permet l'élaboration de solutions plus concentrées. Dans le cas où le dépôt s'accompagne d'un dégagement d'hydrogène, le rendement faradique pourrait être modifié. L'élévation de la température à ses limites dont la principale est bien, entendue, l'ébullition de la solution [5].

II.1.4.2. Agitation de l'électrolyse

L'agitation contribue à accélérer l'apport d'ions à la cathode, donc à augmenter la productivité. Elle peut être réalisée par circulation de l'électrolyte, mouvement des pièces, utilisation d'ultrasons ou brassage par l'air dans le cas de bains non oxydables [3].

II.1.4.3. PH du bain

Il joue également un rôle important. Dans des bains de nickelage, un pH trop grand donne un dépôt mat. Pour éviter ces inconvénients, les solutions d'électrolytes sont maintenues à un pH constant par addition d'une substance tampons. Cela permet d'éviter les modifications de qualité du dépôt qui résulteraient des variations de l'acidité [11].

II.1.4.4. La densité de courant

Le courant appliqué est la plupart du temps continu, avec quelques % de résiduel alternatif. Il existe des variantes qui utilisent l'inversion de polarité (une trentaine de secondes en pièce cathodique, puis quelques secondes en pièce anodique) dans le but de réduire la porosité des dépôts. Les procédés les plus récents utilisent des courants pulsés de fréquence élevée, pour la réalisation de dépôts sur des pièces de petites dimensions [3].

II.1.4.5. Composition d'électrolyte

La structure d'un dépôt varie avec la concentration des espèces électroactives, l'existence de complexes la nature et la concentration des anions et des cations indifférents [5].

II.1.4.6. Nature du métal à déposer

La structure d'un dépôt dépend du métal et des conditions d'électrolyse.

Andropov classe les métaux en trois groupes suivant La structure, leur attitude à donner des dépôts plus au moins fin.

- Le premier groupe correspond aux métaux qui se déposent avec de très faible surtension et des densités de courant élevé donnent des dépôts grossiers, citons : Ag, Pb, Sn, Hg.

-Le second correspond aux métaux qui donnent des dépôts grossiers mais compacts Cu, Zn, Cd.

-Le troisième est celui qui donne des dépôts très fin : Fe, Co, Ni.

-Les dépôts du troisième groupe s'accompagnent d'une surtension importante et il est indispensable de considérer la décharge simultanée de l'hydrogène et la théorie du blocage des centres actifs [5].

II.1.4.7. Nature du substrat

Le métal de base conditionne en partie le choix du dépôt. Une fois choisi il faut que l'adhérence soit le meilleur possible, et pour cela, il est nécessaire d'éviter toute interposition de substance étrangère.

Dans la préparation de surface du métal à recouvrir, il est important de choisir judicieusement les gammes de traitement, la nature des bains et les conditions opératoires [5].

II.1.5. Préparation de surface

La préparation de surface est une opération élémentaire pour celle qui la suit. Pour l'élimination des divers contaminants superficiels, le choix peut s'effectuer parmi les nombreux procédés classiques, et généralement efficaces lorsqu'ils sont bien employés, selon la nature, la forme, les dimensions des pièces, ainsi que l'objectif à atteindre, techniquement et économiquement [10].

II.1.5.1. Polissage mécanique

Le polissage mécanique par abrasion s'effectue en deux étapes principales dans des conditions métallographiques standard (le dégrossissage et le finissage) la première étape consiste à polir grossièrement la surface sur des papiers sablés (en SiC) en rotation à pouvoirs abrasifs décroissants et en présence d'eau. La seconde étape consiste à finir le polissage en appliquant la pièce sur des papiers de feutre en rotation en présence d'alumine :

- **Le dégrossissage** : il se fait avec des papiers abrasifs de grains de plus en plus fins. On a utilisé les papiers de numéro : (100, 240, 500, 800, 1000), montés successivement sur un touret horizontal tournant à une vitesse constante. Le polissage se fait manuellement en tenant l'échantillon perpendiculaire, tout en le remuant dans le sens opposé à la rotation du plateau. Ceci est fait sous coulée d'eau pour éviter l'échauffement du substrat.

Ce type de polissage permet d'éliminer qualitativement les impuretés qui adhèrent fortement et résistent en particulier à une attaque chimique. Il permet aussi de supprimer éventuellement tout endommagement de la surface. Notons qu'il faut éviter tout au long de cette opération, l'apparition de facettes sur les substrats.

L'échantillon est séché par essuyage avec papier absorbant après chaque polissage à papier différent.

- **Le finissage** : On termine le polissage des substrats par un polissage de précision en les frottant sur un disque de feutre sur lequel on projette soit l'alumine en suspension dans l'eau (l'alumine utilisée est dite 12h, 24h, 48h : la première est la plus grossière et la dernière est la plus fine) soit la patte diamantée [9].

II.1.5.2. Dégraissage

Cette technique est évidemment utilisée pour éliminer les corps gras, graisses animales et végétales saponifiables ou huile minérale non gras qui souillant la surface.

Très et « trop » souvent, c'est la seule méthode de traitement de la surface avant tout revêtement. Le dégraissage peut être soit chimique, soit électrolytique [12].

II.1.5.3. Décapage

Les méthodes de décapage sont chimiques, électrochimiques, mécaniques ou thermiques.

Les méthodes chimiques et électrochimiques utilisent des solutions agressives acides ou alcalines, ou encore des oxydants forts [12].

II.1.5.4. Lavage, rinçage, égouttage, séchage

Les lavages éliminent les éléments solubles ou les particules peu adhérentes de la surface. Après un traitement en phase liquide, les rinçages arrêtent la réaction et évitent le transfert de matière [12].

II.2. Généralité sur galvanisation

Bien que cette technique soit utilisée commercialement depuis 1837, elle reste l'un des procédés les plus modernes et techniquement avancés pour lutter contre la corrosion [8].

II.2.1. Définition de galvanisation à chaud

La galvanisation qui se pratique par immersion dans un bain de Zinc ou d'alliage de Zinc en fusion à une température voisine de 460°C. Cette opération peut se faire au trempé pour des pièces métalliques usinées ou en continu sur des demi-produits (tôles ou fils). La température de 460°C permet une réaction métallurgique de diffusion entre le Zinc et le Fer, avec formation de plusieurs couches d'alliages Fer-Zinc [3], conformément au diagramme Fer Zinc indiqué sur (la fig II.2).

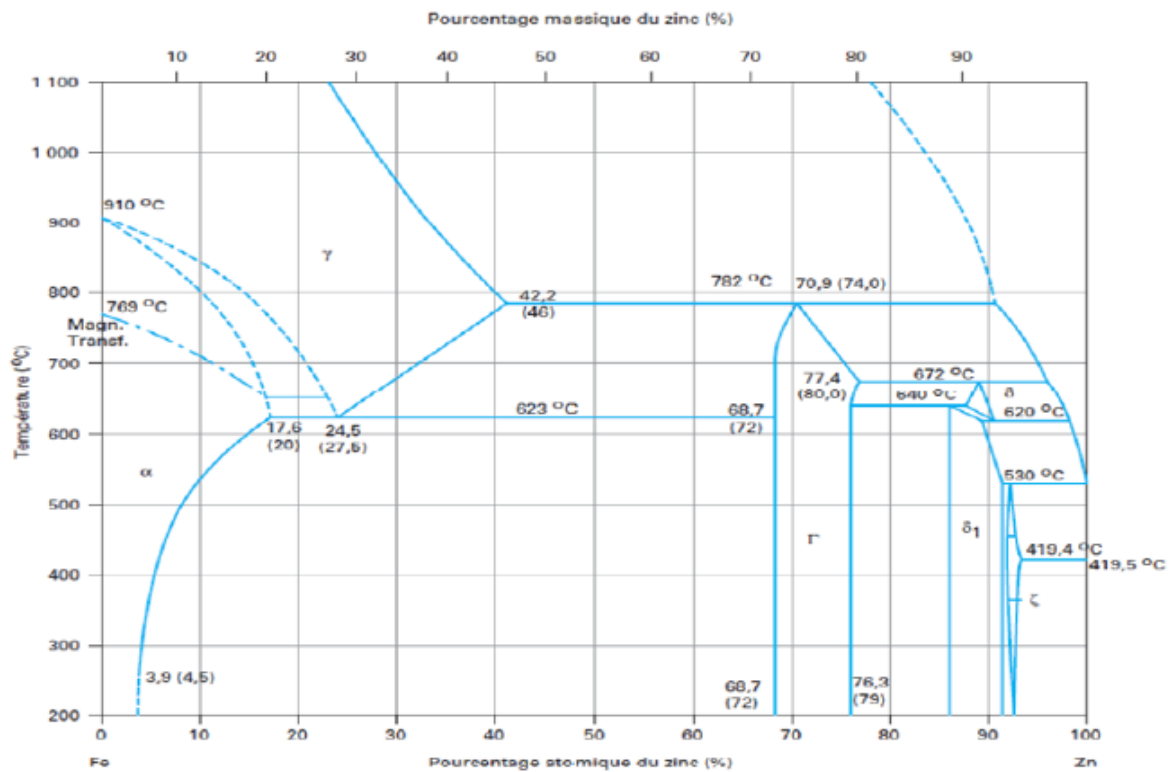


Fig II.2 : Diagramme d'équilibre Fer-Zinc [3]

II.2.2. Le principe de la galvanisation

Est un peu différent, car il ne requiert pas de courant électrique. Le procédé consiste à recouvrir de zinc des pièces de métal ferreux (fer, acier et fonte). Les pièces à galvaniser, après avoir été nettoyées et bien rincées, sont plongées dans un flux¹ de chlorure de zinc et d'ammonium (bassin qui prépare la surface de l'objet pour la galvanisation), puis immergées dans un bassin de zinc en fusion. Le revêtement ainsi obtenu résiste très bien à la corrosion [6].

II.2.3. Les procédés industriels de galvanisation

II.2.3.1. La galvanisation à façon ou au trempé

La galvanisation peut être réalisée par immersion dans un bain de zinc des pièces mises en forme et assemblées. Ce procédé discontinu, communément appelé galvanisation au trempé à façon, est plus ancien. [14]. la figure ci-dessous (fig II. 3) montre le principe de galvanisation au trempé.

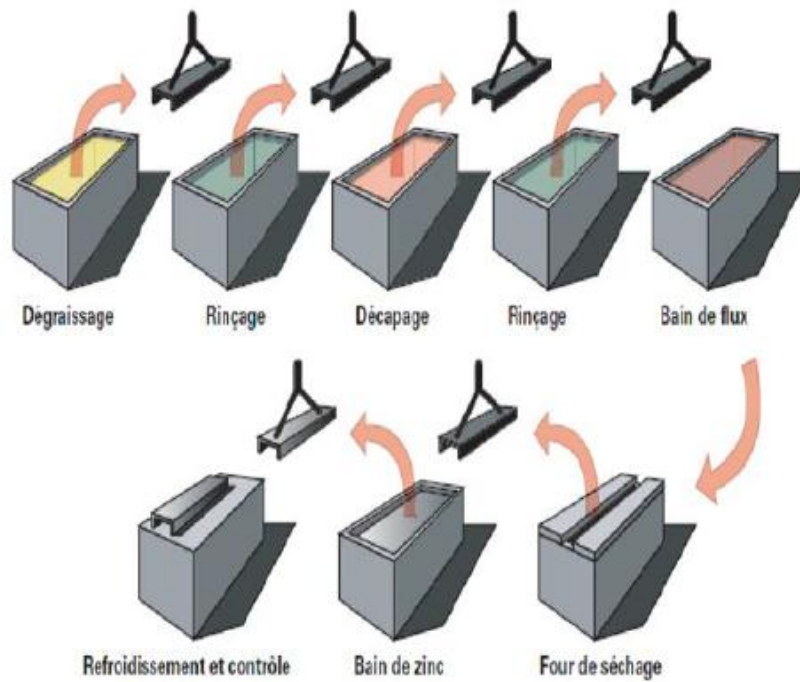


Fig II. 3 : Principe de galvanisation à façon ou au trempé [15]

II.2.3.2. La galvanisation en continu

Le procédé en continu sera plus adapté à la galvanisation des tôles, des tubes, des fils d'acier ou plus systématiquement des pièces, qui par la suite subiront une mise en forme. Alors que le procédé à façon sera réservé aux pièces en volume utilisables en l'état après leur galvanisation [13]. la figure ci-dessous (fig II. 4) montre le principe de galvanisation en continu.

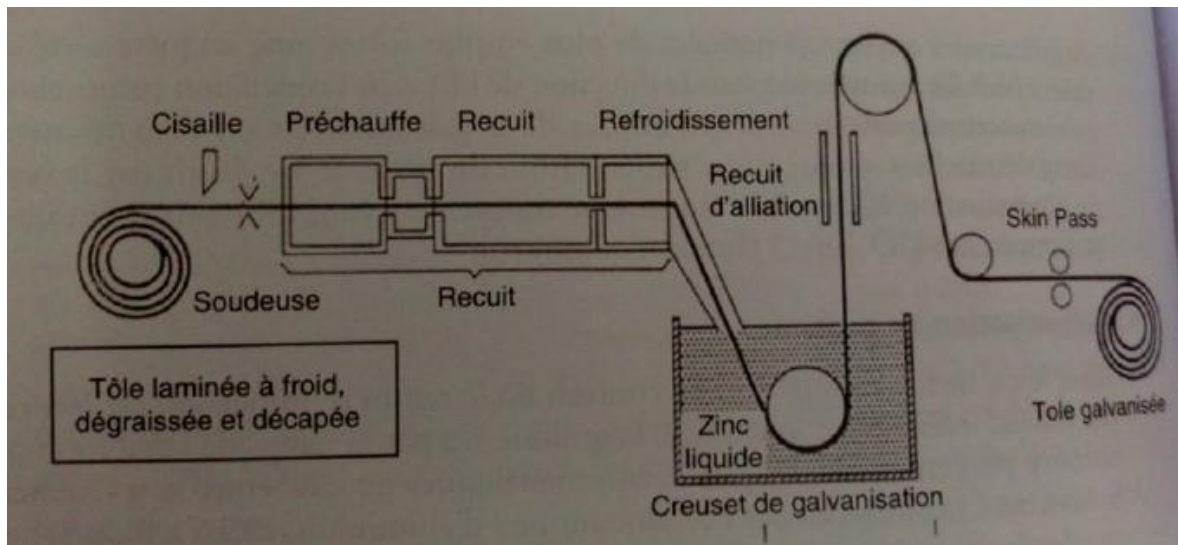


Fig II. 4 : Principe de galvanisation en continu [3]

II.2.4. Préparation de surface

La galvanisation de pièces nécessite, avant l'immersion à l'intérieur du bain de zinc fondu, une préparation de surface selon des étapes bien définies. On retrouve généralement trois étapes de préparation de surface ; le dégraissage, le décapage et le fluxage, rinçage et séchage comme il déterminée en figure ci-dessous II.5. Ces étapes vont avoir une incidence directe sur la réaction entre le zinc liquide et l'acier, donc sur la performance du revêtement en service :

II.2.4.1. Le dégraissage

Enlève toutes les salissures et graisses qui empêcheraient la dissolution des oxydes de fer superficiels.

II.2.4.2. Le décapage

Pour élimine l'oxyde en surface.

II.2.4.3. Le fluxage

Évite à l'acier de se réoxyder entre la sortie du décapage et l'entrée dans le bain de zinc, et favorise la réaction métallurgique fer-zinc [7].

II.2.4.4. Rinçage

Cette opération a pour but d'éliminer les produits chimiques présents à la surface de la pièce afin d'éviter la pollution des bains de traitements situés en aval [19].

II.2.4.5. Le séchage

Le séchage a pour but d'éliminer l'eau de la solution de fluxage et, ainsi, d'éviter les explosions dues à la vaporisation instantanée de l'eau lors de l'immersion dans le bain de zinc et, par conséquent, d'éliminer ainsi les projections de zinc liquide [19].

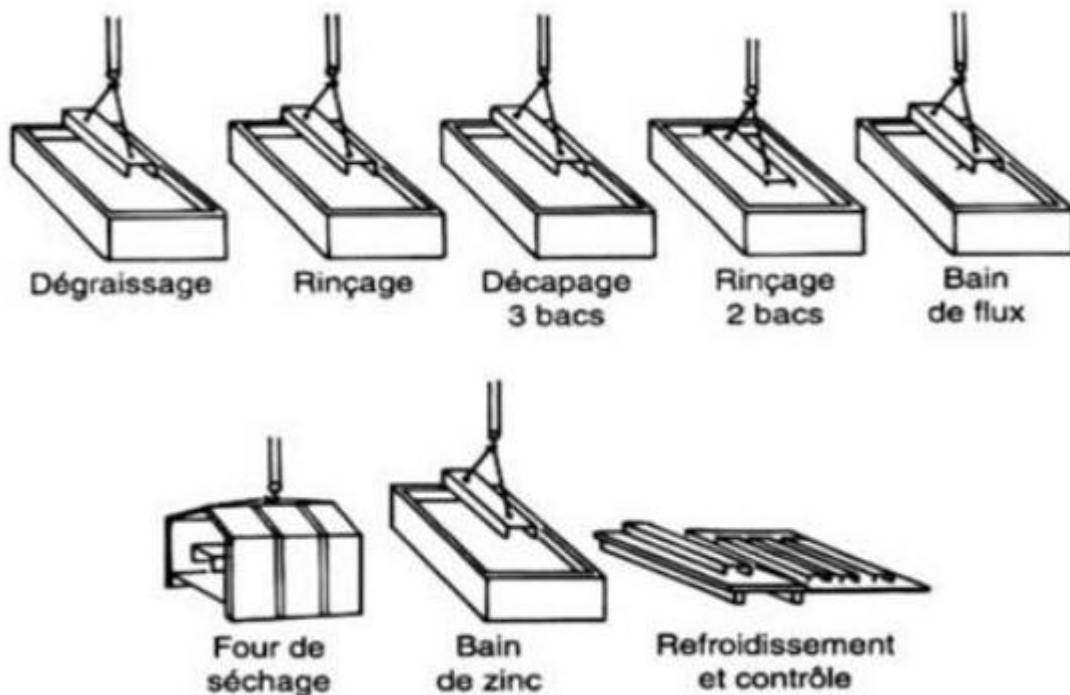


Fig II. 5 : Enchaînement des étapes du procédé industriel (préparation de surface pour galvanisation à chaud) [8]

II.2.5. Paramètres de la réaction

L'épaisseur du dépôt dépend de nombreux paramètres tels que :

II.2.5.1. Composition de l'acier

L'élément dont l'effet est le plus connu est le silicium. Il a aussi été montré que le phosphore a un effet similaire et que l'effet des deux éléments est cumulatif. Ils conduisent à la formation de couches de galvanisation très épaisses avec une structure de phases à grains fins non stratifiée [17]. On l'appelle l'effet Sandelin (fig II.6)

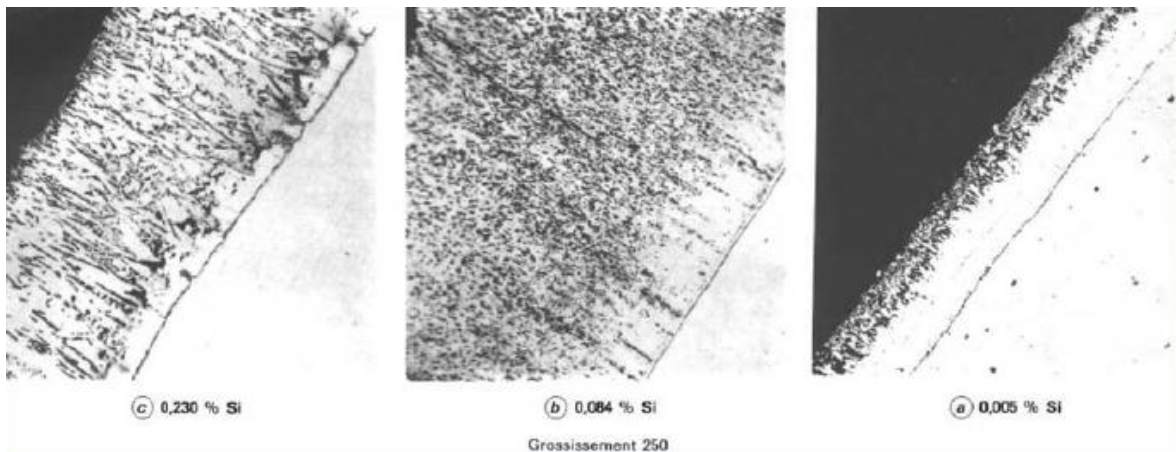


Fig II. 6 : Effet de Si sur la structure des revêtements galvanisés [17]

Domaine I : $Si \leq 0,04 \%$: croissance et structures normales.

Domaine II (**domaine de Sandelin**) : $0,04 \% < Si < 0,15 \%$: c'est le domaine le plus néfaste.

Domaine III (**hyper Sandelin**) : $Si \geq 0,15 \%$: les épaisseurs de revêtement sont acceptables quoique encore élevées [17].

II.2.5.2. Température du bain

L'effet de la température du bain sur la réactivité est plus ou moins notable suivant la nature de l'acier (fig II.7). En général, on constate une croissance quasi linéaire de la réactivité entre 420 et 480°C, puis en accélération plus ou moins nette vers 500-520°C (figure II.6) [17].

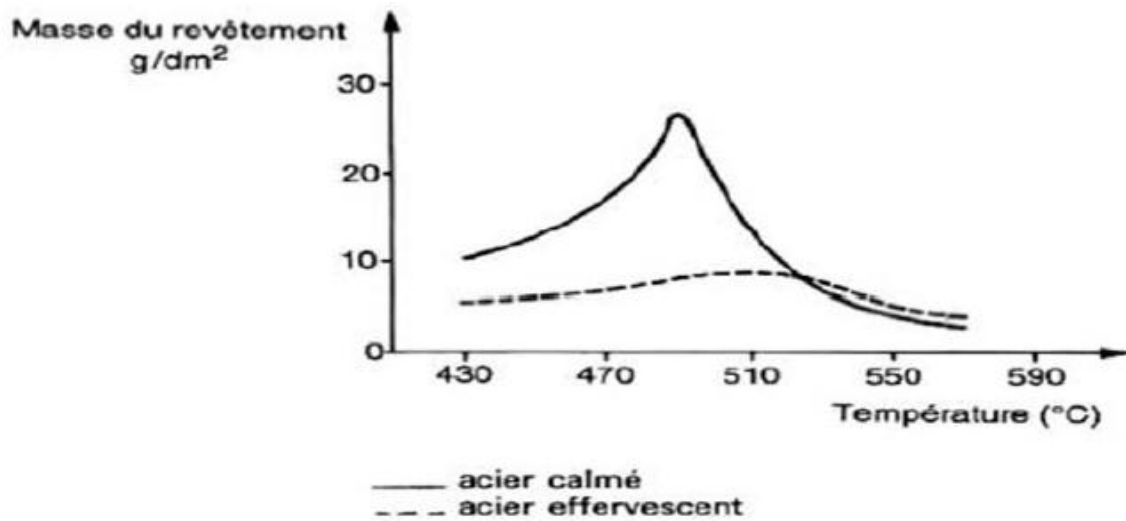


Fig II. 7 : Influence de température de galvanisation sur la prise de Zn [17]

II.2.5.3. Composition de bain

Comme l'effet de l'aluminium, inhibiteur des réactions de formation des composés Fe-Zn. On peut aussi ajouter d'autres éléments comme le nickel pour cet effet inhibiteur, l'étain et le magnésium, pour éviter des manques de prise locaux dus probablement à des réactions entre le zinc et le flux (fig II.8) [17].

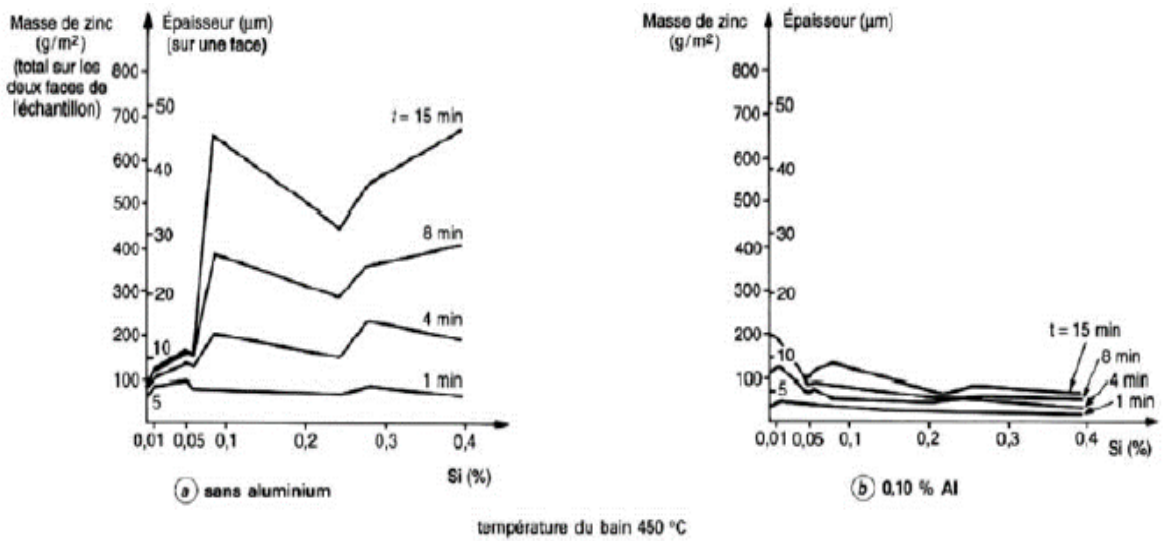


Fig II. 8 : Influence d'Al sur l'épaisseur et la masse de couche de Zn [17]

II.2.6. Microstructure des couches de galvanisation

Généralement, les couches gamma (Γ), delta (δ), et zêta (ξ) sont plus dures que le substrat d'acier (Tableau II.1). Ce qui conduit à une protection exceptionnelle contre l'abrasion. La couche êta (η) étant plus ductile, elle améliore également la résistance à l'impact [16].

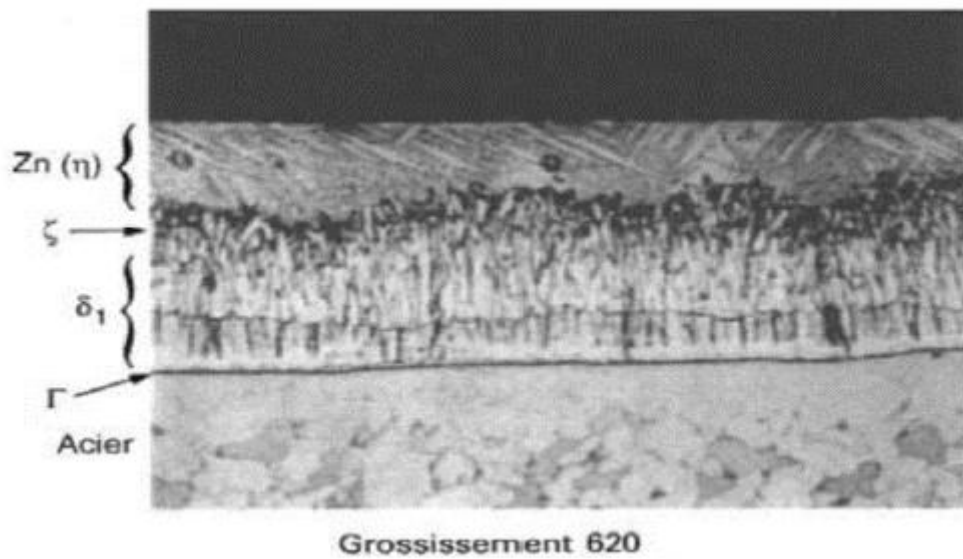


Fig II. 9 : Microstructure d'une couche de galvanisation [17]

Tab 1 : Caractéristique des phases Fe-Zn [18]

Phase	Formule	Structure cristalline	Composition chimique	Dureté Vickers HV
αFe	Fe(Zn)	CC	Fe pur	150
Γ	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$	CC	23.5-28%pds Fe	330
δ	FeZn_{10}	Hexagonale	7-11.5%pds Fe	450-470
ξ	FeZn_{13}	Monoclinique	5-6%pds Fe	270
ηZn	Zn(Fe)	HC	Zn pur	37

Références de chapitre II

- [1] A. Mihi, N.Bouzeghaia et R. Benbouta, Caractérisation des dépôts composites électrolytique Nickel-Aluminium sur acier doux(E34) par des tests de corrosion, article, Université de Batna ,2007.
- [2] Jean-Claude Catonné : Traitements de surface par voie humide : principes électrochimiques. Technique de l'Ingénieur, M 1 428 – 1
- [3] R. Lévêque : Livre ; Traitements et revêtements de surface des métaux, Dunord, 2007.
- [4] C. Holterbach, Cours : Les traitements de surface.
- [5] F. Hafaidia, Electrodeposition d'alliages Zn-Ni en milieu alcalin et leur propriété électro-catalytique, universite badji mokhtar –annaba, Mémoire de Magister, 2010
- [6] H. Châteauneuf, Beaulier inc, Electrodeposition et galvanisation : Guide des moyens de contrôle des contaminants de l'air.
- [7] F .Schoefs, A. Mathieu, J. Bazin, C.Fouache, P. Hugues, Techniques de prévention des pathologies de corrosion des structures métalliques (Report n°1-1 Steel in marine environment).
- [8] K. Guessoum, Nouveaux alliages zinc-terre rares pour des applications anticorrosion : elaboration, proprietes et traitements de surfaces, l'Université de Lorraine, Thèse de Doctorat, 2012.
- [9] M .Khechba, Caractérisation de la réaction interfaciale entre une couche mince de tungstène et un substrat d'acier, universite Mentouri-Constantine, Magister.2008.
- [10] W. Harzallah, Préparation et Caractérisation de Dépôts Composites électrodéposés en Présence d'Inhibiteurs Organiques, Mémoire de Magister, Université de Biskra, 2006.
- [11] H.Ben Temam, Synthèse par voie électrochimique de revêtements composites constitués d'une matrice nickel et d'une dispersion de particules solides, Thèse de doctorat, Université de Biskra ,2007.
- [12] S. Audisio, U. Gillet, A.Galarie, H.Mazille, Traitement de surface et protection contre la corrosion, Ecole d'été, Aussois, 1987.

[13] S.Nuytten, Durabilité de la Protection Anticorrosion par Galvanisation des Structures Métalliques, Projet interdisciplinaire à option ENAC Master Génie Civil, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Juin 2013, P5, 14-18.

[14] J. Fuchs, D. Francesconi, J.C. Coiffier, V. Roisne, N. Strasser, La galvanisation à chaud en continu : ses évolutions pour une plus grande utilisation dans le secteur du génie civil.

[15] Guide technique de la fédération française du bâtiment. Union des Métalliers, SEBTP, juin 2005.

[16] F. Delaunois, G. Guerlement, Installations Sanitaires : L'acier Galvanisé à Chaud au Treppe Dévoile ses Atouts, Rapport Anti corrosion, Faculté Polytechnique de Mons Belgique, (2007), p 27, 28.

[17] D. Quantin, Traitements de surface des métaux : Galvanisation à chaud, Techniques de l'Ingénieur, M1534, p 4, 5, 7, 8.

[18] F. Delaunois, G. Guerlement, Installations Sanitaires : L'acier Galvanisé à Chaud au Treppe Dévoile ses Atouts, Rapport Anti corrosion, Faculté Polytechnique de Mons Belgique, 2007.

[19] P .Bernarn, F. Durut, Nickelage Electrolytique « caractéristiques », technique de l'ingénieur 2000, pp M 1610.

CHAPITRE III
MATERIAUX ET MATERIEL
EXPERIMENTAL

III.1. Matériaux

III.1.1. Substrat utilisé

Le matériau étudié est un acier doux utilisé à l'entreprise Trefissoud d'El-Eulma à Sétif. La composition chimique (pourcentage massique) de cet acier est classée dans le tableau suivant :

Tab III. 1 : Composition chimique de l'acier

Element	C	Si	Mn	Cu	Cr	Ni	Al	N	Fe
(En %)	0.097	0.20	0.34	0.046	0.043	0.021	0.015	0.019	9.1
Element	P	S	Ti	Pb	Sn	As	Bi	Sb	
(En %)	0.006	0.003	0.001	0.002	0.004	0.009	0.002	0.007	



Fig III. 1 : Echantillon de l'acier doux

III.1.2. plaques de Zn

Nous avons utilisé deux plaques de Zn sous forme rectangulaire, 99,9% environ de pureté. Les plaques de Zn sont utilisées comme des anodes pour l'enrichissement le bain par les ions de Zn^{2+} (fig III.2).



Fig III. 2 : Plaques de Zn

III.1.3. Bain d'électrolytique (Zn pur)

Le tableau III.2 : présente les compositions, les concentrations et les quantités utilisées pour les différents dépôts électrolytiques

Tab III.2 : Les compositions, les concentrations et les quantités du bain de Zinc pur.

Compositions	Concentrations	Quantité
Sulfate de Zinc Heptahydrate " ZnSO₄,7H₂O"	57.5g/l	11.5g
Acide Borique " H ₃ BO ₃ ' "	9.3g/l	1.86g
Citrate de Sodium " Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ , 2H₂O"	56.8g/l	11.36g
Sulfate ammonium " (NH ₄) ₂ SO ₄ ' "	56.8g/l	11.36g

III.1.4. Influence des compositions de bain d'électrodéposition

D'après le tableau qui représente les compositions de bain d'électrodéposition on résulte que :

III.1.4.1. Sulfate de Zinc [Zn SO₄]

La source d'ions [Zn²⁺] est constituée par le Sulfate de Zinc, qui favorise la dissolution anodique par réduction de la polarisation anodique. Elle accroît aussi la conductivité, le pouvoir de répartition et influence l'interface cathodique. Ces effets s'accroissent avec le teneur de Sulfate de Zn.

III.1.4.2. Acide Borique [H₃BO₃]

Faiblement ionisé [H₃BO³⁻+H⁺]. Il s'agit en régulant le PH dans le film cathodique. Et il évite la précipitation d'hydroxyde de Zinc [Zn(OH)₂].

III.1.4.3. Sulfate de Sodium [(Na₄)₂SO₄]

On ajoute un sel neutre comme Sulfate de Sodium [(Na₄)₂SO₄] pour améliorer la conductivité du bain.

III.1.4.4. Citrate de Sodium [Na₃C₆H₅O₇ ,2H₂O]

On ajoute Citrate de Sodium [Na₃C₆H₅O₇ ,2H₂O] pour évite la précipitation d'hydroxyde de Zinc [Zn(OH)₂].

III.2. Techniques Expérimentales

III.2.1. Procédé d'électrodéposition

III.2.1.1. Préparation des échantillons

III.2.1.1.1. Polissage mécanique

Les échantillons sont polis mécaniquement sur papiers :

- Abrasifs (du numéro 80 au 1200 (fig III.3)) et en présence d'eau.
- Feutre 'tissu' (fig III.3) avec la patte diamantée et lubrifiant : c'est le finissage

L'échantillon est séché par essuyage avec papier absorbant et séchoir après chaque polissage à papier différent.

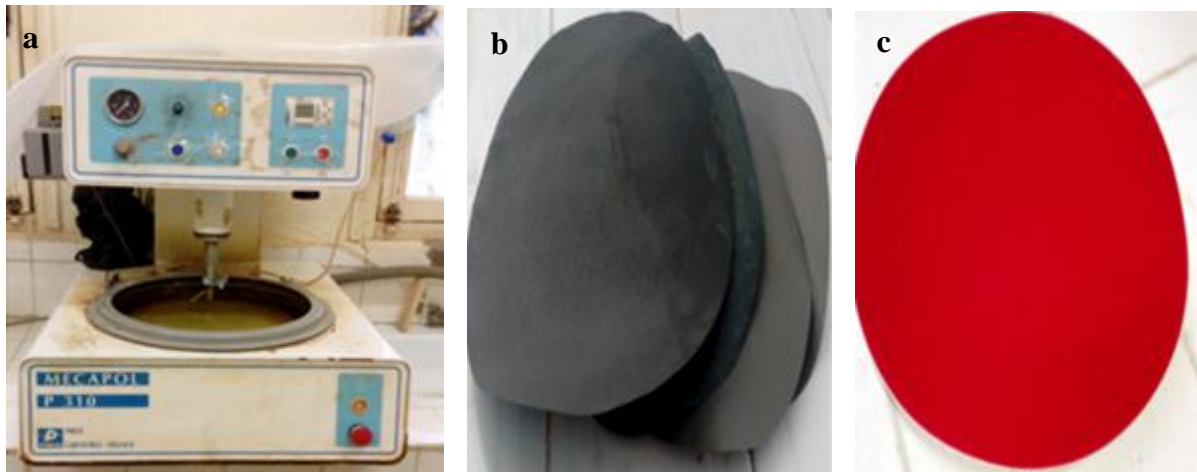


Fig III. 3 : a) Polisseuse mécanique, b) Papiers abrasifs, c) Papier feutre

III.2.1.1.2. Dégraissage

Nous avons met l'échantillon et les plaques de Zn dans la solution ' $\text{Na}_2\text{Co}_3=25\text{g/l}$ + $\text{Na OH}=35\text{g/l}$ ' Puis on allure le courant. Cette opération se fait depuis 5 min ou 3 min, puis

III.2.1.1.3. Décapage

Nous avons met l'échantillon dans la solution ' H Cl ' (dilué 10%) depuis 30 s

III.2.1.1.4. Rinçage

Après chaque immersion nous avons lave l'échantillon par l'eau distillée et l'acétone.



Fig III. 4 : a) Dégraissage, b) Décapage, c) Rinçage ; Séchage.

L'étape de mélanger les compositions dans 200 ml d'eau distillée est nécessaire, puis nous avons laissé le mélange pendant (24h-48h) sur le agitateur (Fig III.5).



Fig III. 5 : Bain de Zn pur sous agitation.

III.2.1.3. Les conditions de l'électrodéposition

- **PH = 2.5-3** (nous avons utilisé le HCl pour démunie le PH et le NaOH pour augmenter le PH (fig III.6).
- **T = 30°C** (si la température =27°C on mit off et après quelques minutes elle augmente jusqu'à 30 °C).
- **I = J * S, j = 3.**

Ou :

I (A) : Courant D'électrolyse.

J (A/cm²) : Densité de courant.

S (cm²) : Surface du substrat.



Fig III. 6 : NaOH, HCl

III.2.1.4. Matériels utilisés dans l'électrodéposition



Fig III. 7 : Matériels utilisés dans l'électrodéposition : a) PH-mètre ; b) Agitateur mécanique ; c) Générateur de courant continu ; d) Balance électronique ; e) Thermomètre

Générateur de courants continu.....	GPS-18500.
Multimètre.....	PM2517 E.
PH-mètre.....	model 903.
Agitateur mécanique avec leur barreau aimanté	IKA-COMBIMAG.RCT.
Balance électronique.....	FA2004B.

III.2.1.5. Procédé d'électrodéposition

Le montage d'électrodéposition (fig III.8) se compose d'une électrode d'acier (cathode) et de deux électrodes de Zinc (anodes). Ces électrodes sont connectées à un générateur de tension. Les électrodes sont plongées dans un bain d'électrolyse avec un thermomètre et une électrode de verre à un pH-mètre. Le bain électrolytique est soumis à une agitation magnétique pendant toutes les opérations d'électrodéposition.



Fig III. 8 : Schéma de montage d'électrodeposition.



Fig III. 9 : Acier déposé par Zn

III.2.2. Procédé de galvanisation

III.2.2.1. Préparation des échantillons

Nous avons mis l'échantillon (fig III.10.d) premièrement dans l'acide sulfurique (fig III.10.a) quelques secondes (3s-5s) et après nous avons lave avec l'eau distillé (fig III.10.b) et enfin séchage avec séchoir ou papier absorbons (fig III.10.c).



Fig III. 10: Les moyens de préparation des échantillons de galvanisation

III.2.2.2. Bain de galvanisation

Nous avons fondu le Zinc pur jusqu'à la fusion $T > 490$ ° C dans un creuset en four (fig III.13) (programmé le four à 550 ° C) ou avec chalumeau (fig III.14)



Fig III. 11 : Zn pur



Fig III. 12 : Bain de Zn

Tab III.3 : Propriétés générales du zinc [1]

propriétés	Caractéristiques
symbole	Zn
Numéro atomique	30
Masse atomique	65.38
viscosité à 450 ° C	$3,17 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$
densité à 20 ° C	7.14 g/cm ³
densité à l'état liquide à 419 ° C	6.92 g/cm ³
Température de fusion	419 °C
Température d'ébullition	907°C
capacité thermique massique entre 20 et 100°C	$389 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
système cristallin hexagonal compact	$a = 0,267 \text{ nm}$ $c = 0,495 \text{ nm}$
enthalpie de fusion	$108,8 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$
enthalpie de vaporisation	$1\,799,8 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$
tension superficielle	$7,8 \text{ mN} \cdot \text{cm}^{-1}$
potentiel électrochimique normal	$-0,763 \text{ V/ENH à } 25^\circ\text{C}$

III.2.2.3. équipements utilisés dans la galvanisation*Fig III.13 : Four électrique pour galvanisation à chaud**Fig III. 14 : Chalumeau pour galvanisation à chaud*

III.2.2.4. Procédé de galvanisation

Ce procédé consiste par l'introduction du fil d'acier dans un bain de zinc pur fondu soit en four électrique soit par chalumeau. Pendant une durée limitée.



Fig III. 15 : Procédé de galvanisation à chaud par chalumeau

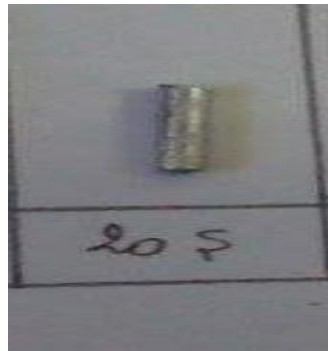


Fig III. 16 : Echantillon d'acier galvanisé

III.3. Techniques de caractérisation

La partie expérimentale est réalisée : au sein du laboratoire de Métallurgie, laboratoire de physique, Hall de mécanique et le laboratoire du RX de l'université M^{ed} Kheider Biskra.

III.3.1. Analyse métallographie

III.3.1.1. L'analyse micrographique(MO)

La microscopie optique (MO) a été utilisée afin d'une part, de déterminer la structure de matériau étudié et d'autre part, pour caractériser l'état de dégradation des échantillons après tests de corrosion et l'adhérence. Les échantillons sont observés à l'aide d'un microscope optique de marque OLYMPUS CX40 (fig III.17) à l'aide d'appareil de téléphone pour prendre les photos de microstructures, les grossissements utilisés vont de X20.

Pour bon résultat il faut l'échantillon est passé au polissage mécanique et au polissage de finition à l'aide d'une pâte diamantée sous un lubrifiant approprié. Pour révéler la microstructure, l'échantillon est attaqué par un réactif d'attaque très utilisé pour les aciers étant le Nital 4%, une solution composée de 24 ml d'éthanol et 1 ml d'acide nitrique (HNO_3) pour une durée d'attaque entre 6 et 8 secondes



Fig III. 17 : Microscope optique

III.3.1.2. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)

Le Microscope Electronique à Balayage employé pour ce travail est de type JEOL-JSM-6390 LV (Fig III.18). Il permet d'accéder à des échelles très différentes. Les observations réalisées par le MEB sont les plus précises qu'en microscope optique surtout pour les grossissements assez élevés.

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) équipé par un système(EDAX) a permis d'établir qualitative.

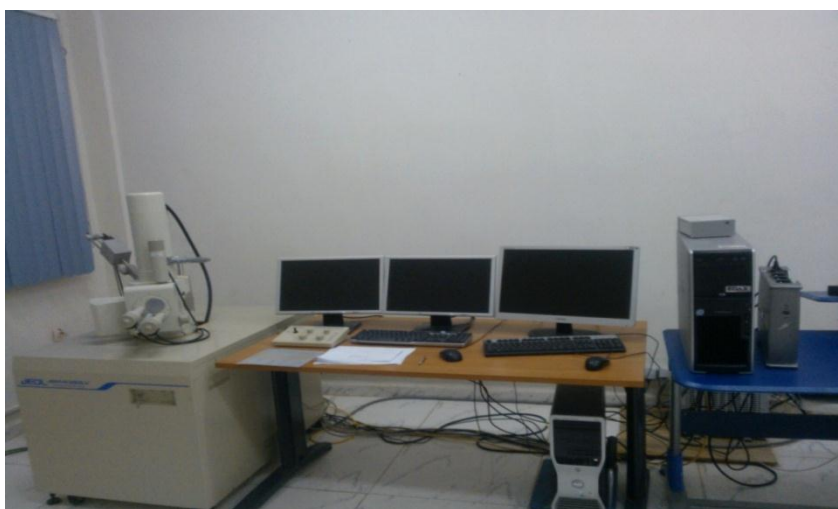


Fig III. 18 : Microscope Electronique à Balayage

III.3.2. Diffraction de rayons X (DRX)

La technique de diffraction des rayons X (fig III.20) permet de connaître l'état de cristallisation du dépôt et d'identifier les phases cristallisées présentes dans un échantillon.

III.3.2.1. Principe

Le principe de cette méthode consiste à envoyer un faisceau de rayons X sur l'échantillon et enregistré l'intensité du faisceau des rayons réfléchis par les plans réticulaires des premières plans de l'échantillon.

Les rayons réfléchis, sont en phase et donnent lieu à un pic sur le diffractométrie enregistré. Ainsi, Bragg a montré qu'il existe une relation simple entre la distance entre les plans, la longueur d'onde des rayons X et l'angle de diffraction [2].

Loi de Bragg [3]

$$\lambda = 2d_{hkl}\sin(\theta)$$

Où

λ : est longueur d'onde du faisceau de rayon X.

θ : est l'angle entre le faisceau incident et le réseau de plan.

d : est l'espace entre deux plans parallèles successifs du réseau cristallin

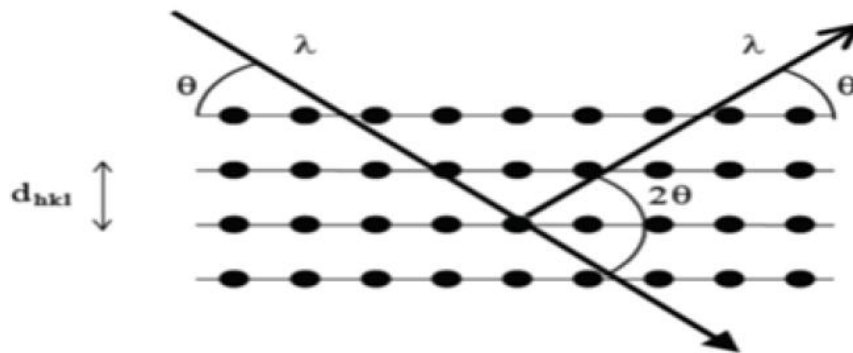


Fig III. 19 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg



Fig III. 20 : Diffractomètre des Rayon X

III.3.3. La Microdureté

L'essai de Microdureté Vickers fait appel à un pénétrateur de forme pyramidal. La pyramide est en diamant et à une base carrée d'angle au sommet 136° , appliquée avec une force F de 49 à 980 N. On mesure la longueur de moyenne des deux diagonales de l'empreinte, à l'aide d'un système optique. La dureté Vickers HV est donnée par la relation suivante :

$$HV = 1.854 * \frac{0.152F}{d^2}$$

Dans notre étude nous utilisons : la charge 0.025 et 1Kg/10s [4]

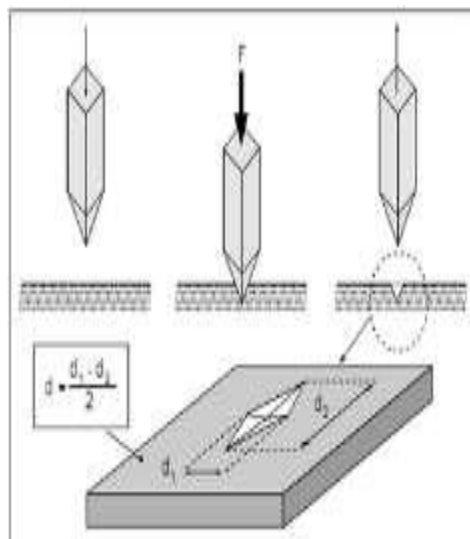


Fig III. 21 : Schéma de principe de la Microdureté HV.

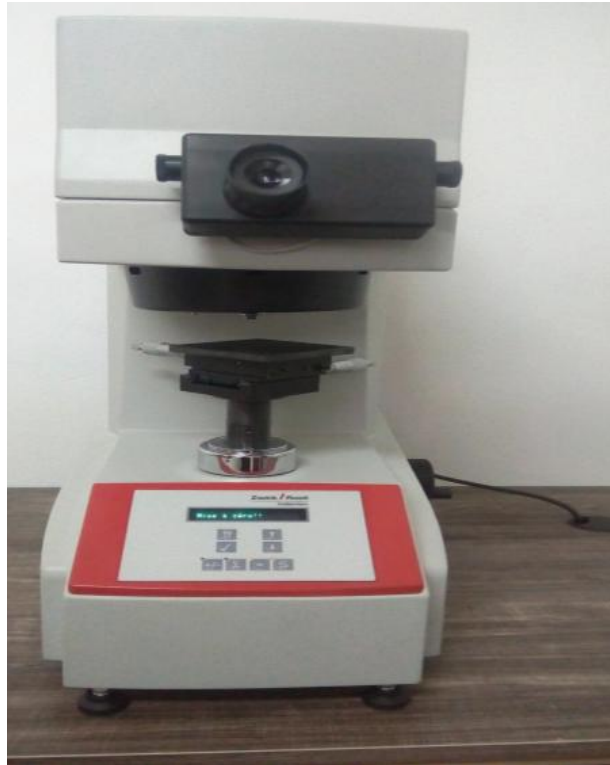


Fig III. 22 : Microduroducteur Zwik/Roell

III.3.4. Evaluation de corrosion

III.3.4.1. Mesures électrochimiques

Les mesures de polarisation potentiodynamique ont été réalisées en utilisant une cellule à trois électrodes standard avec les échantillons comme une électrode de travail, Pt comme électrode auxiliaire et l'électrode au calomel saturé (ECS) couplée à un capillaire fin (capillaire de Luggin) comme électrode de référence, tous immergés dans 35g/L de NaCl électrolyte. Cette cellule a été relié à potentiostat Radiometer "PGZ301 et PGZ201" dispositif de travail à une vitesse de balayage de 1 mV / s et dans le domaine de potentiel de [-1400 à -600 mV]. Vitesse de corrosion (mm / an), potentiel de corrosion E_{corr} (mV), et les pentes de Tafel (mV / s) ont été calculées en utilisant Tafel extrapolation technique fournie par Voltalab logiciel Master 4. Pour tracer les courbes, traiter et analyser les mesures électrochimiques, tous les résultats sont transférés du logiciel Volta Master 4 à ORIGINE 8.0 (logiciel de traitement et d'analyse de données scientifiques).



Fig III. 23 : Le dispositif de mesure électrochimique (potentiostat)

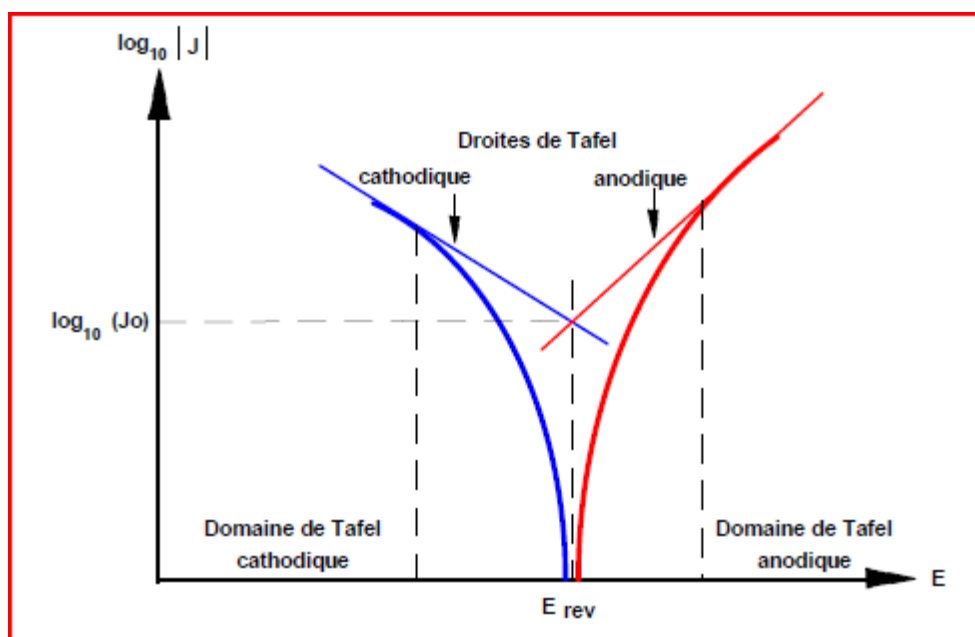


Fig III. 24 : Courbe de droites de Tafel

III.3.5. Mesure de l'adhérence de la couche (choc thermique)

Nous avons mis les échantillons dans le four à 200° C pendant 30min, puis trempé à l'eau à température ambiante.

Références chapitre III

- [1] M.Darcy, Métallurgie du zinc, Technique de l'Ingénieur, M2270, p5
- [2] S .Derbal, Mémoire Magister, Electrodeposition et caractérisation de couches minces métalliques ternaires CuZnSn, 2014, Université Ferhat Abbas- Setif1
- [3] S .Saadoune, Mémoire Magister, universite Ferhat Abbas-Setif, Synthèse et caractérisation d'inhibiteurs bi- fonctionnels : application à la corrosion des aciers de construction, 2010
- [4] O. Hammami, L. Dhouibi, P.Bercot, E.Rezrazi, and Ezzeddine Triki, Research Article Study of Zn-Ni Alloy Coatings Modified by Nano-SiO₂ Particles Incorporation, p4, 2012

CHAPITRE IV
RÉSULTATS EXPÉRIMENTAL ET
INTERPRÉTATIONS

IV.1. L'acier doux

IV.1.1. Observation microscopique de l'acier doux

L'utilisation du microscope optique, nous a permis d'observer la morphologie et la microstructure de l'acier doux.

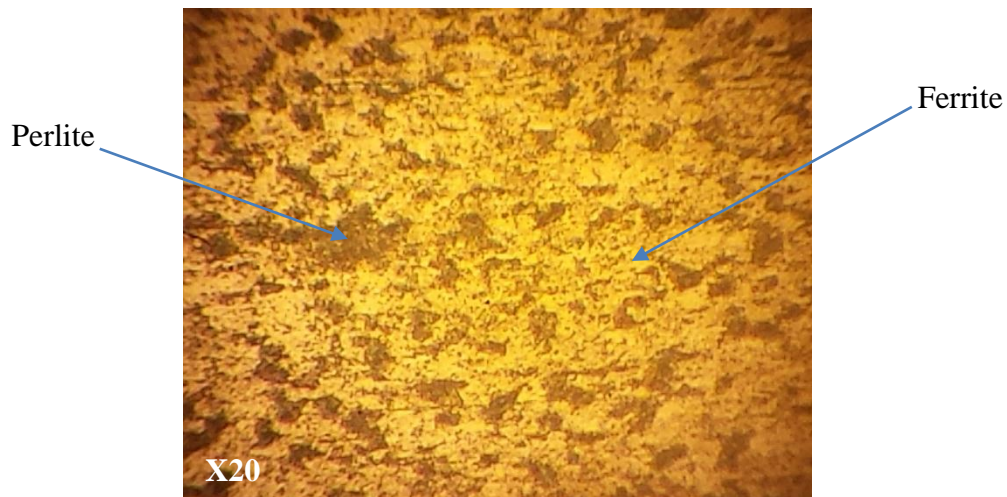


Fig IV.1 : Microstructure de l'acier doux

Cet échantillon est passé au polissage mécanique et finition. Pour révéler la microstructure, l'échantillon est attaqué par le Nital 4% pendant [6 -8 secondes].

Nous avons remarqué que cet acier a une structure Ferrito Perlitique [1], car la phase dominante est la ferrite.

IV.1.2. Diffraction des rayons x

Afin d'identifier les composés formés, et leurs structures, nous avons utilisé un diffractomètre pour connaître les plans réticulaires et par conséquent la structure ainsi que le réseau cristallin des grains.

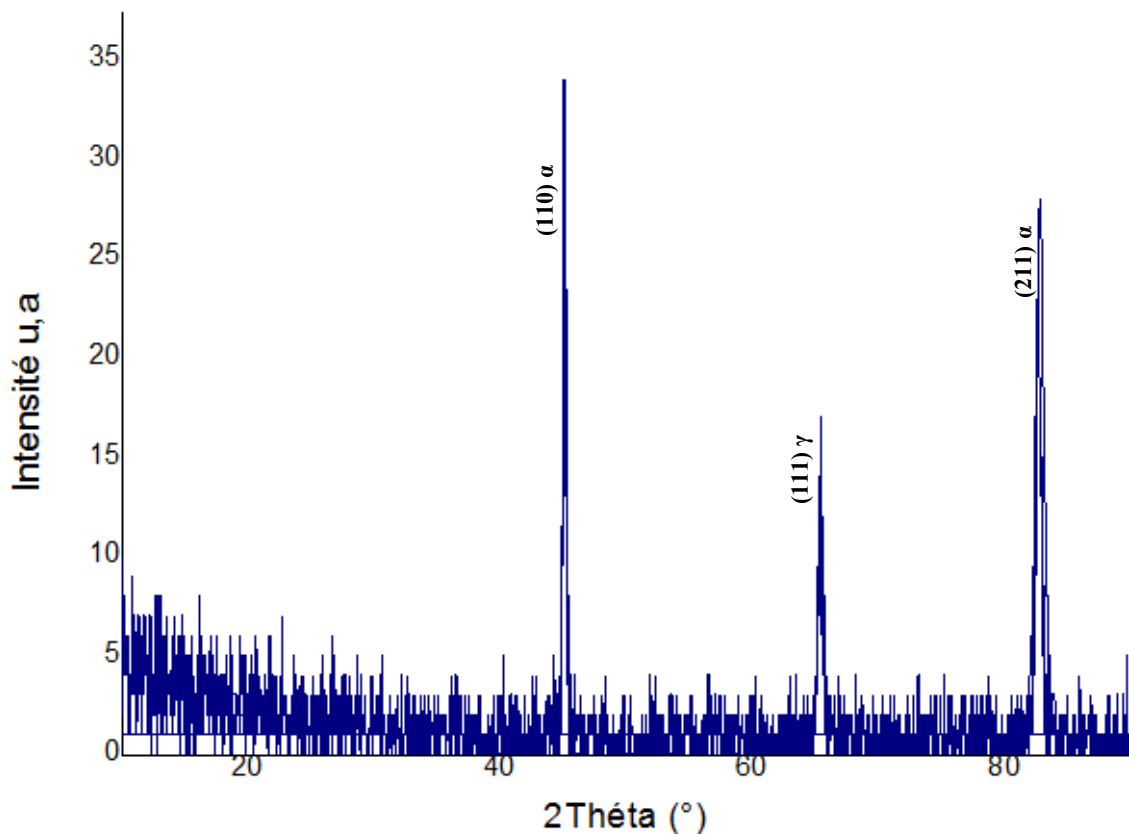


Fig IV. 2 : Spectre de rayon x de l'acier doux

Le spectre de diffraction des rayons X (fig IV.2) : montre que la microstructure de l'acier est Ferrite Perlitique, comme nous avons vu dans le microscope optique et après interprétation de spectre avec ICDD. Nous avons 3 pics de matrice aux positions : $2\theta=45.09^\circ$, 65.39° , 82.7° ; (110), (111), (211) respectivement ou le pic le plus intense est (110) α .

IV.1.3. La taille moyenne des cristallites

D'après (fig IV.2) qui représente le spectre de rayon x ; nous avons extrait les paramètres caractéristiques au spectre rayon x de l'acier doux dans le tab IV.1, et par la méthode de Williamson-Hall Plot (logiciel HighScore) nous avons calculé la taille moyenne des cristallites de l'acier doux.

Tab IV.1 : Taille moyenne de l'acier doux

échantillon	2 θ (°)	Pics plus intense	Tm (Å°)
Acier doux	45.09	(110) α	3788.02

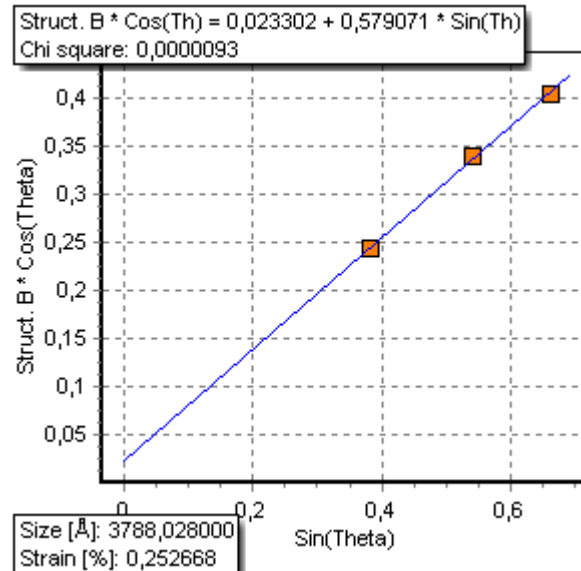


Fig IV.3 : La taille moyenne des cristallites de l'acier doux

IV.1.4. La Microdureté et Résistance mécanique

Tab IV.2 : Mesures de Microdureté de l'acier doux en fonction de charge

	HV (0.025kg)	HV (1kg)	Rm (MPa)
Acier doux	239	240	755

Le tab IV.2 illustre la valeur de la Microdureté et Résistance mécanique de l'acier doux, nous avons remarqué que les deux valeurs de Microdureté sont presque la même c'est-à-dire la charge n'influe pas sur les mesures de Microdureté (de la surface et de cœur est constante).

IV.1.5. Evaluation de corrosion

IV.1.5.1. Test de polarisation

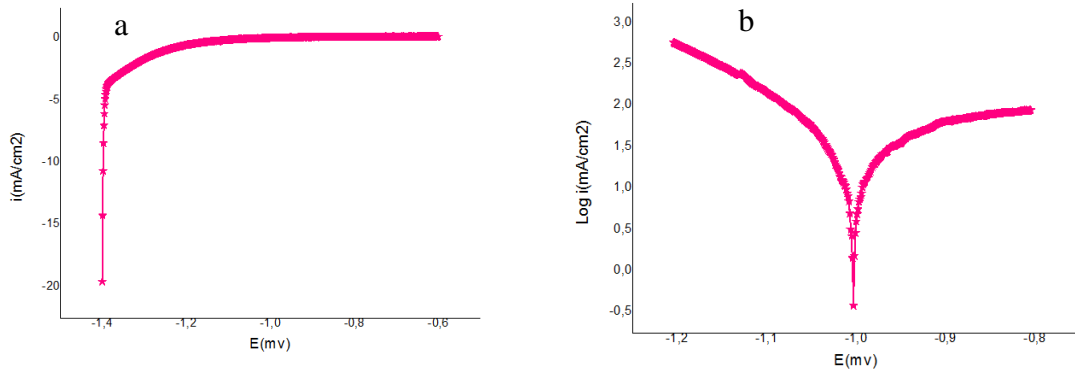


Fig IV.4 : Courbes de polarisation de l'acier doux (a) linéaire, (b) logarithmique

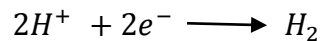
Tab IV.3 : Caractéristiques électrochimiques de l'acier doux

	E_{corr} (mv)	I_{corr} ($\mu A/cm^2$)	R_p ($k\Omega.cm^2$)	Taux de corrosion ($\mu m/an$)
Acier doux	-1002.4	48.6807	1.11	569.3

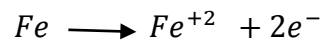
Les courbes de polarisation (courbe linéaire, courbe logarithmique) pour l'acier doux (fig IV.4 : a) courbe linéaire, b) courbe logarithmique) dans un milieu de **35g /L NaCl**, Ces courbes se composent de deux branches anodique et cathodique ont été obtenues consécutivement, le balayage est entre [-1400mV,-600mV] à la vitesse de balayage de 1 mV/sec.

L'examen des branches cathodique et anodique de courbe de polarisation montre que :

- Un domaine d'activation cathodique, où la réaction de réduction de l'hydrogène



- Un domaine d'activation anodique, dû certainement à la dissolution de l'acier



La cinétique de corrosion est entièrement fixée par les réactions de transfert de charge.

IV.1.5.2. Observation microscopique

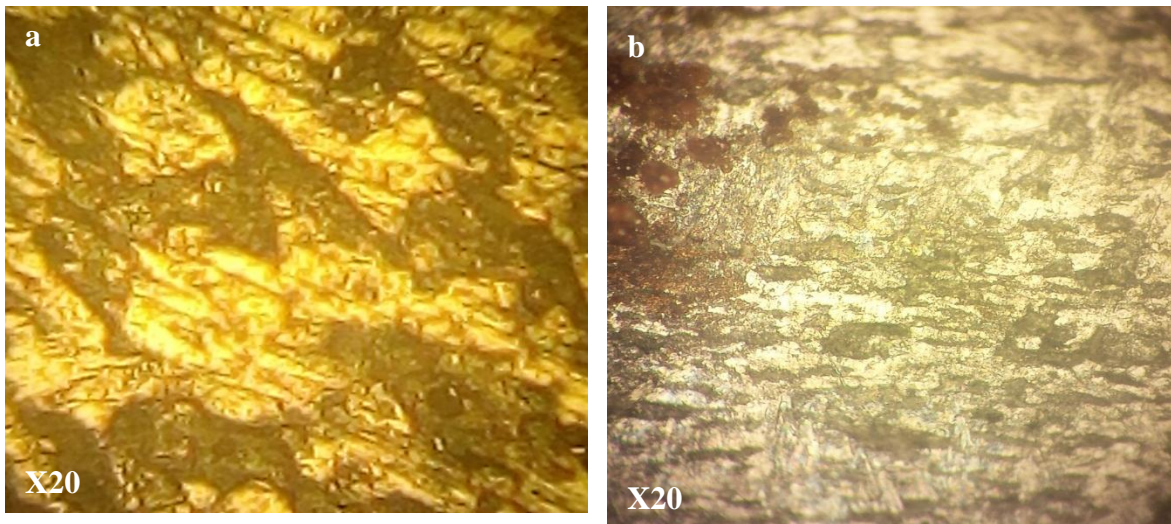
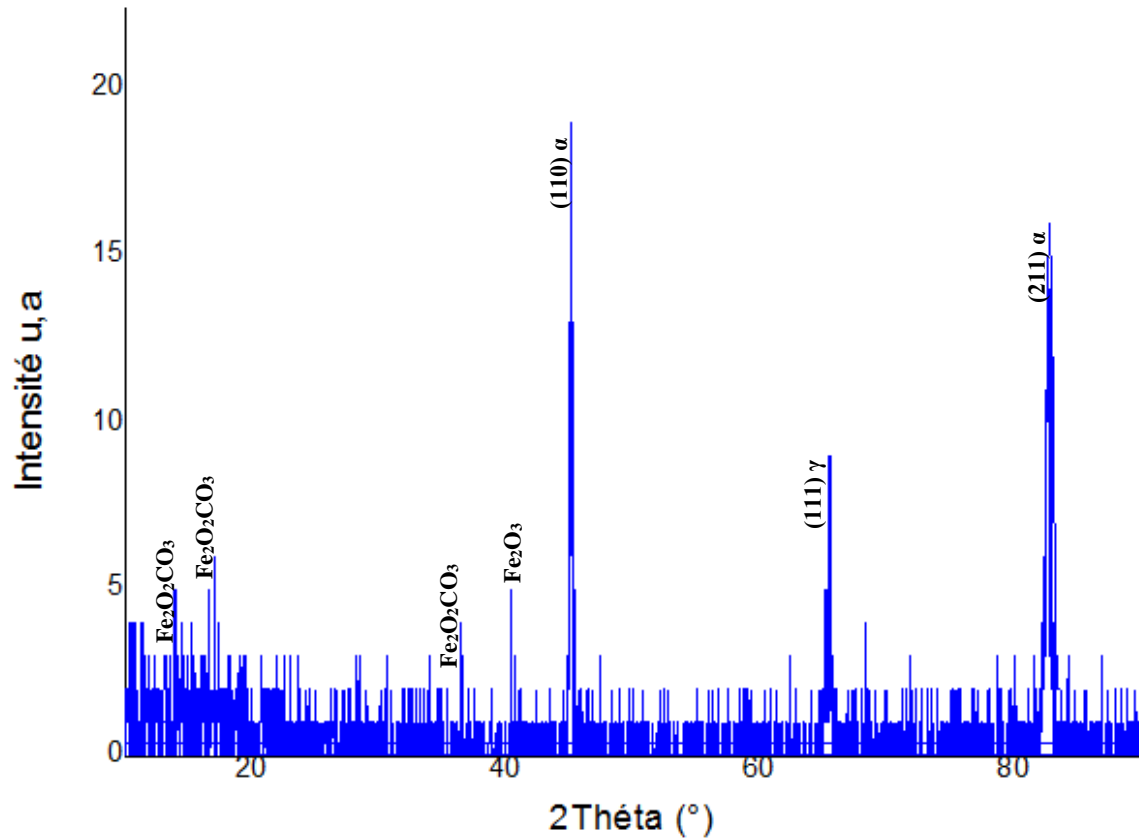


Fig IV. 5 : Microstructure de l'acier doux : a) avant la corrosion (sans attaque), b) après la corrosion

- nous avons remarqué : la morphologie de surface d'échantillon a changé montre la corrosion se produit zones sombres à la surface des échantillons.
- nous avons observé l'augmentation du point noir.

IV.1.5.3. Diffraction des rayons x après la corrosion*Fig IV.6 : Spectre de rayon x de l'acier doux après la corrosion*

Le spectre de rayon x de l'acier doux après test de corrosion (fig IV. 6), d'après interprétation de ICCD nous avons relevés les pics correspond. Nous avons remarqué : les même pics de Fer (110), (111), (211) avants la corrosion avec une diminution de l'intensité ; la formation de nouveau pic d'oxyde de Fer aux positions $2\theta=17,4^\circ$, 19.23° , 35.89° , 40.68° que montre la corrosion dans ce cas.

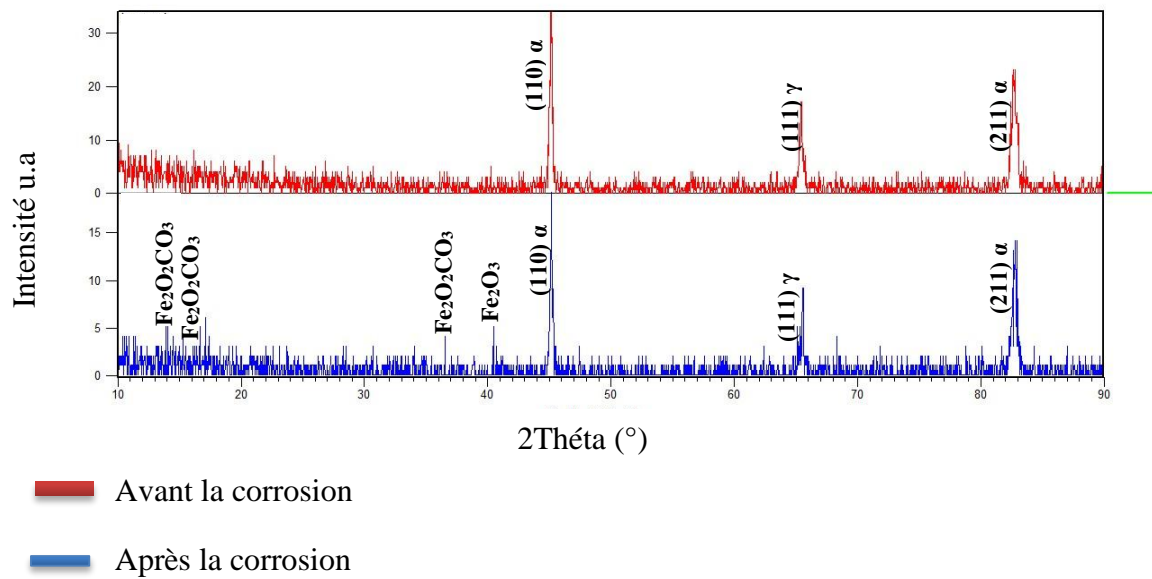


Fig IV. 7 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier doux avant et après la corrosion

D'après spectre de rayon x en superposé de l'acier doux avant et après la corrosion (Fig IV.7) nous avons remarqué une diminution dans l'intensité des pics de matrice qui confirme la réaction électrochimique.

IV.2. Procédé d'électrodéposition

IV.2.1. Elaboration des couches de Zn par électrodéposition

- L'électrodéposition de Zn est déposée sur substrats de l'acier doux en forme cylindrique et rectangulaire.
- L'électrodéposition est réalisé à une densité de courant de l'ordre $j=3A/dm^2$ pendant différents temps (2, 3, 6, 8, 10, 20 min).

IV.2.2. Mesure de l'épaisseur des couches de Zn

Les mesures d'épaisseur des dépôts ont été déterminées par la méthode pondérale selon l'équation suivante :

$$e = \Delta m / \rho \cdot S \quad [5]$$

Où $\Delta m = m_f - m_i$

ρ (g / cm) : masse volumique de couche (ρ couche de Zn=8.9g/cm³).

Tabl IV.4 : Mesure des épaisseurs de revêtement par l'électrodéposition

N°	t (min)	m _i (g)	m _f (g)	Δm (g)	s (cm ²)	e (μm)
1	2	3.0278	3.0287	0.0009	2.63	0.3845
2	3	3.1398	3.1452	0.0054	2.63	2.307
3	6	3.1594	3.1675	0.0081	2.63	3.4605
4	8	3.0705	3.0814	0.0109	2.63	4.6567
5	10	3.08	3.0989	0.0189	2.63	8.0745
6	20	4.5877	4.6207	0.033	3.36	11.0353

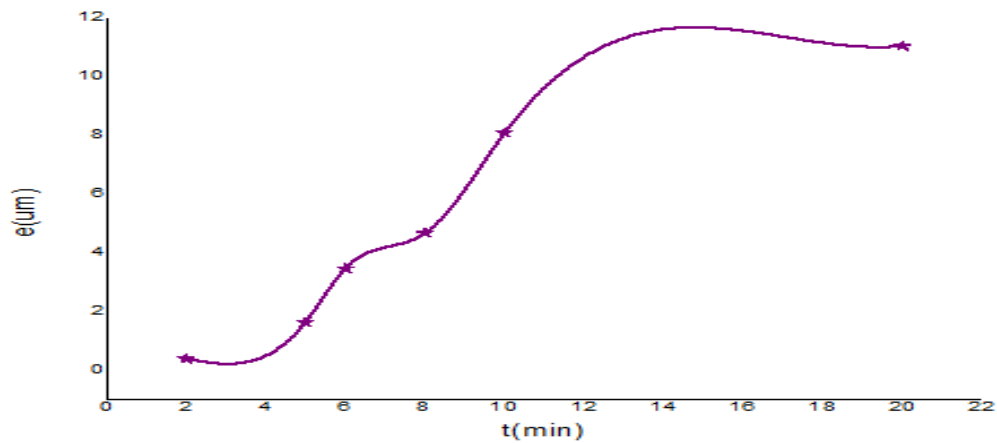


Fig IV.8 : Variation de l'épaisseur de revêtement par l'électrodéposition en fonction de temps

Le tracé de l'épaisseur en fonction de temps, nous a permis de constater que l'épaisseur de revêtement par l'électrodéposition augmente avec l'augmentation de durée d'immersion dans notre bain qui provoque une augmentation des atomes de Zn dans la surface de substrat. Les épaisseurs du dépôt sont en général comprises entre 5 et 10 μm [3].

IV.2.3. Contrôle de l'adhérence de dépôt

Le contrôle de l'adhérence des dépôts réalisés a été effectué par la méthode du choc thermique. Nous avons mis les échantillons dans le four à 200°C pendant 30 min, puis on les a trempés à l'eau à température ambiante. Nous avons conclu que ces revêtements ont une très bonne adhérence.

IV.2.4. Observation microscopique

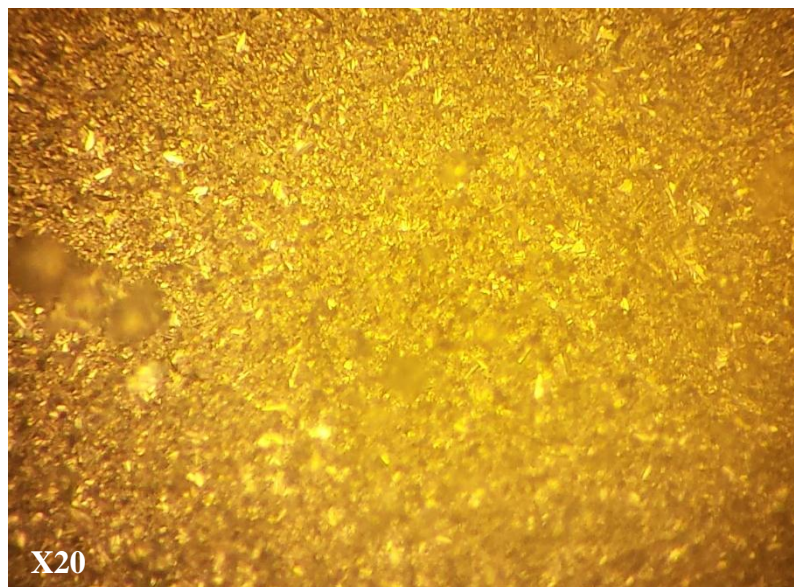


Fig IV.9 : Microstructure de dépôt de Zn par électrodéposition

Nous avons remarqué que la structure est homogène et sa couleur différent par rapport la surface de l'acier doux (fig IV.1) comme nous avons vu en (fig IV.9) ; c'est-à-dire très bon déposition de Zn sur la surface de l'acier doux.

IV.2.5. Diffraction des rayons X

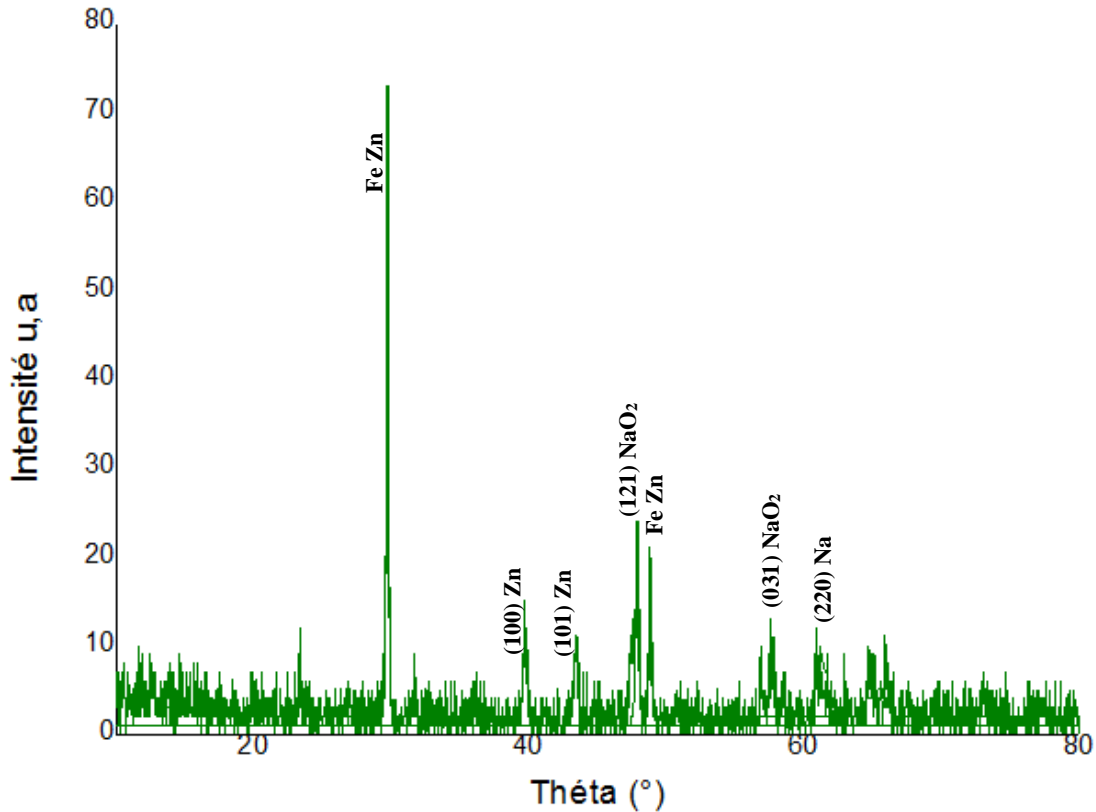


Fig IV.10 : Spectre de rayon X de dépôt de Zn par électrodéposition

Le spectre de diffraction des rayons X illustré par (fig IV.10) est celui de l'acier revêtu par Zn ; l'analyse des résultats et après interprétation de spectre avec ICDD. Les pics de Fer sont disparus et l'apparition des pics de Zn (100), (101) ($2\theta=39.73, 43.41$) respectivement [4], et l'apparition des pics de Sodium ($2\theta =61.22^\circ$) ; (220) respectivement, l'oxyde de Sodium illustre dans les pics ($2\theta =47.58^\circ, 57.69^\circ$) ; (121), (031) respectivement. Le Fer de zinc est assisté dans la position de $2\theta = 29.69^\circ, 48.82^\circ$.

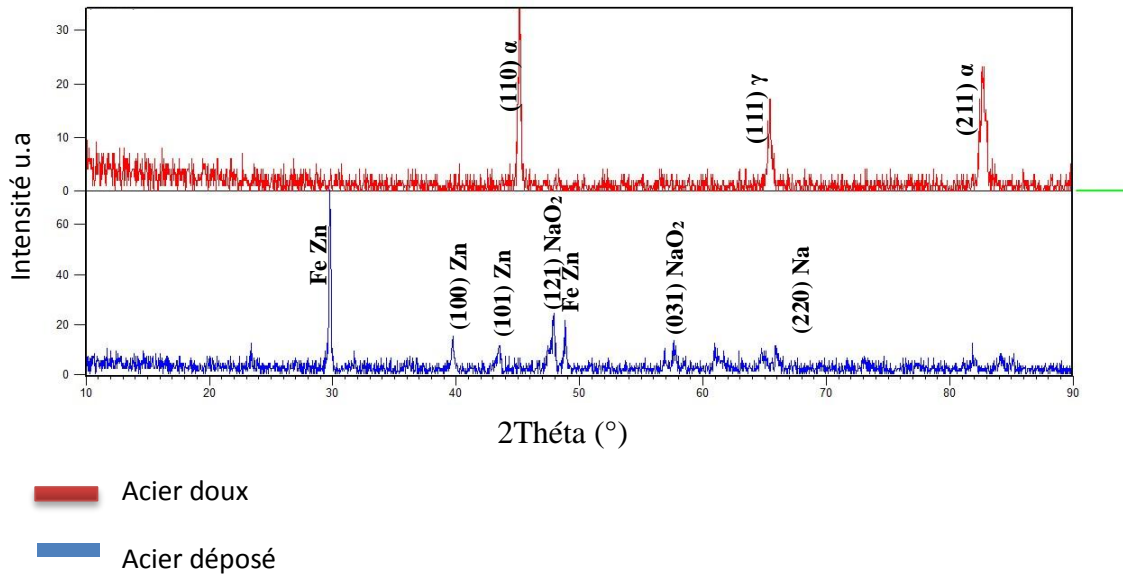


Fig IV.11 : spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier doux et dépôt de Zn par électrodéposition

IV.2.6. La taille moyenne des cristallites

Le tableau IV.5 montre l'évolution de la position de la raie la plus intense, de la largeur à mi-hauteur ainsi que la taille moyenne des cristallites calculées en utilisant la formule de Scherrer. La grosseur de revêtement était à l'échelle de nanomètre, ce qui confirme la structure nanocristalline de revêtement.

Nous avons calculé les tailles des cristallites des couches de Zn d'après la formule de Scherrer [6,7] :

$$T_m = K\lambda / [\beta \cos (2\theta/\theta)]$$

Ou :

β : largeur à mi-hauteur du rai (FWHM).

$K=0.9$: constante de matériau.

$\lambda=1.54 \text{ \AA}$: longueur d'onde.

2θ = angle de Bragg de sommet du rai.

Tab IV.5 : taille moyenne de couche de Zn

échantillon	2 θ (°)	Pics plus intense	Tm (A°)
électrodéposition	39.73	(100) Zn	4.31

Nous avons remarqué que la granulométrie de l'acier doux (3788.02 A°) est supérieur par rapport la couche déposé de Zn (Tm (A°) = 4.31).

IV.2.7. La Microdureté et Résistance mécanique

Les valeurs de Microdureté et Résistance mécanique de la couche de Zn par l'électrodéposition illustre dans le tab IV.6, nous avons remarqué une variation de Microdureté de surface HV (0.025kg) et de cœur HV (1kg) ; On peut noter que les alliages Fe-Zn sont d'une grande dureté par rapport la surface. Cela peut conférer au revêtement des propriétés particulières. [2]

Mais par apport à l'acier (tab IV.2) nous avons un adoucissement après électrodéposition.

Tab IV. 6 : Mesures de Microdureté et Résistance mécanique

	HV (0.025kg)	HV (1kg)	Rm (MPa)
Acier doux	239	240	755
Couche de Zn d'électrodéposition	46.6	76	249

IV.2.8. Evaluation de corrosion

IV.2.8.1. Test de polarisation

L'étude de la corrosion d'acier doux en milieu 35g/l de NaCl a été évaluée également en traçant les droites de Tafel dans un domaine de potentiel de part et d'autre du potentiel E_{corr} . Des valeurs de la densité de courant de corrosion I_{corr} ont été déterminées à partir de l'intersection de la droite anodique avec la droite perpendiculaire issue du potentiel E_{corr} .

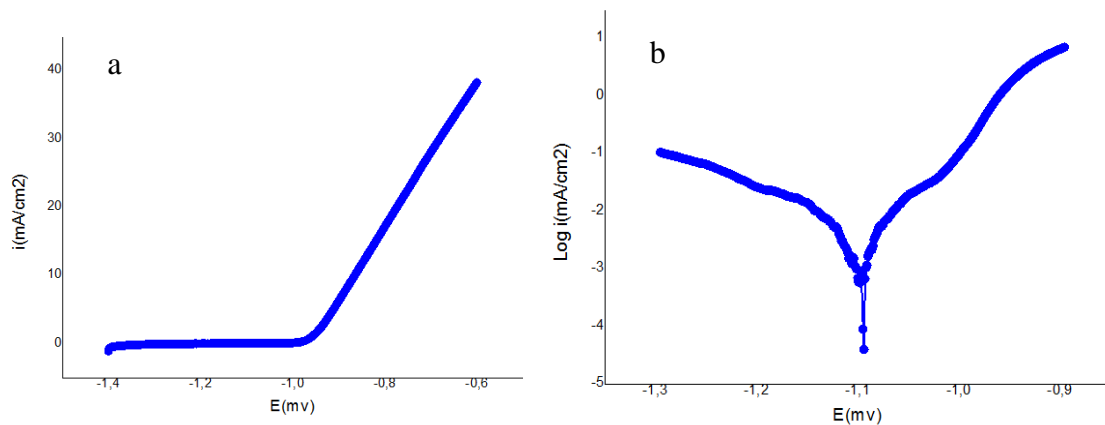


Fig IV. 12 : Courbes de polarisation de l'acier déposé par Zn (a) courbe linéaire, (b) courbe logarithmique.

Les courbes de polarisation (linéaire et logarithmique) pour l'acier déposé par Zn (fig IV.12) dans un milieu de **NaCl**, Ces courbes se composent de deux branches anodique et cathodique ont été obtenues consécutivement, le balayage est entre [-1400mV,-600mV] à la vitesse de balayage de 1 mV/sec.

Tab IV.7 : Caractéristiques électrochimiques de l'acier déposé par Zn

Acier déposé par Zn	E_{corr} (mv)	I_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	R_p ($\Omega.\text{cm}^2$)	Taux de corrosion ($\mu\text{m}/\text{an}$)
	-1097	4.2	699.25	48.63

D'après le tab IV.7 et fig IV.12 nous avons constaté que :

- Le courant de corrosion I_{corr} est diminué dans le cas de couche déposé par rapport l'acier doux donc la vitesse de corrosion diminue.
- Un déplacement de potentiel E_{corr} de corrosion de courbe de couche déposé vers le potentiel plus négatif.

- La diminution (R_p) qui est inversement proportionnelle à la vitesse de corrosion

IV.2.8.2. Observation microscopique



Fig IV. 13 : Microstructure de l'acier doux déposé par Zn après la corrosion

La morphologie microscopique de surface de l'acier déposé par Zn après teste de corrosion (fig IV.13). Nous avons remarqué : la morphologie de surface d'échantillon a changé, montre la corrosion se produit zones sombres à la surface d'échantillon.

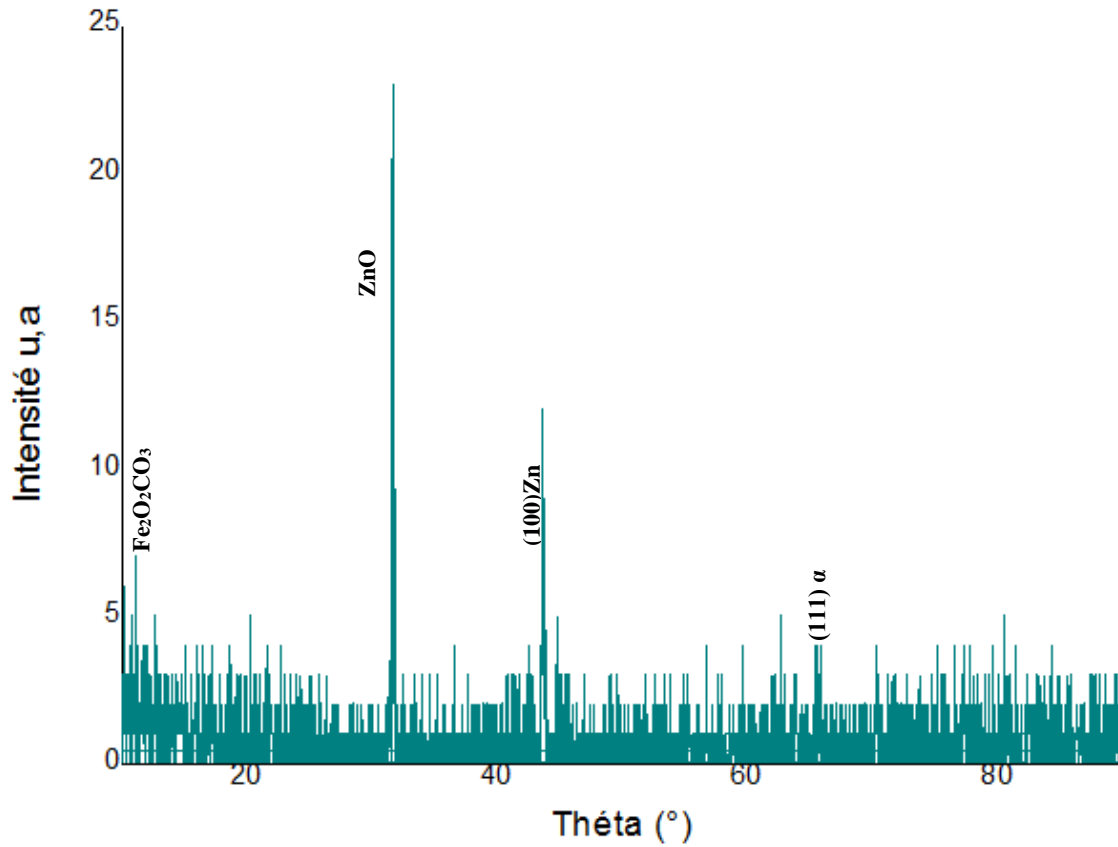
IV.2.8.3. Diffraction des rayons X après la corrosion

Fig IV.14 : Spectre de rayon x de l'acier dépôt de Zn par électrodéposition après corrosion

Le spectre de rayon x de l'acier déposé par Zn après test de corrosion présente sur (figIV.14), d'après interprétation de ICCD, nous avons relevé les pics correspond. Nous avons remarqué la disparition des pics de Sulfure et Sodium avec le pic de Zinc $2\theta=29.69^\circ$ et l'apparition des nouveaux pics de d'Oxyde de Zinc : $2\theta= 31.65^\circ$ avec le pic d'oxyde de Fer : $2\theta=11.99^\circ$ et pic de Fer : $2\theta= 65.68^\circ$ conséquence de corrosion

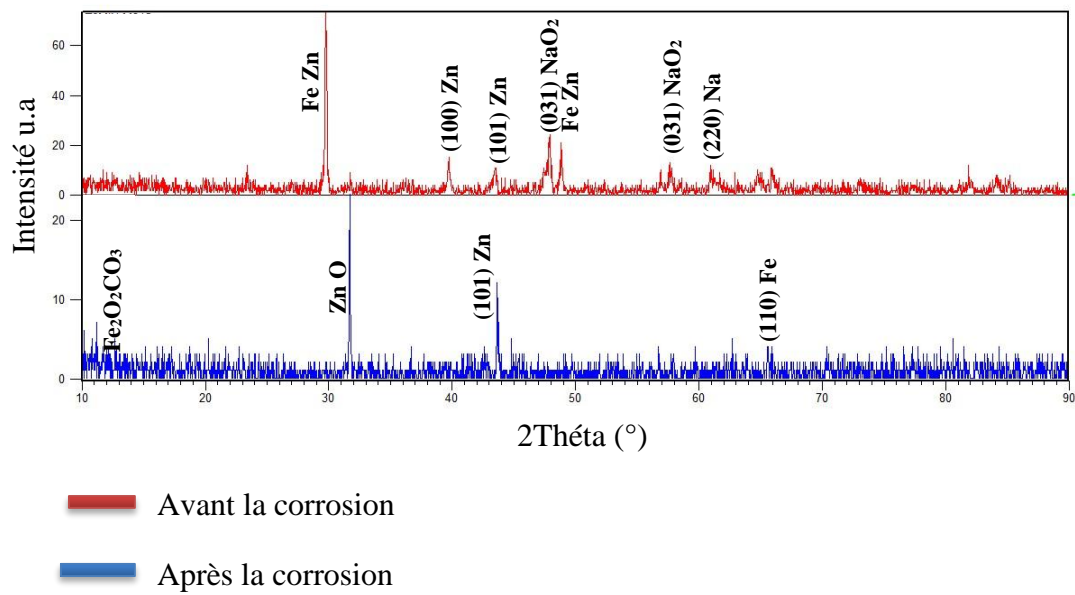


Fig IV. 15 : Spectres superposés de rayon X en superposé de dépôt de Zn par électrodéposition avant et après corrosion

IV.2.8.4. Observation par MEB

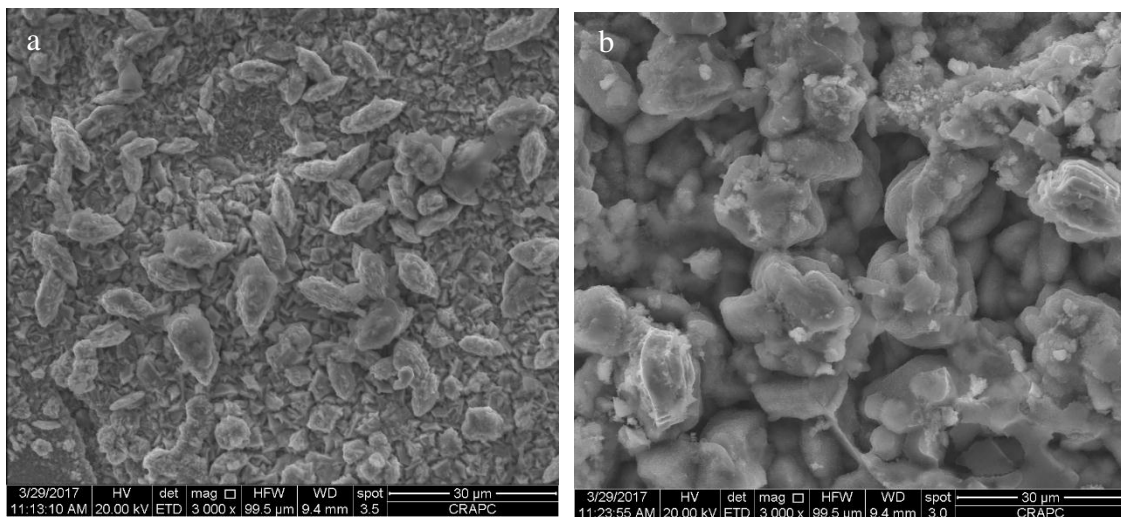


Fig IV.16 : Microstructure par MEB de la couche de zinc électrodéposition : a) avant teste de corrosion, b) après teste de corrosion.

Les micrographies a et b de (fig IV.16) illustre les microstructures de l'état revêtu (a) et de l'état revêtu ayant subi le test de corrosion. On voit clairement que les deux microstructures sont différentes, ce constat indique que dépôt de zinc à subit un changement microstructurale (corrosion) après le test de corrosion. L'analyse par la diffraction des rayons (fig IV.15) effectué sur les deux états, révèle la présence d'oxyde ZnO comme produit de corrosion. Ceci explique le changement microstructural produit après le teste de corrosion.

IV.3. Procédé de galvanisation à chaud

IV.3.1. Galvanisation à chaud de Tréfissoud

IV.3.1.1. Contrôle de l'adhérence de couche

Le contrôle de l'adhérence des dépôts réalisés a été effectué par la méthode du choc thermique. Nous avons mis les échantillons dans le four à 200°C pendant 30 min, Puis on les a trempés à l'eau à température ambiante. Nous avons conclure que ces revêtements ont une très bonne adhérence.

IV.3.1.2. Observation microscopique

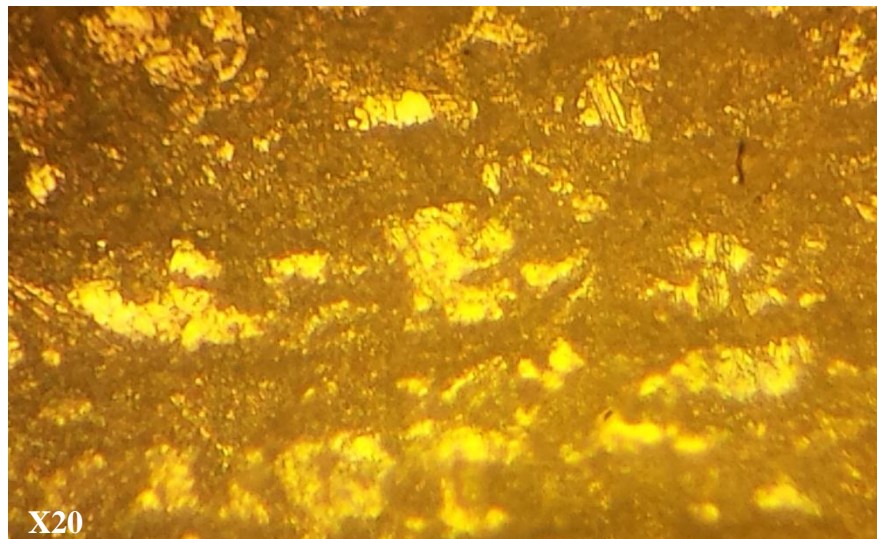


Fig IV.17 : Microstructure de l'acier doux après la galvanisation à chaud de Tréfissoud

La morphologie microscopique de surface de l'acier galvanisé de Tréfisoud illustre dans (fig IV.17) .Nous avons remarqué que la structure est homogène et sa couleur différent par rapport la surface de l'acier doux (fig IV.1) comme nous avons vu ; c'est-à-dire très bon déposition de Zn sur la surface de l'acier doux.

IV.3.1.3. Diffraction des rayons X

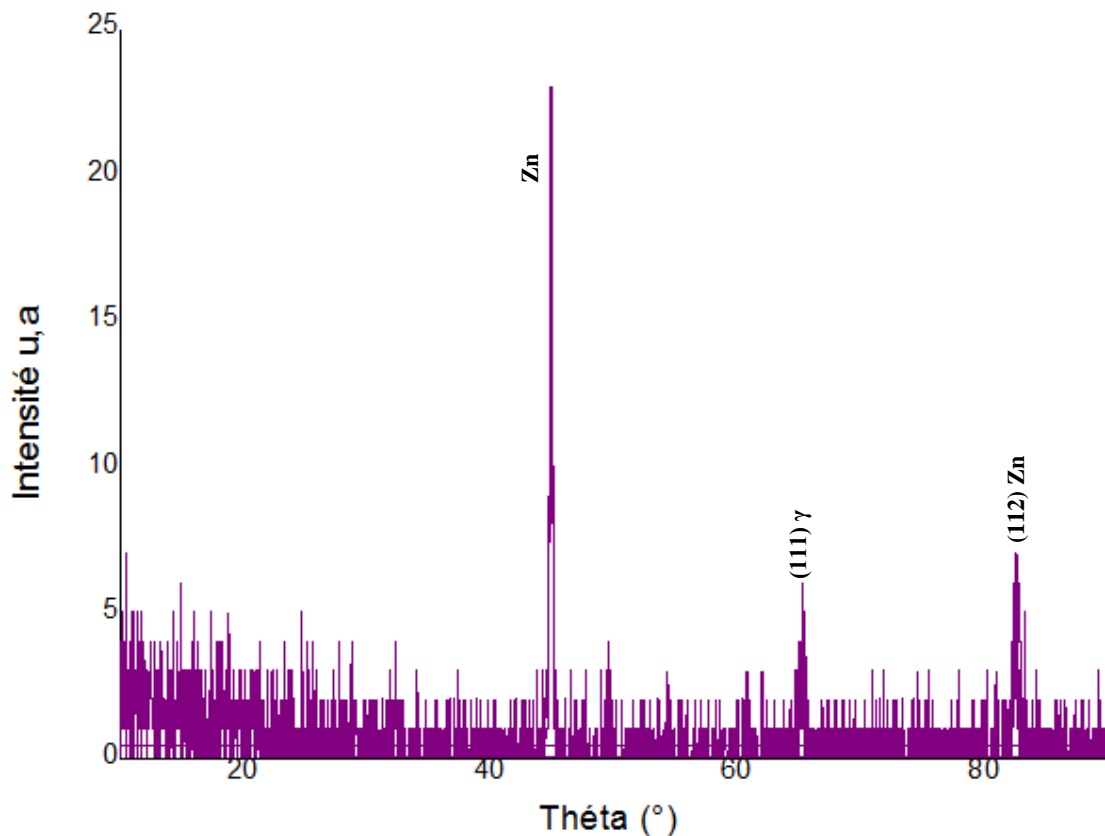


Fig IV.18 : Spectre de rayon x de l'acier galvanisé de Tréfisoud

Le spectre de diffraction des rayons X illustré par (fig IV.18) est celui de l'acier galvanisé de Tréfisoud ; l'analyse des résultats et après interprétation de spectre avec ICDD. Nous avons observé l'apparition de nouveaux pics de Zn aux positions $2\theta=44.88^\circ, 82.49^\circ$, montre l'assistance de couche de Zn.

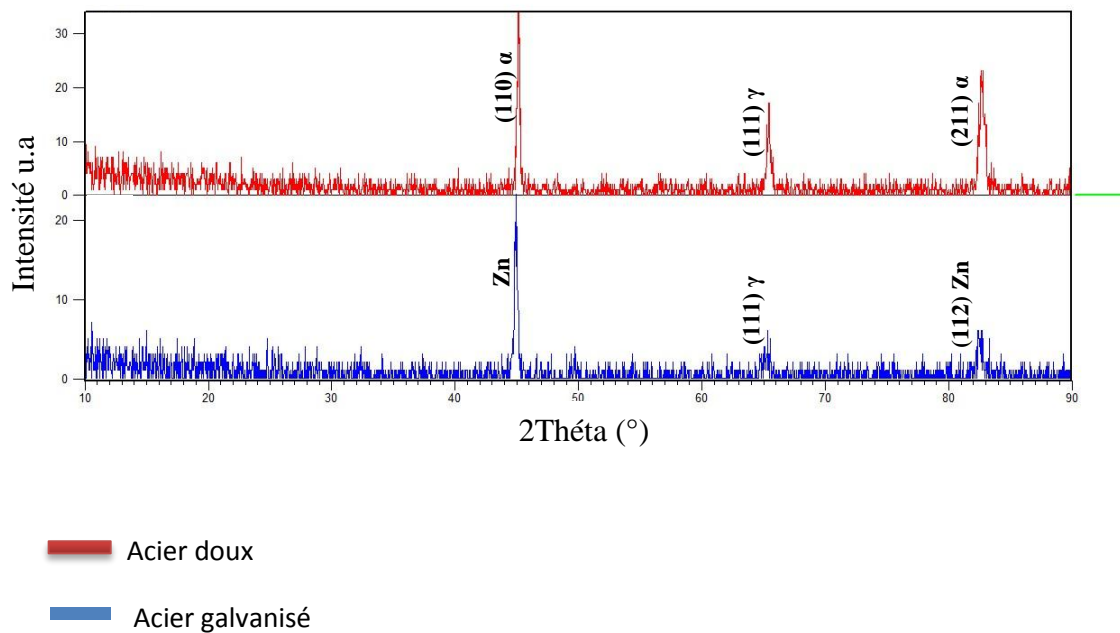


Fig IV.19 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier doux et l'acier galvanisé de Tréfissoud

IV.3.1.4. La taille moyenne des cristallites

L'évolution de la position de la raie la plus intense, de la largeur à mi-hauteur ainsi que la taille moyenne des cristallites calculées en utilisant la formule de Scherrer (Tab IV.5). La grosseur de revêtement était à l'échelle de nanomètre, ce qui confirme la structure nanocristalline de revêtement. Nous avons calculé les tailles des cristallites des couches de Zn d'après la formule de Scherrer [6,7] :

$$T_m = K\lambda / [\beta \cos (2\theta/\theta)]$$

Ou :

β : largeur à mi-hauteur du rai (FWHM).

$K=0.9$: constante de matériau.

$\lambda=1.54 \text{ \AA}$: longueur d'onde.

2θ = angle de Bragg de sommet du rai.

Tab IV. 8 : Taille moyenne de couche de Zn par galvanisation de Tréfissoud

échantillon	2θ (°)	Pics plus intense	T_m (A°)
Galvanisation de Tréfissoud	44.88°	Zn	6.57

Nous avons remarqué que la granulométrie d'acier doux (3788.02 A°) est supérieur par rapport la couche de Zn d'électrodéposition (T_m (A°)= 4.31) et galvanisation de Tréfissoud (T_m (A°)= 6.57), que montre la couche d'électrodéposition et fine par rapport les autre.

IV.3.1.5. Evaluation de corrosion

IV.3.1.5.1. Test de polarisation

L'étude de la corrosion de l'acier doux en milieu 35g/l de NaCl a été évaluée également en traçant les droites de Tafel dans un domaine de potentiel de part et d'autre du potentiel E_{corr} . Des valeurs de la densité de courant de corrosion I_{corr} ont été déterminées à partir de l'intersection de la droite anodique avec la droite perpendiculaire issue du potentiel E_{corr} .

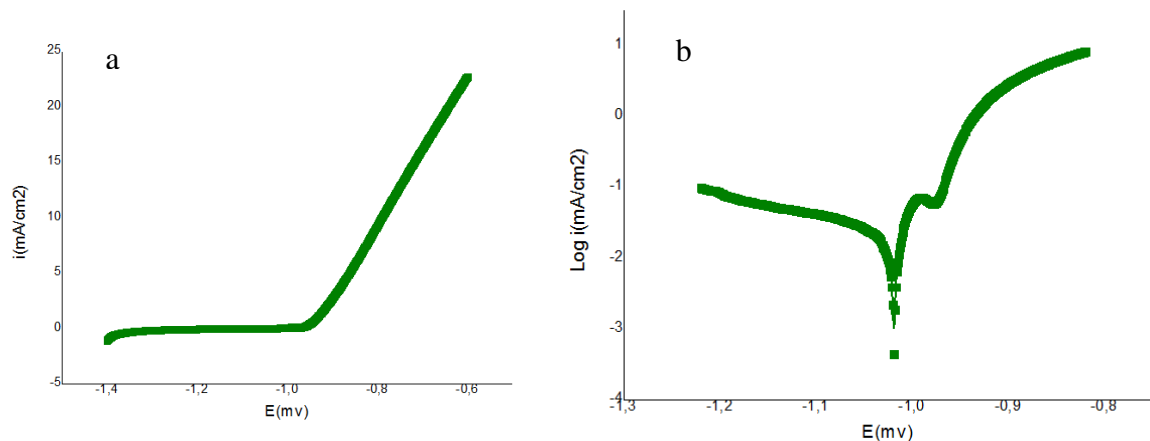


Fig IV.20 : Courbes de polarisation de l'acier galvanisé de Tréfissoud (a) courbe linéaire, (b) courbe logarithmique.

Les courbes de polarisation (linéaire, logarithmique) pour l'acier galvanisé dans un milieu de **NaCl** illustre dans (fig IV.20), ces courbes se composent de deux branches anodique et cathodique ont été obtenues consécutivement, le balayage est entre [-1400mV,-600mV] à la vitesse de balayage de 1 mV/sec.

Tableau IV. 9 : Caractéristiques électrochimiques de l'acier galvanisé de Tréfissoud

acier galvanisé de Tréfissoud	E_{corr} (mv)	I_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	R_p ($\Omega.\text{cm}^2$)	Taux de corrosion ($\mu\text{m}/\text{an}$)
	-1018.9	26.8	653.28	313.2

D'après le tab IV.9 et fig IV.20 nous avons constaté que :

- Le courant de corrosion I_{corr} est diminué dans le cas de couche galvanisé par rapport l'acier doux donc la vitesse de corrosion diminue.
- Un déplacement de potentiel E_{corr} de corrosion de courbe de couche galvanisé vers le potentiel plus négatif.
- La diminution (R_p) qui est inversement proportionnelle à la vitesse de corrosion

IV.3.1.5.2. Observation microscopique

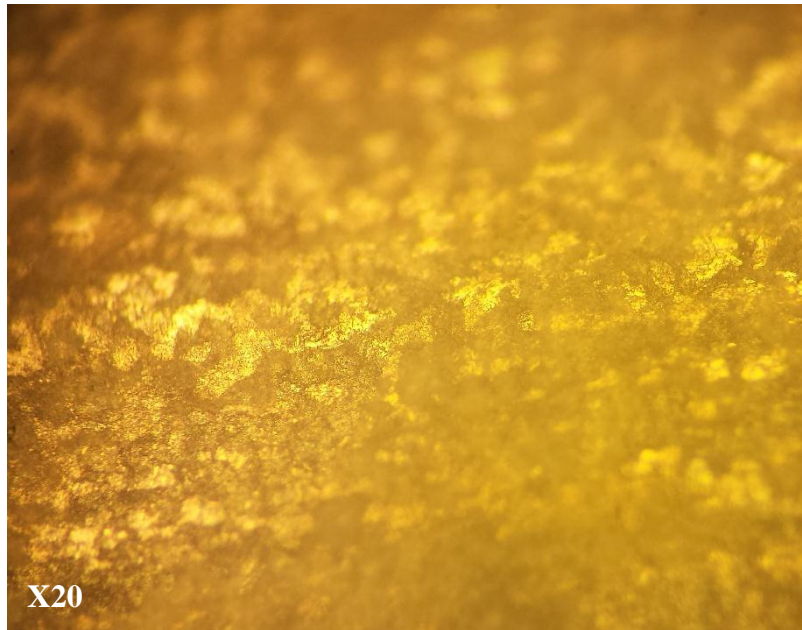


Fig IV. 21 : Microstructure de l'acier galvanisé à chaud de Tréfissoud après teste de corrosion

La morphologie microscopique de surface de l'acier galvanisé à chaud de Tréfissoud après teste de corrosion (fig IV.21) ; nous avons remarqué : la morphologie de surface d'échantillon a changé, montre la corrosion se produit zones sombres à la surface d'échantillon.

IV.3.1.5.3. Diffraction des rayons X après la corrosion

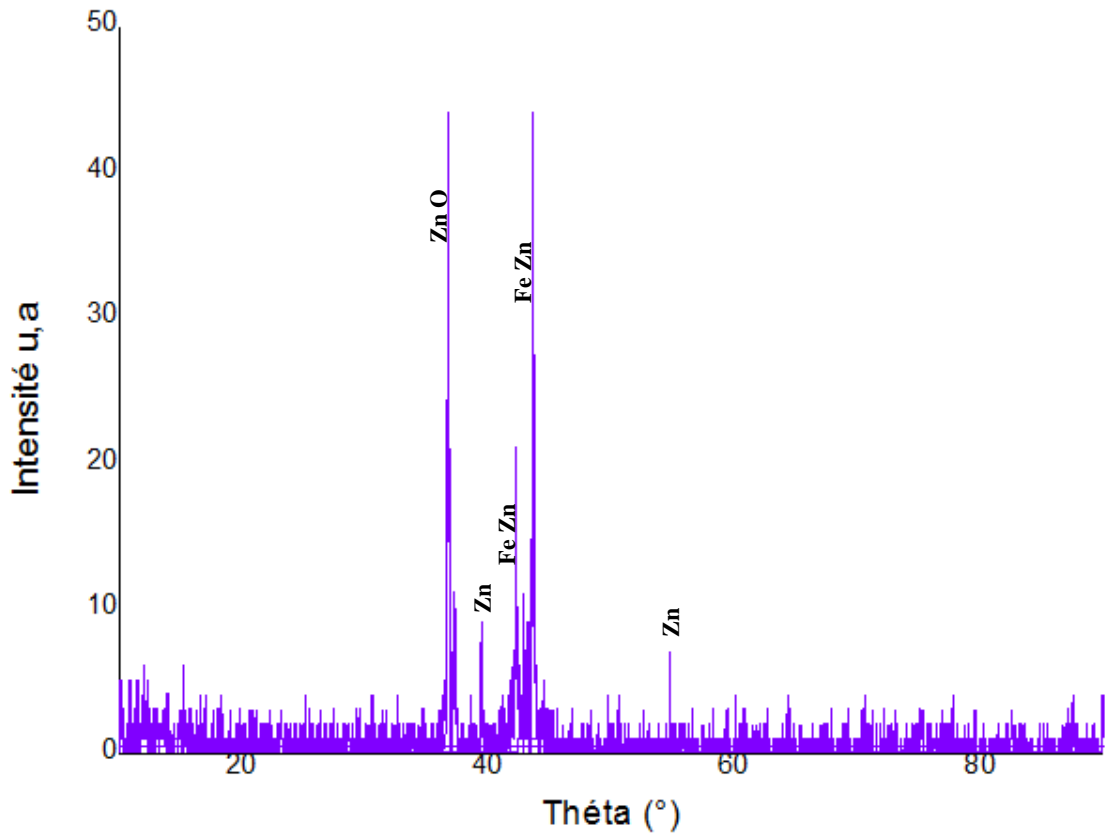


Fig IV. 22 : Spectre de rayon x de l'acier galvanisé de Tréfisoud après corrosion

Le spectre de rayon x de l'acier galvanisé de Tréfisoud après test de corrosion (fig IV.22), d'après interprétation de ICCD, nous avons relevé les pics correspond. Nous avons remarqué la disparition des pics de Fer et de Zinc et l'assistance des nouveaux pics de Fe-Zn : $2\theta=42.18^\circ$, 43.62° et Oxyde de Zn que montre la corrosion.

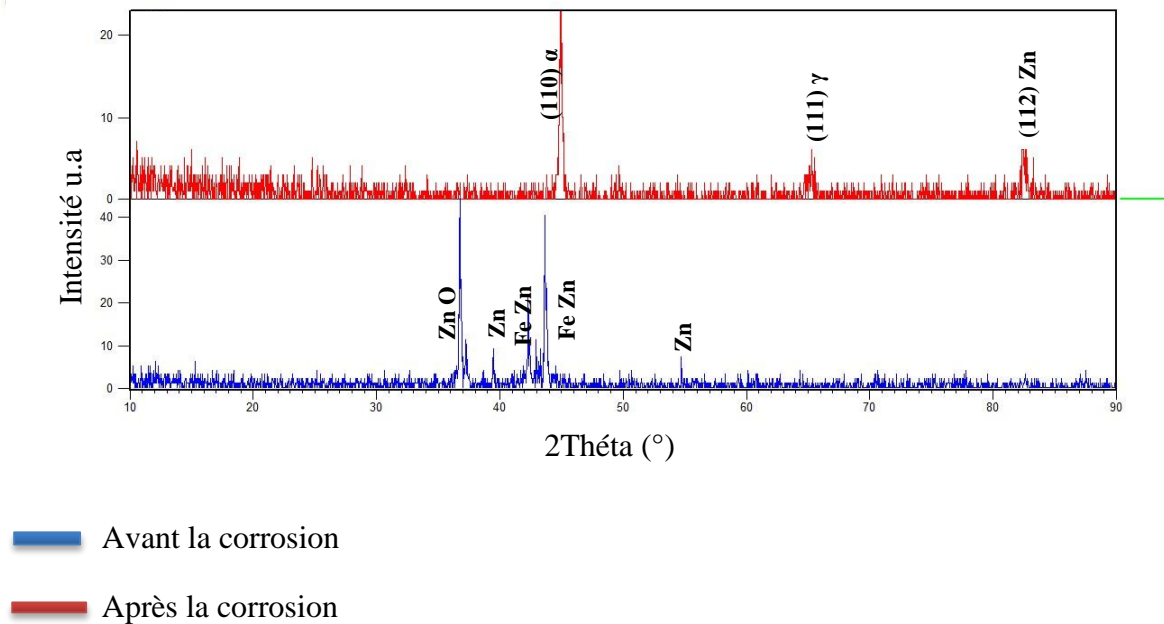


Fig IV.23 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier galvanisé de Tréfissoud avant et après la corrosion

IV.3.2. Galvanisation à chaud

IV.3.2.1. Elaboration des couches de Zn par galvanisation à chaud

- La galvanisation à chaud de Zn est déposée sur substrats de l'acier doux en forme cylindrique et rectangulaire.
- La galvanisation à chaud est réalisé à une température $>419^{\circ}\text{C}$ pendant temps (19, 25, 30s).

IV.3.2.2. Mesure des épaisseurs de revêtement par galvanisation à chaud

Les mesures d'épaisseur des dépôts ont été déterminées par la méthode pondérale selon l'équation suivante :

$$e = \Delta m / \rho.S \quad [5]$$

Où $\Delta m = m_f - m_i$

ρ (g / cm) : masse volumique de couche (ρ couche de Zn=8.9g/cm³).

Tab IV.10 : Mesure des épaisseurs de revêtement par galvanisation à chaud

N°	t (s)	mi (g)	mf (g)	Δm (g)	s (cm ²)	e (μm)
1	19	5.0112	5.4653	0.4541	3.36	151.8525
2	25	2.0633	2.2646	0.2013	2.16	104.7128
3	30	3.1535	3.3518	0.1983	2.63	84.7182

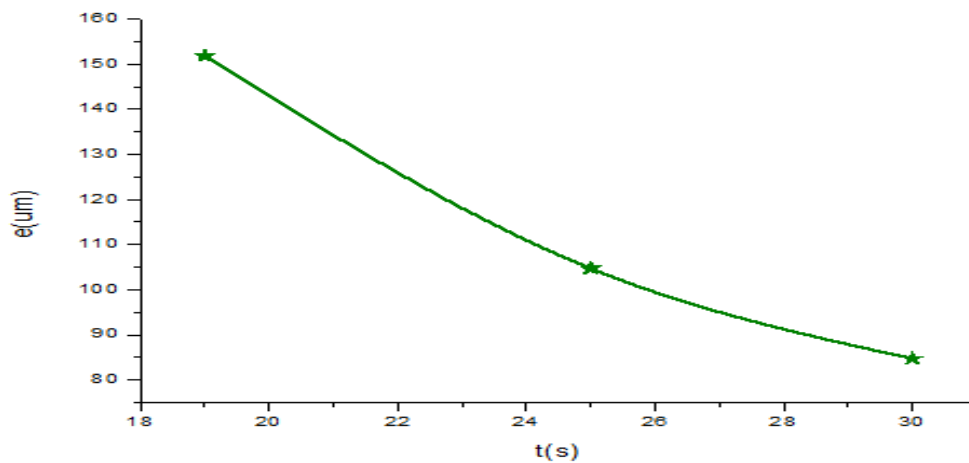


Fig IV.24 : Variation de l'épaisseur de revêtement par galvanisation à chaud en fonction de temps

Le tracé de l'épaisseur en fonction de temps de la galvanisation à chaud montre une diminution de l'épaisseur du dépôt avec l'augmentation de la durée d'immersion. Ce résultat semble en contradiction avec ce qui est prévu par la littérature. Mais dans notre cas, ceci peut être expliqué d'une part par les écarts de températures qui peuvent exister entre les différents essais. En effet, un écart dans la température modifie la viscosité du liquide et peut conduire à une variation du comportement de l'enrobage.

IV.3.2.3. Contrôle de l'adhérence de dépôt

Le contrôle de l'adhérence des dépôts réalisés a été effectué par la méthode du choc thermique. Nous avons mis les échantillons dans le four à 200°C pendant 30 min, Puis on les a trempés à l'eau à température ambiante. Nous avons conclure que ces revêtements ont une très bonne adhérence.

IV.3.2.4. Observation microscopique

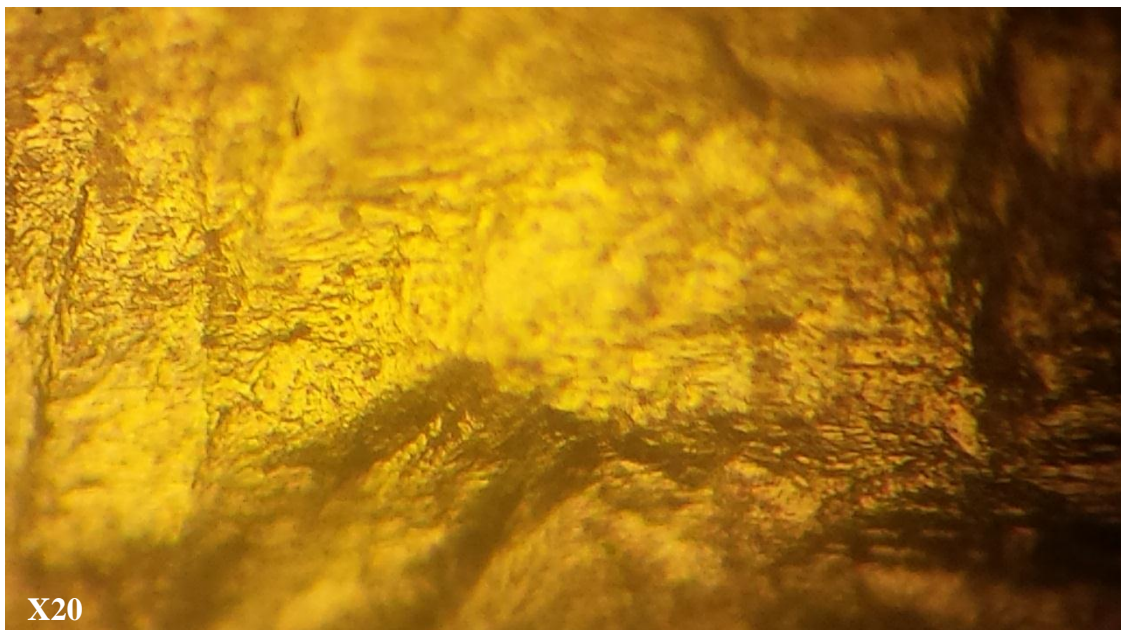


Fig IV. 25 : Microstructure de l'acier galvanisé à chaud

Nous avons remarqué que la structure est homogène et sa couleur différent par rapport la surface de l'acier doux (fig IV.1) comme nous avons vu en (fig IV.25) ; C'est-à-dire très bon déposition de Zn sur la surface de l'acier doux.

IV.3.2.5. Diffraction des rayons X

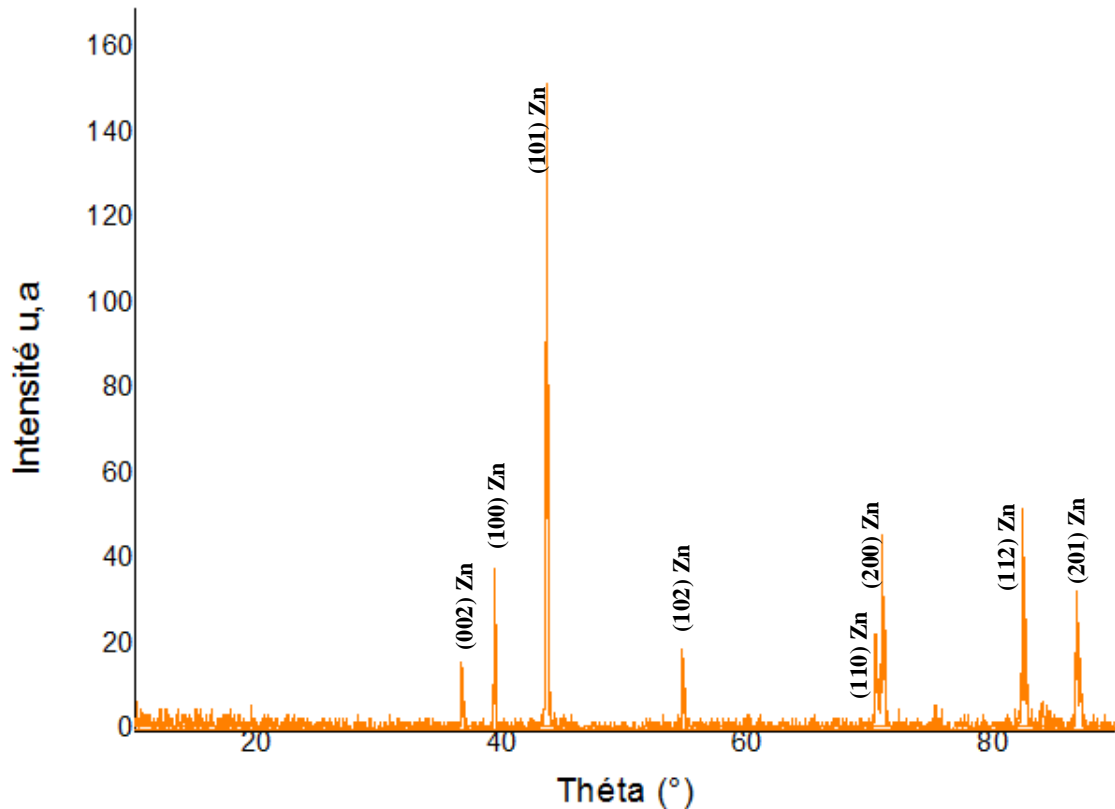


Fig IV.26 : Spectre de rayon x de l'acier galvanisé

Le spectre de diffraction des rayons X illustré par (fig IV.26) est celui de l'acier galvanisé ; l'analyse des résultats et après interprétation de spectre avec ICDD. En effet, les pics de matrice sont disparus avec l'apparition des pics de Zn aux positions $2\theta=36.73^\circ$, 39.34° , 43.57° , 54.65° , 70.41° , 70.95° , 82.39° , 86.8° avec des (hkl) (002), (100), (101), (102), (110), (112), (201) respectivement, qui montre la qualité de couche de galvanisation est bien

D'après la loi de Bragg :

$$\lambda=2*d_{hkl}*\sin(\theta)$$

Nous avons calculé (hkl) de $\theta=70.758^\circ$

Nous avons trouvé $(hkl)=(200)$

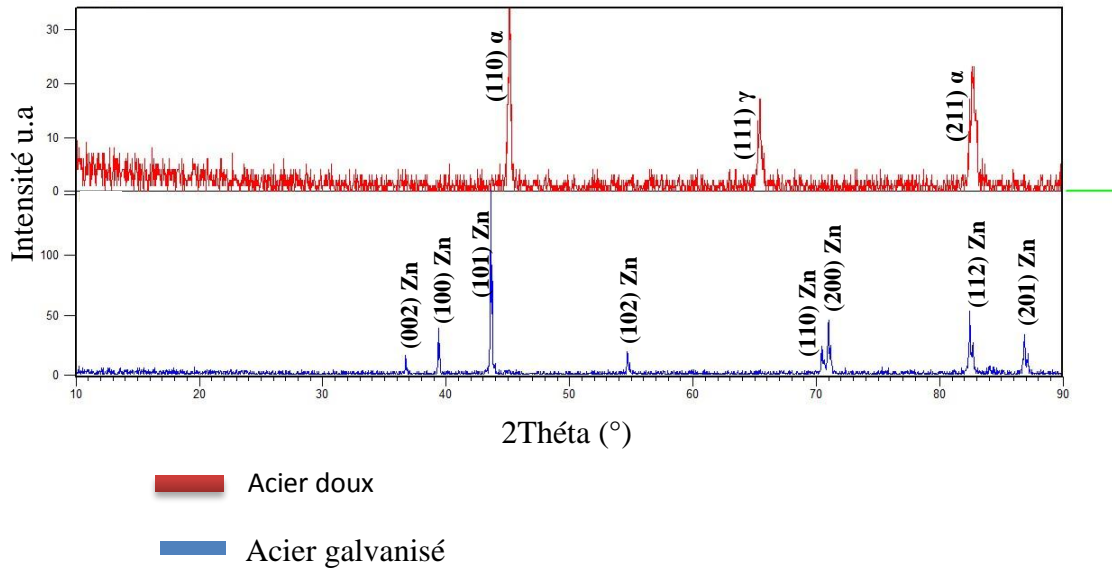


Fig IV.27 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier doux et acier galvanisé

IV.3.2.6. La taille moyenne des cristallites

Le tab IV.11 montre l'évolution de la position de la raie la plus intense, de la largeur à mi-hauteur ainsi que la taille moyenne des cristallites calculées en utilisant la formule de Scherrer. La grosseur de revêtement était à l'échelle de nanomètre, ce qui confirme la structure nanocristalline de revêtement.

Nous avons calculé les tailles des cristallites des couches de Zn d'après la formule de Scherrer [6,7] :

$$T_m = K\lambda / [\beta \cos (2\theta/\theta)]$$

Ou :

β : largeur à mi-hauteur du rai (FWHM).

$K=0.9$: constante de matériau.

$\lambda=1.54 \text{ \AA}$: longueur d'onde.

2θ = angle de Bragg de sommet du rai.

Tab IV.11 : Taille moyenne de couche de Zn

échantillon	2θ (°)	Pics plus intense	T_m (Å°)
Acier Galvanisé	43.57°	(101) Zn	16,848

Nous avons remarqué que la granulométrie de l'acier doux (3788.02 Å°) est supérieur par rapport la couche de Zn d'électrodéposition (T_m (Å°)= 4.31), galvanisation de Tréfissoud (T_m (Å°)= 6.57) et la couche galvanisé (Tab IV.11) ; que montre la couche de d'électrodéposition est fine par rapport les autre revêtements.

IV.3.2.6. Evaluation de corrosion

IV.3.2.6.1. Test de polarisation

L'étude de la corrosion de l'acier doux en milieu **35g/l** de **NaCl** a été évaluée également en traçant les droites de Tafel dans un domaine de potentiel de part et d'autre du potentiel E_{corr} . Des valeurs de la densité de courant de corrosion I_{corr} ont été déterminées à partir de l'intersection de la droite anodique avec la droite perpendiculaire issue du potentiel E_{corr} .

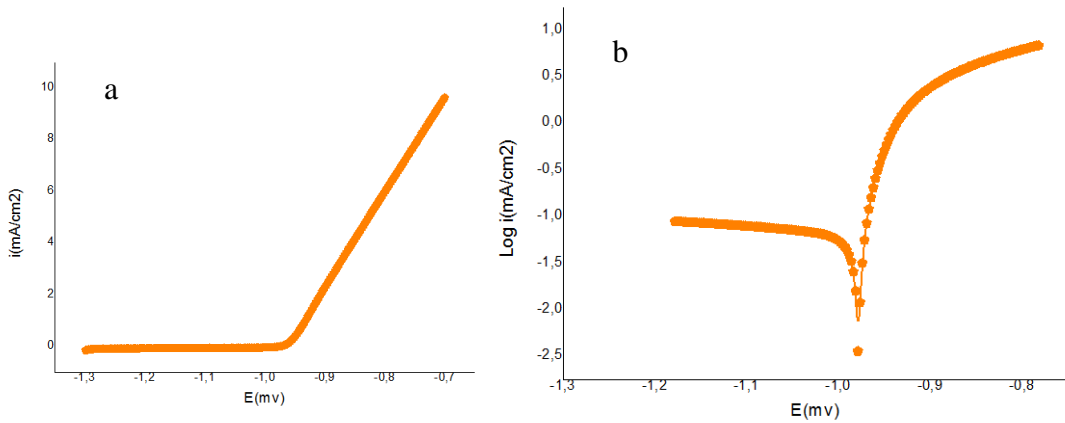


Fig IV. 28 : Courbes de polarisation de l’acier galvanisé (a) courbe linéaire, (b) courbe logarithmique.

Les courbes de polarisation (linéaire, courbe logarithmique) pour l’acier galvanisé dans un milieu de **NaCl** (fig IV.25), Ces courbes se composent de deux branches anodique et cathodique ont été obtenues consécutivement, le balayage est entre [-1300mV,-700mV] à la vitesse de balayage de 1 mV/sec.

Tab IV. 12 : Caractéristiques électrochimiques de l’acier galvanisé

	E_{corr} (mv)	I_{corr} ($\mu A/cm^2$)	R_p ($\Omega.cm^2$)	Taux de corrosion ($\mu m/an$)
Acier galvanisé	-986.5	64.2	484.63	751.2

Les valeurs des paramètres électrochimiques déterminées à partir des courbes de polarisation de l’acier galvanisé illustre dans le tab IV.12 nous avons constaté que :

- L’augmentation du courant de corrosion I_{corr} dans le cas de couche galvanisé par rapport l’acier doux donc la vitesse de corrosion augmenté.
- Un déplacement de potentiel E_{corr} de corrosion de courbe de couche galvanisé vers le potentiel plus positif.
- La diminution (R_p) qui est inversement proportionnelle à la vitesse de corrosion

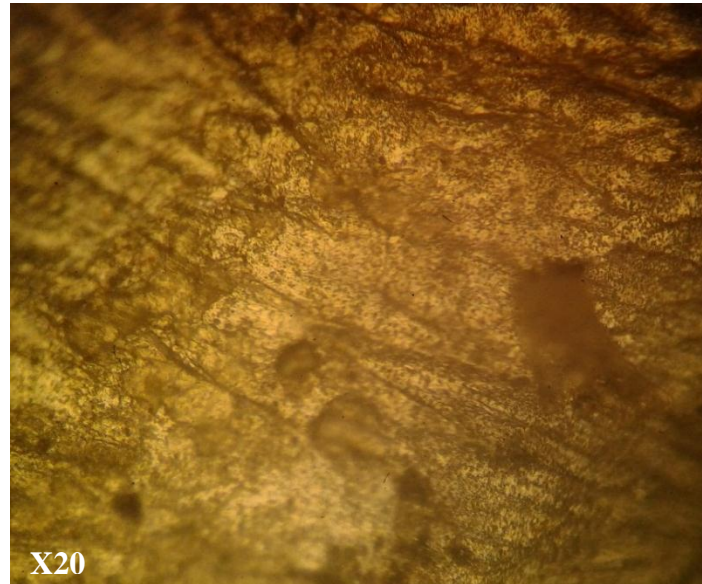
IV.3.2.6.2. Observation microscopique

Fig IV. 29 : Microstructure de l'acier galvanisé à chaud après teste de corrosion

Nous avons remarqué une apparition des points noirs dans la surface qui confirme le produit de corrosion

IV.3.2.6.3. Diffraction des rayons X après la corrosion

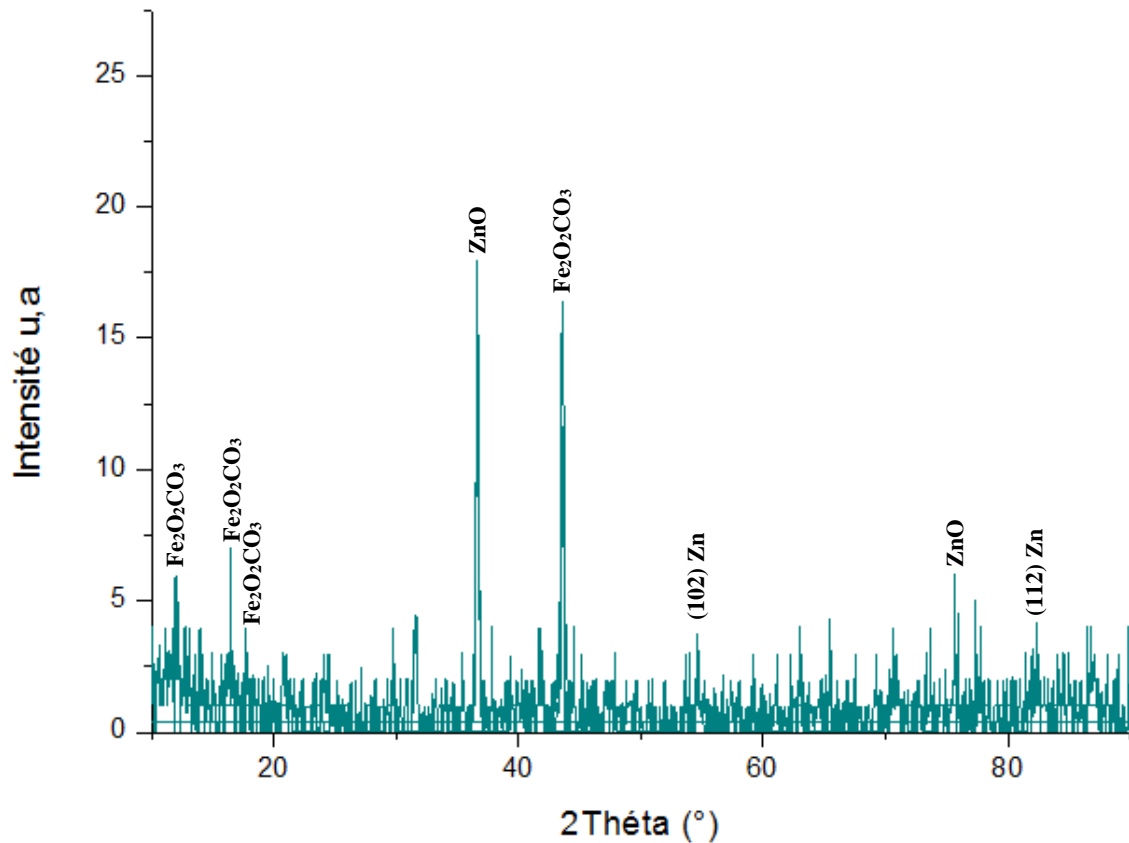


Fig IV.30 : Spectre de rayon x de l'acier galvanisé après la corrosion

Le spectre de rayon x de l'acier galvanisé après test de corrosion (fig IV.30), d'après interprétation de ICCD, nous avons relevé les pics correspond. Nous avons remarqué l'apparition de nouveau pics d'oxyde de Zinc aux positions $2\theta=36.6^\circ, 75.8^\circ$; et l'apparition des autres pics qui illustre l'oxyde de Fer aux positions $2\theta=11.99^\circ, 17.4^\circ, 19.23^\circ, 43.57^\circ$ que montre la corrosion.

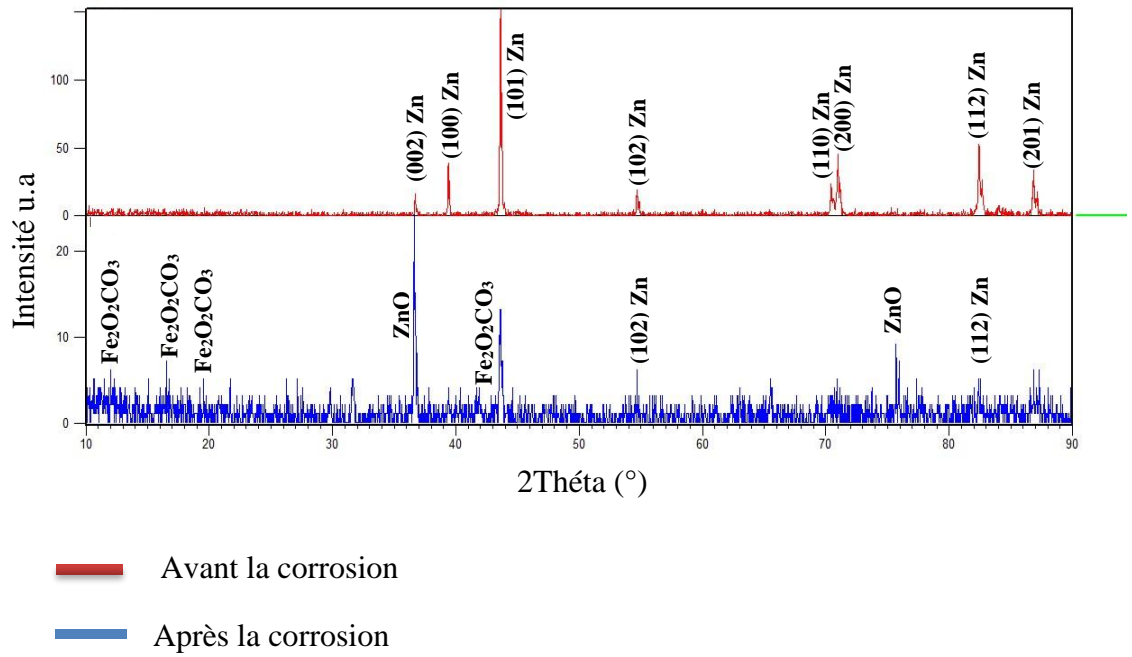


Fig IV. 31 : Spectres superposés de rayon x en superposé de l'acier galvanisé avant et après la corrosion

IV.7. Comparaison entre les procédés de revêtements utilisés

IV.7.1. Microscope optique

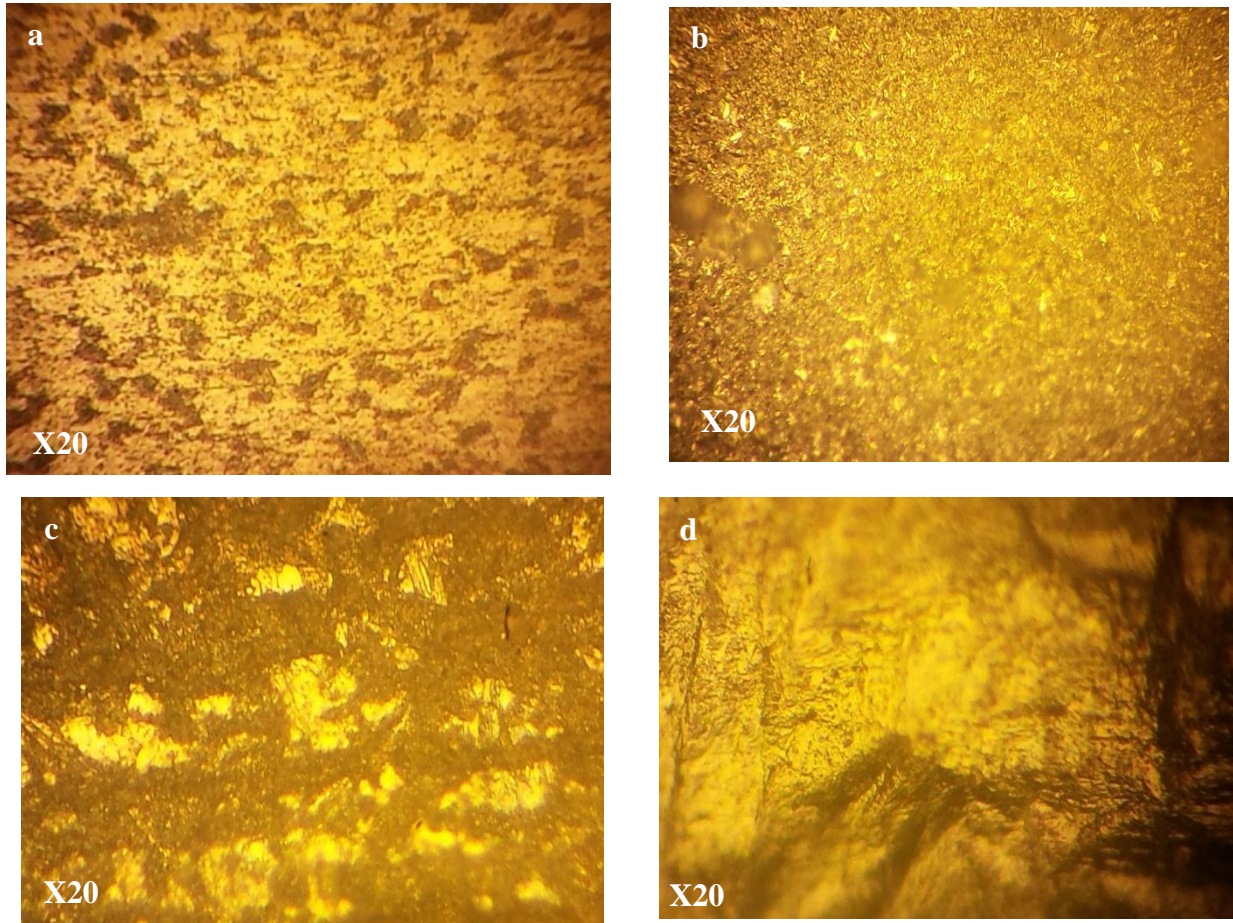


Fig IV. 32 : Microstructures de l'acier :a) acier doux, b) dépôt de Zn par électrodéposition, c) galvanisé de Tréfiassoud, d) galvanisé à chaud

Nous avons remarqué que les structures sont homogènes et couleurs différent par rapport la surface de l'acier doux (fig IV.1) comme nous avons vu en (fig IV.32) ; c'est-à-dire très bon déposition de Zn sur la surface de l'acier doux dans les trois procédés de revêtements.

IV.7.2. Les analyses des diffractions des rayons X

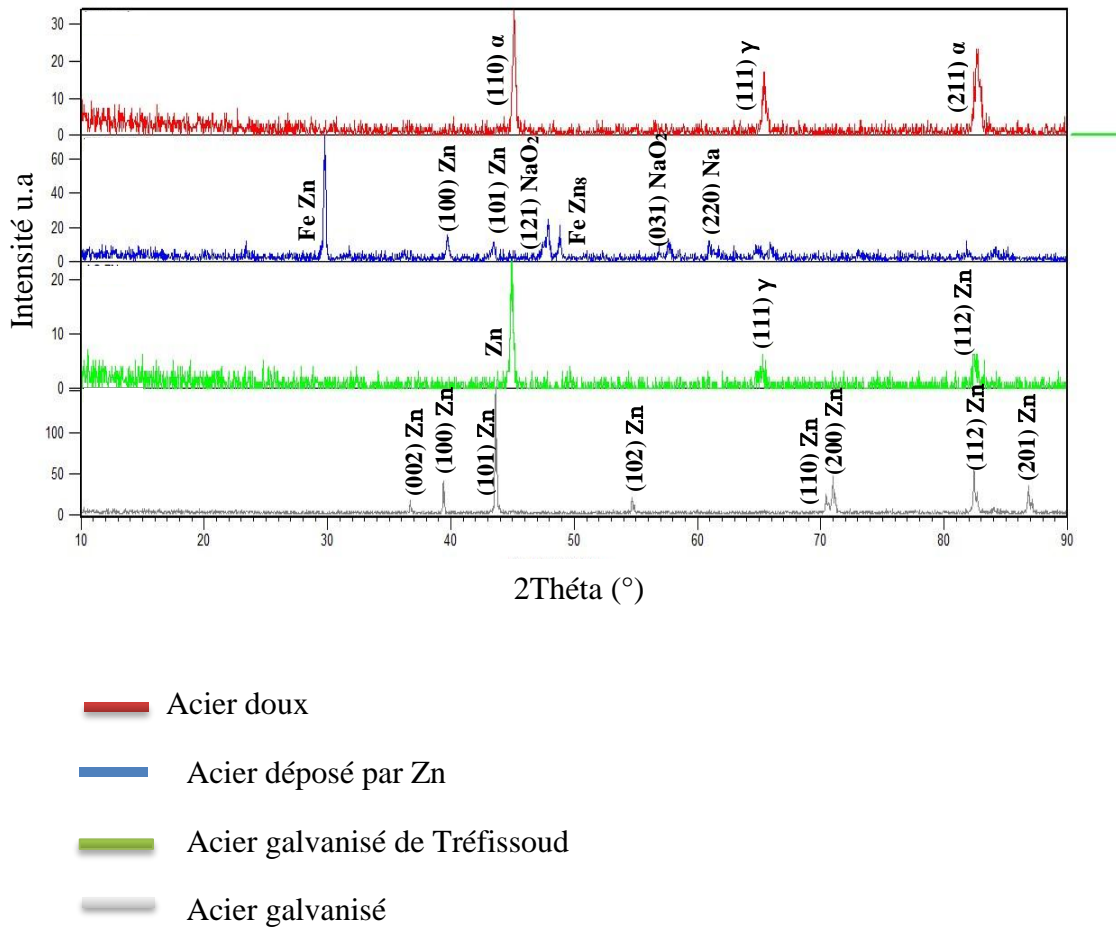


Fig IV. 33 : Spectres superposés de rayon x de l'acier : acier doux, dépôt de Zn par électrodéposition, galvanisé de Tréfissoud, galvanisé à chaud

L'analyse des résultats et après interprétation de spectre avec ICDD. Nous avons observé l'apparition des nouveaux pics de Zn dans toutes les couches de revêtements (électrodéposition et galvanisation à chaud) qui montre la formation de couche de Zn.

IV.7.3. Test de corrosion

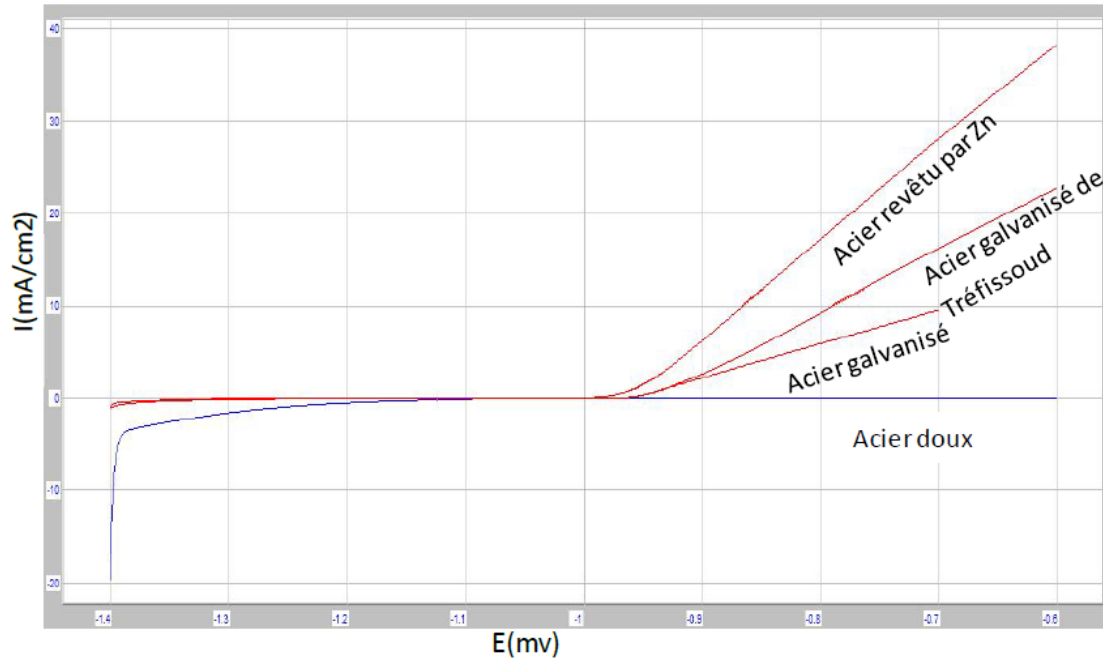


Fig IV. 34 : Courbes de polarisation linéaire de : l'acier doux, déposé par Zn, galvanisé de Tréfissoud, galvanisé après la corrosion

D'après les courbes de polarisation linéaire d'état brut, électrodéposition et galvanisations à chaud nous avons observé les deux paliers de galvanisation sont les mêmes mais le palier d'électrodéposition moins.

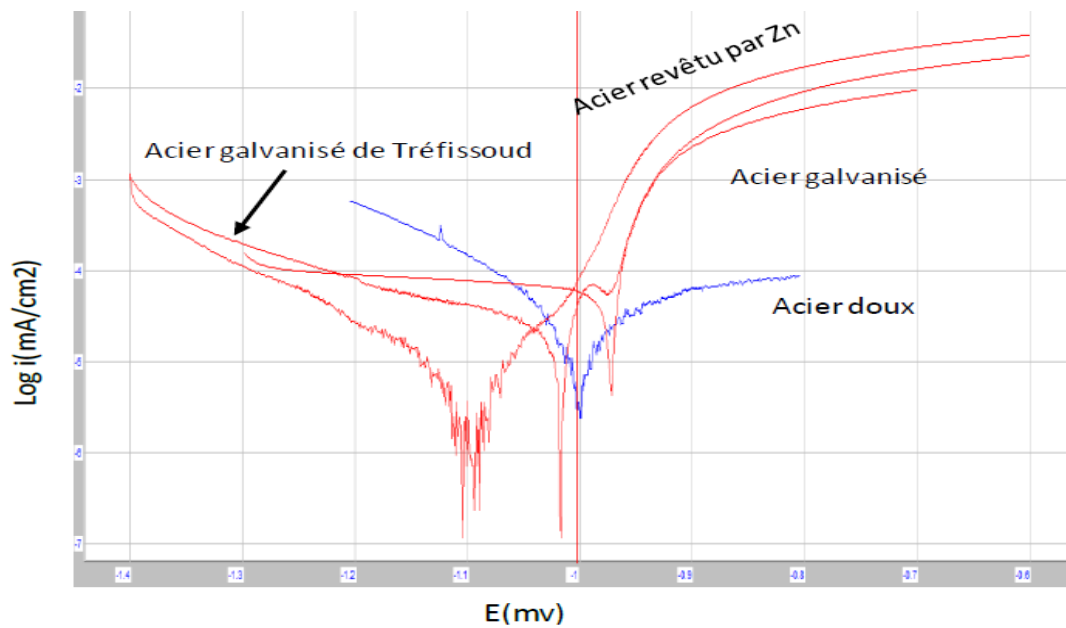


Fig IV. 35 : Courbes de polarisation logarithmique de : l'acier doux, déposé par Zn, galvanisé de Tréfissoud, galvanisé après la corrosion

Tabl IV.13 : Caractéristiques électrochimiques de nos échantillons

Echantillon	E_{corr} (mv)	I_{corr} ($\mu A/cm^2$)	R_p ($\Omega.cm^2$)	Taux de corrosion ($\mu m/an$)
Acier doux	-1002.4	48.6807	1110	569.3
Acier déposé	-1097	4.2	699.25	48.63
Acier galvanisé de Tréfissoud	-1018.9	26.8	653.28	313.2
Acier galvanisé	-986.5	64.2	484.63	751.2

D'après le tab IV.13 et fig IV.35 nous avons constaté que :

- Le courant de corrosion I_{corr} est diminué dans le cas de couche déposée par rapport aux autres revêtements donc la vitesse de corrosion diminue.
- Un déplacement de potentiel E_{corr} de corrosion de la courbe de la couche galvanisée vers le potentiel plus positif.

➤ La diminution (R_p) dans le cas de galvanisation qui est inversement proportionnelle à la vitesse de corrosion.

IV.7.4. Les analyses des diffractions des rayons X après la corrosion

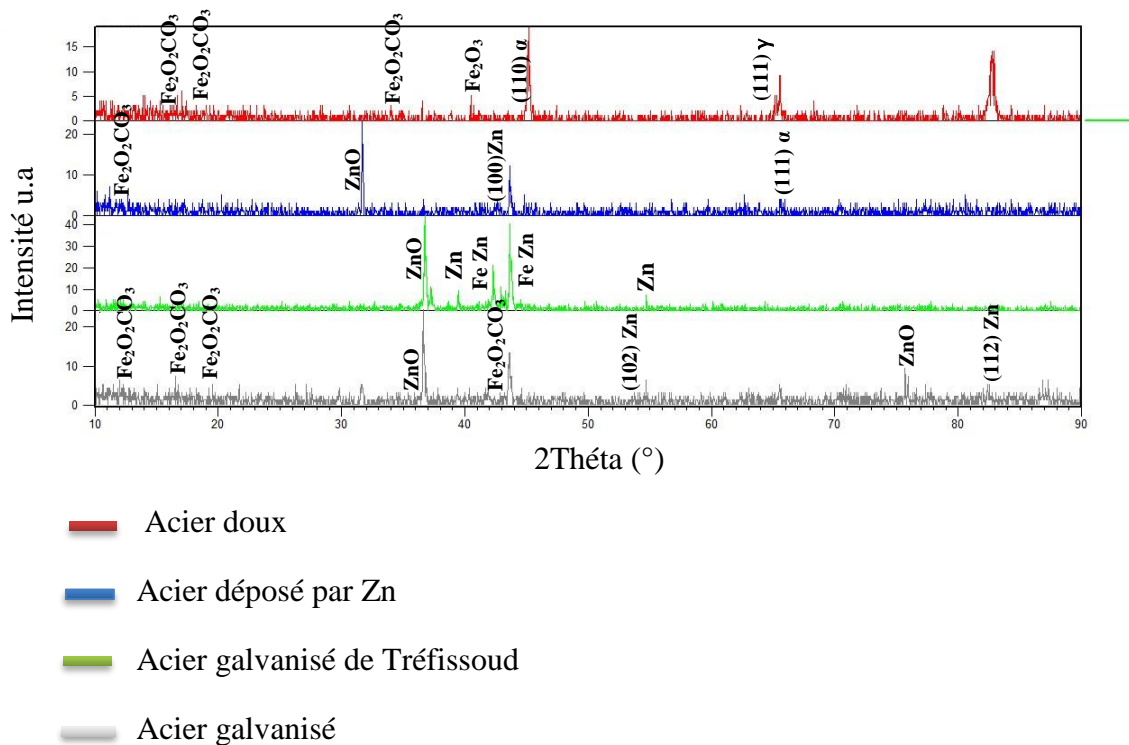


Fig IV.36 : Spectres superposés de rayon x de : l'acier doux, déposé par Zn, galvanisé de Tréfissoud, galvanisé après la corrosion

L'analyse des résultats et après interprétation de spectre avec ICDD. Nous avons observé l'apparition des pics d'oxyde de Zinc (ZnO) et d'oxyde de Fer dans toutes les couches de revêtements (électrodéposition et galvanisation à chaud) qui montre le produit de corrosion.

Les spectres de DRX superposés indiquent que le produit de corrosion dans l'échantillon de galvanisation à chaud est grand par rapport les autres revêtements.

Références de chapitre IV

- [1] Z. Boumerzoug, N. Lehraki, M. Zidani, Morphologie des grains d'un fil d'acier doux trefilea froid a l'entreprise trefisoud d'el-eulma, 2005.
- [2] D. Quantin, Traitements de surface des métaux Galvanisation à chaud, M 1 534, p5.
- [3] A.M. Alfantazi, G. Brehaut, U. Erb, The effects of substrate material on the microstructure of pulse-plated Zn-Ni alloys, 1995
- [4] A. Nurhaswani, A. Azmin Mohamad, Morphology study of electrodeposited zinc from zinc sulfate solutions as anode for zinc-air and zinc-carbon batteries, 2013.
- [5] H.Marmi, Élaboration et Caractérisation des dépôts composites Ni – Co par voie électrolytique, Mémoire de Magister, Université de Biskra, 2008.
- [6] L. A. Goodman, RCA Rev, 35, 613, (1974).
- [7] C. M. Lampert Sol. Energy Mater, 6-11, (1981).

CONCLUSION GENERAL

L'objectif de ce mémoire est élaboration et l'étude de caractérisations des dépôts de Zn avec deux méthodes l'électrodéposition et la galvanisation à chaud sur un acier doux utilisé dans l'entreprise Trefissoud à Elema

Pour cela nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales essentielles, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction des rayons X, la microduromètre, et test électrochimique

Les principaux résultats de la mémoire peuvent se résumer de la manière suivante :

- L'électrodéposition de Zn et la galvanisation à chaud dépend d'un grand nombre de paramètre, et dans notre étude en constate :

- Les paramètres de l'électrodéposition : $J = 3 \text{ A/dm}^2$ avec $I = 0.09 \text{ A}$, à différentes de temps 2, 3, 6,8, 10, 20 min, un pH varie entre 2.5-3 à une température allant de 30C°
- Les paramètres de galvanisation à chaud : $T > 419^\circ \text{ C}$, à différentes de temps 19, 20, 30 sec

➤ **Microscope optique :**

- La structure d'un notre substrat (acier doux) est ferrito perlitique
- les microstructures des couches de Zn sont : homogène et sa couleur différent par rapport la surface de l'acier doux
- Les microstructures montrent que la déposition de Zn sur le substrat dans les deux procédés utilisés est réussie et les atomes de Zn couvrent notre substrat.

➤ **La diffraction des rayons X :**

- L'analyse l'acier à l'état brut par la diffraction des rayons X a mis en évidence la présence des pics correspondent à la structure C.F.C et CC de la matrice ferrite α et austénite γ respectivement.

CONCLUSION GENERAL

- Les spectres de deux revêtements de Zn montrent l'apparition des pics de Zn à la position $2\theta = 39.73^\circ, 43.41^\circ$ avec $(hkl) = (100), (101)$ respectivement

➤ **La Microdureté :**

- Les essais de microdureté après l'électrodéposition de Zn indiquent que la couche de Zn est douce par rapport à l'acier.

➤ **La taille moyenne des cristallites :**

Le calcul des tailles moyennes des cristallines de substrat, de dépôt de Zn avec l'électrodéposition et avec la galvanisation à chaud donnent les valeurs suivantes 3788.02 \AA , 4.31 \AA , et $16,848 \text{ \AA}$ respectivement

➤ **Les épaisseurs de couches de Zn**

- L'épaisseur de revêtement par l'électrodéposition augmente avec l'augmentation de durée d'immersion
- L'épaisseur de revêtement par la galvanisation à chaud diminue avec l'augmentation de la durée d'immersion.

➤ **Contrôle de l'adhérence de dépôt**

- Les tests du choc thermique ce constat indique que les deux revêtements ont une très bonne adhérence.

➤ **Test de corrosion**

- La morphologie des surfaces après le test de corrosion change avec l'apparition des zones sombres confirme le produit de corrosion

CONCLUSION GENERAL

- **Les spectres de diffraction des rayons X après le test de corrosion**

- L'analyse de diffraction des rayons X de l'acier doux après la corrosion confirme l'apparition d'oxyde de Fer

- L'analyse de diffraction des rayons X des échantillons revêtus après le test de corrosion révèle la présence d'oxyde de Zinc à la position $2\Theta = 31.65^\circ$ et aux positions $2\Theta = 36.6^\circ$, 75.8° dans le cas d'électrodéposition et galvanisation à chaud respectivement, comme produit de corrosion.

- Les spectres de DRX superposés indiquent que le produit de corrosion dans l'échantillon de galvanisation à chaud est grand par rapport les autres revêtements.

ANNEXES

ANNEXES

Name and formula

Reference code: 00-001-0850
PDF index name: Sodium
Empirical formula: Na
Chemical formula: Na

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Im3m
Space group number: 229

a (Å): 4,2910
b (Å): 4,2910
c (Å): 4,2910
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 0,97
Measured density (g/cm³): 0,97
Volume of cell (10⁶ pm³): 79,01
Z: 2,00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Quality: Blank (B)

Comments

Color: Light gray metallic
General comments: Boiling point 892.2.
Indexed by editor.
Optical data: B=4.22
Additional pattern: To replace 1-832.
Melting point: 97.7 C

References

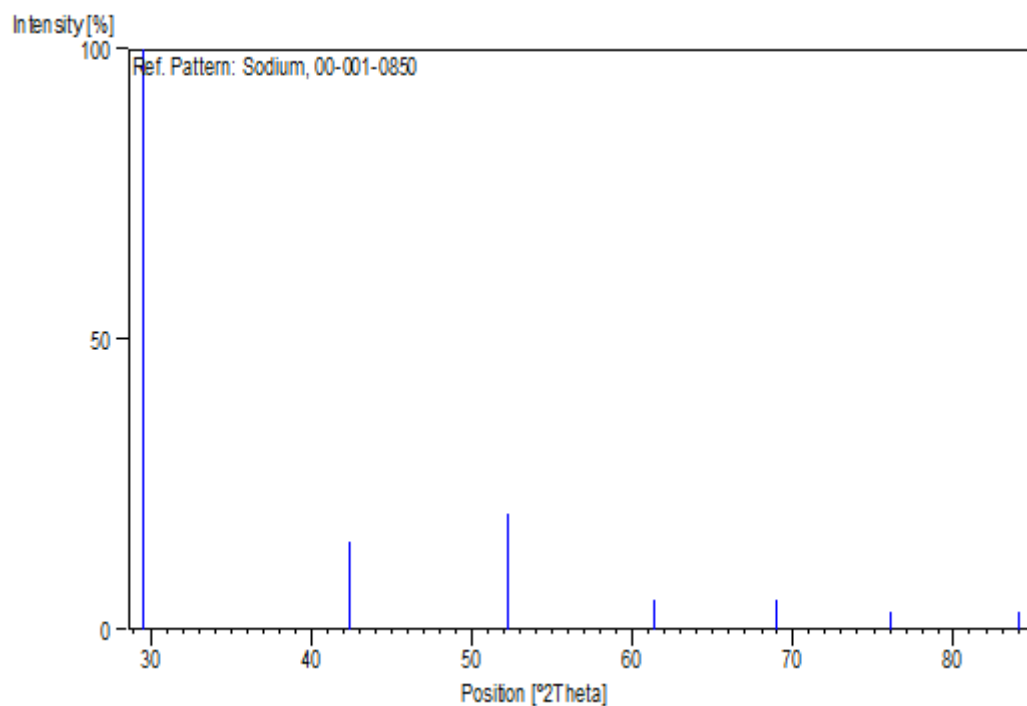
Primary reference: Hanawalt, J., Rinn, H., Frevel, L., *Anal. Chem.*, **10**, 457, (1938)
Optical data: Data on Chemicals for Ceramic Use., *National Research Council Bulletin*
Unit cell: Aruja, Perlitz., *Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem.*, **100A**, 195, (1938)

Peak list

ANNEXES

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	3,02000	29,555	100,0
2	2	0	0	2,13000	42,402	15,0
3	2	1	1	1,75000	52,230	20,0
4	2	2	0	1,51000	61,345	5,0
5	3	1	0	1,36000	68,999	5,0
6	2	2	2	1,25000	76,084	3,0
7	3	2	1	1,15000	84,107	3,0

Stick Pattern



ANNEXES

Name and formula

Reference code: 00-001-1244
PDF index name: Zinc
Empirical formula: Zn
Chemical formula: Zn

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
Space group: P63/mmc
Space group number: 194

a (Å): 2,6700
b (Å): 2,6700
c (Å): 4,9660
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 120,0000

Measured density (g/cm³): 7,04
Volume of cell (10⁶ pm³): 30,66
Z: 2,00

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Quality: Doubtful (O)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card.
Color: Bluish white
General comments: Oxide reduced by H₂ at 600 C.
Melting point: 420

References

Primary reference: Hull., *Phys. Rev.*, **17**, 571, (1921)
Unit cell: *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed.*

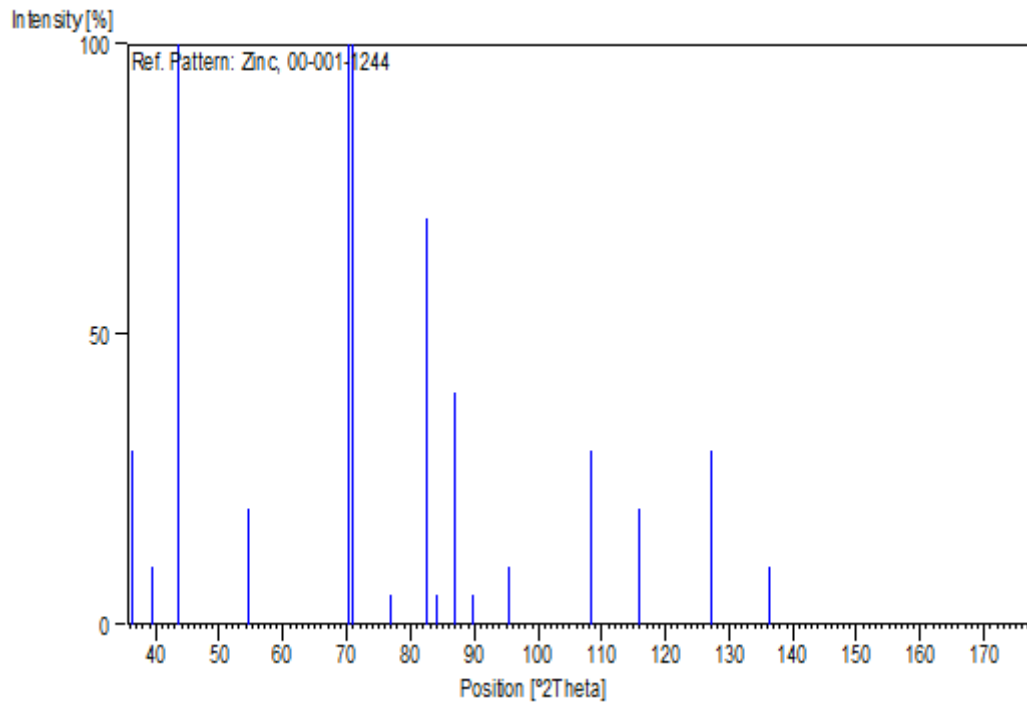
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	0	2	2,47000	36,343	30,0
2	1	0	0	2,29000	39,312	10,0
3	1	0	1	2,08000	43,473	100,0
4	1	0	2	1,68000	54,582	20,0
5	1	1	0	1,34000	70,178	100,0
6				1,33000	70,785	100,0
7	0	0	4	1,24000	76,809	5,0

ANNEXES

8	1	1	2	1,17000	82,352	70,0
9	2	0	0	1,15000	84,107	5,0
10	2	0	1	1,12000	86,907	40,0
11	1	0	4	1,09000	89,934	5,0
12	2	0	2	1,04000	95,578	10,0
13	2	0	3	0,95000	108,357	30,0
14	1	1	4	0,91000	115,662	20,0
15	2	1	1	0,86000	127,196	30,0
16	0	0	6	0,83000	136,273	10,0
17	3	0	0	0,77000		20,0
18	3	0	1	0,76000		10,0
19	3	0	2	0,74000		20,0
20	2	1	4	0,72000		5,0
21	3	0	3	0,70000		5,0

Stick Pattern



ANNEXES

Name and formula

Reference code: 00-045-1185
PDF index name: Iron Zinc
Empirical formula: FeZn_{8,87}
Chemical formula: FeZn_{8,87}

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
Space group: P E
a (Å): 12,8070
b (Å): 12,8070
c (Å): 57,2600
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 120,0000
Volume of cell (10⁶ pm³): 8133,49
Z: 55,50
RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Quality: Indexed (I)

Comments

General comments: Unit cell computed from d_{obs} .
Sample preparation: Prepared from a mixture of zinc and Armco iron in the desired composition sealed in an evacuated quartz capsule. Capsule is heated for 170 hours at 1000 C in a safety steel cylinder. The specimen is quenched in water, then hot pressed for 75 hours at 260 bar and 380 C.

References

Primary reference: Gellings, P., de Bree, E., Gierman, G., *Z. Metallkd.*, **70**, 312, (1979)

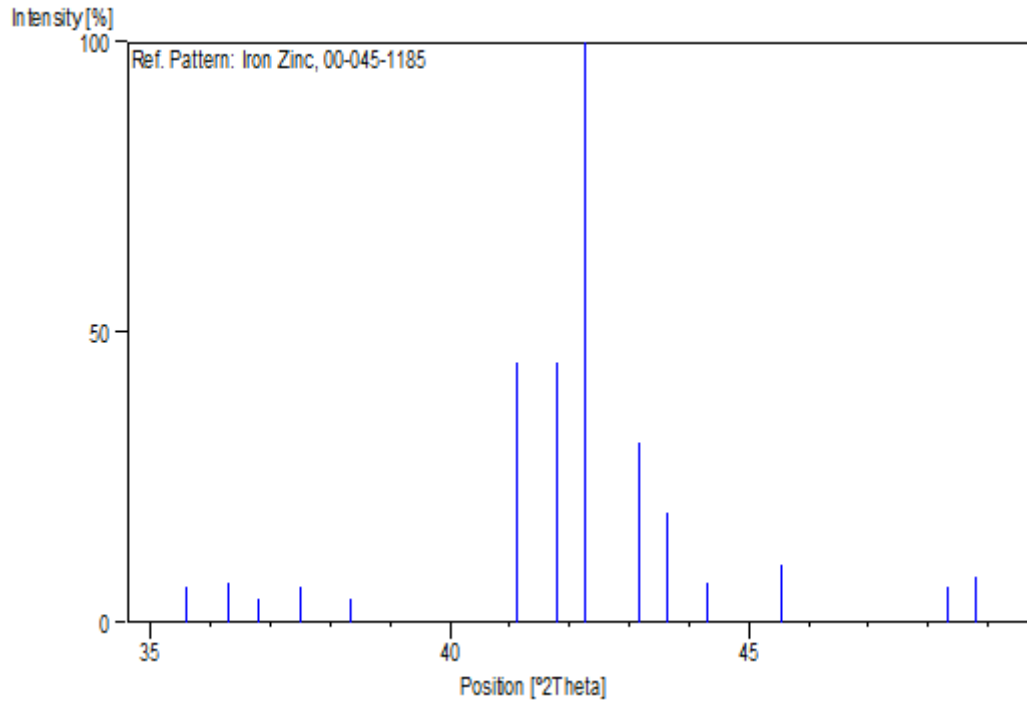
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	2	3	3	2,52100	35,583	6,0
2	2	3	5	2,47400	36,282	7,0
3	0	4	11	2,44000	36,806	4,0
4	1	4	3	2,39600	37,507	6,0
5	1	4	6	2,34600	38,337	4,0
6	0	5	4	2,19300	41,128	45,0
7	4	1	12	2,15900	41,806	45,0

ANNEXES

8	3	3	0	2,13600	42,277	100,0
9	2	4	1	2,09500	43,146	31,0
10	0	5	10	2,07200	43,649	19,0
11	0	5	11	2,04200	44,324	7,0
12	2	4	9	1,99000	45,547	10,0
13	5	1	10	1,88200	48,322	6,0
14	4	2	14	1,86500	48,791	8,0

Stick Pattern



ANNEXES

Name and formula

Reference code:	00-036-1451
Mineral name:	Zincite, syn
Common name:	chinese white
PDF index name:	Zinc Oxide
Empirical formula:	OZn
Chemical formula:	ZnO

Crystallographic parameters

Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P63mc
Space group number:	186
a (Å):	3,2498
b (Å):	3,2498
c (Å):	5,2066
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	120,0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	47,62
Z:	2,00
RIR:	-

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Mineral Alloy, metal or intermetallic Common Phase Educational pattern Forensic NBS pattern Pigment/Dye Star (S)
Quality:	

Comments

Color:	Colorless
General comments:	The structure was determined by Bragg (1) and refined by Abrahams, Bernstein (2).
Sample source:	The sample was obtained from the New Jersey Zinc Co., Bethlehem, PA, USA.
Optical data:	B=2.013, Q=2.029, Sign=+
Polymorphism:	A high pressure cubic NaCl-type of ZnO is reported by Bates et al. (3) and a cubic, sphalerite type is reported by Radczewski, Schicht (4).
Additional pattern:	To replace 5-664 (5).
Temperature:	The approximate temperature of data collection was 26 C.
Powder data (additional reference):	References to other early patterns may be found in reference (5).

ANNEXES

References

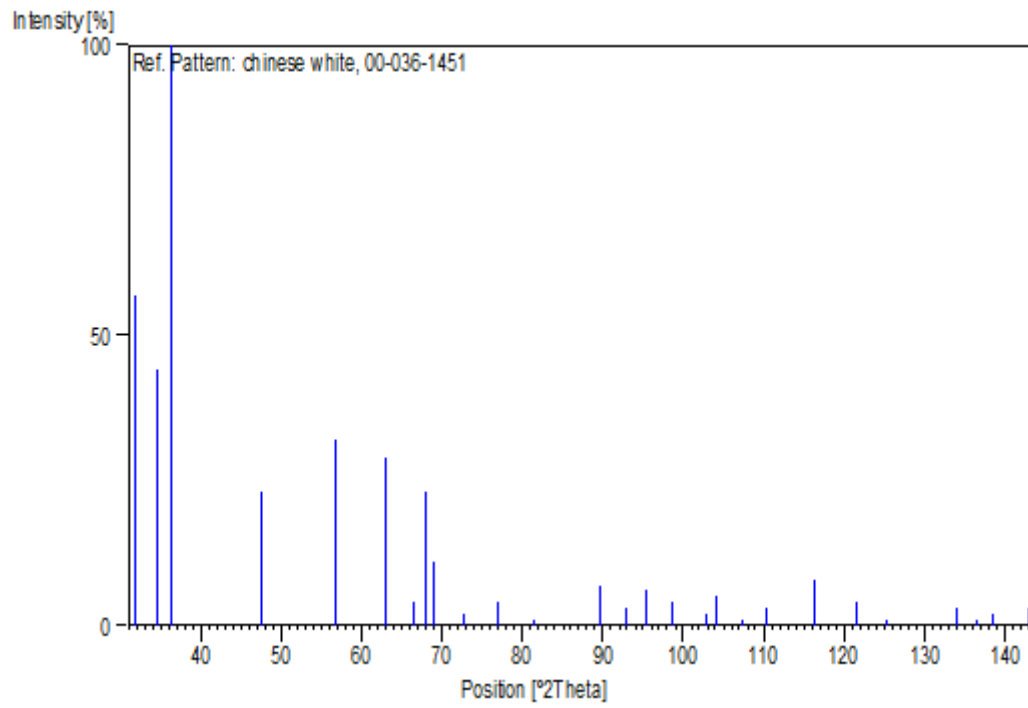
Primary reference: McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B., Wong-Ng, W., Ettliger, L., Hubbard, C., *Powder Diffraction*, **1**, 76, (1986)
Structure: 1. Bragg, W., *Philos. Mag.*, **39**, 647, (1920)
Optical data: *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed.*, **1**, 504
Polymorphism: 3. Bates, C., White, W., Roy, R., *Science*, **137**, 993, (1962)
Additional pattern: 5. Swanson, H., Fuyat, R., *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539*, **2**, 25, (1953)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	2,81430	31,770	57,0
2	0	0	2	2,60332	34,422	44,0
3	1	0	1	2,47592	36,253	100,0
4	1	0	2	1,91114	47,539	23,0
5	1	1	0	1,62472	56,603	32,0
6	1	0	3	1,47712	62,864	29,0
7	2	0	0	1,40715	66,380	4,0
8	1	1	2	1,37818	67,963	23,0
9	2	0	1	1,35825	69,100	11,0
10	0	0	4	1,30174	72,562	2,0
11	2	0	2	1,23801	76,955	4,0
12	1	0	4	1,18162	81,370	1,0
13	2	0	3	1,09312	89,607	7,0
14	2	1	0	1,06384	92,784	3,0
15	2	1	1	1,04226	95,304	6,0
16	1	1	4	1,01595	98,613	4,0
17	2	1	2	0,98464	102,946	2,0
18	1	0	5	0,97663	104,134	5,0
19	2	0	4	0,95561	107,430	1,0
20	3	0	0	0,93812	110,392	3,0
21	2	1	3	0,90694	116,279	8,0
22	3	0	2	0,88256	121,572	4,0
23	0	0	6	0,86768	125,188	1,0
24	2	0	5	0,83703	133,932	3,0
25	1	0	6	0,82928	136,521	1,0
26	2	1	4	0,82370	138,513	2,0
27	2	2	0	0,81247	142,918	3,0

Stick Pattern

ANNEXES



Name and formula

Reference code: 00-033-0665
Compound name: Iron Oxide Carbonate
PDF index name: Iron Oxide Carbonate
Empirical formula: CFe_2O_5
Chemical formula: $\text{Fe}_2\text{O}_2\text{CO}_3$

Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic
a (Å): 9,2300
b (Å): 12,1800
c (Å): 5,9400
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000

Volume of cell (10^6 pm^3): 667,78

RIR: -

Subfiles and quality

Subfiles: Corrosion
Inorganic
Quality: Indexed (I)

Comments

Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970

References

Primary reference: Erdos, V., Altorfer., *Werkstoffe und Korrosion*, **27**, 304, (1976)

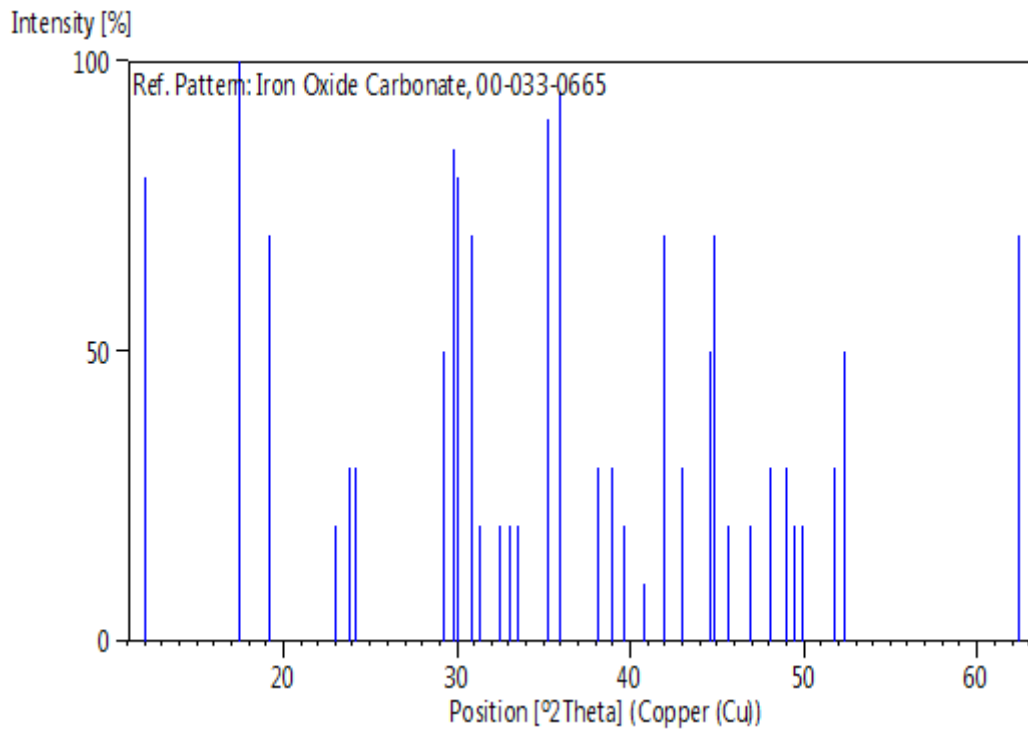
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	0	7,37000	11,999	80,0
2	1	2	0	5,09000	17,409	100,0
3	1	1	1	4,61000	19,238	70,0
4	1	2	1	3,86000	23,022	20,0
5	1	3	0	3,73000	23,836	30,0
6	2	2	0	3,68000	24,165	30,0
7	2	3	0	3,05000	29,258	50,0
8	3	1	0	2,98700	29,889	85,0
9	0	0	2	2,97000	30,064	80,0
10	1	4	0	2,89300	30,884	70,0
11	1	0	2	2,85000	31,362	20,0

ANNEXES

12	1	1	2	2,75000	32,533	20,0
13	2	3	1	2,71000	33,027	20,0
14	0	2	2	2,67000	33,537	20,0
15	2	4	0	2,54200	35,279	90,0
16	2	0	2	2,50000	35,892	95,0
17	1	5	0	2,35500	38,185	30,0
18	2	2	2	2,31000	38,958	30,0
19	4	1	0	2,27000	39,673	20,0
20	1	5	1	2,21000	40,798	10,0
21	4	2	0	2,15300	41,928	70,0
22	3	1	2	2,10300	42,974	30,0
23	0	6	0	2,03100	44,577	50,0
24	3	2	2	2,01800	44,880	70,0
25	1	6	0	1,98300	45,716	20,0
26	1	0	3	1,93600	46,892	20,0
27	3	3	2	1,89200	48,050	30,0
28	2	6	0	1,85800	48,986	30,0
29	4	4	0	1,84100	49,469	20,0
30	5	1	0	1,82500	49,932	20,0
31	5	2	0	1,76500	51,753	30,0
32	1	3	3	1,74700	52,326	50,0
33	6	0	1	1,48700	62,399	70,0

Stick Pattern



ANNEXES

Name and formula

Reference code: 00-006-0500
PDF index name: Sodium Oxide
Empirical formula: NaO₂
Chemical formula: NaO₂

Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic
Space group: Pnm
Space group number: 58

a (Å): 4,2600
b (Å): 5,5400
c (Å): 3,4400
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 2,25
Volume of cell (10⁶ pm³): 81,19
Z: 2,00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Quality: Blank (B)

Comments

General comments: NaO₂ (III) exists below -77° and has a marcasite structure.
Unit cell at -100 C.

References

Primary reference: Carter, Templeton., *J. Am. Chem. Soc.*, **75**, 5247, (1953)

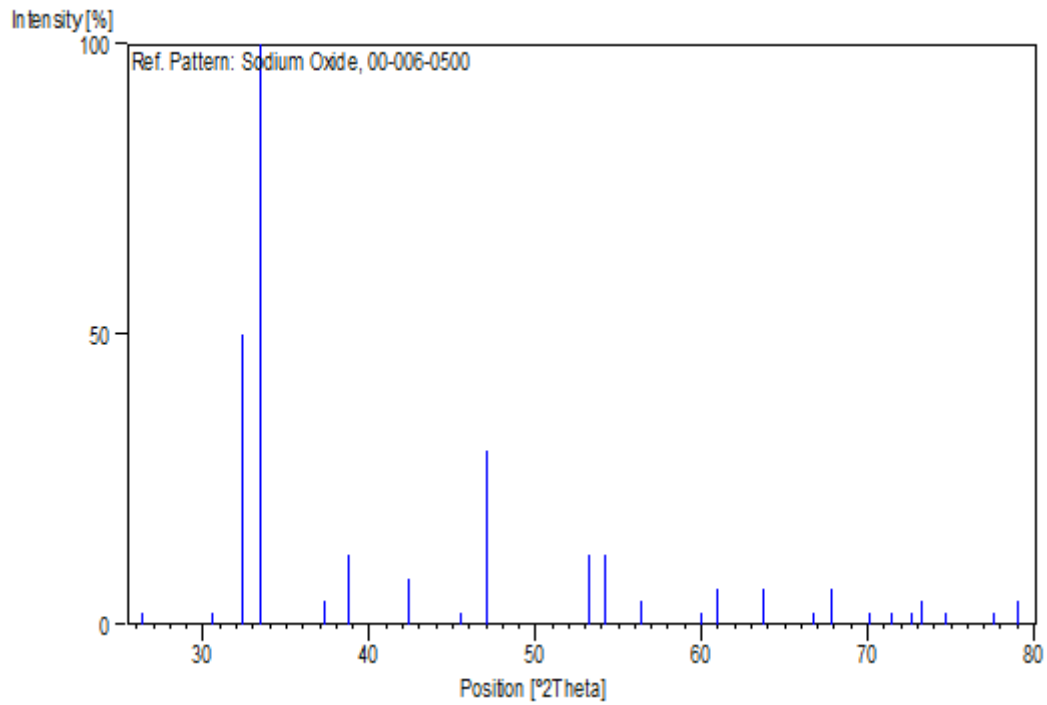
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	0	3,38000	26,347	2,0
2	0	1	1	2,93000	30,485	2,0
3	0	2	0	2,77000	32,292	50,0
4	1	0	1	2,68000	33,408	100,0
5	1	1	1	2,41000	37,281	4,0
6	1	2	0	2,32000	38,784	12,0
7	2	0	0	2,13000	42,402	8,0
8	2	1	0	1,99000	45,547	2,0
9	1	2	1	1,93000	47,046	30,0
10	0	0	2	1,72000	53,212	12,0

ANNEXES

11	2	2	0	1,69000	54,233	12,0
12	0	3	1	1,63000	56,403	4,0
13	1	1	2	1,54000	60,026	2,0
14	1	3	1	1,52000	60,899	6,0
15	0	2	2	1,46000	63,687	6,0
16	2	3	0	1,40000	66,763	2,0
17	1	2	2	1,38000	67,861	6,0
18	2	0	2	1,34000	70,178	2,0
19	1	4	0	1,32000	71,403	2,0
20	2	1	2	1,30000	72,675	2,0
21	2	3	1	1,29000	73,330	4,0
22	3	2	0	1,27000	74,679	2,0
23	1	4	1	1,23000	77,549	2,0
24	1	3	2	1,21000	79,079	4,0

Stick Pattern



ANNEXES

Name and formula

Reference code:	00-022-1012
Mineral name:	Franklinite, syn
PDF index name:	Zinc Iron Oxide
Empirical formula:	Fe ₂ O ₄ Zn
Chemical formula:	ZnFe ₂ O ₄

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fd3m
Space group number:	227
a (Å):	8,4411
b (Å):	8,4411
c (Å):	8,4411
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm ³):	5,32
Measured density (g/cm ³):	5,07
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	601,45
Z:	8,00
RIR:	3,80

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Mineral Corrosion Common Phase Educational pattern NBS pattern Pigment/Dye
Quality:	Indexed (I)

Comments

Color:	Brown
Sample preparation:	The sample was prepared by coprecipitation of the hydroxides, followed by heating at 600 C for 17 hours and one hour at 800 C.
Optical data:	B=>2.00
Additional pattern:	To replace 1-1108 and 10-467.
Temperature:	Pattern taken at 25 C.

References

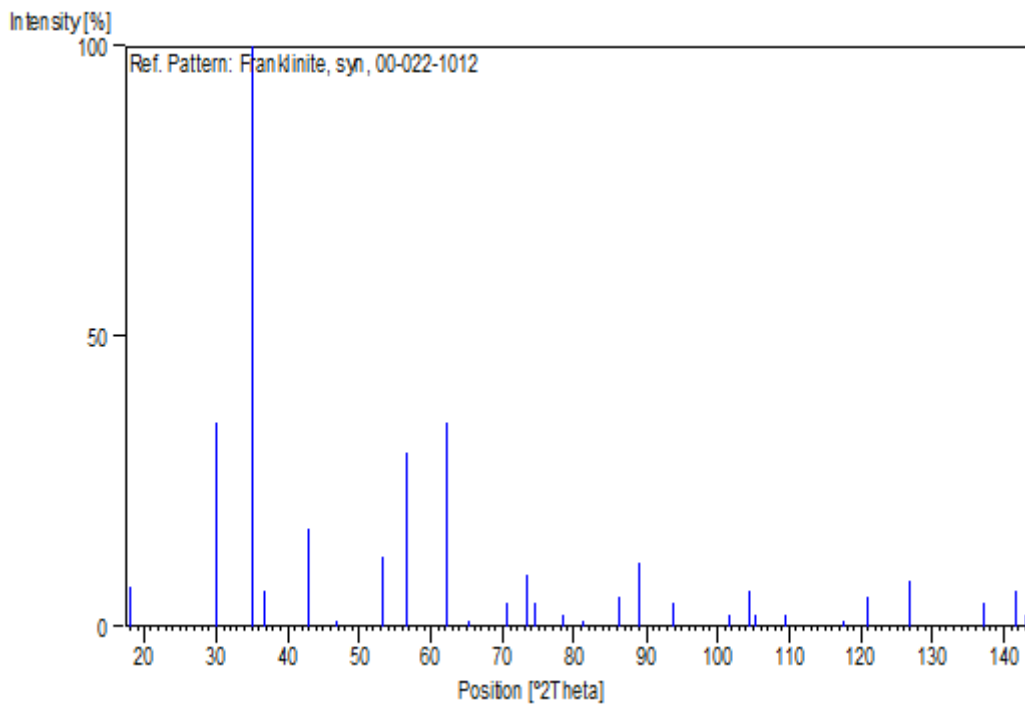
Primary reference:	<i>Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 9, 60, (1971)</i>
Optical data:	<i>Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., I, 608</i>

Peak list

ANNEXES

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	4,87300	18,190	7,0
2	2	2	0	2,98400	29,920	35,0
3	3	1	1	2,54300	35,265	100,0
4	2	2	2	2,43600	36,868	6,0
5	4	0	0	2,10900	42,845	17,0
6	3	3	1	1,93700	46,866	1,0
7	4	2	2	1,72300	53,112	12,0
8	5	1	1	1,62400	56,631	30,0
9	4	4	0	1,49100	62,213	35,0
10	5	3	1	1,42700	65,341	1,0
11	6	2	0	1,33480	70,492	4,0
12	5	3	3	1,28720	73,515	9,0
13	6	2	2	1,27210	74,535	4,0
14	4	4	4	1,21840	78,429	2,0
15	5	5	1	1,18200	81,339	1,0
16	6	4	2	1,12800	86,140	5,0
17	5	5	3	1,09900	89,000	11,0
18	8	0	0	1,05530	93,762	4,0
19	6	6	0	0,99490	101,474	2,0
20	7	5	1	0,97470	104,426	6,0
21	6	6	2	0,96840	105,393	2,0
22	8	4	0	0,94390	109,389	2,0
23	6	6	4	0,89990	117,737	1,0
24	9	3	1	0,88480	121,055	5,0
25	8	4	4	0,86160	126,769	8,0
26	10	2	0	0,82770	137,073	4,0
27	9	5	1	0,81590	141,508	6,0
28	10	2	2	0,81220	143,032	2,0

Stick Pattern



ANNEXES

Name and formula

Reference code: 00-039-0238

PDF index name: Iron Oxide

Empirical formula: Fe_2O_3

Chemical formula: Fe_2O_3

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic

Space group: Ia3

Space group number: 206

a (Å): 9,4040

b (Å): 9,4040

c (Å): 9,4040

Alpha (°): 90,0000

Beta (°): 90,0000

Gamma (°): 90,0000

Volume of cell (10^6 pm^3): 831,64

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Corrosion

Quality: Indexed (I)

Comments

General comments: Cell parameter generated by least squares refinement.

Sample preparation: $3\text{NaFe}(\text{SO}_4)_2 = \text{Na}_3\text{Fe}(\text{SO}_4)_3 + \beta\text{-Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{SO}_3$.

Additional pattern: To replace 32-469.

Unit cell: Reference reports: $a=9.398(1)$.

References

Primary reference: Ikeda, Y., Takana, M., Bando, Y., *Bull. Inst. Chem. Res., Kyoto Univ.*, **64**, 249, (1986)

Peak list

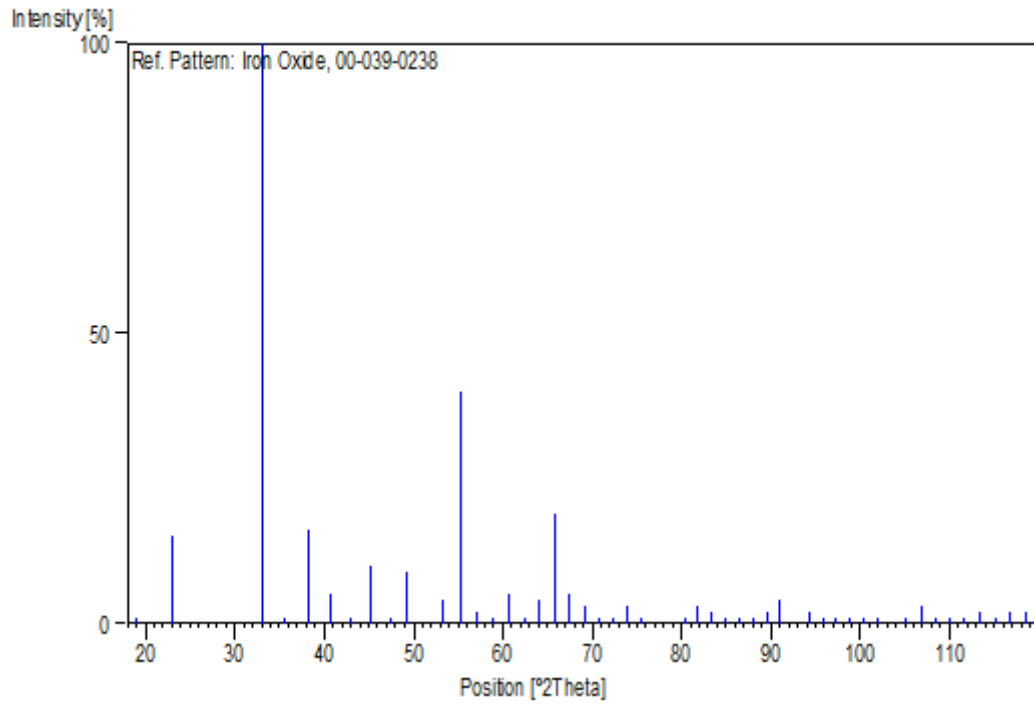
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	2	0	0	4,70000	18,866	1,0
2	2	1	1	3,83800	23,156	15,0
3	2	2	2	2,71400	32,977	100,0
4	3	2	1	2,51300	35,700	1,0
5	4	0	0	2,35000	38,269	16,0
6	4	1	1	2,21600	40,682	5,0
7	4	2	0	2,10200	42,995	1,0
8	3	3	2	2,00500	45,187	10,0

ANNEXES

9	4	2	2	1,91900	47,332	1,0
10	4	3	1	1,84400	49,383	9,0
11	5	2	1	1,71700	53,312	4,0
12	4	4	0	1,66200	55,223	40,0
13	4	3	3	1,61200	57,091	2,0
14	6	0	0	1,56700	58,888	1,0
15	6	1	1	1,52500	60,678	5,0
16	6	2	0	1,48700	62,399	1,0
17	5	4	1	1,45100	64,129	4,0
18	6	2	2	1,41700	65,860	19,0
19	6	3	1	1,38700	67,473	5,0
20	4	4	4	1,35700	69,173	3,0
21	5	4	3	1,33000	70,785	1,0
22	6	4	0	1,30400	72,416	1,0
23	7	2	1	1,28000	73,997	3,0
24	6	4	2	1,25700	75,586	1,0
25	6	5	1	1,19400	80,353	1,0
26	8	0	0	1,17600	81,842	3,0
27	8	1	1	1,15800	83,395	2,0
28	8	2	0	1,14100	84,925	1,0
29	6	5	3	1,12400	86,522	1,0
30	6	6	0	1,10800	88,089	1,0
31	8	3	1	1,09300	89,620	2,0
32	6	6	2	1,07900	91,107	4,0
33	8	4	0	1,05100	94,264	2,0
34	8	3	3	1,03800	95,821	1,0
35	8	4	2	1,02600	97,316	1,0
36	9	2	1	1,01400	98,869	1,0
37	6	6	4	1,00200	100,486	1,0
38	8	5	1	0,99100	102,027	1,0
39	9	3	2	0,97000	105,145	1,0
40	8	4	4	0,95900	106,880	3,0
41	9	4	1	0,95000	108,357	1,0
42	8	6	0	0,94000	110,063	1,0
43	7	7	2	0,93100	111,663	1,0
44	8	6	2	0,92200	113,329	2,0
45	9	4	3	0,91300	115,066	1,0
46	6	6	6	0,90500	116,676	2,0
47	9	5	2	0,89600	118,568	2,0

Stick Pattern

ANNEXES



ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة مقارنة لخصائص طبقات الزنك على ركائز من الفولاذ الطري عن طريق عمليتين من المعالجة السطحية (توضع كهروكيميائي و الغلفنة الساخنة). وأجريت اختبارات التوصيف المتعاقبة على النحو التالي: نوعية التصاق، وسمك طبقات، حيود الأشعة السينية، المجهر الضوئي، الماسح الضوئي، الصلادة الدقيقة، والمقاومة للتآكل من الاستقطاب عند جهد.

هذه الدراسة تتيح لنا أن نستنتج أن طبقات الزنك: بنية متجانسة والمدمجة، والتصاق جيدة، وصلابة جيدة ومقاومة للتآكل في بيئات عدوانية (كلوريد الصوديوم 35 غ / ل).

كلمات البحث: طلاء الفولاذ الطري، والساخنة المجلفن، حيود الأشعة السينية، المجهر الضوئي، الماسح الضوئي ، الصلادة الدقيقة، التصاق والتآكل

Résumé

Le but de ce travail est une étude comparative des caractéristiques des couches de Zn sur un substrat d'acier doux à partir de deux procédés de traitement de surface (électrodéposition et galvanisation à chaud). Des tests de caractérisation successifs ont été effectués à savoir : la qualité d'adhérence, l'épaisseur des couches, DRX, MO, MEB, Microdureté, la tenue à la corrosion par la polarisation potentiodynamique.

Cette étude nous a permis de conclure que les couches de Zn élaborés ont : une structure homogène et compact, bonne adhérence, bonne dureté et qui résistent mieux à la corrosion dans le milieu (NaCl 35g/l).

Mots clés : acier doux, électrodéposition, galvanisation à chaud, DRX, MO, MEB, Microdureté, adhérence, corrosion.

Abstract:

The purpose of this work is a comparative study of the characteristics of the layers of Zn on substrate of mild steel from two surface treatment processes (electrodeposition and hot-dip galvanizing). Tests of successive characterization have been carried out to know: the quality of adhesion, the thickness of the layers, XRD, OM, SEM, microhardness, the holding in corrosion by the polarization potentiodynamique.

This study we allow concluding that the layers of Zn developed have: a homogeneous structure and compact, good adhesion, good hardness and that better resist corrosion in the circle (NaCl 35g/L).

Key words: mild steel, electroplating, hot-dip galvanizing, XRD, OM, SEM, microhardness, adhesion, corrosion.