

50376
1994
225

N° d'ordre : 1362

Septembre 1994

ccogpa 20-102 389
50376
1994
225

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR EN MECANIQUE

par

Andrew GAST-BRAY

RELATIONS ENTRE LES MATTES FLOTTANTES ET LA QUALITE DU REVETEMENT EN GALVANISATION CONTINUE

Soutenu le 6 Septembre 1994 devant la commission d'examen

Président : Monsieur R. WINAND, Professeur, Université Libre de Bruxelles

Rapporteurs : Monsieur J.P. BRICOUT, Professeur, IUT - Valenciennes
Monsieur J. WEGRIA, Docteur d'Etat, Union Minière France S.A.

Examineurs: Monsieur M. BRETEZ, Docteur es Sciences, FFM S.A.
Monsieur J.Y. DAUPHIN, Maître de Conférences, EC Lille
Madame S. DEGALLAIX, Professeur, Directeur de thèse, EC Lille
Monsieur P. PERROT, Professeur, Université Lille I
Monsieur M. STANISLAS, Professeur, Co-Directeur de thèse, EC Lille



**Ecole Centrale de Lille
Laboratoire de Mécanique de Lille
URA CNRS 1441**



REMERCIEMENTS

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé à la Fabrique de Fer de Maubeuge, dirigée par Messieurs M. Corpet et P. Binet, et au Laboratoire de Mécanique et Matériaux de l'Ecole Centrale de Lille, dirigé par le Professeur S. Degallaix.

Je tiens à remercier vivement le Professeur R. Winand, Vice-Président de l'Université Libre de Bruxelles, de me faire l'honneur de présider le Jury. J'adresse à Monsieur J.P.Bricout et à Monsieur J.Wégria toute ma reconnaissance pour avoir bien voulu accepter de juger mon travail et de participer au Jury.

J'exprime ma profonde gratitude aux Professeurs S. Degallaix et M.Stanislas et à Messieurs J.Y. Dauphin et M. Bretez pour me faire l'honneur de participer au Jury.

A la Fabrique de Fer de Maubeuge, je tiens à remercier vivement Messieurs Corpet et Binet et tout le personnel de la FFM qui m'ont chaleureusement accueilli, tâche, de toute évidence, très difficile à accomplir. Sans leur soutien et leur patience, mon travail aurait été impossible à finir, voire à commencer.

Tout particulièrement, j'exprime ma profonde gratitude d'une part à Messieurs J.L. Guedeu et M. Bretez qui ont conspiré à me faire venir en France afin de poursuivre un doctorat, et d'autre part à chaque membre de l'équipe de recherche qui m'a accueilli, aidé, corrigé et soutenu à travers maintes épreuves. Que Monsieur A. Bouilliez, Monsieur D. Walesch et tout le personnel de la Ligne A soient également vivement remerciés pour leur disponibilité, leur aide, leur patience et leur courage pour avoir permis à un petit américain de fouiner sur leur ligne. Enfin, je remercie chaque personne de la FFM, ou extérieur à la FFM quelque soit l'endroit où elle travaille, sans laquelle je n'aurais pas pu faire mon mémoire, puisqu'ils ont fourni la sueur de front et les données pour mes figures et pour mon travail, mais qui sont trop nombreuses à remercier individuellement.

A l'Ecole Centrale de Lille, je tiens à remercier vivement Mme. S. Degallaix pour m'avoir accueilli parmi son groupe. A mes deux autres directeurs de thèse, Messieurs J.Y. Dauphin et M. Stanislas qui ont laborieusement suivi, conseillé, guidé et corrigé chaque partie de mon travail et de mon mémoire, j'adresse toute ma reconnaissance. Je remercie vivement Messieurs J.C. Tissier, P. Perrot, Lam L.T. et L. Marcy et tous membres du Laboratoire de Mécanique et Matériaux qui m'ont accueilli avec gentillesse et m'ont aidé dans mon travail à l'ECLille.

J'exprime également ma profonde gratitude aux nombreuses personnes, chez Armco et chez Noranda, qui m'avaient gentiment fourni tant de conseils et d'informations.

Enfin, je tiens à remercier toute ma famille et mes amis pour leur soutien. A mon épouse, qui a tout sacrifié pour venir en France avec moi, et pour m'avoir aidé à réaliser ce travail, expérience très originale pour un américain, je dédie ce mémoire.

RELATIONS ENTRE LES MATTES FLOTTANTES ET LA QUALITE DU REVETEMENT EN GALVANISATION CONTINUE

TABLE DES MATIERES

I.	INTRODUCTION GENERALE	1
I.1	HISTORIQUE	1
I.2	PRINCIPES DE BASE	2
	I.2.1 La galvanisation	2
	I.2.2 Galvanisation en continu	6
I.3	LE REVETEMENT	8
	I.3.1 La qualité de surface du substrat	8
	I.3.2 La finition du revêtement	9
	I.3.3 L'élimination des hétérogénéités du revêtement	10
I.4	ALGORITHME DE SOLUTION ET L'ORGANISATION DE LA THESE	12
	BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I	14
II	INTRODUCTION II- LE SYSTEME DE GALVANISATION	17
II.1	L'EQUIPEMENT DE LA LIGNE A	17
	II.1.1 L'alimentation en acier	17
	II.1.2 La section défilement	20
	II.1.3 La section dégraissage	20
	II.1.4 La section recuit	21
	II.1.5 La section de galvanisation	23
	II.1.6 La section essorage	26
	II.1.7 La section achèvement	26
II.2	L'ENTRETIEN DU BAIN DE ZINC	26
	II.2.1 Les nettoyages classiques et la couche visqueuse	27
	II.2.2 L'éloignement de la couche visqueuse	27
II.3	LES MESURES	28
	II.3.1 Les mesures de préparation de la tôle	30
	II.3.2 Les mesures de galvanisation	31
	II.3.3 Les mesures d'essorage	31
	II.3.4 La gestion informatique des mesures	31
	II.3.5 Les mesures pour le bilan	31
	II.3.5.1 La quantification des mattes - analyses des plateaux	32
	II.3.5.1.1 La dézincification des mattes	32
	II.3.5.2 Les longueurs des bobines	33
	II.3.5.3 La teneur en aluminium du revêtement	33
	II.3.5.4 La teneur en aluminium des lingots	34
	II.3.6 Les mesures particulières	37
	II.3.6.1 La stratification des mattes dans le bain	37
	II.3.6.2 Les températures dans le bain	38
	II.3.6.2.1 La température réelle	38
	II.3.6.2.2 La distribution des températures	38
	II.3.6.3 Les températures de la bande	39
	II.3.7 Résumé des mesures	41
II.4	LE CONTROLE STATISTIQUE DU PROCEDE (SPC)	42
	II.4.1 La variation naturelle	42
	II.4.2 L'évaluation de qualité sur la Ligne A	43
II.5	CONCLUSION - LE SYSTEME DE GALVANISATION	46
	BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II	46

III.	INTRODUCTION-PHENOMENES DANS LE BAIN DE GALVANISATION	48
III.1	LA NATURE DES MATTES	48
III.1.1	L'aspect macroscopique des mattes: la génération des défauts	54
III.1.2	Les prélèvements et les analyses	59
III.1.3	Les caractéristiques des mattes	62
III.1.4	Les mécanismes de formation des mattes	66
III.1.5	La nature de la couche visqueuse	81
III.1.6	Conclusion: Discussion de la nature et du comportement des mattes	84
III.2	LA DISTRIBUTION DE L'ALUMINIUM DANS LE BAIN ET SES EFFETS	91
III.2.1	L'influence des gradients de température et d'aluminium	91
III.2.2	L'enrichissement en aluminium	93
III.2.2.1	En surface	93
III.2.2.2	Court circuit	101
III.3	LES MOUVEMENTS DANS LE BAIN	103
III.3.1	L'écoulement dans le bain	103
III.3.2	L'écoulement des mattes	107
III.3.3	Hypothèses et grandeurs caractéristiques du mouvement des mattes	109
III.3.4	Résumé des paramètres régissant l'écoulement	112
III.3.5	Equations régissant le comportement des particules et conditions aux limites pour la particule	113
III.3.6	Analyse dimensionnelle du mouvement des mattes	113
III.4	CONCLUSION CHAPITRE III	115
	BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III	116
IV.	INTRODUCTION-LE ROLE DE LA TOLE DANS LA REACTION DE GALVANISATION	119
IV.1	LA REACTION ENTRE LE ZINC ET LA TOLE	120
IV.1.1	La formation de la couche inhibitrice	123
IV.1.2	La destruction de la couche inhibitrice	124
IV.1.3	Conclusions	124
IV.2	LES ESSAIS MINILIGNE	124
IV.2.1	La mise au point	125
IV.2.2	Le dessin de l'expérience	126
IV.3	L'ETUDE DE LA REACTION DE GALVANISATION	126
IV.3.1	Résultats	126
IV.3.2	Discussion	141
IV.3.3	La quantification de l'agitation du bain	146
IV.3.4	Conclusion - La réaction de galvanisation	153
IV.4	LES RESULTATS DE L'ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ETAT DE SURFACE	156
IV.4.1	Le température	156
IV.4.2	L'oxydation	157
IV.4.3	Les polluants	159
IV.4.4	Les fines de fer	161
IV.4.5	Conclusion - L'influence de l'état de surface	164
IV.5	CONCLUSION-LE ROLE DE LA TOLE DANS LA REACTION DE GALVANISATION	164
	BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE IV	165

V.	INTRODUCTION-LA FINITION DU REVETEMENT	168
V.1	LE FLUX DANS LE CLOCHETON	168
	V.1.1 Une brève histoire du clocheton type- "boîte"	168
	V.1.2 Le clocheton aujourd'hui	170
	V.1.3 Les conséquences de l'écoulement dans le clocheton	172
	V.1.4 Le contrôle de la surface du bain et de la couche visqueuse	178
	V.1.5 La modélisation du clocheton	180
	V.1.6 Hypothèses et grandeurs caractéristiques du flux	182
	V.1.7 Résumé des paramètres régissant l'écoulement	187
	V.1.8 Equations régissant le flux gazeux et conditions aux limites - le problème d'oxygène	188
	V.1.9 Equations régissant le comportement des poussières et conditions aux limites pour la poussière	189
	V.1.10 Equations, et conditions aux limites pour la couche visqueuse	192
	V.1.11 Analyse dimensionnelle du flux gazeux - le problème d'oxygène	195
	V.1.12 Analyse dimensionnelle du flux des poussières	196
V.2	EXPERIENCES A L'AIDE DU PROTOTYPE DU CLOCHETON	197
	V.2.1 Mise au point des essais	197
	V.2.2 La méthode de visualisation	204
	V.2.3 Les résultats préliminaires sur le prototype	205
	V.2.4 Débitométrie	208
	V.2.5 La visualisation et les résultats avec aspiration	219
	V.2.6 Essai de confirmation	227
	V.2.7 Etude en cours	230
V.3	CONCLUSION-LA FINITION DU REVETEMENT	230
	BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE V	231
VI.	CONCLUSION GENERALE	233
	INDEX	235
	ANNEXES	237

NOTATIONS PRINCIPALES

a_p	:	rayon d'une particule d'après Dadi
Al_n	:	aluminium dans le revêtement corrigé
Al_b	:	aluminium dans le bain
Al_r	:	aluminium dans le revêtement
C	:	concentration d'un élément
C	:	concentration des particules
C_f	:	concentration finale
C_i	:	concentration initiale
d_p	:	diamètre des particules
d_p	:	diamètre des poussières
D	:	coefficient de diffusion
D_o	:	coefficient de diffusion indépendant de température
\tilde{D}_{Al-Zn}	:	coefficient d'interdiffusion (aluminium dans le zinc)
E	:	écartement des buses
g	:	accélération due à la pesanteur
H	:	hauteur du clocheton
I_1, I_2	:	angle d'inclinaison des jets d'azote par rapport à l'horizontale (Face Avant, Face Arrière)
J	:	flux d'atomes d'après Fick
k	:	constant de proportionnalité
L_g	:	ouverture de la fente sur les buses d'azote
L_k	:	largeur des jets
L_n	:	largeur de la fente sur les buses d'azote
L_s	:	largeur de la bande
P_a	:	pression atmosphérique
P_c	:	pression "globale" mesurée dans le clocheton
P_r	:	poids du revêtement
ΔP_c	:	pression moyenne relative dans le clocheton
ΔP_d	:	différence de pression en fonction du diamètre de la particule
ΔP_{lim}	:	pression limite pour le clocheton (la valeur inférieure à laquelle des problèmes dus à l'oxygène se manifeste).

Q	:	énergie d'activation
Q	:	débit en aluminium par mètre carré de tôle
\bar{R}	:	force résultante sur une particule
\bar{R}	:	force résultante sur une poussière
Re	:	nombre de Reynolds
R_x	:	nombre de Reynolds basé sur la longueur x
S	:	section de la couche limite
t	:	temps
T	:	température
V	:	vitesse de bande
V_p	:	vitesse de la particule
ΔV_d	:	différence de vitesse en fonction du diamètre de la particule
V_1	:	vitesse de débit d'azote à travers chaque jet
V_2	:	vitesse d'aspiration inférieure du clocheton
V_3	:	vitesse à la sortie du clocheton
V_4	:	vitesse d'aspiration supérieure du clocheton
x	:	distance
x	:	profondeur
x	:	longueur de bande immergée
α	:	coefficient de friction entre la particule et la bande
δ	:	épaisseur de la couche limite
$\bar{\Gamma}$:	couple de rotation
μ	:	viscosité du zinc à la température du bain
μ	:	viscosité d'azote
μ_z	:	viscosité du zinc
ρ	:	masse volumique du zinc à la température du bain
ρ_a	:	masse volumique d'azote
ρ_p	:	masse volumique des particules
ρ_p	:	masse volumique des poussières
ρ_z	:	masse volumique du zinc
τ	:	force de cisaillement (par mètre carré)
Ω	:	ouverture de la cheminée [nominal = 0,01m]

I. INTRODUCTION GENERALE

Le Centre français de l'anticorrosion [1] estime que 170 milliards de francs ou 4% du PIB de France par an est perdu à cause de la corrosion métallique. Des chiffres similaires existent pour la plupart des pays industrialisés. La protection contre la corrosion devient donc indispensable. Les clients des produits anticorrosion comme l'acier galvanisé ont des cahiers de charges exigeants. L'aspect des tôles galvanisées doit concurrencer celui des tôles laminées à froid; une bande de tôle galvanisée doit pouvoir être laquée dans n'importe quelle teinte et cela sans tâche, marque, ou autre hétérogénéité.

Au cours de l'histoire des matériaux, l'addition des revêtements a eu plusieurs buts: embellir, améliorer, ou protéger le substrat. Il a toujours été beaucoup plus facile de revêtir un matériau que de comprendre comment cela fonctionnait. Ceci provoque naturellement des difficultés imprévues qui sont nettement plus compliquées à résoudre ex post facto. L'objet de cette recherche est l'étude de l'une de ces difficultés: la formation d'un intermétallique Fe-Al-Zn dans les bains de galvanisation continue, dénommé mattes de surface, et la compréhension des principes et concepts qui régissent ce sujet long et complexe.

Cette introduction s'attachera d'une part à définir le problème, d'autre part à analyser les méthodes pour le résoudre. Nous donnerons d'abord un historique de la galvanisation. Ensuite, nous parlerons des principes de bases de celle-ci, puis de l'importance des mattes et de l'aluminium dans le processus. Enfin, nous décrirons le problème industriel à l'origine de cette thèse ainsi que l'organisation de l'étude pour résoudre ce problème.

I.1 HISTORIQUE

Les civilisations classiques connaissaient déjà les peintures, les plaquages d'or et d'argent, et les émaux et portaient beaucoup d'intérêt aux matériaux résistants à l'oxydation. C'est l'une des raisons de l'attrait qu'exerçaient des matériaux comme l'or qui conservait au fil du temps son aspect initial. En revanche, la plupart des autres matériaux se détériorent, et l'humanité, depuis temps perdu, a donc essayé de protéger ses biens. L'idéal était d'améliorer la performance en même temps que la beauté. Les peintures et puis les émaux ont été utilisés dans de nombreux domaines, mais des nouveaux besoins ont, au fur et à mesure, conduit à des améliorations et à l'innovation.

Le zinc était connu en Grèce depuis le Ve siècle avant J.-C. On a retrouvé quelques bracelets de cet époque. Les premières références au zinc faites dans les ouvrages d'Agricola et de Paracelse remontent au XVIe siècle. Le nom serait une déformation du

Chapitre I

mot germanique "Zinn" désignant l'étain, le zinc étant longtemps considéré comme une variété d'étain [2].

Si la protection contre la corrosion existe depuis l'antiquité, le procédé de protection galvanique n'est utilisé que depuis à peine 2 siècles et demi. La première application de galvanisation à chaud fut montrée devant l'Académie Royale de Paris en 1743 par P.J. Malouin par immersion d'acier dans du zinc fondu. Les premières applications étaient destinées à revêtir les ustensiles ménagers. Ce zingage disparut ensuite à cause de la découverte d'une toxicité attribuable à des sels de zinc. En 1805, l'anglais Sylvester, dans un brevet, a recommandé l'utilisation de zinc pour la protection de navires, toitures, etc. L'anglais Davy, ensuite, en 1820, réalisa une protection cathodique en posant des plaques de zinc sur les coques de navires. Sorel, en 1837, déposa le premier d'une série de brevets sur l'application de zinc sur de l'acier contre la corrosion et l'a nommé pour la première fois "galvanisation"[3, 4].

Plusieurs efforts pour automatiser en partie le procédé, puis l'addition d'aluminium dans les bains de zinc, ont enfin conduit Sendzimir à inventer une ligne de galvanisation en continu entre 1936 et 1939. La Fabrique de Fer de Maubeuge en France et Armco Steel Company aux USA revendiquent la première installation industrielle; en effet, les deux sociétés avaient fait tourner des lignes industrielles dès 1936 [5, 6, 7].

L'évolution des connaissances sur ces revêtements a ainsi amené des progrès remarquables depuis le début du siècle. Pour faciliter la discussion du problème, nous passerons d'abord en revue les principes de base de la galvanisation.

I.2 PRINCIPES DE BASE

Cette section traitera de : la galvanisation en général et la galvanisation en continu.

I.2.1 La galvanisation

Les cendres retournent aux cendres, la poussière à la poussière, les oxydes aux oxydes. Cela veut dire que les métaux, et par dessus tout le fer, se corrodent (c'est-à-dire s'oxydent). L'oxydation implique une réaction avec l'oxygène. Cependant, on peut l'en empêcher. On peut mettre une barrière entre le fer et l'oxygène en utilisant des peintures, les revêtements d'émail, etc. Chaque revêtement a ses propres qualités et inconvénients. Il existe des protections très efficaces, mais dès que la barrière est endommagée, comme

Chapitre I

par une griffe ou un éclat, la corrosion est encore plus violente s'il n'y a pas d'autre protection.

On peut aussi sacrifier un autre métal au lieu du Fe. C'est la protection apportée par la galvanisation. Le Zn s'oxyde à la place du Fe.

En effet, deux métaux différents en contact forment une pile en présence d'un transporteur d'électrons comme l'humidité. L'un gagne des électrons, l'autre en perd. Il y aura donc un dépôt sur l'une des électrodes et l'autre sera rongée (figure I.2.1.1)[8]. Le même phénomène peut se produire pour des tôles. Il suffit de remplacer les tôles de zinc consommée sur un bateau et la coque résistera longtemps à l'attaque de la mer (figure I.2.1.2). A titre d'exemple, les figures I.2.1.3a et b montrent mieux la différence entre une "barrière" et un "sacrifice". Normalement, les barrières (a) sont des couches d'oxyde stables qui restent intactes, sans déranger ce qu'il y a en dessous (L'oxyde de fer est très poreux, ne constituant pas une barrière efficace contre l'oxygène). Il est néanmoins facile de voir qu'aussitôt que la barrière est franchie, il y a formation d'une pile - mais dans le mauvais sens: le fer est consommé - et très rapidement. Grâce à la galvanisation, même avec une griffe (b), la protection continue, car le zinc est consommé au lieu du fer.

Il est à noter qu'il existe plusieurs sortes de galvanisation, chacune avec ses avantages et inconvénients. Les différentes techniques sont les suivants:

Principaux types de galvanisation

La galvanisation à façon (souvent appelée au trempé) est la plus ancienne méthode. On plonge une pièce déjà mise en forme dans du Zn liquide [9] à une température voisine de 450°C pour des durées comprises généralement entre 3 et 15 minutes. Le traitement permet d'obtenir un revêtement de 50 à 150 microns constitué de plusieurs phases Fe-Zn. Ce procédé est naturellement lent et coûteux en zinc. De plus, le revêtement formé, du fait de son épaisseur, est peu déformable, voire fragile.

L'électro galvanisation exploite l'électrodéposition de zinc en continu sur une tôle mince à l'aide d'une série de cellules électrolytiques. Celle-ci engendre une couche homogène de zinc jusqu'à environ 7 microns sur chaque face. Cette méthode est généralement limitée pour les plus fortes épaisseurs pour lesquelles elle est généralement plus coûteuse que la galvanisation à chaud [10, 11, 12].

Cette méthode concerne particulièrement, le revêtement de fil ou de tôle mince immergés en continu dans un bain de zinc fondu. On enlève le revêtement excédentaire par un

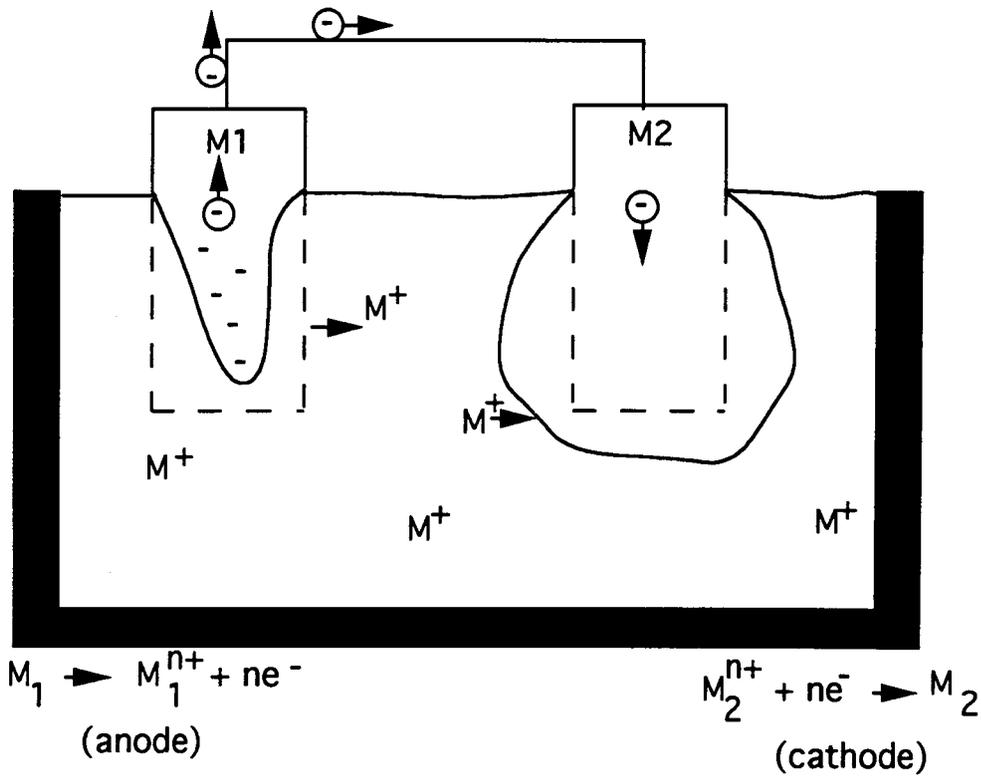


Figure I.2.1.1. Schéma d'une pile composée de deux métaux différents

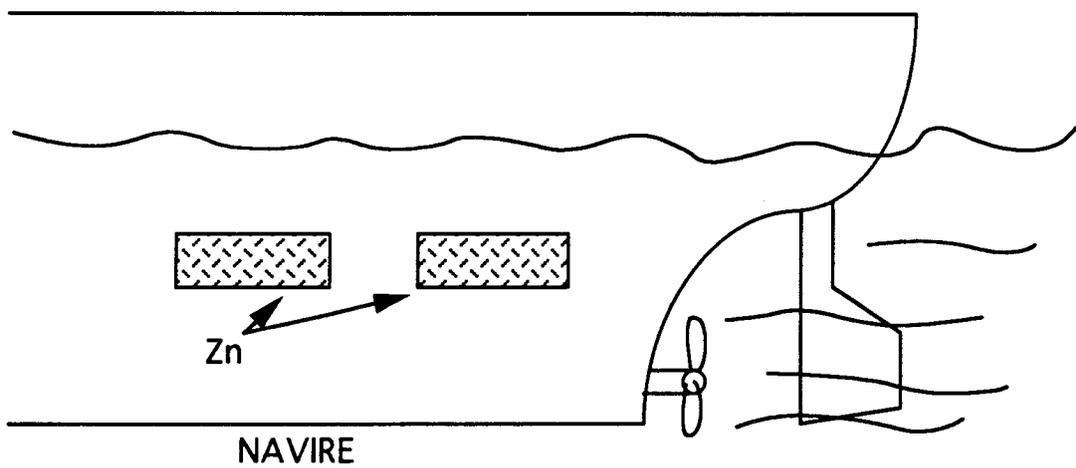


Figure I.2.1.2. Schéma des plaques de zinc montées sur les coques de navires.

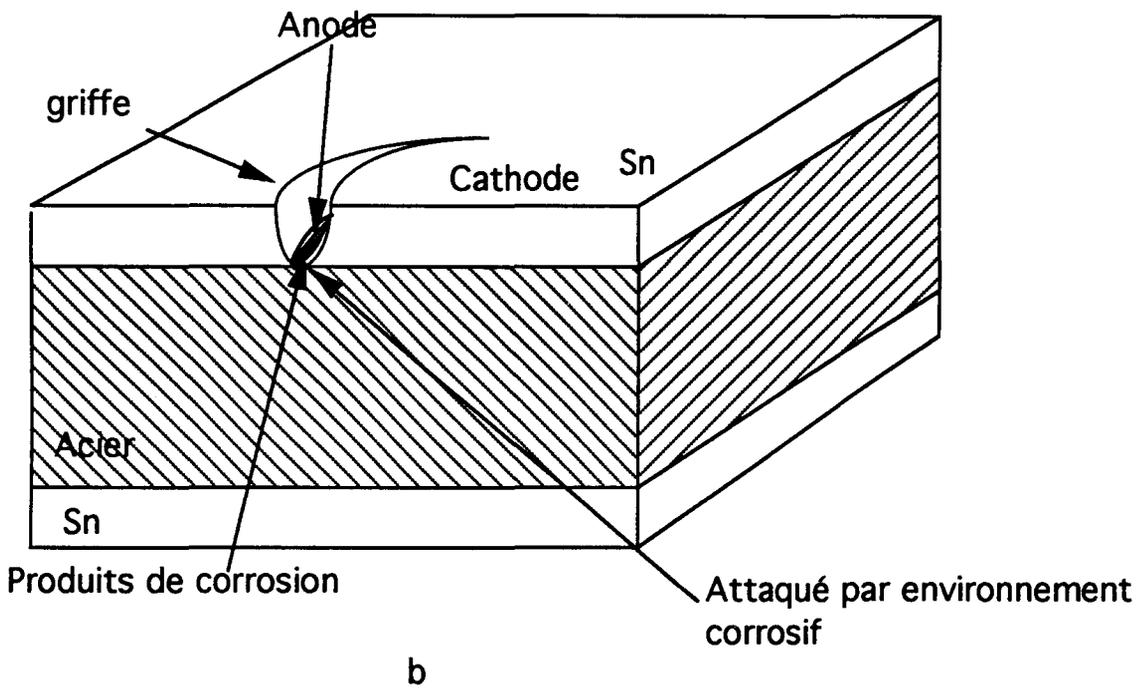
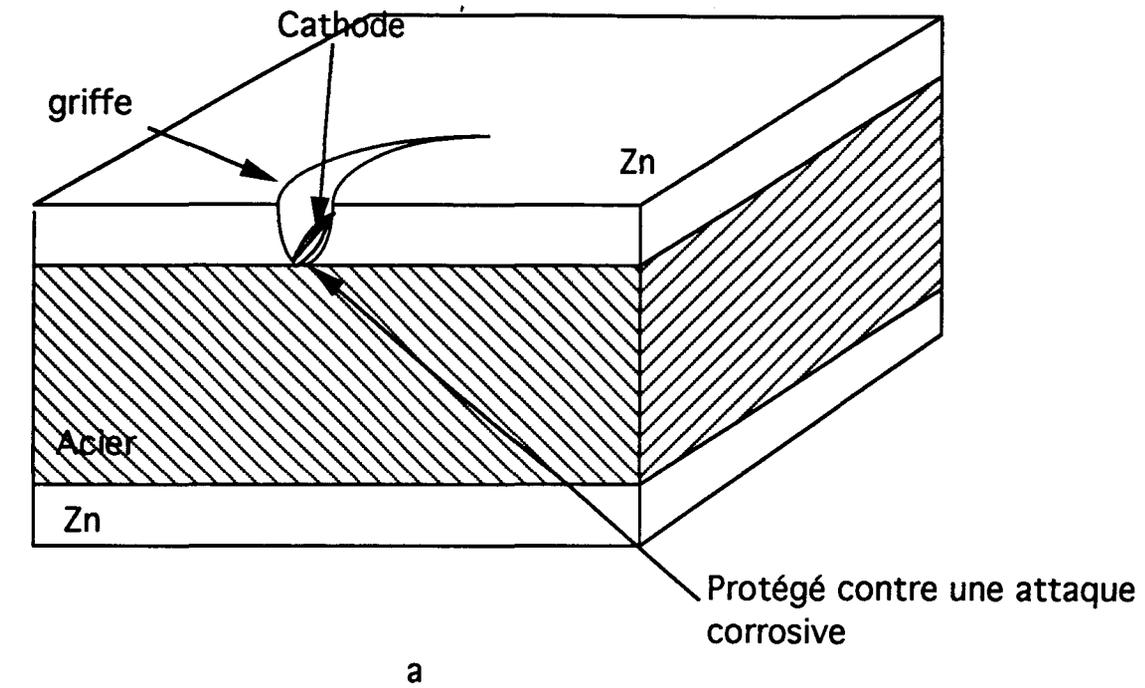


Figure I.2.1.3a Schéma du type "sacrificiel" où le substrat est protégé après une griffe, et b. type "barrière" où le substrat subit une attaque due au revêtement ainsi qu'à l'environnement.

Chapitre I

essorage. Bien que similaire en propriétés à l'électro galvanisation, cette méthode est moins coûteuse pour les plus fortes épaisseurs de revêtement, au-delà de 6 microns par face.

D'autres techniques existent encore. On peut citer la PVD, dépôt par vaporisation physique (type plasma), la CVD, dépôt par vaporisation chimique (type halogénure), et la JVD, dépôt par vaporisation par des jets soniques. MURPHY [12], PEYRE ET AL [13], ITOH ET AL [14] et HALPERN ET AL [15] constituent d'intéressantes références en la matière.

I.2.2 Galvanisation en continu

Ce procédé est l'objet principal de cette étude. Il est donc utile de décrire précisément sa technologie et son fonctionnement. Au lieu des temps d'immersion importants comme en galvanisation à façon, l'objet est partiellement immergé à un moment donné dans le zinc et pour de très courtes durées, de 2 à 10 secondes. On retire la partie galvanisée et on l'essore afin de régler l'épaisseur du revêtement et de conserver du zinc liquide en surface.

Deux types de lignes sont plus ou moins répandues: le type Sendzimir et le type Cook-Nortmann [16]. Dans ce dernier, il n'y a pas de recuit en ligne de la tôle, et le préchauffage se fait principalement par induction.

Le type Sendzimir concerne cette étude plus directement. La figure I.2.3 montre le schéma d'une ligne typique. Ces lignes peuvent tourner entre 40 et 200 mètres par minute. Au-delà de 200 m/min, il y a risque d'éclaboussures, et en deçà de 40 m/min entraînement des mattes de surface qui deviennent problématique avec la technologie actuelle. On voit d'habitude une ligne de galvanisation du **côté dit hall**, où l'on peut se circuler. De l'autre **côté**, dit **moteur** (à cause du placement normal de celui-ci) se trouve l'équipement le plus encombrant (comme le moteur).

L'opération d'une ligne commence par une dérouleuse. Un accumulateur permet de rendre la ligne continue: les opérations se poursuivent sur le reste de la ligne pendant qu'on soude la bobine suivante. Il existe souvent un poste de dégraissage, puis, un four de recuit continu, qui donne les propriétés mécaniques souhaitées à la bande, et élimine les oxydes et salissures de surface. On régule la température d'entrée dans le bain par des jets de gaz. Ensuite, la bande plonge dans une cuve de zinc liquide (contenant un peu d'Al) qui contient normalement entre 100 et 200 tonnes. La bande sort du bain et on

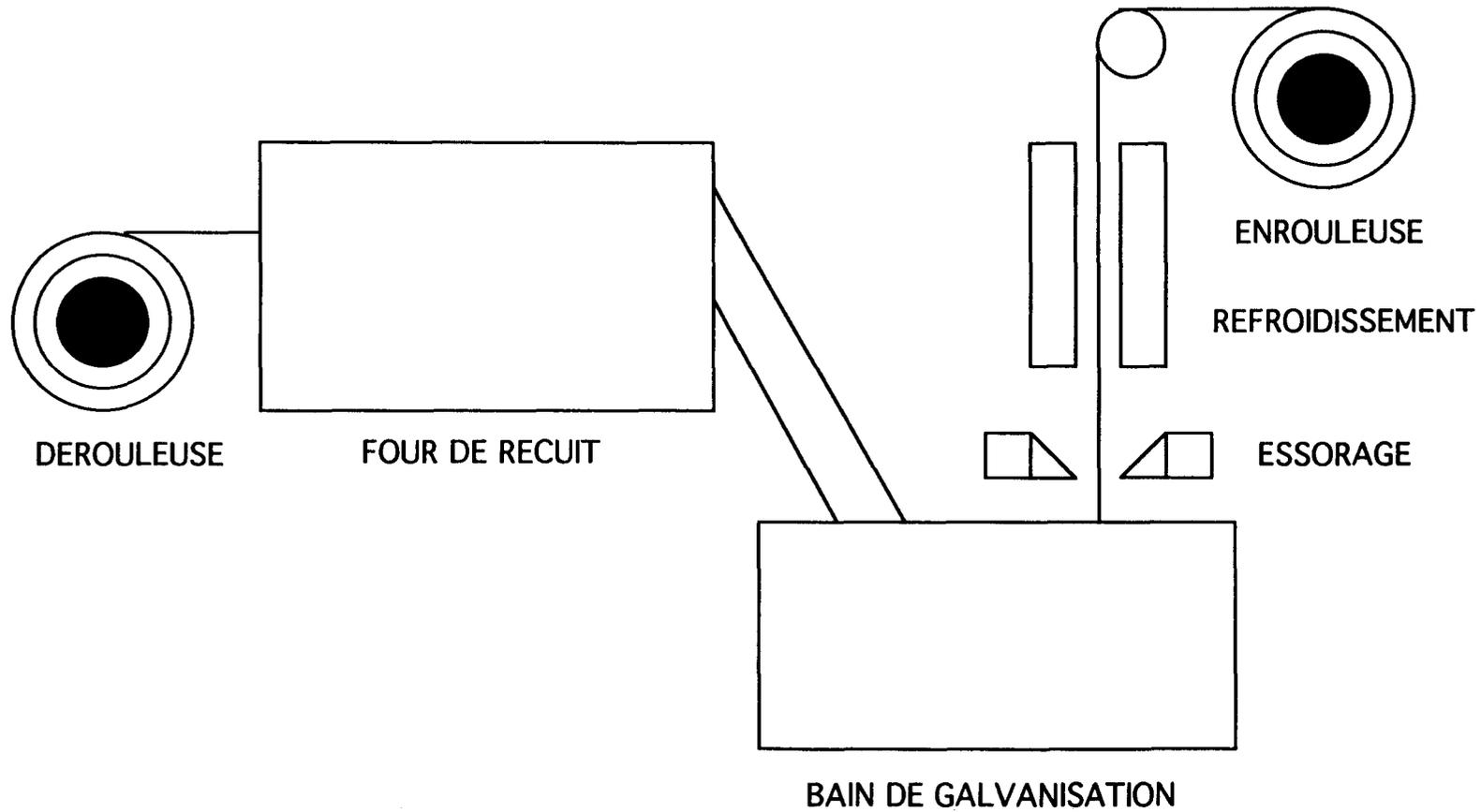


Figure I.2.3. Schéma d'une ligne de galvanisation en continu.

Chapitre I

l'essore afin de régler l'épaisseur du zinc, entre 3 et 60 microns. Enfin, la bande est refroidie et bobinée (naturellement à l'aide d'un autre accumulateur).

I.3 LE REVETEMENT

L'obtention d'un revêtement correct fait l'objet de la galvanisation en continu. Ce n'est pas notre intention d'approfondir la nature et toutes les caractéristiques d'un revêtement dans l'introduction. Il est, néanmoins, important de se familiariser avec certains aspects, l'évolution du revêtement à nos jours, notamment, pour pouvoir comprendre notre sujet. Puisque l'intérêt de cette thèse réside dans l'amélioration de la qualité de ce revêtement, il faut expliquer les notions de "revêtement correct"* et "qualité du revêtement" selon les fournisseurs, les clients et la littérature.

Ces notions ont également évolué depuis le début de la galvanisation en continu. La qualité du revêtement est fonction de trois facteurs majeurs : (1) la qualité de la surface du substrat, (2) la finition de celui-ci, homogène et à l'épaisseur désirée et (3) l'élimination des hétérogénéités du revêtement.

*D'autres termes qui sont utilisés dans ce texte sont définis dans le index/glossaire (annexe A).

I.3.1 La qualité de surface du substrat

Celle-ci a fait des progrès remarquables. La tôle que Henry Ford a été obligée de peindre en noir pour cacher les défauts, son arrière-petit-fils peut la peindre "rouge électrique", une teinte qui mettrait normalement en évidence toute imperfection. Les fourchettes de tolérances d'épaisseurs et de largeurs de tôles qui s'exprimaient en millimètres sont mesurées en centièmes de millimètre de nos jours.

Chaque amélioration apporte toutefois son inconvénient. Pour atteindre ces fourchettes exigeantes, des huiles tenaces sont nécessaires dans un laminoir; mais elles sont plus difficiles à éliminer plus tard sur la ligne.

Pour notre étude, ce concept est important parce que le substrat fourni par le laminoir, quoique amélioré dans certains sens, présente certains obstacles à la galvanisation, notamment les contaminants, les oxydes et les fines de fers.

Les contaminants

Chapitre I

Ce sont les huiles, les graisses, les lubrifiants ou autres produits étrangers à la tôle qui se trouvent sur celle-ci à une étape du procédé où ils ne sont pas bienvenus.

Les oxydes

Ils peuvent être le résultat de l'oxydation ou d'une mauvaise désoxydation de la tôle ou des éléments résiduels dans celle-ci.

Fines de fer

D'après DUNBAR [17], elles proviennent de petits débris de surface formés au laminoir à froid. Elles sont difficiles à enlever car incrustées dans la tôle par le laminoir.

Une galvanisation parfaite dépend d'une surface du substrat propre sans la présence de ces trois éléments, mais cette surface est actuellement difficile à obtenir.

1.3.2 La finition du revêtement

Celle-ci dépend des étapes de réglage de l'épaisseur du revêtement, de l'homogénéisation de celui-ci et de sa solidification. Il y a 30 ans, le réglage de l'épaisseur du revêtement sur une ligne de galvanisation en continu s'effectuait à l'aide de rouleaux essoreurs à la sortie du bain. Ce procédé était peu efficace. Il entraînait des difficultés de production (notamment une réduction de la vitesse de ligne) et l'uniformité du revêtement était médiocre. L'essorage à l'air a été introduit dans les années soixante. Il a nettement amélioré la productivité des lignes et l'homogénéité du revêtement, mais a également conduit à des difficultés de contrôle des défauts dus aux oxydes. Armco [18] a développé vers 1980 l'essorage à l'azote pur, qui utilise des jets d'azote pur pour régler l'épaisseur du revêtement. Cette méthode d'essorage nécessite un "**clocheton**" autour des jets afin d'empêcher l'entrée d'oxygène, qui provoquerait les défauts d'oxydes. Elle donne un aspect identique à celui des laminés à froid.

L'essorage à l'azote n'a pas résolu tous les problèmes de contrôle du revêtement. L'efficacité de l'essorage diminue pour des vitesses de lignes inférieures à 40 m/min [18], ce qui dégrade l'homogénéité du revêtement. Il est également nécessaire de nettoyer l'intérieur du clocheton, car il se salit assez rapidement. Se pose également le problème des poussières de zinc qui se forment par vaporisation. Auparavant, la formation de ces poussières était empêchée par l'existence d'une couche d'oxyde à la surface du bain. En outre, la transition d'une atmosphère d'azote à l'air perturbe la solidification du revêtement. Grâce à l'essorage à l'azote, l'aspect du galvanisé a été nettement amélioré, et les clients sont devenus plus exigeants encore.

Chapitre I

I.3.3 L'élimination des hétérogénéités du revêtement

La galvanisation en continu est intéressante dans la mesure où elle ne faisait pas l'objet principal de l'invention Sendzimir, qui était un four de recuit en continu. Son système n'était pas conçu à l'origine pour la galvanisation. Depuis son invention, il a donc fallu ajouter des améliorations au fur et à mesure pour la rendre plus fonctionnelle et pour l'adapter aux nouvelles sollicitations.

Avant l'addition d'aluminium dans les années 30, le revêtement était difficilement contrôlé. Les intermétalliques Fe-Zn étaient présents dans celui-ci et se décollaient facilement lors de l'emboutissage, etc. Ces intermétalliques apparaissaient également dans le bain sous forme de "**mattes de fond**". Un autre obstacle était les éléments résiduels dans le bain.

Mattes de fond

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

Les éléments résiduels et le fleurage

Les éléments résiduels ont probablement été à l'origine de la plupart des connaissances des additions au bain. La technologie de l'époque n'avait pas permis de les éliminer. Chacun avait sa propre influence sur le comportement et les caractéristiques du revêtement. Le plus important de ceux-ci était le plomb qui forme le fleurage classique du galvanisé. Ce fleurage a souvent réussi à cacher maints défauts d'aspect, mais rend le revêtement inapte à la peinture. Autrefois, cela n'était pas important puisque les clients achetaient le produit essentiellement pour obtenir une protection par le revêtement seul.

Bien que d'autres éléments comme le cadmium et l'antimoine soient également capables de former les fleurs, le plomb a l'effet le plus fort. Il sert à augmenter la tension superficielle du zinc et les frontières de grains de solidification deviennent très visibles. Sans plomb, ces frontières sont toujours présentes, mais invisibles. En jouant sur les vitesses de refroidissement, la présence ou absence d'oxygène, ou de germes externes de cristallisation comme des sels ou des poussières de zinc, etc., on peut contrôler la taille, la forme ou la visibilité de ces fleurs. Ces sujets sont approfondis en §V.1 et par REUMONT [19] et DUNBAR [20].

L'aluminium

Grâce aux additions d'aluminium, le contrôle du revêtement a été réalisé. Maints auteurs et fournisseurs se rendaient compte depuis les années 50 qu'une teneur en aluminium dans le bain supérieure à environ 0,15% massique évitait la présence des intermétalliques Fe-Zn dans le revêtement.

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

1) elle transforme les mattes de fond en mattes de surface, Fe_2Al_5 . Celles-ci flottent, étant d'une masse volumique inférieure à celle du zinc liquide. Il est maintenant possible de les éliminer en nettoyant la surface du bain au fur et à mesure par un écrémage. On reviendra sur cet effet dans la sous-section suivante et en §III.1.

2) elle supprime la couche fragile d'intermétalliques fer-zinc. Il existe de nombreuses explications de l'influence d'aluminium. La théorie la plus reconnue parle d'une couche inhibitrice initiale, Fe_2Al_5 , qui se forme lors du contact de la bande dans le bain. Cette couche empêche l'interdiffusion fer-zinc qui engendre la couche fragile. Il est ainsi possible de bobiner la bande sans décollement du revêtement. Celui-ci devient formable, permettant l'emboutissage, et le pliage, ouvrant des marchés pour la tôle galvanisée auparavant impensables. Le sujet sera davantage développé en §IV.1.

Par contre, la teneur en aluminium nécessaire s'est révélée difficile à fixer (variant de ligne à ligne) et la maîtrise de celle-ci est également difficile [21]. Certains inconvénients peuvent également provenir de l'utilisation d'aluminium. Selon DREULLE ET AL [22] et SEQUEIRA ET AL [23], l'aluminium peut accélérer la corrosion intergranulaire notamment en combinaison avec les éléments qui forment le fleurage. En grande quantité, selon PELERIN [24], il peut diminuer l'adhérence du revêtement. D'autre part, l'inconvénient de l'aluminium le plus important est la formation des mattes de surface.

Mattes de surface

Une des difficultés principales rencontrée par les galvanisateurs de nos jours est la présence de cristaux intermétalliques Fe-Zn-Al, formés lors de la galvanisation en continu, qui ont tendance à flotter à la surface des bains. Ces intermétalliques sont de base Fe_2Al_5 avec une substitution de zinc d'environ 15-25% massique dans la maille. Ils se manifestent lorsqu'un bain de zinc contient de l'aluminium à une teneur supérieure à 0,15% massique pour éviter la formation d'une couche fragile fer-zinc dans le revêtement.

Chapitre I

Elles sont difficiles à connaître parce qu'elles ont plusieurs manifestations et se cachent facilement dans l'outillage de galvanisation. Par ailleurs, elles consomment l'aluminium destiné à inhiber la réaction Fe-Zn. Elles s'incrusteront sur l'équipement du bain en obligeant de fréquents nettoyages. Les clients exigeants n'acceptent plus de tôle contenant des mattes.

Si tout était bien constant, et stable, il est vrai que l'on ne serait pas gêné par celles-ci, mais la ligne utilise plusieurs épaisseurs, largeurs, substrats, etc. Il est improbable de ne pas former les mattes dans ces conditions. Dès que du fer entre dans le bain, il réagit avec l'aluminium et le zinc, perturbant l'équilibre. Le fer peut provenir de la dissolution (de la tôle, de l'équipement du bain etc.) ou des fines de fer sur la tôle.

Dissolution

BELISLE ET AL[25] ont discuté de la solubilité de fer dans le zinc et de son influence sur la formation des mattes. Sachant qu'il y a un équilibre entre le fer, l'aluminium dans le zinc, et la température, un changement (de température ou de concentration en fer) de cet équilibre pourrait alors forcer des mattes à se précipiter. Il mentionne également la possibilité pour le fer de provenir d'une dissolution, qui résulte de l'attaque de l'équipement contenant du fer, et de l'attaque de la tôle et de ses intermétalliques.

Les fines de fer (donc la qualité de surface du substrat) peuvent également changer l'équilibre de bain, précipitant les mattes et consommant de l'aluminium. Ceci présente naturellement des conséquences pour la qualité du revêtement. Il faudra donc tenir compte des interactions des trois facteurs.

Le but de cette thèse est d'étudier les relations entre les mattes et la qualité du revêtement de la bande de la Ligne A de la FFM, dont les mattes étaient la cause principale de refus.

I.4 ALGORITHME DE SOLUTION ET ORGANISATION DE LA THESE

Il faut noter que cette thèse a exigé une approche particulière. Le but de celle-ci était de résoudre un problème dans un environnement qui n'est pas contrôlé comme dans un laboratoire. Une ligne de production a maints paramètres mais relativement peu de mesures et le but est la rentabilité et non la science.

A l'origine, on comprenait mal le problème. Il a fallu d'abord maîtriser le système afin de déterminer les phénomènes en jeux. Faute des mesures adéquates, les paramètres du système concernant le plus directement les mattes étaient malconnus. Le seul indice de la présence des mattes était une appréciation visuelle subjective des responsables, ou bien

Chapitre I

les litiges avec les clients. On a donc commencé par un déballage d'idées pour trouver toutes les causes possibles du problème puisque la sagesse conventionnelle avait déjà échoué. Nous avons formulé une liste des paramètres qui pouvaient intervenir puis nous avons observé ces paramètres en continu, et développé des mesures où il en manquait, souvent à l'aide des méthodes de SPC. Ceci avait pour objet de mieux comprendre le système global. Cet ensemble figure au chapitre II.

Chaque section de la ligne a fait l'objet d'une étude particulière afin d'éviter de modifier simultanément des paramètres pouvant être corrélés. Mais, c'est la section de galvanisation où se forment les mattes qui a le plus retenu notre attention. Lors de l'étude de l'ensemble du système, nous avons réussi à mettre en évidence une couche visqueuse à la surface du bain, qui contenait du zinc et des mattes à une concentration suffisante pour transformer les propriétés mécaniques. Le contrôle de cette couche à la surface du bain s'est montré essentiel pour empêcher l'entraînement des mattes par la tôle. L'importance de la stabilité des températures et des teneurs en aluminium du bain ont été également mises en évidence. Pour éliminer les mattes, il a été donc nécessaire de maîtriser le bain ainsi que la bande entrant dans celui-ci.

Comme mentionné plus haut, nous nous sommes intéressés plus particulièrement aux phénomènes dans le bain, puisque l'élimination des hétérogénéités, surtout les mattes, s'effectue à cette étape. Au chapitre III, nous avons ainsi approfondi les connaissances sur la nature, la forme et le comportement des mattes. Des mesures autour de la cuve de galvanisation, notamment de gradients d'aluminium et de température ont permis de montrer les zones critiques de la formation des mattes. Ensuite, en profitant des indices fournis par les mattes elles-mêmes, nous avons pu comprendre davantage leur comportement. Il nous manquait, par contre, des informations sur le comportement du substrat dans le bain.

Au chapitre IV, nous avons entrepris des mesures particulières, sur une miniligne pilote adaptée spécifiquement à l'étude. Nous avons examiné l'influence de l'état de surface de la bande, de la température de celle-ci, de la température du bain (ainsi qu'une différence entre les deux) et la composition de celui-ci. Cette expérience nous a montré les facteurs déterminants de la vraie réaction de galvanisation. Ceci détermine les conditions qui favorisent la formation des mattes ainsi que leur comportement. A cette étape, l'interaction de la qualité de surface du substrat s'est montrée prépondérante pour la génération des défauts. Notamment, les pollutions présentes sur la bande avant l'entrée du four pouvaient provoquer un défaut de mattes gênant pour la FFM. Cette révélation a conduit à une amélioration de la propreté de la bande sur la Ligne A qui a été un des coups les plus décisifs contre l'échec aux mattes.

Chapitre I

Enfin, même si l'on atténue toutes les causes de la formation des mattes, elles font partie de l'équilibre du système et seront toujours présentes en certaine quantité. Il faut donc empêcher les mattes présentes dans le bain d'être entraînées par la bande. Pour accomplir cette tâche à l'étape finition du revêtement, le chapitre 5 permet de comprendre comment contrôler les mattes et les éloigner de la bande, ainsi que les autres phénomènes qui interviennent sur leur comportement. L'objet final de cette étude était de reconcevoir un appareil susceptible de remédier à ces inconvénients - le clocheton.

Un clocheton prototype à l'échelle réduite a été conçu afin de développer un plan d'expérience. Nous avons ensuite modélisé l'écoulement des gaz et les poussières qui se forment normalement à cette étape, pour mieux apprécier les phénomènes importants et surtout pour maîtriser l'écartement de la couche visqueuse de la bande par les jets de l'essorage à l'azote. La visualisation de cette modélisation s'effectuait à l'aide d'un laser en observant des plans de lumière montrant les étapes de l'écoulement à l'intérieur du clocheton prototype lors d'une simulation des conditions industrielles. Les connaissances ainsi acquises ont mis en évidence la validité de nos théories et ont conduit à une étude plus approfondie afin de construire éventuellement un nouveau clocheton industriel.

In fine, nous nous intéressons à la présentation de deux modèles: L'un sur l'évolution des mattes et l'autre sur la réaction de galvanisation, pour définir les rapports entre les mattes flottantes et la qualité du revêtement. Enfin, nous proposons une suite à l'étude en vue de l'amélioration continue du produit.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I

1. Lauvige, O.: "Comment lutter contre les ravages de la corrosion", citant le Centre Français de la Corrosion dans *L'USINE NOUVELLE* N° 2413, 3 juin 1993; p.54.
2. Habraken, L.: "Le Zinc et ses Applications" 1ère partie, *METALLURGIE* XVIII 3/4, 1978; pp.81-86.
3. Smith, C.A.: "L'origine de la galvanisation à chaud", *GALVANO-ORGANO*, DECEMBRE/79/501; pp.1023-25.
4. Reumont, G.: *ETUDE THERMODYNAMIQUE ET STRUCTURALE DU SYSTEME Fe-Ni-Zn APPLICATION A LA FORMATION DES MATTES EN GALVANISATION*, Thesis Paper, Ecole Centrale de Lille (5/1/90-defense); pp. 2-3.
5. "LA GALVANISATION A CHAUD De l'ingénieur SOREL, 1837, à l'ingénieur SENDZIMIR, 1937", *Zinc, Cadmium & Alliages* N°39, 1966; pp.127-35.
6. Dunbar, F.C.: ARMCO Internal Class, 1989.
7. Techniques de l'Ingénieur: 1990; p. M 1 525 2.

Chapitre I

8. Figures tirées de Van Vlack, L.: *Elements of Materials Science & Engineering, 4th ed.*, Addison-Wesley Publishing Co., 1980; pp.457-479.
9. Reumont: *ibid* 5. p. 9.
10. Sistrunk, R.: "Q. Where can I Find a Short Course in Coated Steels? A. You've Come to the Right Place!", magazine article without locatable reference from Inland Coated Products Division; pp 5-13.
11. Goodwin, T.J.: "Advanced coatings for steel strip", *Advanced Materials Technology Int'l*, Great Britain, 1990; pp. 194-198.
12. Murphy, M.: "Technical Developments in 1990 Inorganic 'Metallic' Finishes, Processes and Equipment", *METAL FINISHING*, February 1991; pp. 41-56.
13. Peyre, J.P., Duchateau, D.: "Les dépôts métallurgiques et films minces", *TRAITEMENT THERMIQUE 250*, 1991; PP. 39-48.
14. Itoh, I., Oikawa, Y., Hashimoto, M., Saita, S., Komori, T., Onoyama, M., Itoh, S., Murata, T.: "Development of Surface Modification Technology for Stainless Steel", *NIPPON STEEL TECHNICAL REPORT NO.43*, October 1989; pp.8-15.
15. Halpern, B.J., Schmitt, J.J., Di, Y., Golz, W., Johnson, D.L., McAvoy, D.T., Wang, D., and Zhang, J-Z.: "Jet Vapor Deposition of Single and Multicomponent Thin Films", *METAL FINISHING*, December 1992; pp.37-41.
16. Souské, R.: *LA GALVANISATION A CHAUD*, Dunod (Paris), 1963; p. 38.
17. Dunbar, F.C.: "Defects of the 80's - A Closer Look at the Critical Requirements of Today's Hot-Dip Galvanized", Galvanizer's Committee Mtg., Canton, OH, September 1988.
18. Graff, H., Roberts, T., Orts, D.: *Ultrasmooth: A Two-Side Hot-Dip Galvanized Steel for Exposed Automotive Applications*, SAE Int'l Congress (Feb 1981); 16pg.
19. Reumont: *ibid* 5. pp. 33-42.
20. Dunbar *ibid* 17.
21. Guttman, H., Bélisle, S., Gagné, M.: "Management of Continuous Galvanizing Baths with Emphasis on Aluminium", *Intergalva 91*, 3rd Int'l Zinc Coated Sheet Conf., Barcelona (June 1991).
22. Dreulle, N., Frappa, A., Limare, A., Piessen, P., Sokolowski, R.: *Influence de l'Aluminium dans la Protection par le Zinc de l'Acier contre la Corrosion Atmosphérique; Matériaux et Techniques*, Feb.-Mar. 1985; pp. 77-83.
23. Sequeira, C.A.C., Pacheco, A.M.G., Nunes, C.M.G.S.: *Formation of diffusion coatings on iron and steel: 3 aluminium, chromium, and zinc coatings*, *Surface Engineering*, Vol 4. N°1 (1988); pp. 65-81.
24. Pelerin, J., Polard, V.: *Recent market and technical developments in hot dip galvanized steel*, *Iron and Steel Engineer* (June 1988); pp. 34-39.

Chapitre I

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

Chapitre II

II INTRODUCTION - LE SYSTEME DE GALVANISATION

Il est nécessaire de bien comprendre le système de galvanisation en continu pour: (1) localiser les causes de l'entraînement des mattes et les autres facteurs prépondérants pour la qualité du revêtement, et (2) comprendre les interactions dans l'ensemble du système en vue de maîtriser le processus global. Ce dernier point est peut-être moins évident, mais sans celui-ci, il serait impossible d'apporter les véritables améliorations au système de galvanisation et les garder sans fausser les systèmes en aval basés sur celui-ci tel qu'il était.

Ce chapitre décrit dans un premier temps l'équipement de la Ligne A de la Fabrique de Fer de Maubeuge (FFM) et son fonctionnement afin de mieux connaître les processus qui s'y produisent. Ensuite, nous aborderons nos apports à la ligne industrielle: les mesures des paramètres qui ont une influence directe sur la qualité du revêtement seront détaillées afin de comprendre les phénomènes principaux dans la galvanisation et leurs importances relatives. Nous discuterons alors du contrôle de ce système complexe et ses performances en terme de précision et de stabilité. On trouvera en annexe d'autres études et améliorations qui ne font pas partie de nos préoccupations ici.

II.1 L'EQUIPEMENT DE LA LIGNE A

La figure II.1.0.1 présente une photo de la Ligne A, vu du côté Hall. Ce sous-chapitre décrira l'équipement de la Ligne A en ordre chronologique, traitant séparément chaque partie numérotée sur le schéma de la ligne de la figure II.1.0.2. Il s'intéresse tout particulièrement aux parties qui interviennent le plus directement dans notre étude et les sollicitations subies par celles-ci en termes de galvanisation.

II.1.1 L'alimentation en acier

Une ligne de galvanisation est normalement alimentée par des bobines laminées à froid. La tôle écrouie présente souvent une surface contaminée par les fines de fer et les huiles provenant du laminoir (§II.1.4). Ceci ne serait pas trop gênant à traiter si toutes les bobines, de même provenance, avaient plus ou moins le même niveau de contamination. Cependant, une ligne, comme la Ligne A, utilise plusieurs fournisseurs. Trois types principaux d'acier passent sur la Ligne: l'acier à **bas-carbone**, faible teneur en éléments résiduels; l'acier à ultrabas-carbone+azote qui contient du niobium ou du titane pour neutraliser le carbone et l'azote restant (dit "**I-F**"); et le **bas-carbone**, forte teneur en éléments résiduels (dit "**électrique**"). Les bobines utilisées pèsent entre 5 et 20 tonnes.

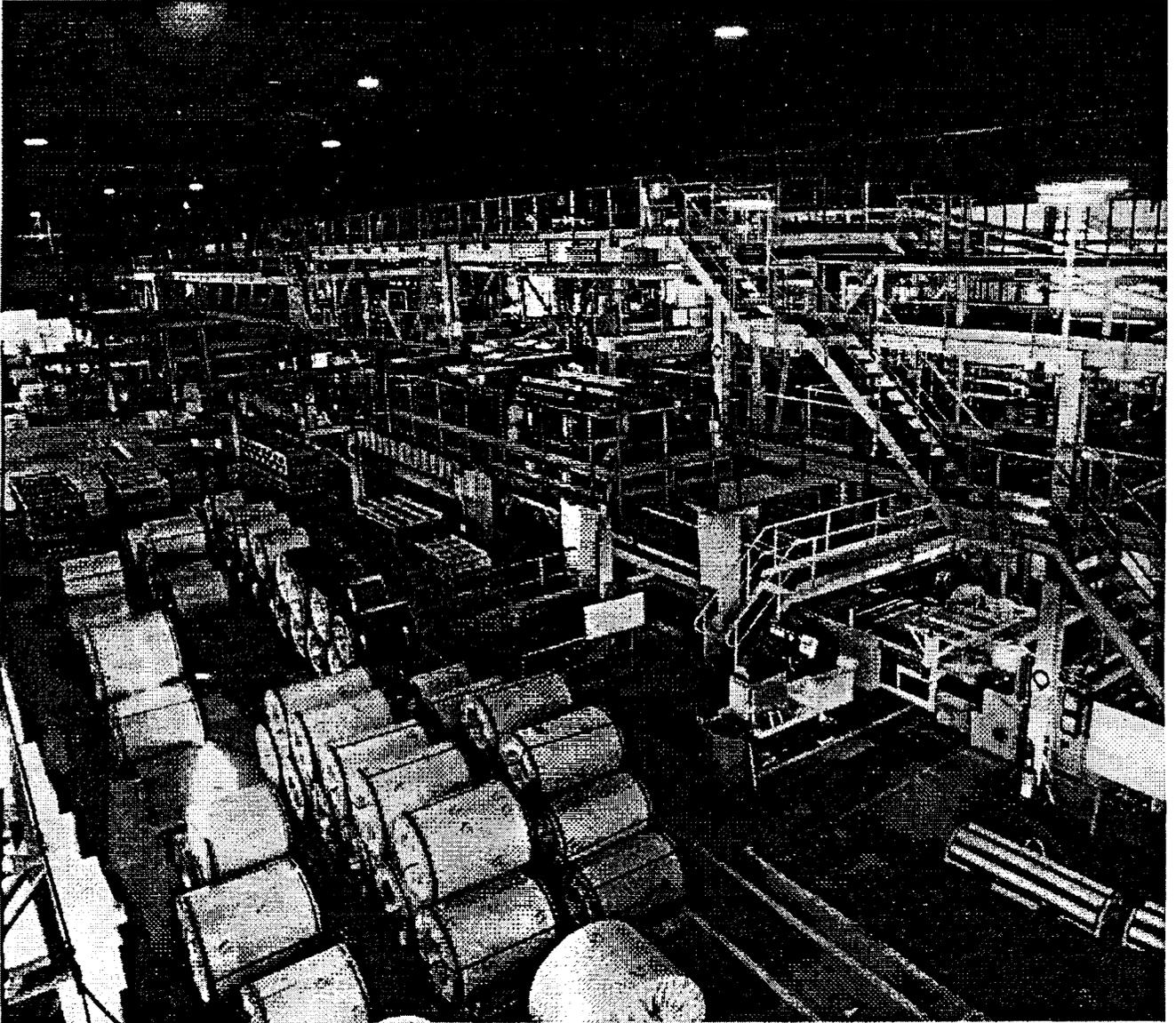


Figure II.1.0.1 Photo de la Ligne A du côté hall.

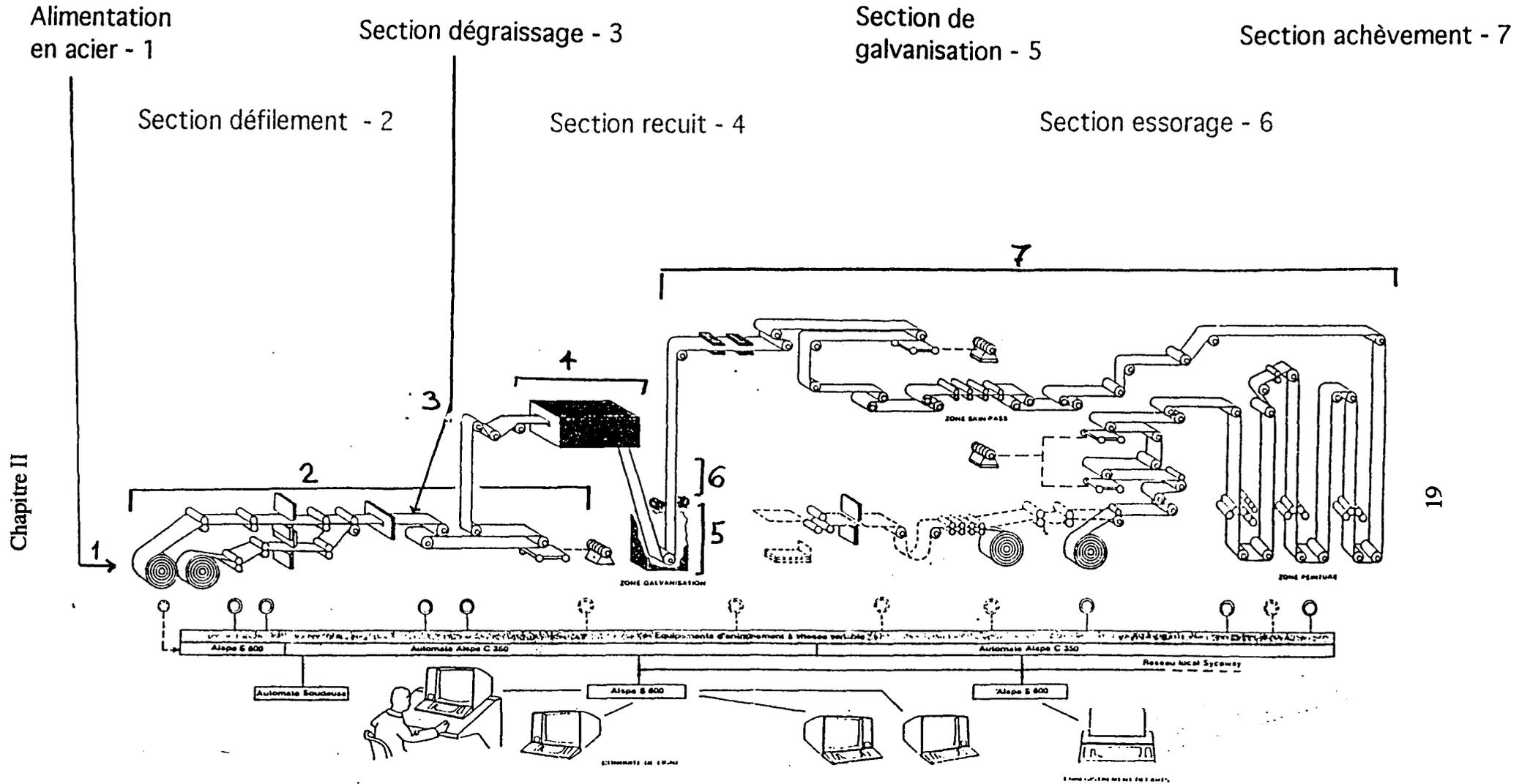


Figure II.1. Schéma d'une ligne de galvanisation avec les différentes sections numérotées.

Chapitre II

Les largeurs de celles-ci varient entre 800 et 1510 mm, les épaisseurs entre 0,3 à 0,75 mm. Les longueurs varient en général entre 1 000 et 10 000 m.

Etant donné que la FFM produit pour un marché des niches, elle est obligée de passer les bobines dans un ordre qui est fonction des commandes et non des exigences techniques. Cela veut dire que les paramètres de l'acier, l'épaisseur, etc. peuvent changer de bobine à bobine, ce qui perturbe en continu le fonctionnement du système .

II.1.2 La Section Défilement

Celle-ci consiste en deux dérouleuses, une soudeuse et un **accumulateur**. Ces appareils ont pour but d'alimenter la ligne de galvanisation sans pause ou ralentissement de la bande dans le four ou dans la section de galvanisation. Les dérouleuses déroulent, naturellement, une bobine à la fois, permettant à une autre bobine d'être préparée. Celle-ci est soudée à la fin de la bobine précédente. Afin de permettre aux deux bandes d'être soudées, il faut arrêter le défilement temporairement. A ce moment, l'accumulateur composé d'un chariot mobile se déclenche, arrêtant la partie de la bande dans la soudeuse, mais continuant à faire défiler le reste de la bande en aval.

II.1.3 La Section Dégraissage

Traditionnellement, le dégraissage se fait dans la première partie (préchauffage) du four. La méthode de dégraissage dépend du type de préchauffage: **oxydant** (comme sur la Ligne A) ou **flamme directe** (voir plus bas). Le four oxydant chauffe la bande à une température intermédiaire sous atmosphère contenant de l'oxygène afin de "craquer" les huiles et d'oxyder les **matières carbonées**. Par la suite, les oxydes ainsi formés sont réduits dans la partie réductrice du four (§II.1.4). Il est sous-entendu que ce traitement est sans effet sur les fines de fer présentes sur la bande. En fait, cette réduction peut même en créer davantage sous forme d'oxyde réduit (figure II.1.3.1). L'oxydation entraîne une augmentation du volume, puis la réduction subséquente enlève l'oxygène mais laisse le fer dans un état pulvérulent.

Le type "flamme directe" chauffe la bande à une température très élevée très rapidement, "brûlant" ainsi les huiles et les matières carbonées. Son inconvénient est surtout la dépense énergétique accrue.

Pour éliminer les fines de fer, il est aussi possible de nettoyer la bande autrement. Un système de dégraissage a été ainsi ajouté à la Ligne A. Il consiste en trois baignoires: le prédégraissage, le dégraissage, et le rinçage. Les deux premiers baignoires se servent de

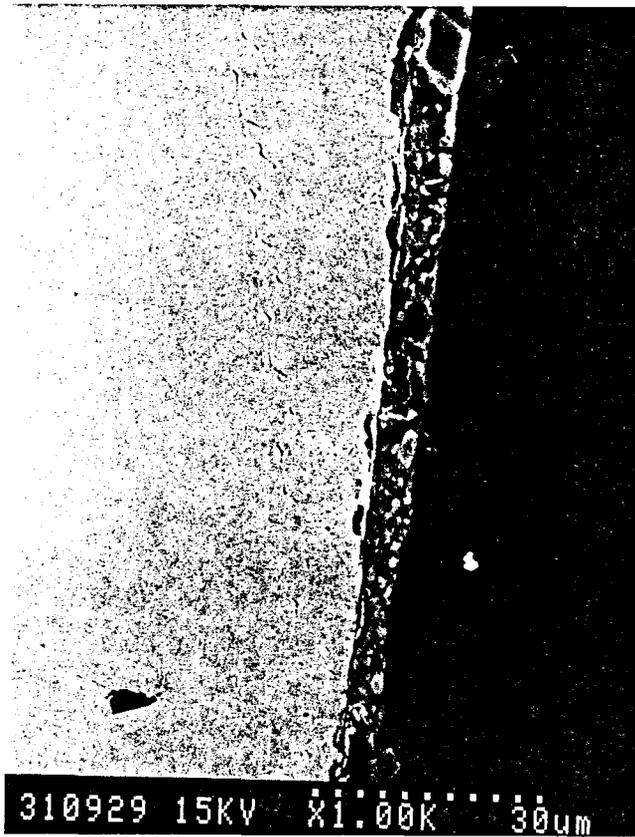


Figure II.1.3.1 Micrographie (MEB) d'une surface préchauffée dans un four oxydant et puis recuite dans un four à atmosphère réductrice.

brosses et d'un produit dégraissant pour enlever les huiles et les fines de fer de la bande. Le rinçage, à l'aide de brosses et de jets d'eau sous pression, enlève le produit dégraissant. Le nettoyage de ces baigns est fait actuellement à l'aide d'un papier filtre et d'un **tambour magnétique** qui retiennent les fines de fer. Le circuit de fluide dégraissant est ainsi nettoyé en continu comme indiqué sur la figure II.1.3.2.

II.1.4 La Section Recuit

A cette étape, la bande est toujours dure et peu formable à cause du **laminage** à froid qui, en diminuant la section de la bande à l'épaisseur voulue, a déformé la structure cristalline de l'acier et consommé la majeure partie de sa ductilité. Afin d'obtenir les propriétés mécaniques de bande souhaitées, les lignes de galvanisation utilisent un four de recuit continu selon le modèle Sendzimir. Ce four réchauffe la bande à une température située entre 700 et 900°C selon l'acier et les propriétés visées dans une atmosphère **réductrice** contenant à peu près $N_2-7\%H_2$. Ceci engendre une

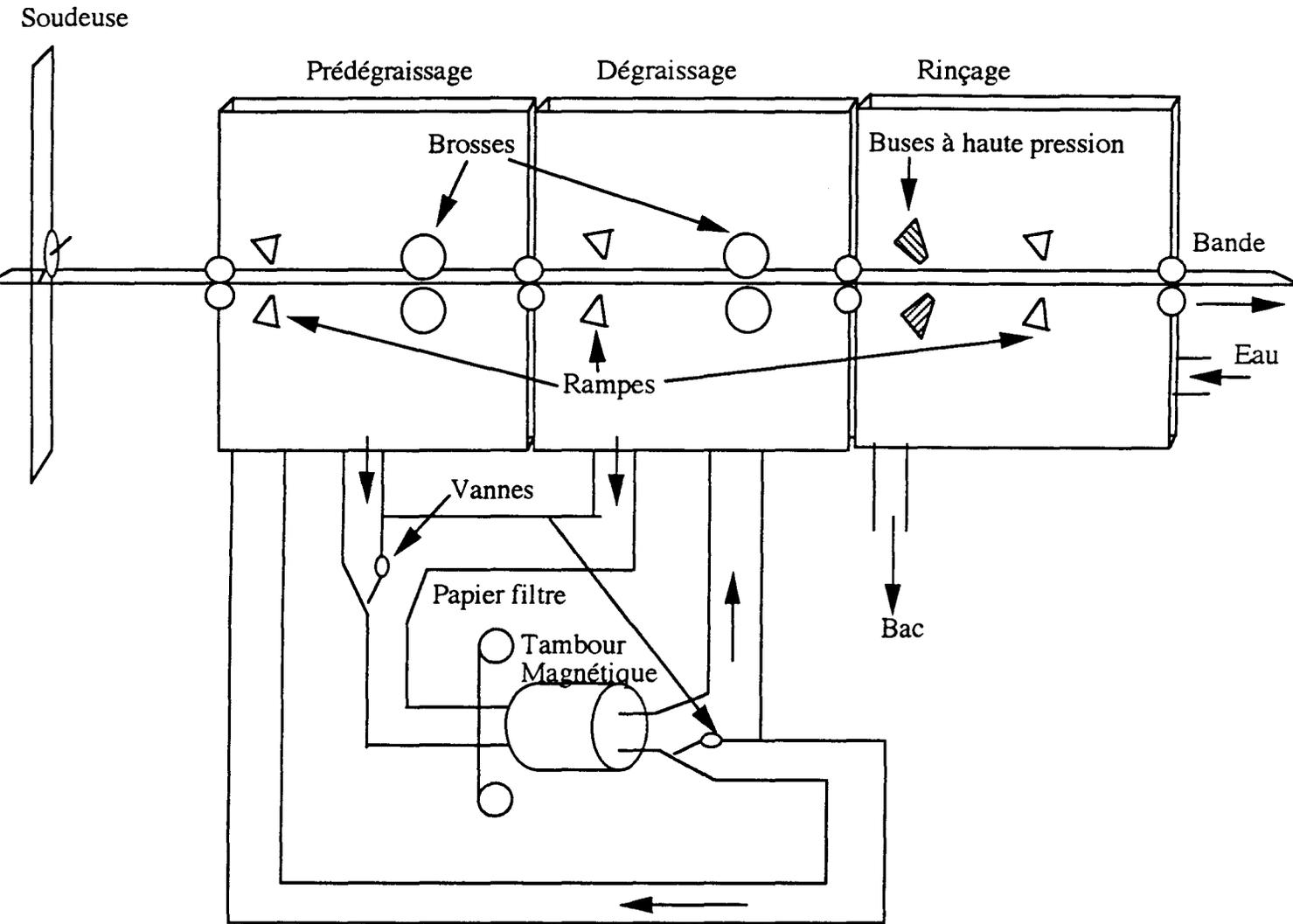


Figure II.1.3.2 Schéma de la section dégraissage

Chapitre II

récrystallisation de la bande qui rend l'acier doux et formable. On dit alors qu'il est recuit [1,2,3].

Puis, il est nécessaire de refroidir la bande à une température très voisine de celle du bain de zinc, à l'aide de jets de gaz de refroidissement. La bande plonge ensuite dans le bain de zinc en traversant un conduit dénommé **cloche** ou trompe (figure II.1.4).

Dans tout le four, la température de la bande est un paramètre capital. Celle-ci est mesurée en plusieurs endroits par des pyromètres infra-rouge (§IV.4.1).

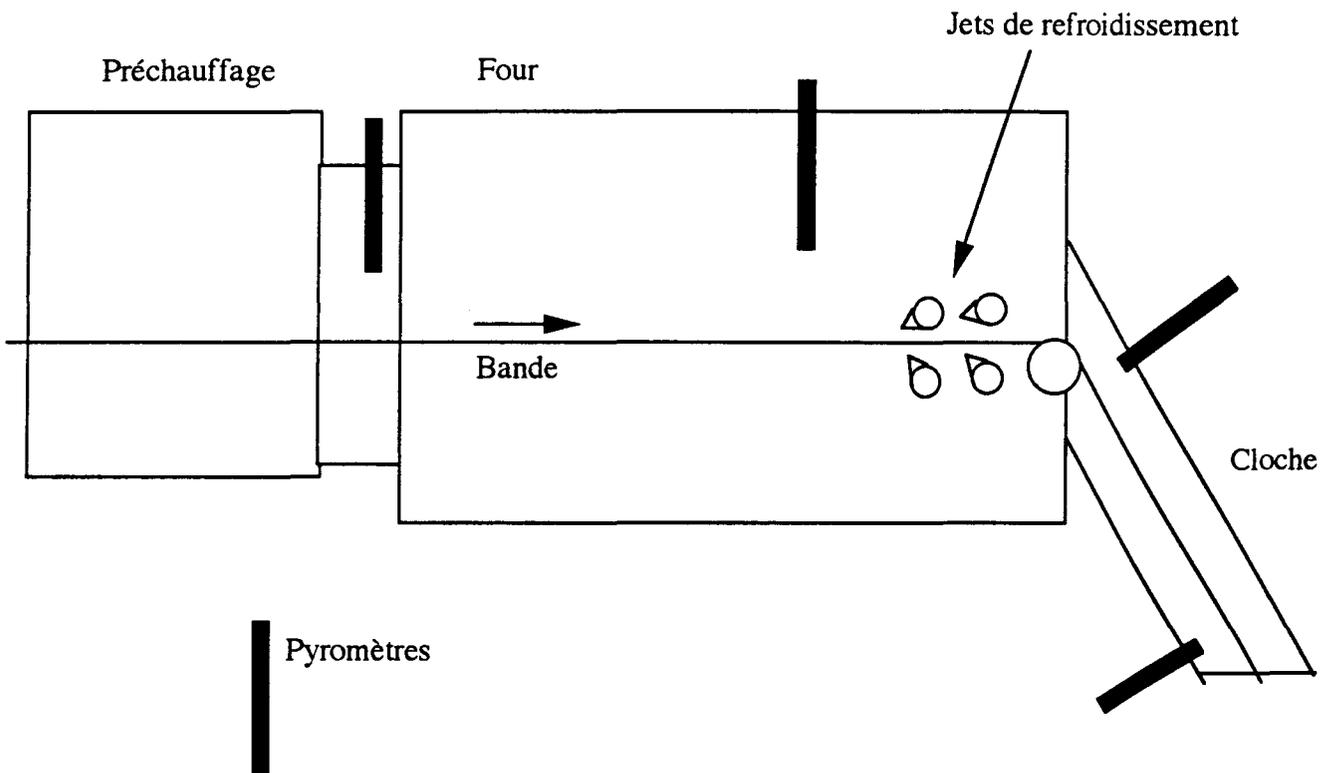


Figure II.1.4. Schéma de la section recuit

II.1.5 La Section de Galvanisation

Les sections de galvanisation varient énormément d'une ligne à l'autre: la taille, la façon d'alimenter en zinc et de chauffer la **cuve de galvanisation**, etc. [4]. La section de galvanisation de la Ligne A est représentée schématiquement sur les figures II.1.5.1a,b et c, vue respectivement en coupe du côté Hall, du dessus et en coupe de devant la cuve regardant en amont. La cuve de travail ne contient que 25 tonnes de métal liquide, la plus petite cuve de production dans le monde. Elle est alimentée par gravité avec des lingots

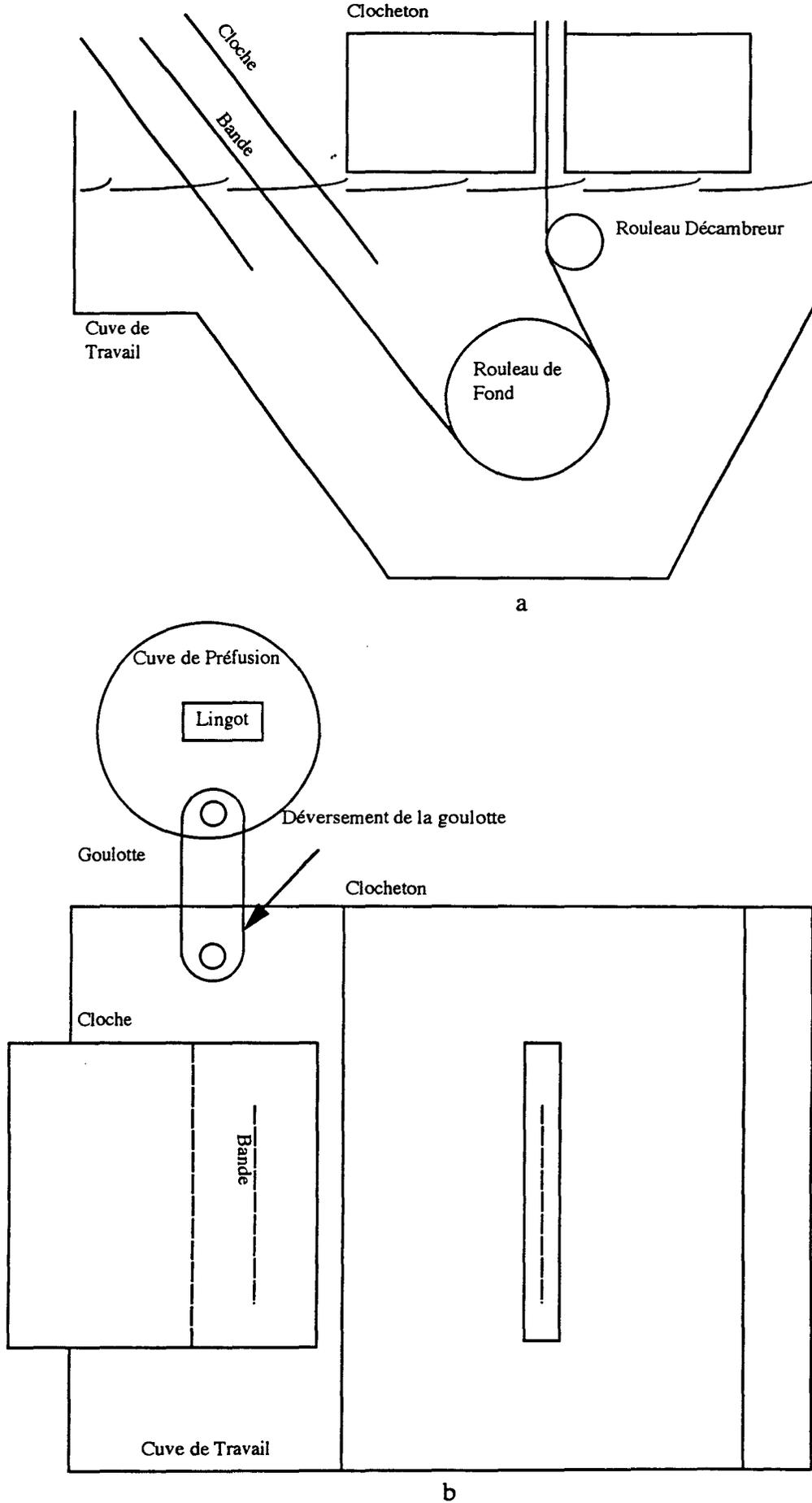


Figure II.1.5a et b. Vue en coupe (côté hall) et vue dessus de la section galvanisation de la Ligne A.

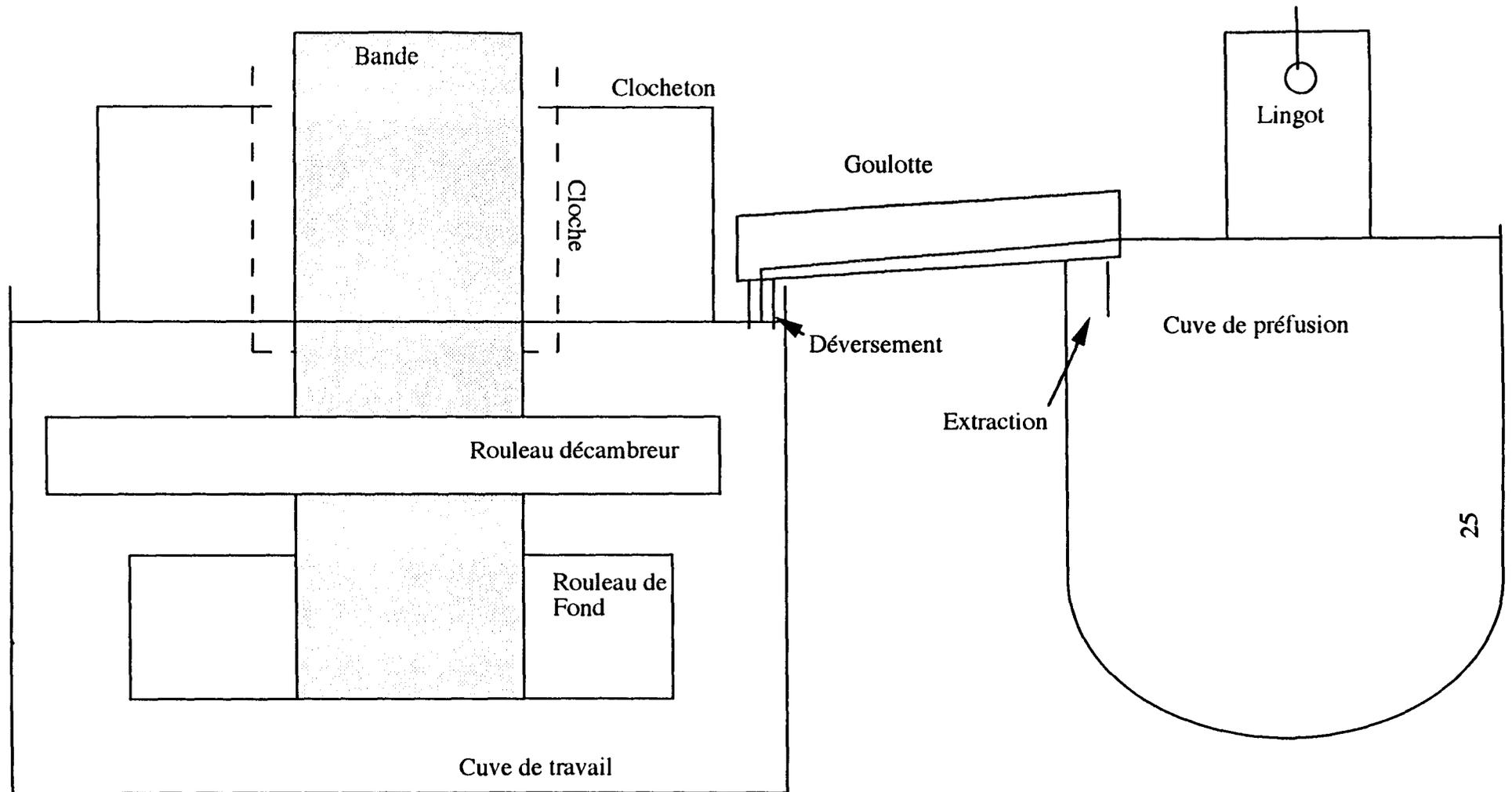


Figure II.1.5c. Vue en coupe de la section de galvanisation (face antérieure).

Chapitre II

de Zn-0,5Al, fondus dans une **cuve de préfusion** élevée, à travers une **goulotte** chauffée par résistances. La goulotte présente des chicanes de chaque côté sous forme de tubes de déversement et d'extraction submergés qui empêchent les salissures flottantes de la cuve de préfusion d'entrer dans la **cuve de travail** ainsi que le liquide (qui est maintenu à 485°C) de la cuve de travail de polluer la cuve de préfusion. La cuve de travail utilise un **rouleau de fond** et un **rouleau décambreur** (l'ensemble est appelé **outillage de fond**) pour maintenir la bande dans le bain et pour rendre son passage aussi plat et droit que possible. D'autres lignes ajoutent un **rouleau stabilisateur** opposé au rouleau décambreur. Les cuves de préfusion et de travail sont chauffées par résistances.

II.1.6 La Section Essorage

Il est nécessaire de tenir la bande verticale afin de permettre un essorage correct du revêtement de zinc. Cet essorage a pour objet le réglage de l'épaisseur du revêtement. La Ligne A obtient celui-ci par un puissant jet d'azote froid, distribué sur toute la largeur par un ensemble **distributeur à lèvres** [5] situé dans un **clocheton** de type "boîte". Un schéma de l'essorage ainsi qu'une description plus approfondie est présenté dans §V.1.1.

II.1.7 La Section Achèvement

La bande essorée et solidifiée est refroidie pour empêcher son revêtement chaud de coller à l'équipement situé en aval. Pour éviter la formation du fleurage, plusieurs techniques sont exploités. Les poussières de zinc sont souvent projetées sur la bande quand le revêtement est encore liquide pour minimiser la taille des fleurs jusqu'à ce qu'elles ne soient plus visibles. Certains sels peuvent également servir à minimiser la taille des fleurs. Un faible écrouissage, ou "**skin-pass**" suit fréquemment ces processus afin de régulariser le revêtement et d'éviter la formation ultérieure des bandes de Lüders [6], lors du formage chez l'utilisateur. Pour la Ligne A, ce skin-pass est suivi d'une section peinture importante et complexe, et puis, bien sûr, les bobines sont enroulées ou découpées en fin de ligne.

II.2 L'ENTRETIEN DU BAIN DE ZINC

La surface du bain se salit au fur et à mesure ce qui oblige un nettoyage fréquent par une personne dénommé **galvaniseur** [7]. Ces salissures consistent principalement en mattes qui, si elles approchent la bande, risquent d'être entraînées et provoquer des défauts.

Chapitre II

Il y a deux façons d'éviter cet **entraînement**:

- 1) empêcher la formation des mattes qui représente la plus grande partie de ces salissures, et
- 2) les éloigner de la bande, puis les éliminer.

La première approche n'est certes pas facile. Nous avons donc tenté l'autre qui nous a fait apprécier l'importance des nettoyages du bain. Ceux-ci étaient effectués une fois par poste au début de notre étude. La partie qui suit relate les observations que nous avons pu faire ainsi que l'évolution de cette opération.

II.2.1 Les **nettoyages classiques** et la **couche visqueuse**

Nous avons observé la présence d'une couche à la surface du bain de zinc qui s'est avérée un facteur déterminant dans la procédure de nettoyage du bain. Cette couche se compose de mattes, de zinc, et de temps en temps de cendres ou d'autres oxydes. Elle est plus visqueuse que le bain (d'où son nom) et se comporte différemment de celui-ci. Elle peut être considérée comme un déchet dont la nature et la composition seront approfondies en §III.1.7.

Il est vite apparu que cette "salissure" pouvait produire des défauts sur la tôle. Dans la procédure en vigueur au début de cette étude, un nettoyage est entrepris lorsque cette couche devient trop importante. Ce nettoyage consiste à soulever le clocheton, puis à "écrémer" toute la surface du bain. Cette action perturbe le bain et il en résulte un entraînement de mattes en grosse quantité pendant environ vingt minutes. Ceci est une cause de déclassement de bobines. Cette couche écrémée est ensuite versée dans des plateaux où elle cristallise sous forme des "**pains de mattes**" figés. Ces pains sont éventuellement recyclés chez le fournisseur du zinc.

II.2.2 L'éloignement de la couche visqueuse

La bande déplace le liquide du bain vers le clocheton (§III.3) en apportant des mattes en continu. Dans ce clocheton, celles-ci sont soumises à des courants et tendent à s'agglutiner en amas qui se déposent sur la bande. Les mattes qui se trouvent dans le clocheton sont donc mobiles et difficile à contrôler. Toutefois, si elles sont liées entr'elles, elles sont moins mobiles et moins sensibles aux courants dans le clocheton. La couche visqueuse qui se forme naturellement dans le clocheton sert à lier des mattes.

Cela nous a conduit à une nouvelle procédure de nettoyage. Nous préservons, autant que possible, la couche visqueuse voisine de la bande pour piéger les mattes. Celle-ci sert également à calmer les ondes créées à la surface du bain par le puissant jet d'essorage.

Chapitre II

Pour limiter la quantité de mattes susceptibles d'entrer dans le clocheton, il faut donc un nettoyage des mattes dans le reste du bain. Hormis à l'intérieur de la cloche, ce nettoyage est faisable assez facilement.

Avec la nouvelle procédure, les entraînements de mattes de nettoyage ne se manifestent plus. Si l'on casse la couche visqueuse, cela provoque des "ilôts" flottants (§V.1.10) qui peuvent se déplacer plus facilement et risquent d'être entraînées par la bande, comme on le voit de temps en temps, et cela principalement du côté hall sur la face postérieure. Ceci est dû à un manque d'accès derrière le clocheton. Pour faciliter ce nettoyage, nous avons essayé plusieurs modifications du clocheton comme indiqué au chapitre V.

Le nettoyage interne se fait petit à petit et aux extrémités du clocheton pour ne pas contrarier le principe d'une couche intacte. Il est nécessaire de nettoyer les parois du clocheton, en laissant ce qui reste en surface pour protéger la bande.

Cette méthode de nettoyage est schématisé sur la figure II.2.2. Il est important, par exemple, de remarquer que la plupart des entraînements de mattes se manifeste sur la face antérieure de la bande, qui suggère un problème de propreté du rouleau décambreur. Une des difficultés est le problème du faible débit (relativement aux autres lignes industrielles) des jets d'essorage de la Ligne A qui n'écarte pas de façon suffisamment régulière la couche visqueuse (Chapitre V). Il faut également critiquer les difficultés d'accès et d'appareils de nettoyage.

II.3 LES MESURES

Les mesures sont des outils qui ont pour objet de mieux caractériser des phénomènes. Elles sont essentielles pour la maîtrise d'une ligne de production. En général, il y a trois manières de réaliser des mesures sur une ligne de production: les mesures en continu, les mesures en discontinu, et les mesures ponctuelles. Les premières sont les meilleures. Autrement, on cherche un moyen de mesurer un phénomène d'une manière ponctuelle mais systématique (ie. discontinue). La fréquence d'une telle mesure est normalement limitée par des considérations pratiques (c-à-d son utilité vis-à-vis des sollicitations). Enfin, pour les mesures les plus difficiles à faire, on les fait une fois ou au moins rarement afin d'obtenir un renseignement, une valeur critique, etc., mais elles sont trop coûteuses en temps,... pour les faire systématiquement.

A part les mesures qui servent à vérifier un appareil, un processus,..., il existe celles qui servent à atteindre un but. Dans notre cas, parce qu'il n'existait pas de mesure de la quantité de mattes, nous cherchions à les calculer à l'aide des bilans matières pour nous

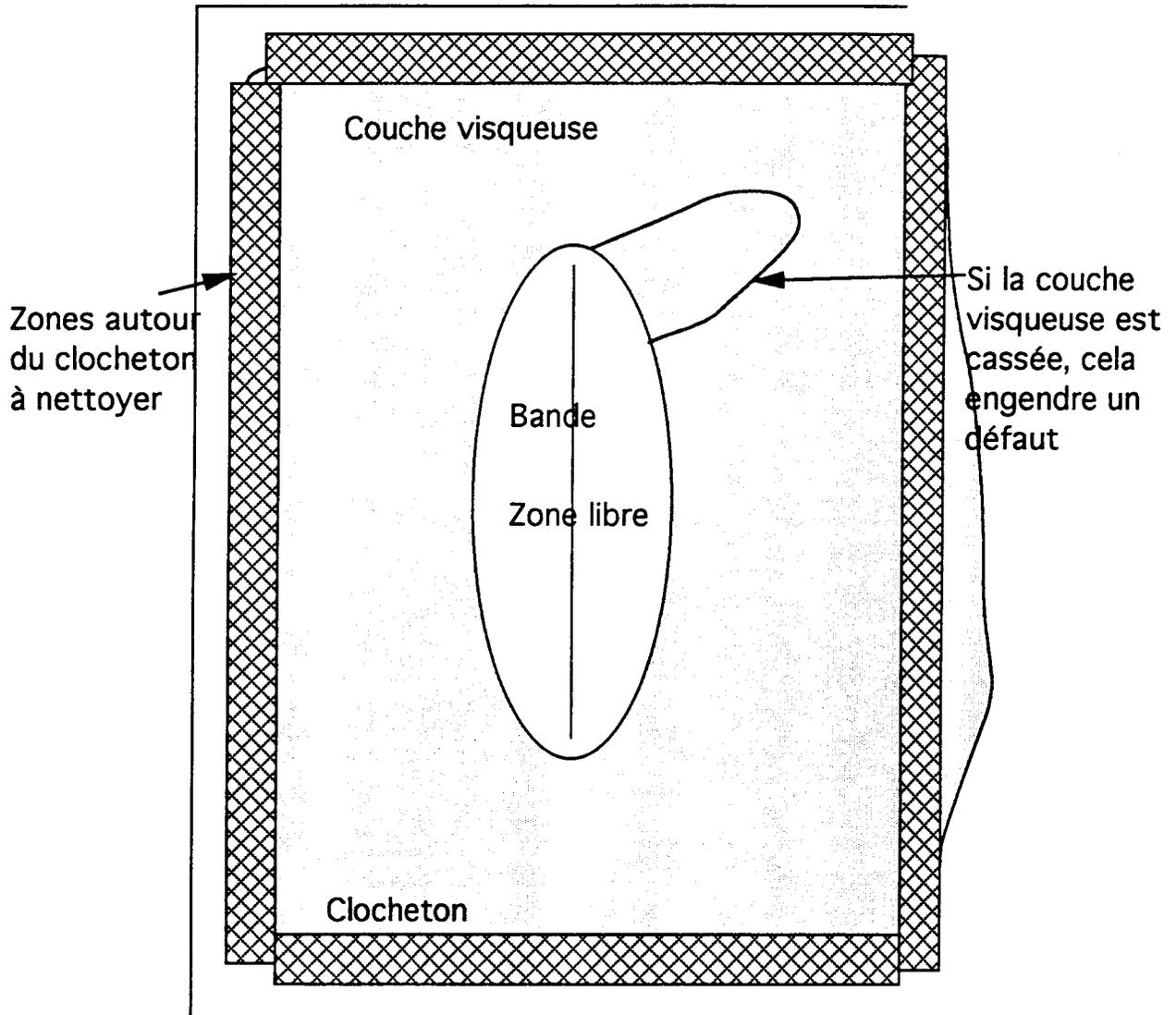


Figure II.2.2. Schéma du nouveau procédé de nettoyage.

Chapitre II

aider à quantifier notre progrès dans l'étude. Nous exploitions alors certaines mesures afin de fournir les informations qui manquaient. Nous avons également ciblé une mesure de la stabilité du processus global. Celle-ci nécessite des connaissances de Contrôle Statistique du Procédé que nous approfondirons dans le sous-chapitre suivant ainsi que certaines mesures particulières. Celles-ci ont eu pour but de mesurer et ainsi de permettre la stabilisation de certains subprocessus qui emmèneraient naturellement la stabilité globale de la ligne.

Ce sous-chapitre détaillera d'abord les mesures présentes en ligne dans les sections de préparation de la tôle (le four et le dégraissage), de galvanisation et d'essorage. Ensuite, nous traiterons la gestion informatique de ces mesures. Enfin, celles destinées aux bilans et celles particulières à l'étude de stabilité seront décrites. Nous noterons également le type de mesure et si elle a été présente au début de l'étude.

II.3.1 Les mesures de préparation de la tôle

Ces mesures se trouvent principalement dans les sections de dégraissage et dans le four de recuit. Les premières ont pour objet le réglage des paramètres gouvernant le dégraissage. Ceux-ci incluent la pollution dans les bacs, la conductivité, la température et la concentration de produit dégraissant. La majorité de ces mesures sont mesurées systématiquement (discontinues) entre une fois et trois fois par jour. Nous avons ajouté des mesures de l'état de surface de la bande (c-à-d, la propriété de la bande) avant l'entrée du four parce que nous nous sommes aperçus d'une relation entre cet état et la qualité du revêtement. Il a été par contre difficile de savoir si un défaut provenait de cet état de surface de la bande présent avant le four. La mesure de cet état était discontinue au début, mais est aujourd'hui réalisée (plutôt) ponctuellement.

Dans le four de recuit, la température maximale de la bande, et celle de la bande en bas de cloche (i.e. la température de la bande avant son entrée dans le bain) sont prélevées en continu. A celles-ci, nous avons ajouté la température de bande en haut de cloche (juste après les jets de refroidissement) et la température sortie préchauffage (cf. figure II.1.3) en continu parce que nous soupçonnions un manque de contrôle de température pouvant être à l'origine de la formation des mattes dans notre bain. Pour la même raison, nous avons ajouté une mesure continue de la performance des jets de refroidissement exprimé en **pourcentage ouverture**. Les températures sont lues par des pyromètres qui permettent une lecture sans contact, détaillés davantage en §IV.4.1. Le **point de rosée** (une mesure de l'humidité dans le four) est prise une fois par poste. La vitesse de bande est également surveillée en continu.

Chapitre II

II.3.2 Les mesures de galvanisation

Quant à la galvanisation, on mesure en continu les températures du bain de préfusion et du bain de travail à l'aide de thermocouples. A celles-ci, nous avons ajouté la température dans la goulotte (encore une fois à cause de la prépondérance du contrôle de la température). Celle-ci est également mesurée en continu par thermocouple, juste avant le déversement de zinc liquide dans le bain de travail. Une fois par jour, on mesure la composition du bain. Les mesures chimiques sont décrites dans la section III.1.2.

II.3.3 Les mesures d'essorage

Les mesures des ppm O₂ et la surpression dans le clocheton, ainsi que le débit d'azote d'essorage par distributeur, sont prises en continu selon la façon décrite au chapitre V. L'épaisseur du revêtement de chaque face de la bande est lue continuellement par une jauge d'épaisseur (jauge DMC) utilisant l'absorption des rayons X.

Il est important de noter que nous avons observé que cet essorage aide à nettoyer le revêtement en éloignant les hétérogénéités du bain de la bande, comme la couche visqueuse. Bien que les mesures existantes soient reconnues comme étant inadéquates pour assurer ceci, des mesures plus adaptées n'existent pas encore.

II.3.4 La gestion informatique des mesures

La majorité des mesures sur la ligne est gérée par un système d'ordinateur Siemens TELEPERM M (voir annexe). A l'aide d'un enregistreur analogique Siemens à six voies, nous avons pu suivre en même temps plusieurs paramètres importants afin d'observer leurs interactions.

II.3.5 Les mesures pour le bilan

Comme mentionné précédemment, une des difficultés les plus gênantes était d'évaluer certains paramètres tels que la quantité de mattes. Aucune mesure n'existant à ce niveau, un bilan matière pouvait alors servir à calculer ce que nous ne parvenions pas à mesurer directement. En revanche, pour réaliser celui-ci, certaines mesures manquaient. Par exemple, nous avons ajouté le poids de mattes enlevé du bain lors de chaque nettoyage (les plateaux). Avec l'arrivée du nouveau procédé de nettoyage, cela revient à une mesure une fois par poste. Nous détaillerons par la suite le reste des mesures nécessaires au bilan. Les bilans sont inclus en annexe.

Chapitre II

II.3.5.1 La Quantification des Mattes - analyses des plateaux

Lors du nettoyage du bain, on ramasse les déchets en surface et on les verse dans un plateau de nettoyage. La nature et la composition de ce prélèvement sont très importantes pour les bilans matière. Quelle est réellement la quantité de mattes prélevée considérant que le zinc peut être sous forme d'oxydes, de mattes ou de Zn pur? Dans un écrémage classique sur la Ligne A, trois plateaux sont prélevés. Le premier se compose principalement d'oxydes (les cendres des parois du clocheton) et sa masse est relativement faible. Le deuxième contient une grande partie de la couche visqueuse, avec plus de 10% de mattes. Quant au troisième, il contient principalement du zinc sans mattes. En abordant grossièrement un traitement de ces plateaux, une erreur importante risque d'être introduite dans le bilan matière.

On peut facilement peser les pains de mattes, mais il est difficile de connaître le pourcentage des mattes dans ceux-ci. Nous avons pu caractériser ce pourcentage dans des pains de nettoyage par analyse d'image où nous avons compté le pourcentage de l'image occupé par des mattes, en faisant une moyenne sur une dizaine d'images. Un premier essai a donné 10 % en poids de mattes, le reste étant du Zn (le pourcentage en poids d'oxyde est supposé être négligeable). Nous avons déterminé que cette valeur est représentative de la quantité moyenne, bien que, en fonction de l'échantillon, le pourcentage peut varier d'une manière importante.

Nous avons pu confirmer ce pourcentage par deux moyens:

- un bilan peut être fait en calculant par différence la quantité de mattes
- un échantillonnage traité par analyse chimique permet d'estimer leur abondance. Cette dernière méthode a permis de calculer une quantité de mattes dans les pains de nettoyage d'environ 12,75 % (6-24%). La couche visqueuse (§II.2.2) est l'élément du poids d'écrémage qui contient la plus grande partie des mattes. Elle devrait être évaluée différemment des oxydes et du zinc "pur" lorsque les bilans de matières sont calculés. Il vaut mieux ne pas supposer, par exemple, que le poids total enlevé du bain contient partout la même quantité de mattes. Des essais particuliers ont tenté de connaître plus directement le pourcentage de mattes dans les plateaux.

La Dézincification des Mattes

Selon la méthode de REUMONT [8] (voir la figure II.3.5.1), si l'on pouvait évaporer le zinc de la gangue de mattes dans les plateaux de nettoyage, on pourrait avoir une mesure plus exacte pour les bilans. Celle-ci n'a pas donné de résultats satisfaisants à cause d'une présence d' Al_2O_3 dans les échantillons de production, qui a empêché l'évacuation

Chapitre II

complète de zinc. Une étude en cours tente de casser cette "carapace" d'alumine, et les résultats semblent prometteurs.

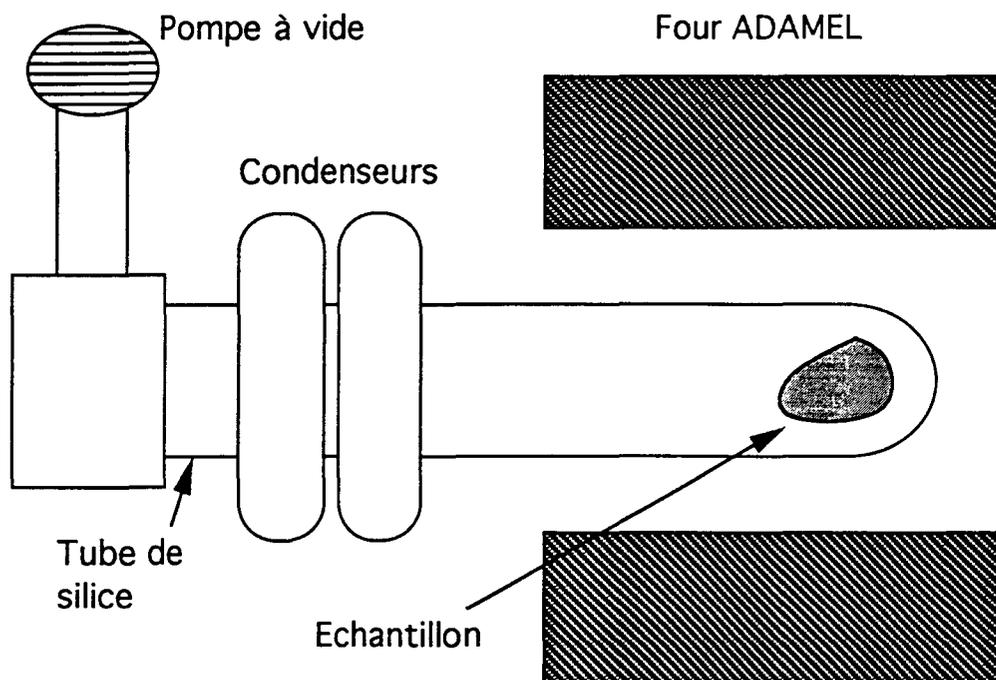


Figure II.3.5.1. Schéma du montage réalisé pour la dézincification des mattes.

II.3.5.2 Les Longueurs des Bobines

Il a également fallu connaître la longueur de la bobine dans la section galvanisation (qui n'est pas la même que celle mesurée à la fin de la ligne). Combinée aux mesures de l'épaisseur de zinc et aux largeurs de bande, cette longueur nous permet de calculer le volume du zinc sur chaque bande. Ce volume nous aide à calculer la consommation de zinc pour le bilan. Nous avons exploité la détection de la soudure déjà présente sur la Ligne A pour signaler l'arrivée d'un changement de bobine. En notant dans la mémoire du TELEPERM le début d'une bobine et le début de la suivante, et connaissant la vitesse de bande, le TELEPERM peut alors facilement calculer la longueur.

II.3.5.3 La Teneur en Aluminium du Revêtement

Afin d'accomplir un bilan matière, il a été nécessaire de connaître la quantité d'aluminium consommée par la bande durant la galvanisation. L'annexe décrit la méthode chimique employée. Contrairement à BRUMMITT ET AL[9], les résultats de cette étude montrent

Chapitre II

bien une correspondance entre le poids total du revêtement et cette quantité d'aluminium. Ceci peut être vu dans la figure II.3.5.3, qui montre que le pourcentage d'aluminium dans le revêtement varie inversement avec le poids du revêtement en suivant la relation approximativement linéaire suivante :

$$Al_r = 0,580 - 0,001P_r$$

où $Al_r = Al$ dans le revêtement et $P_r =$ poids du revêtement.

Cette approximation paraît suffisante ($\pm 20\%$ et $r^2 = 0,56$), pour une teneur en Al dans le bain de 0,155%, pour un bilan du système (Ligne A) mesuré. (Même si r^2 est un peu faible pour cette approximation, toutes les valeurs sont bien distribuées autour d'une moyenne. Donc, l'approximation de la valeur moyenne d'un grand nombre d'échantillons semble raisonnable.)

Cette correspondance semble également changer avec les teneurs en aluminium dans le bain. Celle-ci n'est pas encore un paramètre facilement contrôlé, et un rapport définitif n'a donc pas encore été établi. Avec une variation normale de la teneur en aluminium, un facteur de correction de:

$$\bullet \quad Al_n = \left(\frac{\{Al_b \times 10\} \{0,159 - Al_b\}}{0,32} \right) + Al_r$$

où $Al_n = Al$ dans le revêtement corrigé, $Al_b = Al$ dans le bain et $Al_r = Al$ dans le revêtement,

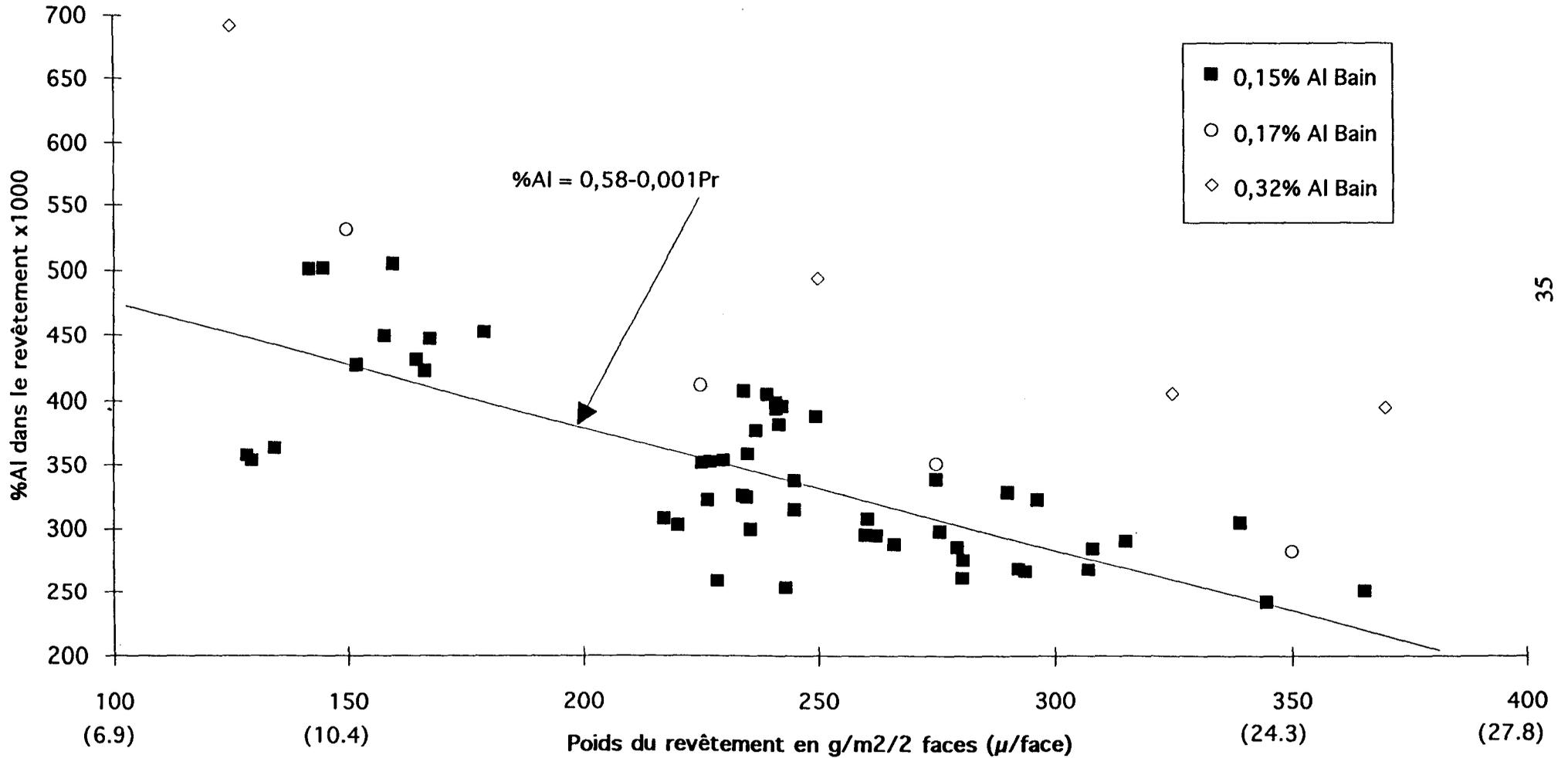
a été toutefois ajouté pour le compenser. En revanche, puisque la teneur d'aluminium est restée très stable durant la durée de l'étude, cette correction n'a montré qu'une faible influence jusqu'ici.

Ces courbes diffèrent légèrement de celles de la Ligne A, mais la forme est essentiellement la même, ce qui implique encore une fois qu'il y ait une couche inhibitrice riche en aluminium à la surface de la bande comme celle remarquée par FADERL ET AL [10] et d'autres auteurs, mais non par BRUMMITT ET AL.

II.3.5.4 La Teneur des Lingots

Pour le bilan, il était bien sûr indispensable de connaître la teneur en aluminium des lingots. Nos analyses ont mis en évidence que les lingots de zinc ne sont pas forcément

Figure II.3.5.3. %Aluminium dans le revêtement en fonction d'Al dans le bain et le poids du revêtement - Ligne A



Chapitre II

homogènes. La figure II.3.5.4 montre une photo d'un lingot à moitié fondu dont les analyses prises à des endroits divers figurent dans le tableau II.3.5.4. Une ségrégation de solidification est mise en évidence par la variation de la teneur en aluminium de 0,49 à 0,60%. Comme on verra en §III.2.2, le brassage peut servir à entièrement éliminer cet effet.



Figure II.3.5.4 Photo d'un lingot à demi-fondu et les points d'analyses.

Tableau II.3.5.4 Analyse en différents points du lingot

Point d'analyse	%Al	%Fe
A	0,494	0
B	0,5	0
D	0,538	0,002
E	0,6	0
G	0,518	0

II.3.6 Les mesures particulières

Celles-ci ont pour objet l'investigation de certaines hypothèses traitant des hétérogénéités du système de galvanisation qui peuvent fausser les bilans. Ceux-ci présupposent, en effet, une stabilité du processus durant la période du calcul. Ces hypothèses peuvent également expliquer les anomalies que nous avons remarqué lors de notre observation de la Ligne A ainsi que la présence inattendue de mattes. Trois de ces hypothèses seront détaillées par la suite. La première concerne la distribution de mattes dans le bain. La deuxième explore les températures dans le bain. La troisième vérifie celles de la bande.

II.3.6.1 La Stratification des mattes dans le bain

Une première hypothèse pour que les mattes soient entraînées exclusivement sur une face (côté décambreur - §II.2.2), évoque la possibilité de stratification des mattes dans le bain comme les particules dans la mer, ou les éléments dans les poches de coulée continue [11]. Cette idée est schématisée sur la figure II.3.6.1. Le fait que cette stratification est perturbée, puis que les mattes de celle-ci sont incrustées sur la bande, par le rouleau décambreur, pouvait expliquer pourquoi on n'avait des entraînements que de cette face.

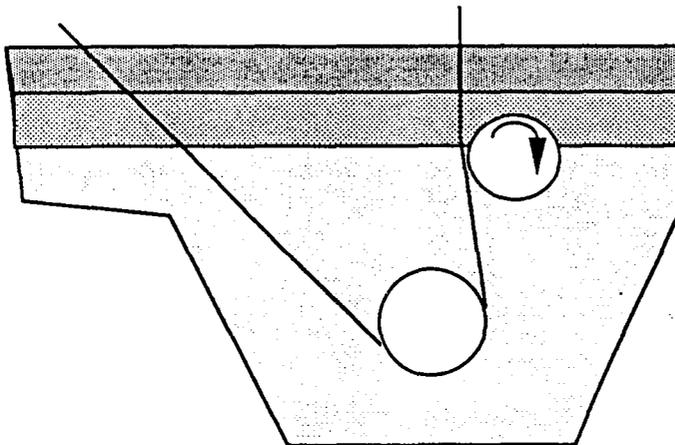


Figure II.3.6.1. Hypothèse de stratification des mattes dans le bain

Nous avons tenté de vérifier s'il existe une stratification dans le bain qui puisse expliquer certaines anomalies dans l'entraînement des mattes. Plusieurs méthodes ont été essayées afin d'observer une "vue en coupe" du bain. Bien que ces méthodes n'aient pas rencontré grand succès, elles ont réussi à mettre en évidence la couche visqueuse déjà

Chapitre II

citée (§II.2) et approfondie en §III.1.7 et même montré la grande homogénéité générale du zinc liquide.

II.3.6.2 Les Températures dans le Bain

Nous savons que la température joue un rôle fondamental dans la formation des mattes; deux aspects peuvent influencer cette formation - la température réelle du bain et l'existence de gradients de température.

Température Réelle

D'après BELISLE ET AL [12], la température réelle est importante pour la formation des mattes en ce qu'elle influence la **solubilité du fer** dans le bain. Théoriquement, le bain est moins sujet à former des mattes à des températures basses. En revanche, il faut distinguer la formation des mattes (germination des intermétalliques) et la solubilité du fer (le fait d'avoir du fer en solution dans le liquide). BELISLE ET AL constatent que ces deux phénomènes sont liés, et les données que nous avons obtenues semblent correspondre à leurs hypothèses. Grâce aux mesures des concentrations dans la cuve de travail effectuées pendant plusieurs mois, les produits de solubilité en fer ont été calculés et comparés aux valeurs sur le diagramme ternaire Fe-Zn-Al à 485°C. D'après ces calculs, le bain de travail de la Ligne A est constamment **sursaturé** en fer suggérant que le système est hors d'équilibre et forme vraisemblablement des mattes en permanence. Cette observation montre que le bain n'est pas dans les conditions prédites par les théories actuelles de la thermodynamique. Nous approfondirons ces idées plus loin (§III.1.4 et §IV.1).

Distribution des Températures

Il n'y a pas de raison de croire que le bain soit homogène en température. Il existe certainement un gradient de température dans la zone de pénétration de la bande dans le bain. De plus, il est possible que des zones plus chaudes existent autour des résistances qui servent à chauffer le bain. Enfin, la taille et la forme complexe de la cuve laissent penser que la température du zinc ne saurait y être égale partout et que les gradients thermiques pourraient être la cause principale de la formation des mattes.

Pour vérifier cette hypothèse, la température a été mesurée dans tous les endroits accessibles de la cuve de la ligne A, soit pendant l'opération normale soit pendant un arrêt de ligne sans l'équipement de fond, afin de déterminer les gradients présents. Des thermocouples normaux, ainsi qu'un **thermocouple différentiel**, ont été utilisés (voir annexe). Toutes ces mesures des gradients de température dans le bain de zinc ont montré une température étonnamment constante dans la partie liquide (c-à-d couche

Chapitre II

visqueuse excluse) du bain (inférieure à $\pm 1^{\circ}\text{C}$) même autour du déversement de la goulotte, mais la surface a montré un comportement particulier.

Il existe une couche visqueuse (§II.2.2) à la surface du bain (constituée normalement de mattes, de zinc et d'oxydes). Elle présente une température nettement inférieure à celle du bain. Ceci a été mesuré en fonction de l'épaisseur de cette couche à l'aide de thermocouples simples ou différentiels. La mesure la plus extrême était de 17°C plus basse que la température du bain. Lorsque la couche devient trop épaisse, elle "prend" en masse et devient presque solide; dans ces conditions des écarts de température de 80°C ont été exceptionnellement mesurés. Ceci suggérerait que l'échange de chaleur dans cette couche est très perturbé par rapport à la surface du liquide.

II.3.6.3 Les Températures de la Bande

Il est particulièrement difficile de mesurer la température d'une bande de tôle en mouvement rapide à l'intérieur d'une enceinte rigoureusement close, comme l'est la cloche d'une ligne de galvanisation. Pourtant, la connaissance de ce paramètre est, à l'évidence, essentielle et nous avons entrepris des mesures de ce genre grâce à un thermocouple dans un tube coudé et introduit derrière la cloche. Nous imaginions la présence de zones chaudes à cet endroit. On mesurait quotidiennement, la température au milieu de la bande et environ à un mètre au dessus du bain, par pyrométrie. Nous avons voulu mieux connaître la distribution de température de bande dans la cloche, croyant qu'elle pouvait y générer un gradient thermique important. Le tableau II.3.6.3 regroupe les résultats pour les endroits schématisés sur la figure II.3.6.3.

Si la température de la bande n'excède pas de plus de 4°C celle du bain, la température du zinc liquide n'est modifiée que dans une couche de 2 cm d'épaisseur (et là faiblement), au voisinage de la tôle. De plus, nous avons constaté que la température lue au contact de la tôle ne s'adapte à celle du bain que lentement, une homogénéisation de température tôle/bain étant imperceptible même après un parcours d'environ 50 cm dans le bain (nous ne pouvions la mesurer plus loin). Si l'écart de température bande/bain ($T_{\text{bande}} > T_{\text{bain}}$) est supérieur à 4°C , la température de la bande va diminuer, mais faiblement. Nous n'avons pas vu le cas où la bande entrerait à une température inférieure à celle du bain.

Ceci montre qu'il n'existe pas de trempe brutale comme supposé jusqu'alors et que les échanges thermiques entre l'acier et le zinc sont modérés. De plus, aucun dégagement de chaleur se traduisant par un pic de température dans les premiers centimètres n'a été détecté, comme le voudrait l'hypothèse de la formation brutale et instantanée des

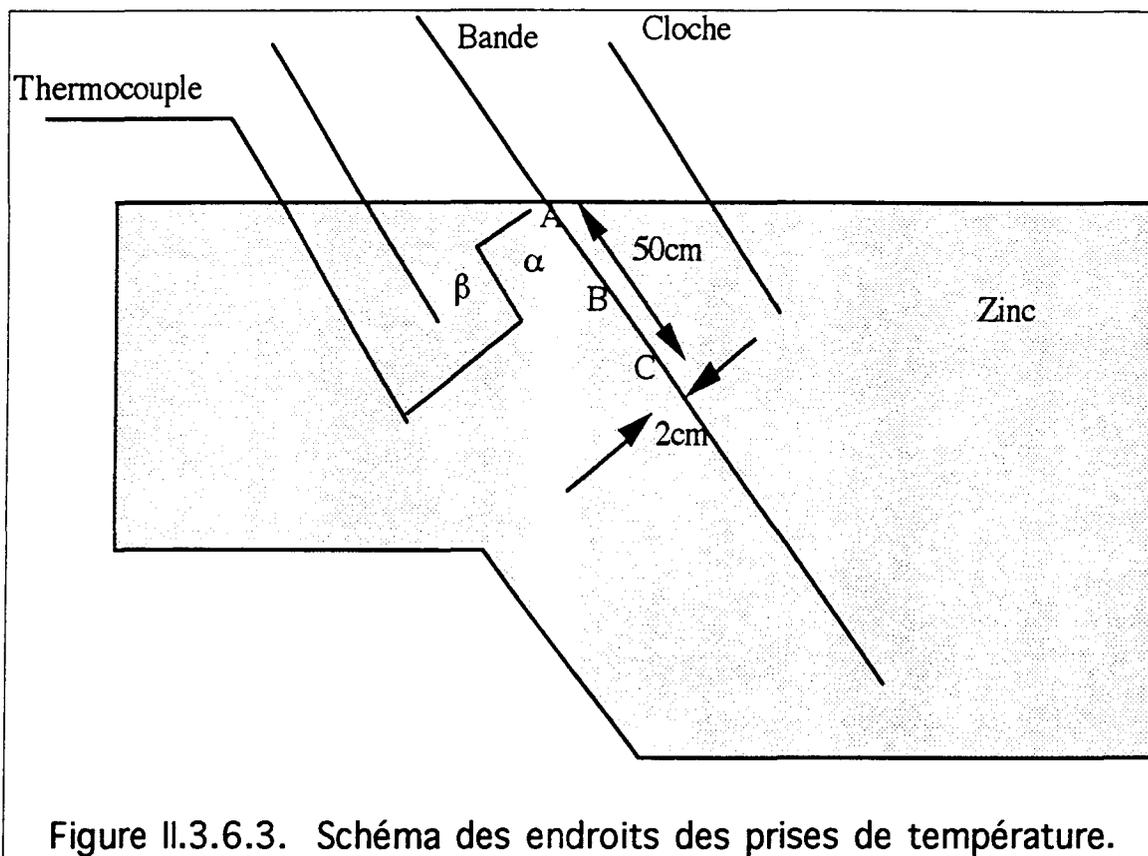


Tableau II.3.6.3. Exemple d'une répartition typique des températures sur la bande dans la cloche.

	<u>Rive Moteur</u>	<u>250cm</u>	<u>500cm</u>	<u>750cm</u>	<u>Rive Hall</u>
A	484	484	486	485	484
B	486	487	487	489	489
C	487	487	487	489	490
α	487	487	487	489	490
β	487	487	486	488	490
Temp. Bain	487	ajustée			
Temp. Pyrom	488	" "			

Chapitre II

composés de surface fer/aluminium fortement exothermiques. Ce manque de chaleur de réaction peut être expliquée par KÍUSALAAS ET AL[13], qui suggère qu'en présence d'aluminium, l'augmentation de température locale est négligeable, comme témoignée dans les motifs de germination du revêtement et ne pourrait être détectée par thermocouple. Les différences de températures plus importantes ont par contre montré un échange de chaleur important. Tout cela suggérerait que le transfert de chaleur liquide-liquide est nettement plus rapide que celui bande-liquide.

II.3.7 Résumé des mesures

les mesures ajoutées figurent en italiques

C = continue

D = discontinue

P = ponctuelle

Préparation de la tôle

paramètres de dégraissage - majorité D

température maximum dans le four - C

température en bas de cloche - C

point de rosée - D

vitesse de bande - C

état de surface (analyses de propriété de bande) - P

température sortie préchauffage dans le four - C

température en haut de cloche - C

pourcentage d'ouverture des jets de refroidissement - C

Galvanisation

température du bain de travail - C

température du bain de préfusion - C

composition du bain (% Al, % Fe) - D

température goulotte - C

Essorage

ppm O₂ dans le clocheton - C

surpression dans le clocheton - C

épaisseur de Zn sur chaque face - C

débit d'azote d'essorage - C

Bilan

poids de mattes (+ analyses de celles-ci) - D

quantification des mattes - P

longueur de bande - C

teneur en aluminium du revêtement - P

teneur en aluminium des lingots - P

Particulières

stratification - P

températures dans le bain - P

températures sur la bande - P

Chapitre II

Nous nous sommes rendus compte que ces mesures seules ne donnaient d'indices ni de la qualité du revêtement, ni de la stabilité du processus. Afin de maîtriser les mesures de notre progrès dans la lutte contre la formation des mattes sans intervention de causes imprévues ou incontrôlables, il nous manquait d'autres mesures. Cela nous a conduit au SPC.

II.4 CONTROLE STATISTIQUE DU PROCÉDE (SPC)

Il est devenu apparent à partir des mesures décrites au sous-chapitre précédant qu'il manquait à la Ligne A plusieurs mesures critiques, que maintes mesures étaient peu exploitées, et que le fonctionnement et la performance n'étaient pas évalués correctement. Les teneurs dans les bains, les températures de tôle et de bain, et même une évaluation continue de la qualité du revêtement étaient, par exemple, toutes trop variables, mal comprises ou bien inexistantes. Si une amélioration devait être observée, il aurait fallu stabiliser, contrôler ou maîtriser toutes ces mesures. Nous aurions ainsi un point de repère auquel il serait possible de comparer les apports de l'étude. Par contre, c'est une tâche gigantesque car une ligne de production se compose des milliers de parties, pièces et phénomènes.

Afin de pouvoir répondre à cette difficulté, il faut prendre du recul par rapport au problème. En fait, quel est le but final pour la production? La satisfaction des clients est basée sur une appréciation visuelle de la qualité de la bande. Les hétérogénéités du revêtement qui sont visibles sont causes de litiges. Il est donc nécessaire de mettre en œuvre un système pour mesurer l'homogénéité visuelle du revêtement et aussi pour l'optimiser. En revanche, il n'était pas, au début de l'étude, possible de contrôler beaucoup de paramètres. La ligne manquait de stabilité et d'une mesure de celle-ci. Pour cela, le contrôle statistique du procédé mis au point par Deming[14] est donc idéal pour la production.

II.4.1 La Variation Naturelle

Il n'est pas question de présenter ici un traitement approfondi des méthodes de **contrôle statistique du procédé (SPC)**, mais certaines informations sont essentielles pour comprendre cette partie de l'étude. Il est conseillé de lire FORD [15], ZAIDI [16] ou un autre ouvrage de référence pour une description plus détaillée. Il y a toujours une variation naturelle de taille, dimension, composition, etc. de chaque paramètre que l'on peut souvent représenter par une fonction gaussienne. Les lois de statistique décrivent certaines propriétés de telles variations, ainsi que d'un processus pour les exploiter. Pour nos besoins, ce processus a servi de base à cette partie de l'étude concernant l'évaluation

Chapitre II

des conditions sur la ligne de production. La Ligne A, au début de l'étude, était assurément dans une situation comme celle schématisée sur la figure II.4.1 [17], par rapport à la qualité du revêtement, où le procédé était "**non-prévisible**". Nous voulions naturellement avancer comme montré sur la même figure. En revanche, la Ligne A n'avait pas une mesure de la variation de son procédé. Le développement de celle-ci était donc une des premières étapes, et il est exposé dans le paragraphe suivant.

II.4.2 L'Evaluation de Qualité sur la LGA

On jugeait la qualité de bande par le nombre des litiges avec les clients et une appréciation non-systématique et mal-maîtrisée. Nous voulions aboutir à une meilleure homogénéité du revêtement de la bande, spécifiquement sans présence visible des mattes dans le revêtement, lorsque la bande passe devant le stand d'inspection.

Une inspection plus complète (c-à-d sur toute la longueur de la bobine et pour chaque bobine) a donc été réalisée. Ensuite, l'évaluation par les inspecteurs a été reprise et transformée sous forme quantitative de 1 à 4 (changé de 0 à 3 en février 1994). 1 signifie un revêtement sans présence de défaut visible; 2, défauts visibles par endroits; 3 défauts visibles sur toute la longueur; et 4, un déclassement pour défauts. Le chiffre est pondéré avec le pourcentage de longueur de la bande vis à vis de la longueur moyenne des bandes de la journée. Un exemple de cette évaluation, dénommé **indice de qualité**, se trouve sur la figure II.4.2. Bien que cette méthode n'est pas parfaitement objective, elle représente relativement bien les tendances de performance de la ligne.

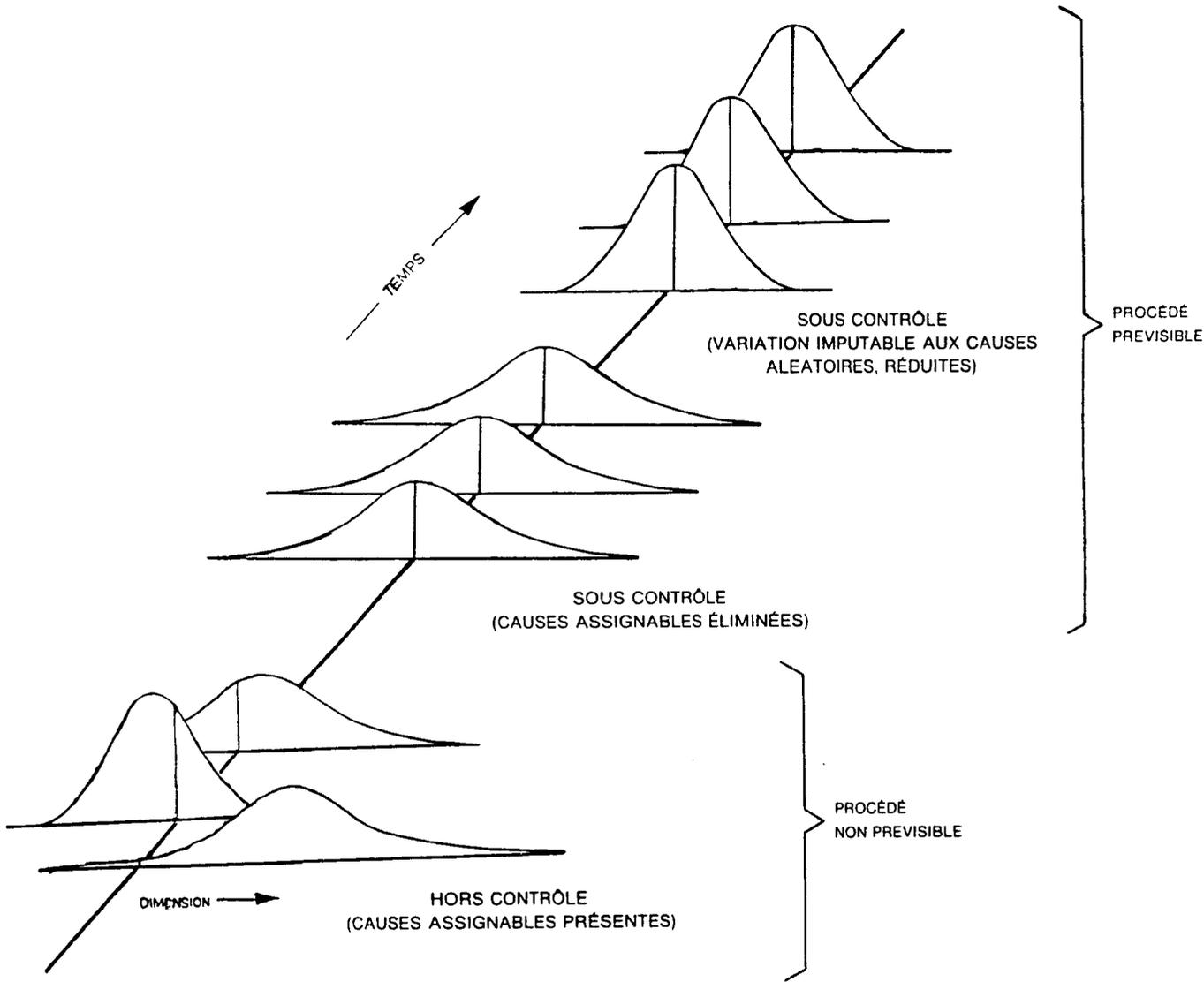
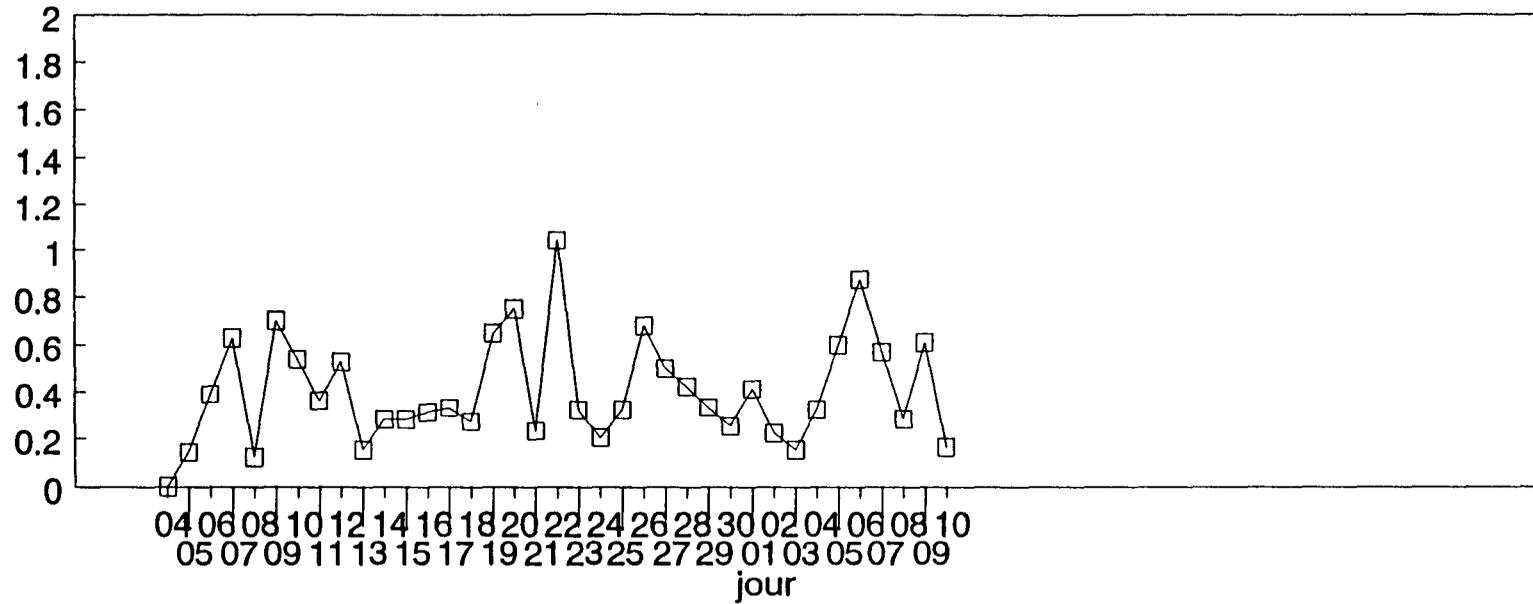


fig 10

Figure II.4.1 Schéma de l'évolution d'un procédé (tirée de FORD[17])

indice qualité (mattes) ligne A



ATTENTION NOUVELLE COTATION:

- | | | |
|----------|---|---|
| indices: | 0 | R.A.S. |
| | 1 | "mattes" ou "chapelets" par endroits |
| | 2 | "mattes" ou "chapelets" sur toute la longueur ou "grosses mattes" |
| | 3 | déclassement pour mattes |

l'indices calculé dans ce graphique correspond à une moyenne de l'indice de chaque bobine déterminé sur les feuilles de relevés LGA

Figure II.4.2 Exemple de l'évaluation de la qualité du revêtement sur la Ligne A.

II.5 CONCLUSION - LE SYSTEME DE GALVANISATION

Une ligne industrielle doit être traitée comme un système et non un ensemble d'opérations indépendantes. Les conséquences d'une erreur dans une opération se révéleront souvent dans une étape très loin de celle-ci. Pour commencer, nous avons donc observé le système entier de la Ligne A afin de repérer l'origine des entraînements de mattes, et nous avons ainsi découvert grâce à nos mesures que le système était instable ou "non-prévisible".

En définissant un indice de qualité, servant à quantifier la stabilité du système en ce qui concerne la qualité du revêtement, nous cherchions à le rendre stable. Les mesures sur la ligne ainsi que les bilans matières ont été également adaptées aux sections du système dont les perturbations influençaient beaucoup cet indice. Celles-ci sont:

- 1) les phénomènes dans le bain de galvanisation comme la couche visqueuse, dont un nettoyage mal réalisé peut engendrer une dégradation de l'indice de qualité due à un entraînement de mattes,
- 2) les caractéristiques de la bande entrante, comme sa propreté ou sa température suite au recuit,
- 3) la finition du revêtement, autrement dit, l'essorage.

Ces trois causes sont prépondérantes pour le comportement du bain de galvanisation en ce qui concerne la qualité du revêtement. Si l'on veut vraiment résoudre le problème de l'entraînement des mattes, il faudrait donc éliminer ou atténuer les perturbations à chaque étape de la galvanisation. C'est à dire que nous devons évaluer le nettoyage de la bande et le recuit de celle-ci ainsi que le bain lui-même. Il est donc nécessaire de comprendre les mécanismes qui provoquent l'entraînement des mattes. Par conséquent, plongeons-nous plus à fond dans le bain de galvanisation...

BIBLIOGRAPHIE

1. Van Vlack, L.: *Elements of Materials Science & Engineering, 4th ed.*, Addison-Wesley Publishing Co., 1980; pp. 208-213, 413-415.
2. Reed-Hill, R.E.: *Physical Metallurgy Principles, 2nd ed.*, Litton Educational Publishing, Inc., 1973; pp. 267-325.
3. Smith, W.F.: *Structure and Properties of Engineering Alloys*, McGraw-Hill, Inc., 1981; pp. 52-58.
4. Guttman, H., Bélisle, S., Gagné, M.: "Management of Continuous Galvanizing Baths with Emphasis on Aluminium", *Intergalva 91*, 3rd Int'l Zinc Coated Sheet Conf., Barcelona (Juin 1991); pp. 8-9.

Chapitre II

5. Graff, H., Roberts, T., Orts, D.: Ultrasmooth: A Two-Side Hot-Dip Galvanized Steel for Exposed Automotive Applications, SAE Int'l Congress, 16pg (Fév 1981).
6. Smith: *ibid* 3; pp.99-100.
7. Terminologie tirée de Heurtaux, J.: "Introduction à la galvanisation à chaud, 1ère partie", *GALVANO-ORGANO-TRAITEMENTS DE SURFACE*, AVRIL/84/545 (Avr 1984); pp. 315-316.
8. Reumont, G.: *ETUDE THERMODYNAMIQUE ET STRUCTURALE DU SYSTEME Fe-Ni-Zn APPLICATION A LA FORMATION DES MATTES EN GALVANISATION*, Thesis Paper, Ecole Centrale de Lille (5/1/90-defense); pp. 64-66.
9. Brummitt, G., Boston, S., Guttman, H., Bélisle, S.: Department of Aluminum in Continuous Galvanizing Baths, *Galvatech Proceedings*, (Amsterdam - Septembre 1992); pp 55-61.
10. Faderl, J.; Pimminger, M.; Schönberger, L.: "Influence of Steel Grade and Surface Topography on the Galvannealing Reaction.", (1992) *Galvatech Proceedings*, (Amsterdam - Septembre 1992); pp. 194-198.
11. Ilegbusi, O., Szekely, J.: Melt Stratification in Ladles, *Transactions ISIJ* 27, (1987); pp. 563-569.
12. Bélisle, S., Lezon, V., Gagné, M.: The Solubility of Iron in Continuous Hot Dip Galvanizing Baths, *Galvanizer's Association Mtg. Proceedings*, Monterrey, Mexico, 1-21 (October 1989).
13. Kiusalaas, R., Engberg, G., Klang, H., Schedin, E., Schön, L. Swedish Institute: Control of Texture and Formation of Intermetallic Phases in Continuously Hot-Dip Galvanized Coatings. *Galvatech Proceedings*, (Tokyo - 1989); pp. 485-492 .
14. Deming, W.E.: "On Some Statistical Aids Toward Economic Production", in "Interfaces", Volume 5, N°4, août 1975, The Institute of Management Sciences, Providence, RI, USA.
15. Ford Motor Co.: *Contrôle Statistique du Procédé*, Manuel d'utilisation.
16. Zaïdi, A.: *SPC: Concepts, Méthodologies et Outils*, TecDoc Lavoisier (1989), Paris.
17. Figure tirée de Ford: *ibid* 15; p. 10.

Chapitre III

III. INTRODUCTION - PHÉNOMÈNES DANS LE BAIN DE GALVANISATION

Nous avons vu précédemment que pour améliorer la qualité du revêtement, il est indispensable de maîtriser l'éloignement des défauts, surtout les mattes flottantes, de la tôle. Celui-ci est certainement fonction de la formation (et phénomènes liés à celle-ci), du comportement et du mouvement de ces mattes, ainsi que des interactions entre ces facteurs. Nous nous focaliserons donc sur les mattes afin de découvrir leur nature, leur comportement et le rôle des éléments qui les forment. Comme on le verra, ces caractéristiques dépendent du comportement du bain lui-même. Nous traiterons donc à la fois, le comportement et le mouvement des constituants dans le bain. Ceci nous permettra de connaître les facteurs qui régissent les mattes, ainsi que de commencer à les contrôler, à les réduire, voire à les éliminer. Il faut signaler que ces informations ont déjà fait l'objet d'une publication: GAST-BRAY ET AL [1].

Tout d'abord, ce chapitre discutera donc de la nature et du comportement des mattes. Ensuite, nous détaillerons la distribution de l'aluminium et ses effets, parce qu'il joue un rôle prépondérant dans la formation et le comportement des mattes. Enfin, nous étudierons les mouvements dans le bain pour mieux comprendre le comportement des mattes vis à vis du revêtement.

III.1 LA NATURE DES MATTES

Pour connaître les acteurs dans l'histoire des mattes, commençons par le diagramme de phases Fer-Aluminium comme le montre la figure III.1.0.1 [2]. Ce diagramme présente, à des températures d'intérêt pour cette étude (c-à-d, entre 400 et 550°C), un grand domaine α (incluant la phase ordonnée, Fe_3Al), et des intermétalliques FeAl_2 , Fe_2Al_5 et FeAl_3 , ainsi que de l'aluminium solide dissolvant peu de Fe. Pour notre étude, nous nous concentrerons sur Fe_2Al_5 , les autres n'intervenant pas. Sa structure cristalline est composée d'un réseau orthorhombique dont les paramètres de maille sont listés dans le tableau III.1.0.1*. Sa concentration en aluminium s'étend de 70 à 73 % atomique.

Passons maintenant au diagramme Fe-Zn (figure III.1.0.2). Il présente également un α qui est relativement grand ainsi que les phases Γ (Γ_2 étant une phase ordonnée de Γ_1), δ et ζ . Le Zn ne dissout que très peu de Fe entre 400 et 550°C. Ceci nous permet de connaître les acteurs principaux qui fréquentent la scène de la galvanisation: Γ , δ et ζ . Le Γ_1 est un cristal cubique centré et la concentration en Zn s'étend de 68 à 74% atomique. Le Γ_2

* Les données cristallographiques proviennent de JCPDS-ICOD.

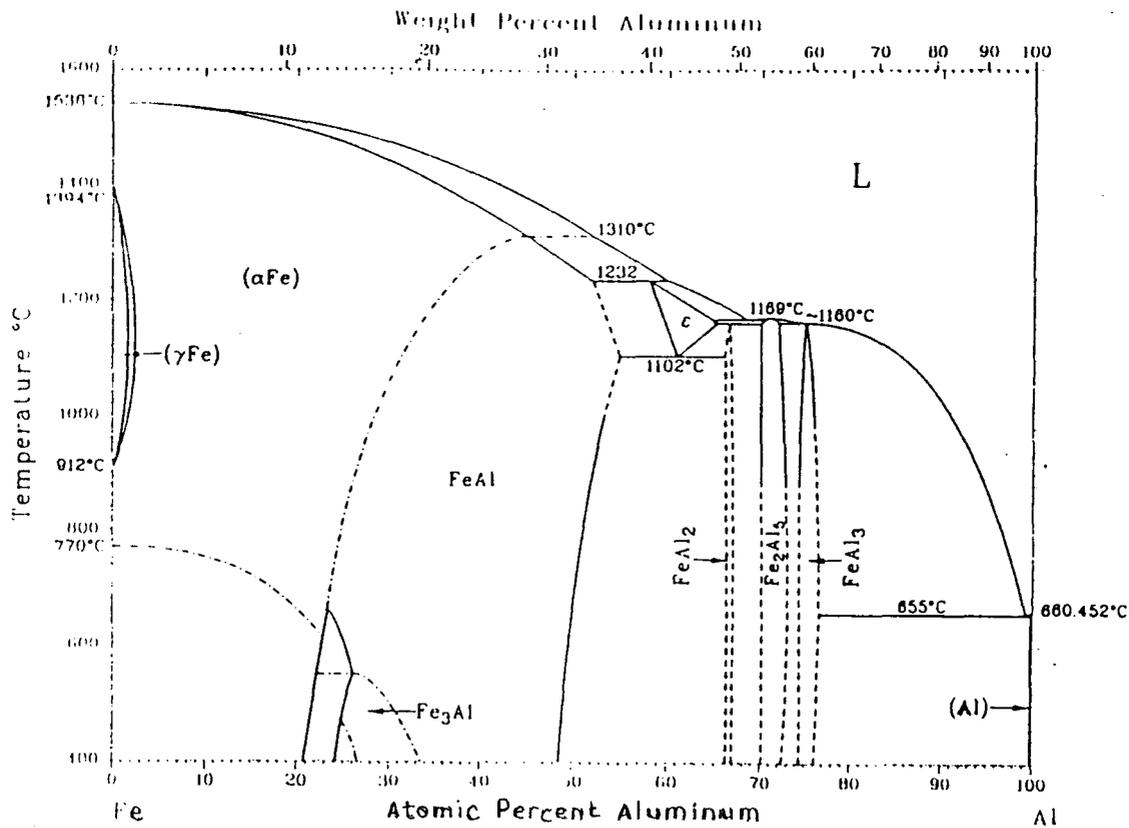


Figure III.1.0.1 Diagramme de phases Fe-Al

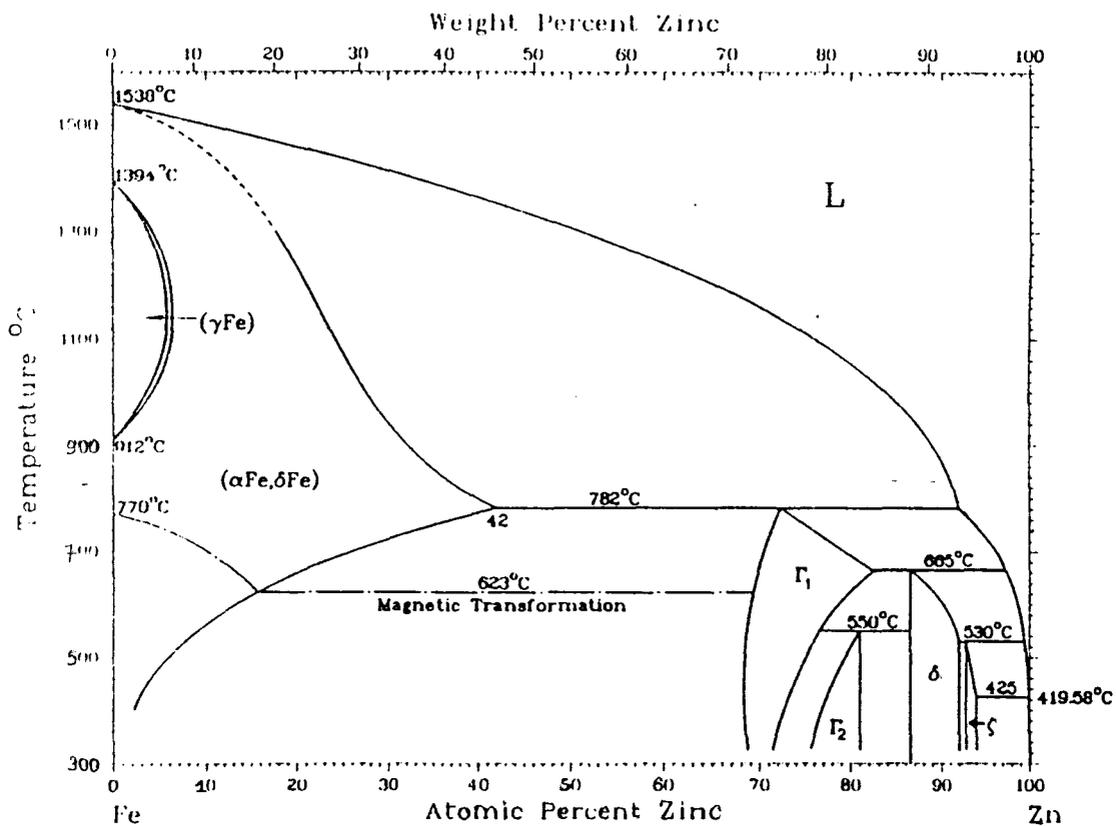


Figure III.1.0.2 Diagramme de phases Fe-Zn

Chapitre III

est cubique à faces centrées et sa concentration en Zn varie de 78,5 à 81%. Le δ est un cristal hexagonal comme le Zn, contenant entre 86 à 92 % Zn atomique. Le ζ , qui est le seul composé stoichiométrique, est monoclinique et sa concentration en Zn varie de 92,5 à 94% atomique.

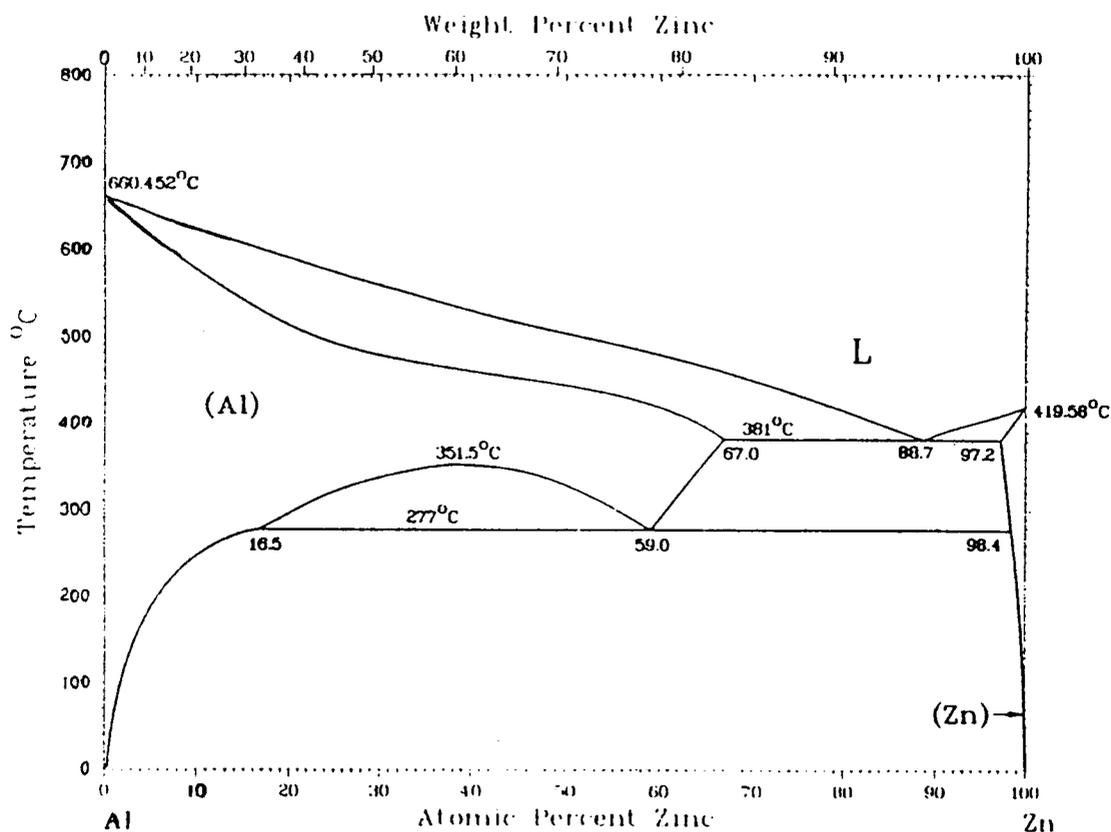


Figure III.1.0.3. Diagramme de phases Al-Zn

A titre d'information, le diagramme Al-Zn est montré sur la figure III.1.0.3. Il ne présente ni de phase ni d'intermétallique intermédiaire. En revanche, les faibles solubilités des états purs de ces éléments montrent que l'aluminium et le zinc ont peu d'affinité l'un pour l'autre. Le tableau III.1.0.1 résume les caractéristiques des phases importantes à notre étude.

Chapitre III

Tableau III.1.0.1. Caractéristiques des composés concernés par notre étude.

Phase	Système cristallin	Paramètres de maille	Nombre d'atomes par maille	Masse Volumique (g/cm ³)	Microdureté [3] (HV)
η(Zn-solide) {liquide}	hexagonal	a,b = 2,66Å c = 4,95Å	2	7,14 {6,48}	52
Fe ₂ Al ₅	orthorhombique	a = 7,675Å b = 6,403Å c = 4,203Å	3,5	4,17	Zn-rich 550 Fe-rich 810
Γ ₁	cubique centré	a = 8,979 à 8,993Å	52	7,36	326 ([2])
Γ ₂	cubique à faces centrées	a = 17,963Å	408	7,20	550 ([2])
δ	hexagonal	a,b = 12,8Å c = 57Å	551±5	7,25	Zn-rich 376 Fe-rich 488
ζ	monoclinique	a = 10,86Å b = 7,61Å c = 5,10Å β = 100°32'	28	7,18	Zn-rich 250 Fe-rich 300

Le système ternaire à 450°C est représenté en figure III.1.0.4a et sous forme simplifiée sur le schéma III.1.0.4b. Les solubilités d'aluminium et de fer sont faibles dans le zinc. De plus, la majorité des limites de domaines converge vers le coin riche en zinc de ce ternaire, créant une situation où pour une faible quantité de fer dissout dans le zinc, on voit très vite apparaître la précipitation de divers intermétalliques. Ceci est très important pour la réaction de galvanisation en continu.

Rappelons que le terme **matte** est pris dans le sens de **matte de surface**, une agglomération de particules intermétalliques dont la structure de base est Fe₂Al₅ contenant du zinc en substitution dans la maille à raison de 17 à 21% massique à 450°C (encore plus importante à 485°C comme dans le système spécifiquement étudié ici). Sa masse volumique est inférieure à celle du zinc liquide pur, ou même à celle du Zn-0,5Al (4,17g/cm³ [4] pour Fe₂Al₅ pur, probablement plus proche de 4,5 s'il contient beaucoup de zinc infusé, par rapport à 6,5g/cm³ [5] pour du Zn liquide pur à 485°C). Elle a, donc, tendance à flotter à la surface du bain de galvanisation.

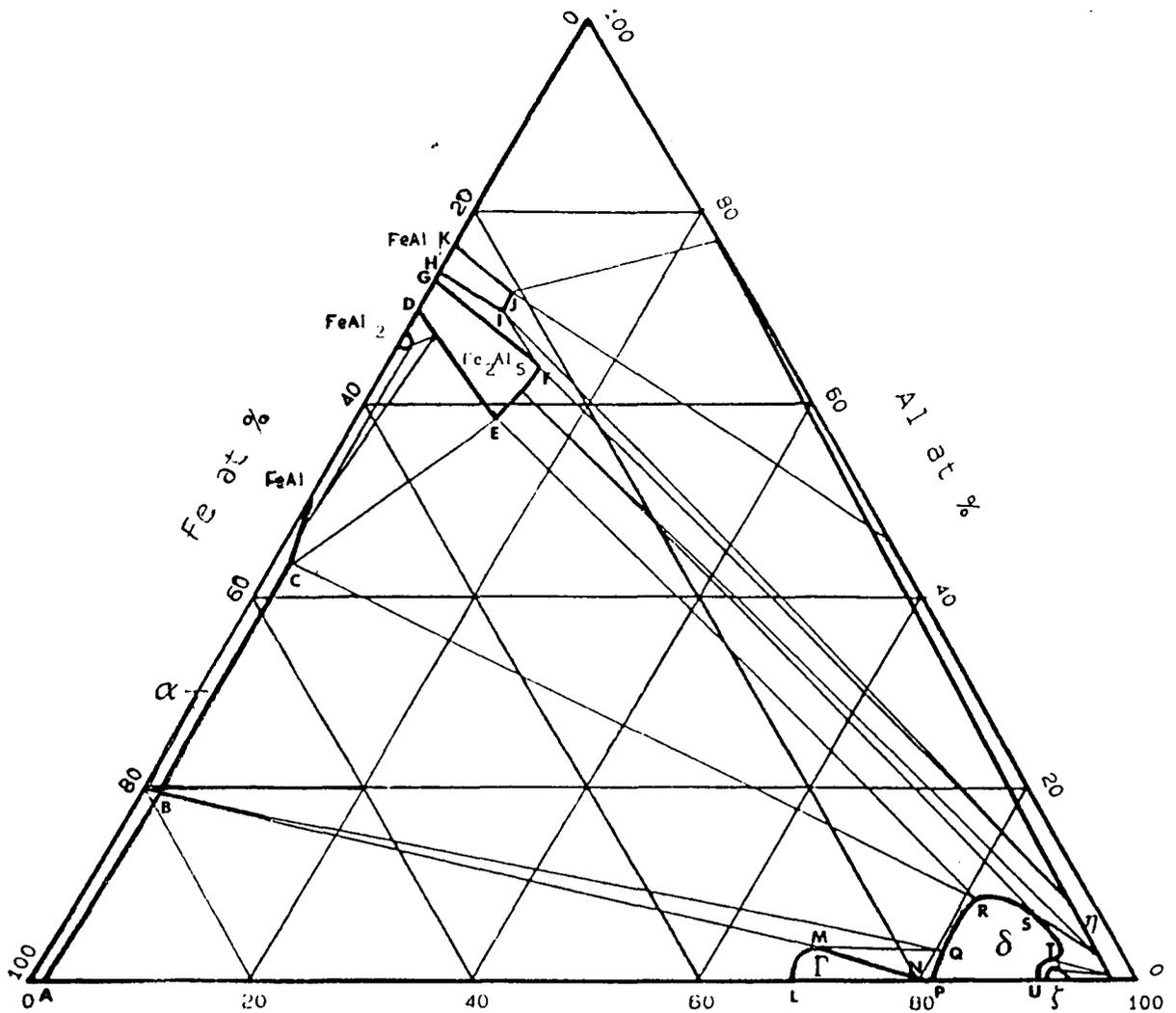


Figure III.1.0.4a Diagramme ternaire Fe-Zn-Al à 450°C.

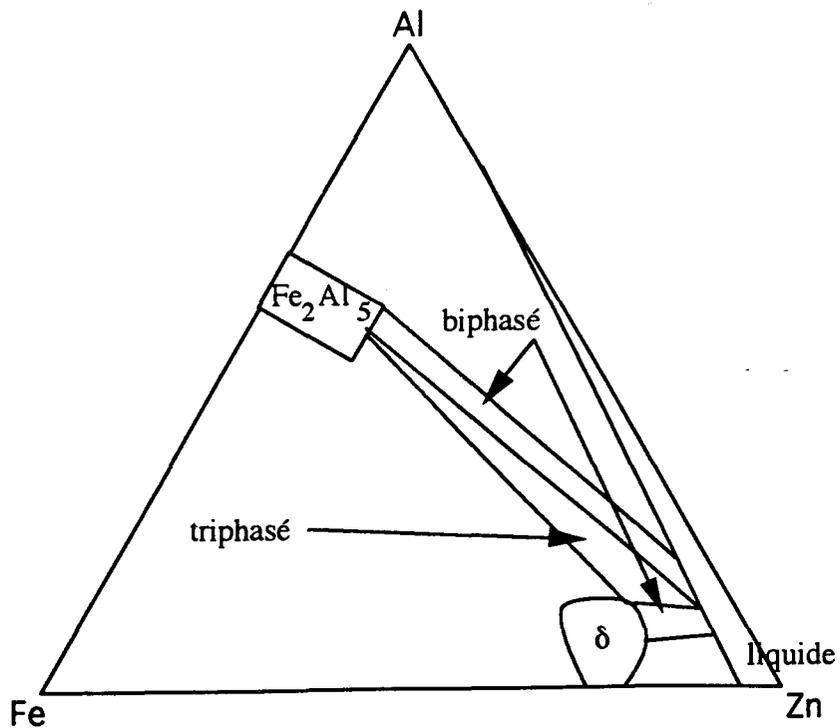


Figure III.1.0.4b Schéma simplifié du diagramme ternaire Fe-Zn-Al à 450°C pour mettre en évidence les équilibres importants à la galvanisation en continu.

Dans ce travail, on suppose que le bain contient suffisamment d'aluminium pour empêcher la formation des mottes de fond (phase δ), c'est à dire à un taux supérieur à 0,15% massique (comme le point A sur la figure III.1.0.5). S'il contenait une quantité inférieure à 0,12% massique, cela mettrait le système en équilibre δ -liquide (point B), précipitant des **mattes de fond**. Pour une explication plus détaillée de ce phénomène et des mattes de fond, il est conseillé de se référer à HORSTMAN [6], NOTOWIDJOJO ET AL [7], YAMAGUCHI ET AL[8] ou GUTTMAN ET AL[9].

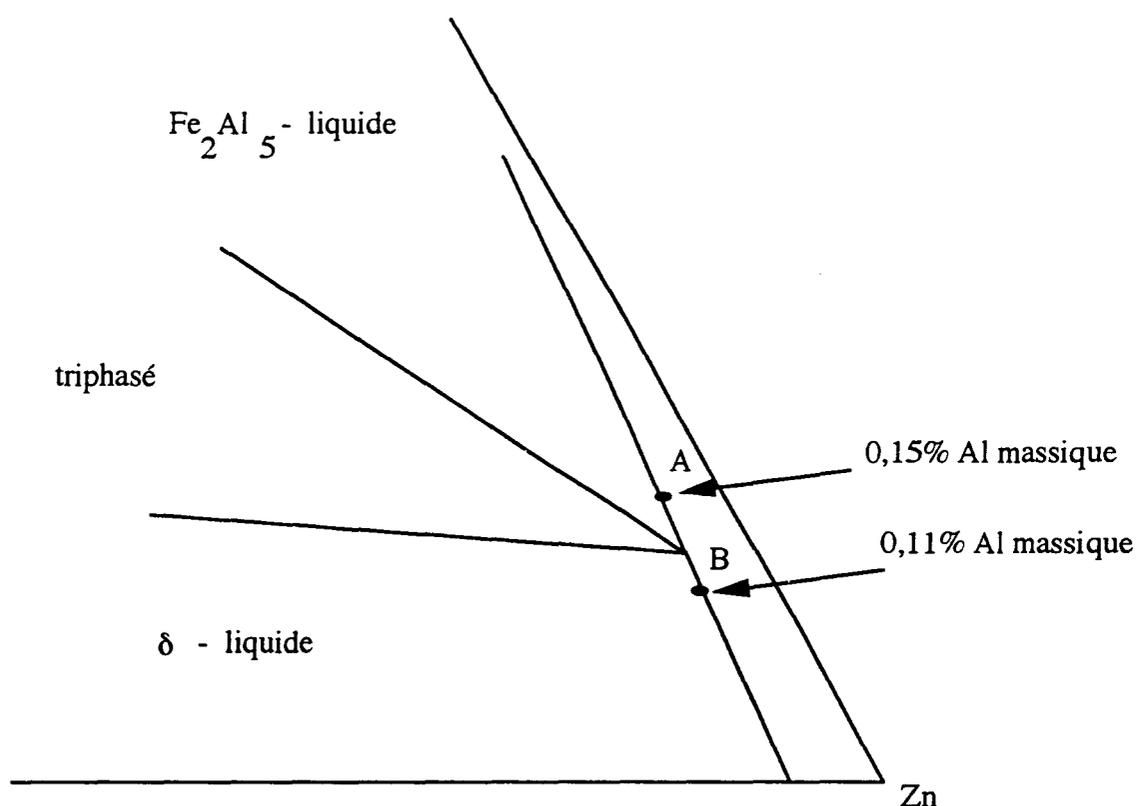


Figure III.1.0.5 Schéma simplifié du coin riche en Zn du diagramme ternaire Fe-Zn-Al à 450°C. Le point A représente un bain dont l'équilibre ne provoque pas de mattes de fond: le point B, un équilibre qui les provoque.

Chapitre III

En ce qui concerne les mattes flottantes, elles seront traitées aux niveaux suivants:

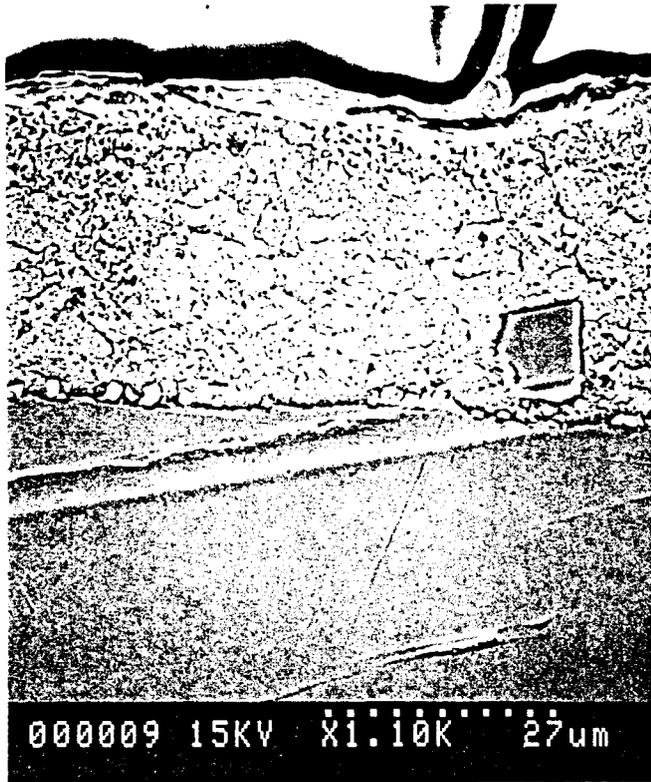
- 1) macroscopique - d'abord, nous allons décrire en §III.1.1 le problème de celles-ci à un niveau visible pour les galvaniseurs et les clients.
- 2) analytique - en §III.1.2, nous explorerons les méthodes par lesquelles on les analyse et en §III.1.3, les résultats de ces analyses.
- 3) individuel - en §III.1.4, lorsque l'on parle des mécanismes de la formation des mattes, il est évident que le sujet se complique rapidement. De quelle formation parle-t-on? Parle-t-on de la germination d'une matte ou bien de son apparition qui comprend une germination et une croissance pour devenir visible? Afin de faciliter le concept de base de ces mécanismes, nous avons subdivisé notre discussion en six parties.
- 4) comportement - enfin, nous exploiterons les connaissances acquises dans les sections précédentes en vue de découvrir le comportement des mattes dans la couche visqueuse (§III.1.5) et dans le bain en général (§III.1.6).

III.1.1 L'aspect macroscopique des mattes: la génération des défauts

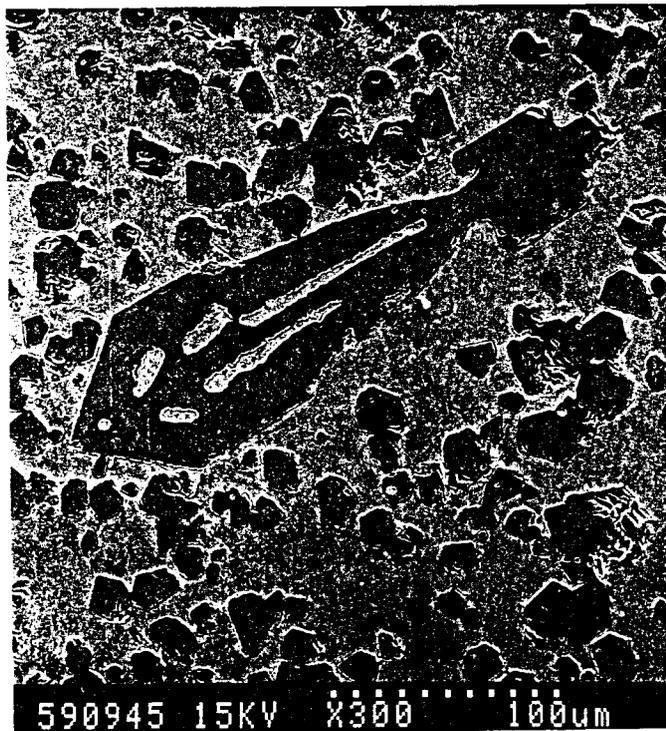
Afin d'aborder le problème des mattes, il est important de comprendre pourquoi la présence de celles-ci est gênante. Une des raisons de la persistance des entraînements des mattes sur la Ligne A, contrairement à la plupart des lignes industrielles, est qu'elle tourne à une faible vitesse. D'après les normes de l'industrie, l'essorage de la bande est moins efficace en dessous de 40 m/min. Le fait que tout l'équipement de galvanisation est aussi plus petit que celui des autres galvaniseurs ne permet pas d'avoir assez de place pour éloigner suffisamment les mattes de la bande. La Ligne A sera donc plus susceptible d'être gênée par les mattes que la plupart des lignes industrielles.

Les mattes sont présentes dans tout l'ensemble du bain de galvanisation. Les plus fortes quantités se trouvent en surface dans la cloche et autour du déversement de la goulotte, et en grande quantité, en surface dans le clocheton et derrière la cloche. Il y en a relativement peu ailleurs. Individuellement, elles sont de plusieurs tailles et de forme géométrique (figure III.1.1.1), mais habituellement elles sont petites, de l'ordre des dizaines de microns - donc trop petites pour être individuellement observables. En revanche, si elles sont trop nombreuses dans un petit espace, elles deviennent visibles. Si elles grossissent, elles peuvent griffer ou emboutir la tôle ou l'équipement, voire être visibles individuellement dans le revêtement.

Si les petites mattes sont entraînées en quantité suffisante par la bande, cela provoque une hétérogénéité inacceptable pour les clients les plus exigeants surtout parce qu'elles forment une surépaisseur et sont souvent visibles à travers la peinture. Cette



a



b

Figure III.1.1.1a et b. Photos des mattes: (a) illustrant que la petite taille des mattes n'est normalement pas visible dans le revêtement, et (b) illustrant leur formes géométriques, mais diverses.

Chapitre III

hétérogénéité n'influence guère, les propriétés du revêtement. Il existe la possibilité d'avoir plusieurs sortes de défauts dus aux mattes. Les quatre principaux sont les suivants:

- 1) les **mattes aléatoires**,
- 2) les "**chapelets de mattes**",
- 3) les **mattes des nettoyages classiques** et
- 4) les "**macarons**".

1) Les mattes aléatoires sont la cause la plus fréquente des défauts dus aux mattes sur la plupart des lignes industrielles. Celles-ci sont illustrées par le schéma III.1.1.2 car une photo les met difficilement en évidence. Un défaut de ce type se caractérise normalement par une zone couverte de petits points brillants.

Ce défaut est davantage présent lorsque la cuve de préfusion ne fonctionne pas et que l'on alimente directement la cuve de travail avec les lingots de zinc (Dans ces conditions, la zone d'apparition est de préférence du même côté que l'alimentation elle-même - ce qui distingue ce défaut dans le cas de la Ligne A). Le skin-pass peut souvent masquer ces défauts. Ceux-ci sont par contre relativement rares sur la Ligne A, surtout par rapport au type suivant.

2) Les chapelets de mattes sont l'objet principal de cette étude. Ils se manifestent sous forme de petits amas de mattes entraînés par la bande, alignés dans le sens de la longueur, d'où le nom de chapelets. Une photo représentative et, à titre indicatif, son schéma sont montrés en figure III.1.1.3 avec son schéma à côté à titre indicatif. Ces chapelets se trouvent le plus souvent du côté hall, mais néanmoins fréquemment ailleurs. La structure qu'ils présentent sur la bande suggère que leur origine est plutôt mécanique que chimique, puisque cette dernière aurait tendance à être mieux répartie ou moins linéaire. A titre d'exemple, tout d'abord des chapelets typiques commencent à apparaître du côté hall à un tiers de la distance de la rive hall, exclusivement sur la face antérieure de la bande en sortie du bain. Ensuite, progressivement, ils s'étalent de chaque côté du point d'origine et finalement ils peuvent apparaître au hasard sur la face antérieure pendant des heures, voire des jours. Les chapelets n'apparaissent que plus rarement sur la face postérieure.

3) Les mattes des nettoyages classiques sont en fait composées de plusieurs défauts de mattes (1, 2 et 4 plus des défauts dus à la présence d'oxygène dans le clocheton)

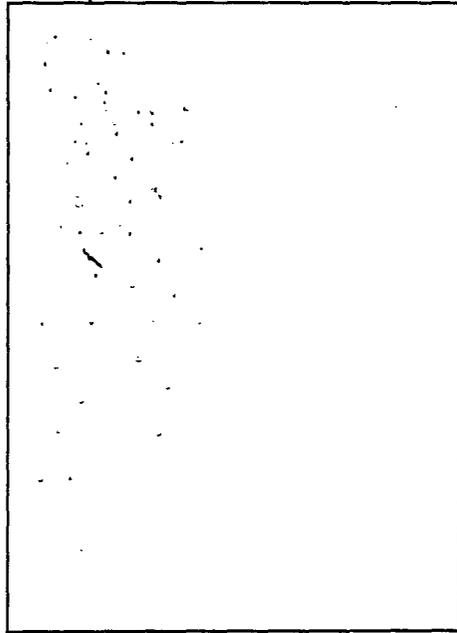
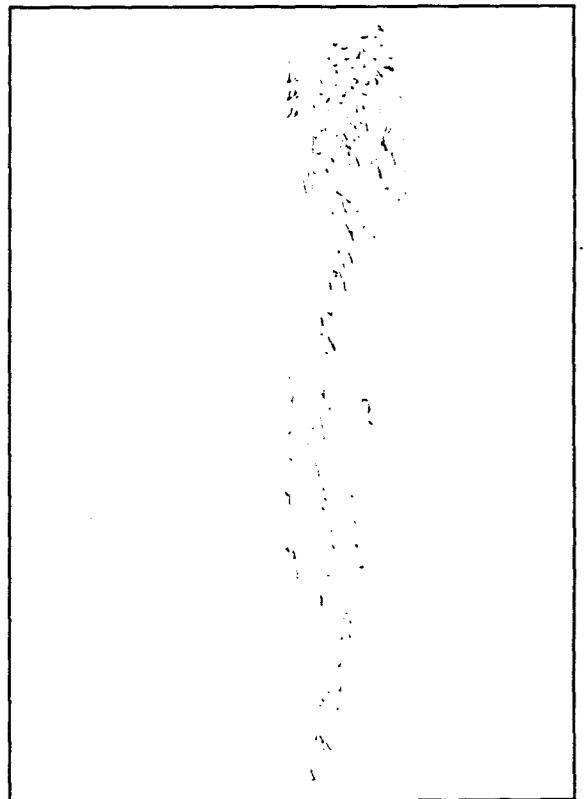


Figure III.1.1.2. Schéma des mattes aléatoires sur une tôle.



a



b

Figure III.1.1.3a et b. Photo et schéma d'un chapelet de mattes.



a



b

Figure III.1.1.4a et b. (a) présente une vue macroscopique d'un défaut type-"macaron", (b) présente une vue en coupe de sa microstructure.

Chapitre III

entraînés simultanément. Elles sont déjà décrites en §II.2.2. Le nouveau type de nettoyage les a éliminées définitivement.

4) Les macarons sont un défaut plus récent et semblent par contre attribuables au nouveau type de nettoyage (§II.2.3). Lors de celui-ci, étant donné qu'il existe actuellement très peu de place entre le clocheton et la cloche, il est très facile de casser la couche visqueuse dans la partie d'accès difficile. Ceci amène une grosse tache de couche visqueuse sur la tôle qui est ensuite écrouie provoquant le défaut montré en figures III.1.1.4a et b. Le défaut devient donc ondulé du fait de la surépaisseur locale. Avant de modifier le clocheton pour en faciliter l'accès, le seul moyen d'empêcher ce défaut est de nettoyer le plus soigneusement possible.

Bien que plusieurs phénomènes ont souvent obscurci les causes et la distinction entre les types de mattes (surtout les deux premiers), les conditions de formation qui les entourent sont quand-même distinctes.

Un essai a clairement mis en évidence une différence entre les mattes aléatoires et les chapelets. Les deux sont constitués de Fe_2Al_5 , mais d'origine distincte. A l'aide d'une mesure de la quantité de mattes par mois (voir §II.3), on a obtenu moins de mattes prélevées du bain pendant les mois où les bains avaient davantage d'aluminium ce qui correspond constatations de BELISLE ET AL [10] d'une chute en solubilité de Fe avec une teneur croissante en aluminium (Cette idée est approfondie en §III.1.3). Cela ne veut pas dire que la quantité de mattes entraînés sur la bande soit réduite. Il semble que l'on ait quand-même eu un problème de mattes sur la bande pendant de telles périodes.

III.1.2 Les prélèvements et les analyses

Prélèvements

Les prélèvements du bain sont critiques puisqu'ils jouent sur la qualité et la précision des mesures et des analyses de mattes. Les difficultés de ceux-ci font l'objet d'un article par GAGNE ET AL[11]. Nous allons en discuter quelques unes par la suite.

Ces auteurs constatent que les mattes sont en suspension dans l'ensemble du liquide, bien qu'elles devraient normalement monter en surface (en effet, il y en a davantage en surface, dans la couche visqueuse §II.2 et §III.1.5). Ils attribuent cet effet aux turbulences et à l'écoulement dans le bain. Il est donc presque impossible d'obtenir un échantillon du liquide du bain sans mattes. Les mattes peuvent se former dans l'appareil de prélèvement lors de celui-ci (Différents appareils ont été utilisés: une "théière", un

Chapitre III

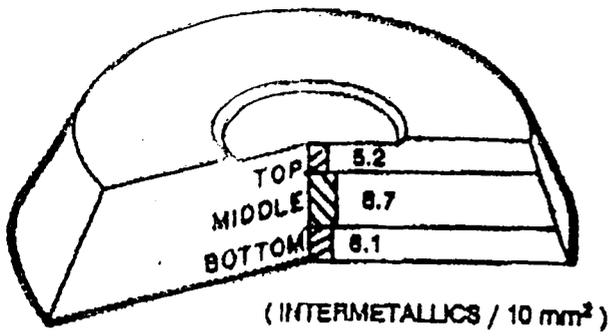
aspirateur à travers un filtre céramique, une louche, etc.). Elles peuvent également se stratifier dans l'appareil (cette fois-ci, une louche) comme le montre la dispersion des mattes dans les disques spectrographiques de GAGNE ET AL (les schémas sont repris dans la figure III.1.2.1). Leur partie supérieure est vraiment la partie inférieure de la louche de prélèvement et les mattes sont ainsi stratifiées par une ségrégation de solidification car le centre est toujours le dernier à solidifier. Les concentrations dans un échantillon ne sont donc pas nécessairement les mêmes que celles de l'endroit prélevé.

D'autres difficultés se sont manifestées lors de notre étude. Il n'y a aucune mesure existante de la quantité de mattes dans le bain. Si nous avons réussi à mesurer cette quantité une fois à l'aide d'un bilan, il est probable que lors du changement de bande, de lingot, etc., elle varie. Un autre exemple de variabilité dans les prélèvements est la couche visqueuse dont on ne pouvait obtenir un échantillon sans perturbation et sans pollution par le zinc liquide. Plusieurs techniques ont été tentées afin d'obtenir des mattes dans certains endroits et conditions, mais, en fin de compte, la plus efficace était la plus simple - une louche utilisée avec soin.

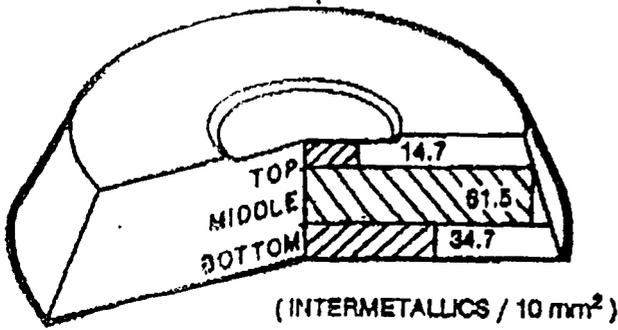
Méthodes d'analyse

GAGNE ET AL constatent que l'absorption atomique est la plus reproductible des méthodes d'analyse. Elle a été reprise, ici, pour cette étude. Des essais croisés avec d'autres laboratoires, ainsi que des expériences statistiques internes, montrent que les analyses globales sont précises à $\pm 0,01\% \text{Al}$ et $\pm 0,001\% \text{Fe}$ pour celles du bain. Mais, il faut également tenir compte d'autres variations incluant les différences entre les préleveurs, les variations quotidiennes sur la ligne, etc.

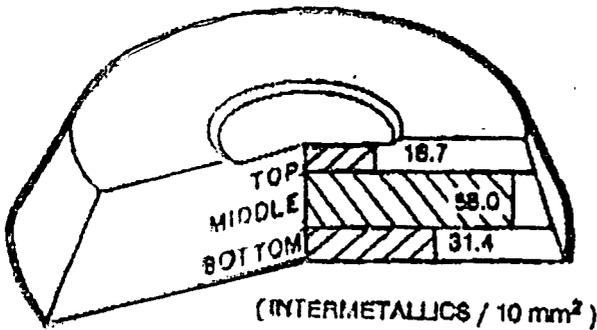
Cependant, pour les mattes, l'analyse par des méthodes chimiques est difficile. En fait, nous sommes vraiment limités en ce qui concerne les analyses disponibles pour les mattes. Nous avons donc exploité les moyens à notre disposition pour une étude morphologique par micrographie et microanalytique par spectroscopie (en utilisant les méthodes de préparation normales). Les analyses spectroscopique à dispersion d'énergie (EDS) effectuées sur un microscope électronique à balayage (MEB) ont nécessité un échantillonnage d'au moins 6 mattes pour chaque condition à 15kV.



CHEMICAL ANALYSIS		
	Al	Fe
SPEC.	0.18	0.021
ATOMIC A.	0.18	0.028



CHEMICAL ANALYSIS		
	Al	Fe
SPEC.	0.17	0.026
ATOMIC A.	0.21	0.068



CHEMICAL ANALYSIS		
	Al	Fe
SPEC.	0.18	0.02
ATOMIC A.	0.24	0.075

Figure 1 Schematic illustration of the segregation of Al/Fe/Zn intermetallic particles in spectrographic disc, and the corresponding OES and AA analytical results. Each value represents an average of the analytical results and the intermetallic counts given in Tables 1 and 2 for each sample set.

Figure III.1.2.1. Tirée de GAGNE ET AL, montrant les échantillons prélevés par louche qui présentent une ségrégation des mattes due à la solidification de l'échantillon.

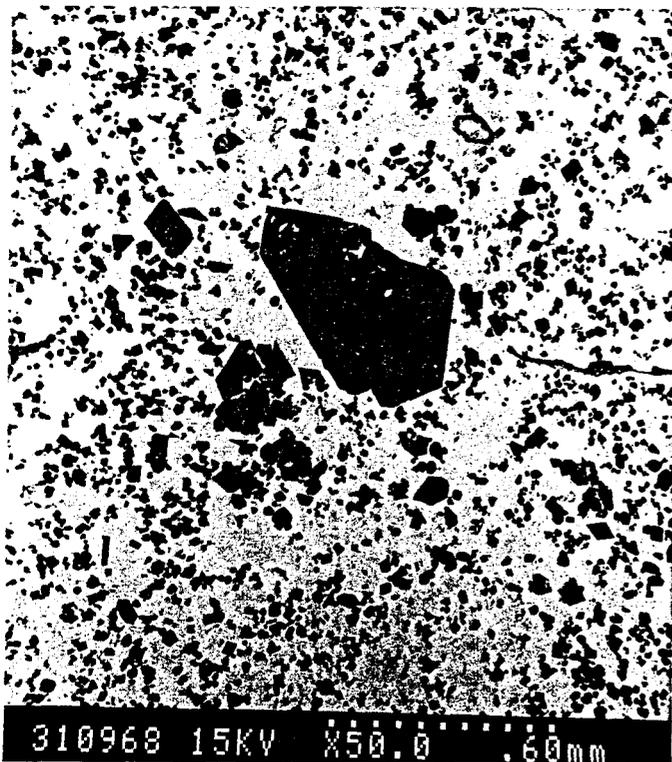
Chapitre III

III.1.3 Les caractéristiques des mattes

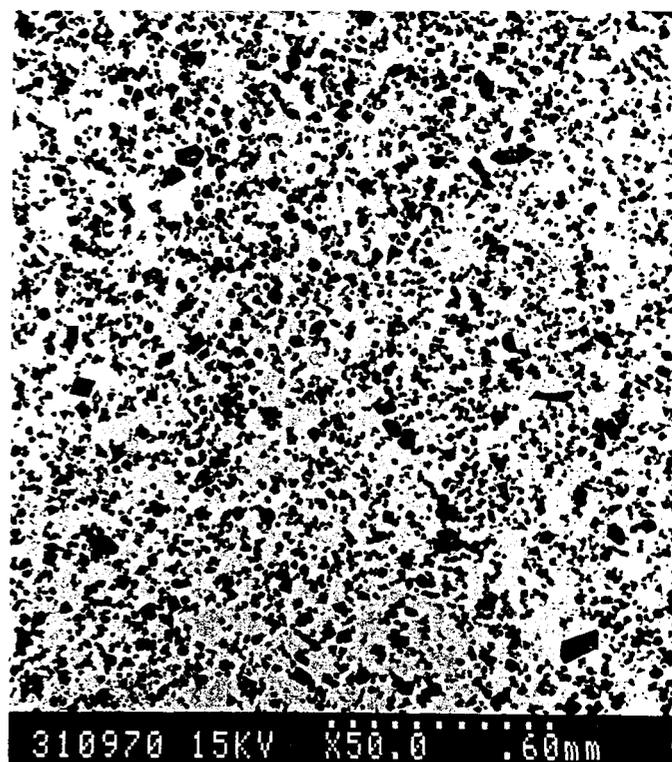
Le mode de formation d'une matte doit jouer sur les caractéristiques de celle-ci, surtout sur sa forme, sa composition et sa taille. Sa forme est le plus souvent géométrique, mais le plus souvent imparfaite, comme le montre la figure III.1.3.1 où le périmètre de la matte est évidemment accidenté. Les mattes contiennent très souvent des trous et ont tendance à apparaître dans des amas ou des chapelets. Un résumé de ces aspects morphologiques est présenté dans le tableau III.1.3.1a. En outre, la composition des mattes semble varier. Le Tableau III.1.3.1b indique les compositions en fonction de la position du prélèvement de la couche visqueuse dans la cuve. De plus, bien que la majorité des mattes paraissent inférieures à 50 microns, il y en a beaucoup de plus grosses, mais non de taille intermédiaire. Des vues représentatives de celles-ci sont exposées en figures III.1.3.2a à d. Ces vues sont également présentées en fonction de leur position dans la cuve.



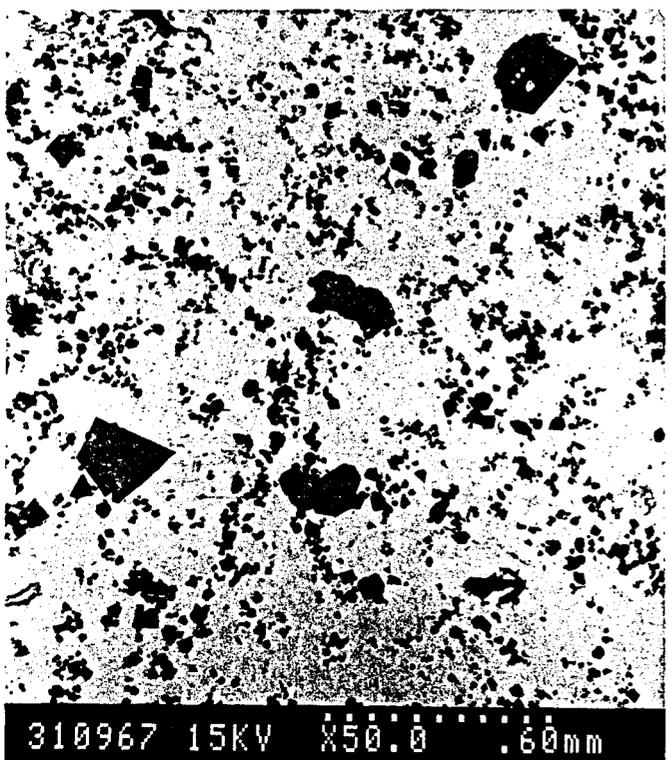
Figure III.1.3.1 Micrographie (MEB - rétrodiffusé) d'une matte présentant un périmètre accidenté et des trous en son milieu.



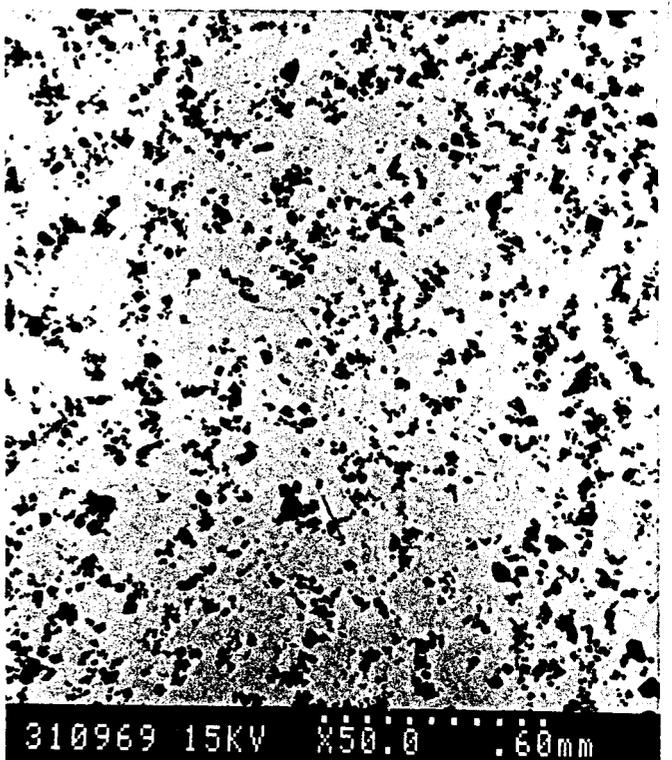
a) dans la cloche



b) autour du déversement de la goulotte



c) clocheton - partie postérieure



d) clocheton - partie antérieure
(i.e. devant la bande)

Figure III.1.3.2a à d. Micrographies (MEB- rétrodiffusé) de la distribution des mattes.

Chapitre III

TABLEAU III.1.3.1a. Résumé de l'étude morphologique des mattes en fonction de leurs position dans la cuve.

	Cloche	Cltn-Devant	Cltn-Derrière	Goulotte
Forme	géométrique, irrégulière, contenant nombreux trous, souvent en amas et chapelets, grosses mattes contenant des traces d'interfaces	géométrique, irrégulière, contenant nombreux trous, souvent en amas et chapelets	géométrique, irrégulière, contenant nombreux trous, souvent en amas et chapelets, grosses mattes contenant des traces d'interfaces	géométrique, irrégulière, contenant trous - mais moins, souvent en amas et chapelets
Taille	discontinue majorité < 10 μ souvent ~ 50 μ certaines ~ 500 μ	continue majorité < 10 μ souvent ~ 25 μ	discontinue majorité < 10 μ souvent ~ 25 μ certaines ~ 200 μ	continue majorité < 10 μ certaines ~ 25 μ
Concentration	~1500/mm ²	~1000/mm ²	~1000/mm ²	~1750/mm ²

TABLEAU III.1.3.1b. La composition des mattes (% massique) en fonction de leurs position dans la cuve.

	Cloche	Cltn-Devant	Cltn-Derrière	Goulotte
Al	39,39±0,18	39,18±0,18	40,04±0,39	40,45±0,31
Fe	39,50±0,30	38,81±0,50	39,25±0,54	39,13±0,39
Zn	21,12±0,33	22,01±0,59	20,71±0,37	20,43±0,23

Les mattes de la cuve de préfusion

Quelques mattes apparaissent dans la cuve de préfusion, bien que la majorité de l'écumage provienne d'impuretés et d'inclusions contenues dans les lingots (les poussières, l'étiquette brûlée,...). Il est intéressant de remarquer que la quantité de mattes ici est extrêmement petite, même si les lingots y sont plongés froids. BELISLE ET AL[10] ont démontré qu'un tel gradient de température précipite des mattes, du fait de l'abaissement de la solubilité en fer du zinc liquide. Le fer provient ici de l'attaque lente de la cuve de préfusion en acier inoxydable ou de l'équipement d'alimentation. Une analyse EDS des mattes de la cuve de préfusion a montré, en effet, les pics du nickel et du chrome (figure III.1.3.3). Le bain de préfusion contient trop peu de fer pour former

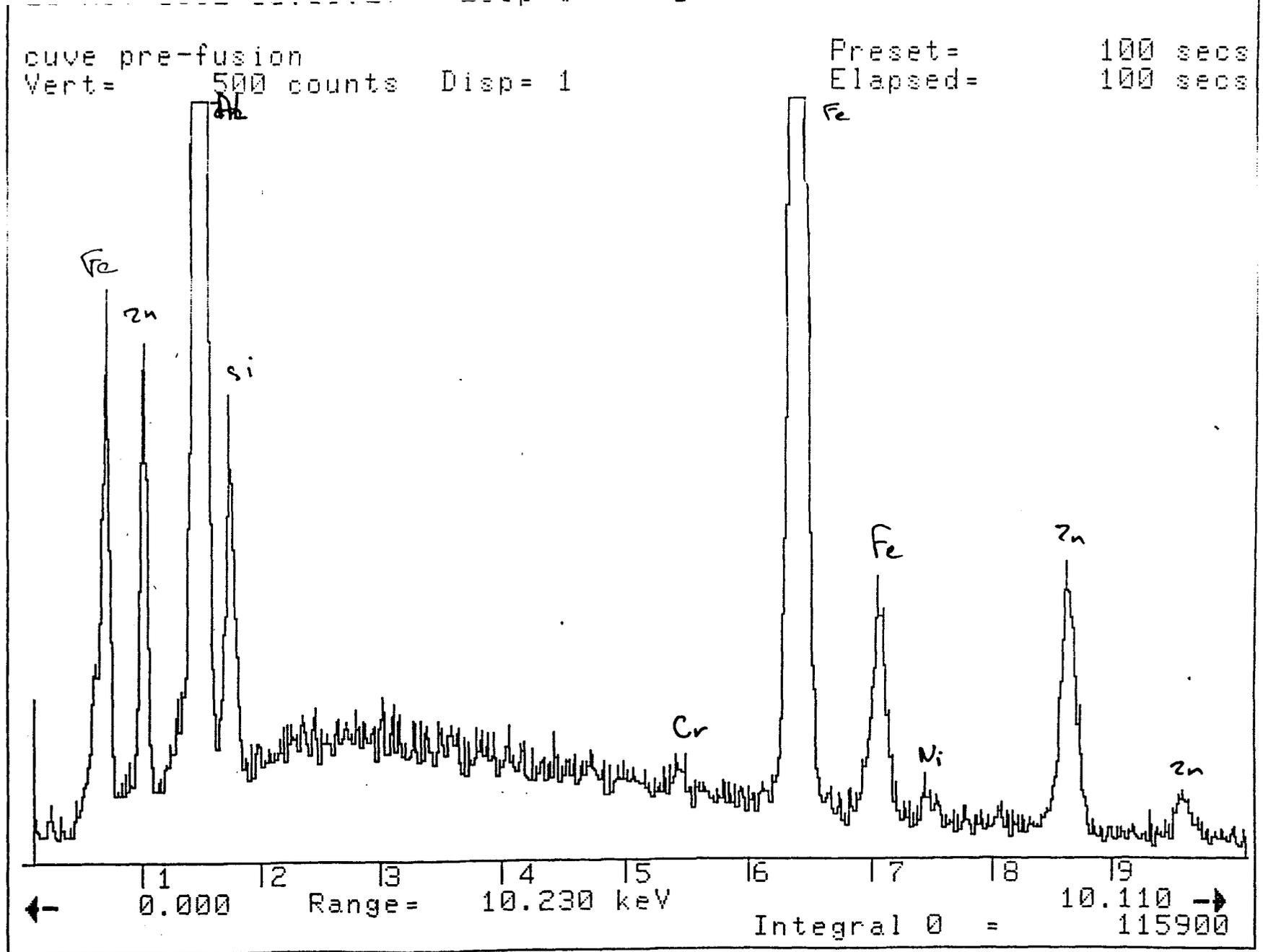


Figure III.1.3.3. Analyse EDS d'une matte provenant de la cuve de préfusion, présentant des pics en Cr et Ni. Ceci indique que le fer de la matte provient de l'attaque de l'équipement en acier inoxydable.

Chapitre III

beaucoup de mattes (Le fait que ce bain n'a pas de brassage ou autre mouvement mécanique important rend la possibilité de sursaturation comme on le verra plus loin).

III.1.4. Les mécanismes de formation des mattes

Bien que les galvanisateurs soient très familiarisés avec la présence des mattes dans leur bains de galvanisation, l'origine de celles-ci reste un mystère. Elles se forment, mais où et pourquoi? Normalement, à partir d'un bain de Zn-0,3Al, lors du passage d'une bande, on devrait saturer le bain en Fe, mais pas le sursaturer. D'où proviennent alors les mattes qui résultent de la sursaturation du bain en fer? Afin d'aborder les mécanismes de formation, nous préférons décomposer ce problème en six parties:

- A. les principes des mécanismes de formation - l'importance des gradients,
- B. les sources de ces gradients - notamment ceux de fer et d'aluminium,
- C. la germination des mattes - leur naissance,
- D. la croissance des mattes - leur vie,
- E. la coalescence des mattes - l'augmentation de leur taille qui n'est pas forcément due à la croissance et
- F. la dissolution des mattes - leur mort.

A. Les principes des mécanismes de formation

La formation des mattes se compose en réalité de deux étapes: la germination et la croissance jusqu'à une taille observable par les moyens métallographiques. Avant d'entrer dans ces considérations, posons-nous la question: "pourquoi les mattes se forment-elles?"

Un bain de galvanisation en équilibre, sans tôle, sans mouvement ne précipitera jamais des mattes. Les mattes précipiteront plutôt dès que l'on commence à perturber cet équilibre, avec l'addition de la tôle par exemple. La formation des mattes est donc fonction des changements de cet équilibre, autrement dit des gradients. C'est pour cela que la majorité des galvanisateurs est gênée par les mattes lorsqu'ils baissent la teneur en aluminium du bain pour faire du galvannealing. C'est pourquoi on suggère de garder la température du bain aussi constante que possible, pour ne pas avoir un gradient de température qui perturbe l'équilibre précipitant les mattes. En effet, les gradients qui peuvent théoriquement former les mattes sont ceux de température et de composition (i.e. d'aluminium et de fer), ainsi que, peut être, l'influence du mouvement et du temps sur

Chapitre III

ces gradients. Pour continuer la discussion, nous avons alors besoin de connaître les sources de ces gradients.

B. Les sources des gradients dans le système de galvanisation
D'où viennent ces gradients? Nous les traiterons séparément.

Température

Comme mentionné au chapitre II, l'importance des gradients de température est capitale pour la formation des mattes. Les températures qui peuvent jouer sont les températures du bain, de la tôle entrante et du zinc venant de la goulotte.

Aluminium

Afin d'assurer une teneur en Al adéquate pour empêcher la formation des intermétalliques fragiles Fe-Zn (§ IV.1), il est nécessaire d'ajouter de l'aluminium. Il provient du zinc de la goulotte.

Fer

BELISLE ET AL [10] listent les quatre sources suivantes:

- 1) les variations de la solubilité de fer dans le bain de galvanisation, ce qui conduit à l'éjection du fer sous forme d'intermétallique,
- 2) la formation des intermétalliques à l'interface bande/revêtement lors de l'entrée dans le bain,
- 3) la présence des fines de fer à la surface de la bande et
- 4) la dissolution de l'équipement de galvanisation à base de fer.

Chaque source est reprise par la suite.

- 1) Cette première source a été traitée de façon détaillée par BELISLE ET AL auquel le lecteur pourra se référer.
- 2) Ce phénomène est approfondi en § IV.1.
- 3) Cette source est basée sur les idées de DUNBAR [12] qui attribue la formation des mattes principalement aux fines de fer créées par le laminoir à froid. Celle-ci est très importante pour cette étude, comme on le verra plus loin (§ IV.2).
- 4) SOUSKE [13] et d'autres auteurs constatent une attaque des cuves en acier pour des températures et teneurs en aluminium élevées. Ceci est certainement une possibilité puisque les mattes sont présentes dans la cuve de préfusion dont la seule source de fer est l'attaque de l'équipement à base de fer (§III.1.3), mais cette quantité est faible. De plus, BRUMMIT ET AL[14] n'ont pas vu d'influence importante sur la production des mattes due aux cuves en acier par rapport à celles en céramique. Cette étude a également trouvé

Chapitre III

une faible contribution du fer de l'équipement. En revanche, après avoir remplacé la cuve pendant l'entretien de l'été, les mattes produites sont au moins deux fois plus importantes jusqu'à ce qu'une couche suffisamment protectrice se forme tout autour.

C. La germination des mattes

Pour plus de compréhension, il est nécessaire de regarder le diagramme de phases. La figure III.1.0.4 représente le diagramme ternaire stable Fe-Al-Zn d'après TISSIER [2]. Nous prêterons une attention particulière à l'agrandissement du coin riche en Zn de la figure III.1.4.1.

Pour des teneurs en aluminium et fer dans le bain - de 0,180% et 0,003% respectivement, le reste étant du zinc - l'équilibre du bain se situe sur le point A. Tout changement de l'équilibre risque de donner naissance à de nouvelles mattes. Il y a trois possibilités:

- 1) un Δ température,
- 2) un Δ composition et
- 3) peut-être un Δ temps.

Ce dernier est plus compliqué à imaginer. Par contre, en ce qui concerne la germination, le temps seul n'influencerait pas l'équilibre puisque la galvanisation est continue et n'a pas vraiment un début ou une fin. Tout étant égal, un temps est comme un autre. Nous allons reprendre cette idée dans le chapitre suivant. Nous pouvons ainsi éliminer l'influence du point 3, et étudier séparément les autres points.

1) Un changement {diminution} de température (ΔT) peut changer les conditions d'équilibre produisant une précipitation de mattes afin de remettre le système en équilibre. Les courbes de solubilité se déplacent comme schématisé sur la figure III.1.4.2. Une baisse de température comme indiquée par la ligne de solubilité B, provoquerait une précipitation de mattes pour consommer le fer et l'aluminium supplémentaire qui rendent le système instable comme illustré par la flèche AB. La thermodynamique démontre que plus les gradients (c-à-d les différences) sont grands, plus la germination est intense. Un grand ΔT (comme de A à C) devrait alors se traduire par une forte quantité de mattes.

2) Un changement de composition, peut également conduire à une précipitation.

Si l'on ajoute du zinc (pur), on ne précipitera pas des mattes, bien que l'on risque de dissoudre du fer de la tôle afin de rétablir l'équilibre. Une augmentation en aluminium ou en fer peut seule donner naissance aux mattes. Tout aluminium ou fer ajouté au bain,

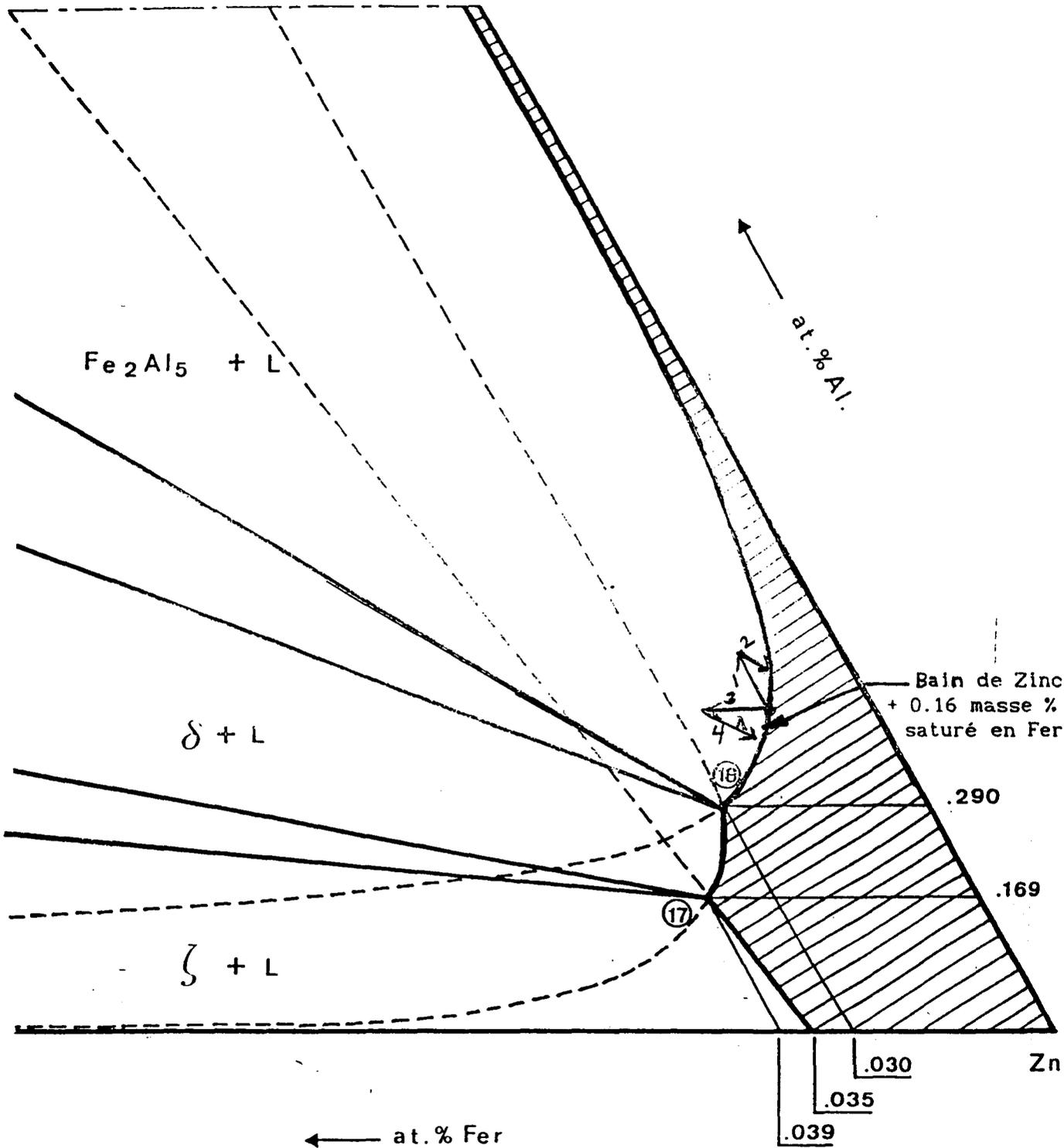


Figure III.1.4.1. Schéma du coin riche en zinc du diagramme ternaire, montrant l'influence des petites additions en aluminium (1+2) et en fer (3+4) sur les équilibres du bain aux teneurs du point A. (tiré de Tissier)

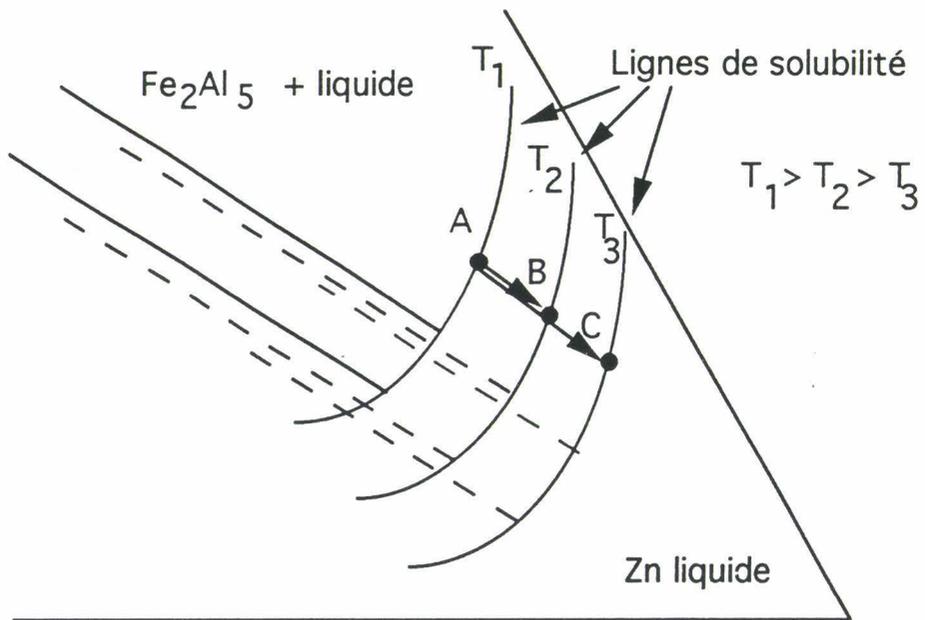


Figure III.1.4.2. Schéma de l'influence d'un ΔT sur la limite de solubilité.

Chapitre III

comme schématisé sur la figure III.1.4.1b par les flèches 1 et 3, respectivement, mettrait le système dans la zone biphasée, zinc liquide et Fe_2Al_5 . Ceci n'étant pas en équilibre, le système y revient en précipitant les mattes, Fe_2Al_5 , qui consommerait alors l'aluminium ou le fer supplémentaire. Cette réaction étant, en théorie, réversible, les mattes peuvent normalement se redissoudre. La fréquence des nettoyages du bain empêche par contre la redissolution naturelle des mattes dans celui-ci. La raison de ce phénomène est expliquée plus loin (sous-section F). Ceci provoquerait des progressions comme approximées de 1 à 2 pour l'aluminium et de 3 à 4 pour le fer.

Du fer supplémentaire consommerait l'aluminium sous forme de mattes, obligeant à une addition d'aluminium pour compenser. Ceci est la raison de l'emploi des lingots plus riches en aluminium que la teneur moyenne du bain plus la teneur du revêtement.

En résumé, lorsque l'on parle de la formation des mattes, il s'agit de 3 choses: le fer, l'aluminium, et la température dont les variations engendrent les mattes. Le principe de la galvanisation en continu entraînant irrémédiablement ces variations, on aura probablement toujours des mattes. On peut néanmoins les réduire ou diminuer leur effet en minimisant ces variations autant que possible comme conseillé par BELISLE ET AL [15]. D'après certains auteurs [16,17], en exploitant avec les forts gradients locaux, il est, en théorie, possible de réduire la germination ou l'entraînement des mattes, mais ceci est difficile à maîtriser, et coûteux. Nous n'allons donc pas approfondir ces idées dans ce texte.

D. La croissance des mattes

Cela conduit à une considération plus approfondie de la morphologie des mattes. La question principale se pose, pourquoi y a-t-il de grosses mattes? En effet, celles-ci sont souvent plus gênantes. Etant donné que des mattes de taille normale ne sont pas visible à travers le revêtement, des grosses mattes risquent de l'être. D'autre part, elles engendrent des emboutis sur la tôle ainsi que des griffes lorsqu'elles sont présentes sur les rouleaux de fond. Si l'on savait pourquoi elles sont ainsi, on pourrait peut-être les éliminer.

Vu que la grande majorité des mattes sont petites, il est raisonnable de supposer que les grosses mattes sont atypiques. Pour obtenir celles-ci, deux mécanismes sont possibles: 1) elles sont nées ainsi ou 2) elles croissent.

1) génération spontanée de mattes de grande taille

Comme illustré dans la section précédente la majorité des mattes sont petites. La penultième a montré que les gradients ont tendance à faire germer celles-ci et non à précipiter les grosses. Les grosses mattes ne vont donc pas précipiter. En revanche, à

partir des grosses fines de fer, il est possible de donner naissance aux grosses mattes par transformation. Le problème est qu'il n'y en a pas de suffisamment grande. Les fines sont normalement inférieures à 10 microns en diamètre. Si elles se transformaient, cela engendrerait des mattes inférieures à 25 microns en diamètre, ce qui n'est pas suffisant pour expliquer les mattes supérieures à 50 microns. Si le laminoir fabriquait par hasard des fines de taille supérieure à 10 microns, ce serait probablement en grande quantité et probablement dans un seul endroit, mais nous n'avons pas constaté cela. Normalement, nous pouvons imaginer qu'on observerait un noyau de fer non-transformé dans une grosse matte, ce qui n'a pas été le cas. La forme des fines est d'ailleurs un disque long et tordu, et nous ne voyons pas non plus des traces de celui-ci. En revanche, cela peut expliquer les formes en partie non-géométriques dans les mattes, qui proviendraient alors des fines.

Cette hypothèse n'explique pas la plupart des anomalies des mattes. Par conséquent, l'hypothèse suivante est que leur taille provient de leur croissance.

2) croissance

S'il y a croissance, il y a forcément déséquilibre thermodynamique local. Par croissance, nous voulons dire qu'à partir d'une petite matte, alimentée par les éléments du bain, celle-ci grossit au fur et à mesure. Plusieurs formes de croissance existent et sont schématisées sur la figure III.1.4.3. Contrairement à la sous-section C, l'énergie motrice ne provient pas uniquement des changements de température (ΔT) et de composition (ΔC), mais également de temps (Δt).



Figure III.1.4.3. Les modes de croissances les plus typiques.

Chapitre III

A) influence de ΔT

Comme précité, les températures dans le bain sont relativement constantes (§ II.4). La seule possibilité raisonnable pour former un gradient important est l'entrée d'une tôle surchauffée. Etant donné que les températures de bande sont surveillées en continu, il est rare, d'après les archives, d'avoir d'énormes perturbations. Le changement de température maximal n'est normalement pas supérieur à une ordre de grandeur de 10°C. D'après EINSTEIN [18], une croissance contrôlée par la diffusion est proportionnelle à la racine carrée du coefficient de diffusion, D:

$$x = k\sqrt{2Dt}$$

Un changement de D, qui lui est une fonction d'Arrhénius, dû à un tel ΔT devrait suivre une loi de croissance basée sur la première loi de Fick:

$$J = -D \frac{dC}{dx}$$

ce qui donnerait à 758°K:

$$\begin{aligned} \ln D' &= \ln D_0 - \frac{Q}{R(768^\circ \text{C})} \\ - \ln D &= \ln D_0 - \frac{Q}{R(758^\circ \text{C})} \end{aligned}$$

$$\ln \frac{D'}{D} = \frac{Q}{R} \left(\frac{1}{758} - \frac{1}{768} \right)$$

$$\Rightarrow \frac{D' - D}{D} = \ln^{-1} \left(\frac{Q}{R} \left[\frac{1}{758} - \frac{1}{768} \right] \right) - 1$$

Puisque, d'après GEIGER ET POIRIER [19], presque toutes les énergies d'activation se trouvent entre 1000 et 4000 cal/mol (4187 et 16 748 j/mol), cela donnerait lieu à une variation du coefficient de diffusion entre 0,9 et 3,2%.

Une telle différence n'est donc pas satisfaisante pour expliquer la différence de taille des mattes. Cela ne correspond pas non plus à la distribution de taille vue dans le bain, puisque ce ΔT n'est valable que dans la cloche et que les grosses mattes sont souvent trouvées sur les rouleaux de fond. De plus, on pourrait s'attendre à une gamme continue de tailles de mattes, ce que l'on ne voit pas. Elle est plutôt discrète: petites et puis

Chapitre III

certaines très grandes. La forme d'une croissance par ΔT est traditionnellement dendritique, et cela, nous ne le voyons pas non plus. L'explication A n'est donc pas, du moins, suffisante.

B) influence de concentration

Examinons, cette fois-ci, la possibilité d'une variation de concentration (ΔC) provoquant instantanément une croissance importante des mattes. Naturellement, un ΔC implique une variation des teneurs en aluminium (ΔAl) ou en fer (ΔFe). Il faut un changement atypique pour faire une matte atypiquement grande. Puisque la phase liquide du bain n'a pas montré de gradients de compositions remarquables à un instant donné, il est nécessaire de supposer qu'un tel gradient doit apparaître et disparaître assez rapidement.

Commençons par ΔAl . Le plus grand gradient dans le bain de galvanisation est certainement l'arrivée du zinc riche en aluminium en provenance de la goulotte. D'autres possibilités de gradients sont difficiles à imaginer car la teneur en aluminium du bain reste relativement constante du jour au lendemain. En revanche, ce gradient d'aluminium important ne semble pas produire des grosses mattes. Au contraire, selon les microanalyses du sous-chapitre précédent, les mattes formées à cet endroit sont presque exclusivement petites, plus qu'aux autres endroits prélevés.

L'ultime possibilité pour soutenir un mécanisme de croissance grâce à un ΔC est donc ΔFe . Il y a bien sûr un gradient à côté de la tôle, mais celui-ci est immuable dans des conditions normales. Par conséquent, on devrait trouver des mattes de la même taille ou des distributions de tailles homogènes identiques. En revanche, il existe peut-être une condition où le liquide au voisinage de la bande peut subir un changement de concentration en fer, un ΔFe . Supposons à titre d'exemple que la bande entre à une température différente de $10^\circ C$ comme dans la subsection précédente. Cette fois-ci, nous ne regarderons pas son influence sur le coefficient de diffusion, mais sur le flux d'atomes, J , comme décrit par la première loi de Fick:

$$J = -D \frac{dC}{dx}.$$

Cette considération, d'après les courbes de solubilité de BELISLE ET AL[10], provoquerait une différence de solubilité de 0,019% atomique à $480^\circ C$ à 0,014 à $470^\circ C$. Puisque le flux J , est directement proportionnel à ΔC , nous pouvons déduire qu'une telle différence engendrerait une augmentation de J de 26%. Celle-ci est importante, mais non encore suffisante, même combinée à un changement du coefficient de diffusion, pour

Chapitre III

expliquer une différence de diamètre de 200, voire de 500%! Par conséquent, il faut de nouveau chercher ailleurs.

C) influence de temps

En ce qui concerne la croissance, un changement de temps (Δt) joue certainement un rôle une fois que la matte est apparue. Les mattes semblent croître sous forme géométrique. La croissance exige, d'autre part, de l'aluminium, du fer, de la température, et certes du temps, ce qui explique pourquoi les grosses particules sont produites principalement dans la cloche et sur l'équipement du bain.

Il existe certains indices qui soutiennent cette explication. D'abord, on trouve ces grosses mattes principalement dans la cloche et sur l'outillage de fond. Ces endroits contiennent des mattes emprisonnées ou fixées. Ils ont des nettoyages peu fréquents, et les mattes ont donc le temps de croître. Ces mattes peuvent ainsi croître grâce à l'Al et au Fe en acceptant des matériaux du bain.

La forme de ces cristaux est, en effet, très anguleuse comme le montre la figure III.1.4.4, mais non sur tout le périmètre. Normalement, si la croissance est cristalline, les mattes devraient croître en répétant la maille *ad infinitum*. Il y a par contre, sur la même figure, une partie indiquée par la flèche qui n'est, fondamentalement, pas géométrique. D'autre part, il y a des trous dans toutes ces grandes mattes. Si la diffusion est la seule origine des grosses mattes, pourquoi n'existe-il pas de mattes de taille intermédiaire? Nous pouvons également voir les regroupements de mattes distinctes et même les joints de grains dans les mattes elles-mêmes (voir plus bas). Evidemment, bien qu'elle joue un rôle, l'explication 2 ne répond pas à toutes les questions.



Figure III.1.4.4 Micrographie (MEB - rétrodiffusé) d'une matrice présentant une forme moins géométrique contenant des trous et des traces de frontières de petites matrices.

E. La coalescence des matrices

Ces anomalies de la forme des gros cristaux peuvent être expliquées en faisant une analogie avec des phénomènes de frittage en phase liquide. S'il s'agit de coalescence, la présence des trous peut alors être expliquée, les trous étant des pores. La formation des chaînes de matrices semble prépondérante car on les rencontre fréquemment (encadrés sur les figures III.1.4.5a à d). On retrouve d'ailleurs des traces d'anciennes matrices dans les grosses matrices comme photographié et schématisé dans les figures III.1.4.6a et b, ainsi que ces enchaînements. Elles semblent toujours s'attacher coin sur coin. Pour qu'il y ait variation microstructurale, il suffit que les matrices se touchent coin sur coin, sous l'influence du mouvement Brownien. Par la suite, il existe deux possibilités pour une première étape de grossissement.

- les petites matrices forment des agglomérats. Les liaisons entre les matrices sont alors simplement physiques du type Van der Waals.
- les petites matrices coalescent afin de conserver leur tension superficielle de Fe_2Al_5 . Dans ce cas, il y a diffusion de matière.

Puisque nous rencontrons une diffusion de matière, nous allons préciser que seule la deuxième possibilité est un grossissement. La première possibilité aide alors à accélérer

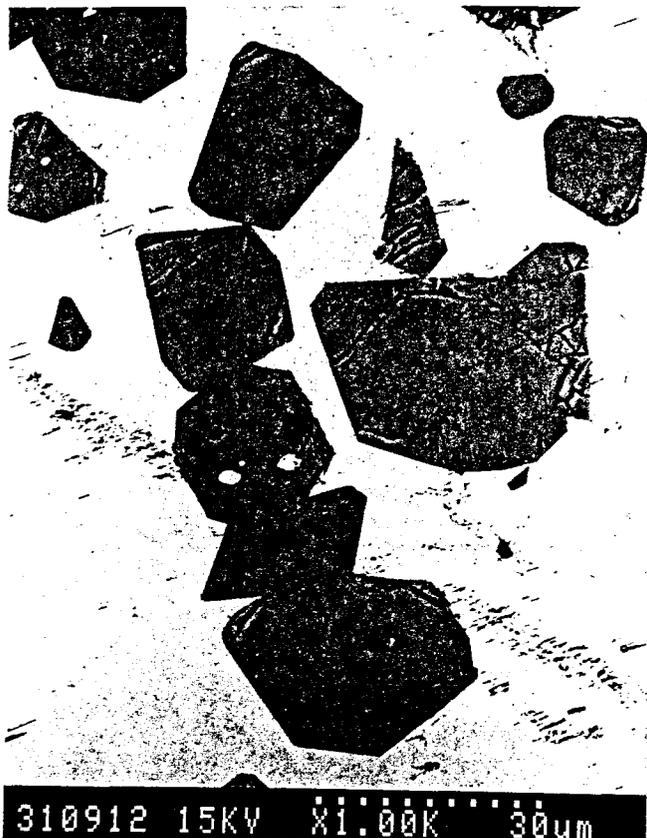


Figure III.1.4.5a à d. Micrographies (MEB - rétrodiffusé) des mattes sous forme des chaînes.

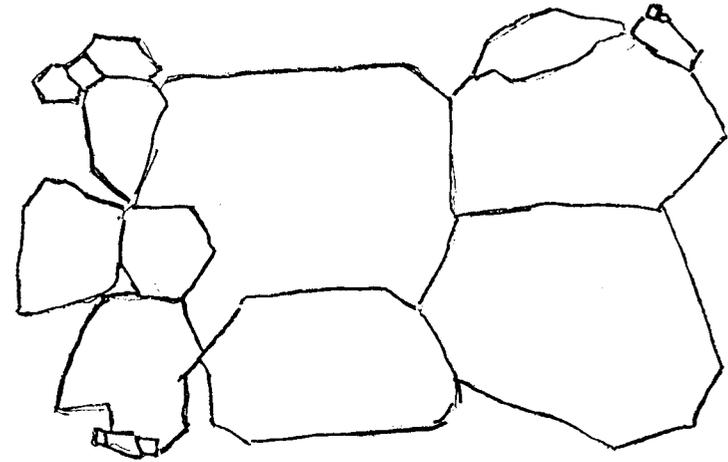


Figure III.1.4.6. Photo d'une matte constituée de plusieurs mattes à côté d'un schéma des frontières entre elles.

la première étape de grossissement. Lorsque les conditions suffisantes sont réunies, l'énergie motrice du mûrissement d'Ostwald [20,21] (consommation de petites mattes par les grosses) peut alors se manifester, créant une explosion de taille des mattes.

Une autre énergie motrice possible peut être un gradient de composition comme montré plus haut. Un gradient quoique faible peut apporter une énergie motrice importante. A titre d'exemple, la figure III.1.4.7 montre une matte (la plus foncée) avec une impureté de silicium (qui provient probablement du dégraissage). Elle ne contient que 2% Si, mais elle est consommée de chaque côté.



Figure III.1.4.7 Micrographie (MEB - rétrodiffusé) d'une matte (plus foncée) contenant du Si en train de coalescer d'une manière différente avec les mattes entourantes que la manière classique. Au lieu d'être en chaînes, elles coalescent tout autour.

Grâce à cette théorie de coalescence, les imperfections dans la morphologie des mattes peuvent alors s'expliquer. Les pores et les parties non-géométriques proviennent des imperfections de coalescence - les dislocations qui ne s'éliminent pas, les coalescences simplement amorcées, du zinc liquide emprisonné, etc.

Chapitre III

- Dans un premier temps, le contact entre les mattes doit s'établir correctement. Cette première étape est lente.
- Ensuite, les mattes grossissent, une étape plus lente encore, sous l'effet de la réduction de tension superficielle ou des gradients de composition (ce dernier étant faible en général, un fort gradient étant rare).
- Enfin, l'explosion de taille se produit sous l'effet du mûrissement d'Ostwald, cette fois à très grande vitesse.

La seconde étape limite la vitesse de grossissement.

F. La dissolution des mattes

Par nature, la formation des mattes implique la possibilité de les "dé-former", ou dans ce cas de les dissoudre. Un argument en faveur de celle-ci est suggéré par GAGNE ET AL [11] qui constatent la possibilité de la dissolution des intermétalliques dans le bain par la diminution d'une teneur en aluminium convenable pour passer du galvanisé aux galvannealing. Il n'y a par contre pas de preuves.

Nous avons effectué certains essais qui avaient pour but la dissolution des mattes. Dans un creuset contenant du zinc à 0,5% Al, et du fer trempé pour consommer l'aluminium, à 650°C après 10 heures, les mattes ne se sont que partiellement dissoutes. La figure III.4.8 montre les résultats. Les mattes sont entourées de delta. On rencontre également du dzeta. On a donc appauvri la surface des mattes en aluminium qui se transforme en delta. Ceci oblige l'aluminium des mattes à diffuser à travers le delta pour enrichir le bain. Il faut alors beaucoup de temps pour redissoudre entièrement les mattes. Il est donc peu probable que les mattes puissent se redissoudre (complètement) dans les conditions normales de galvanisation en continu.



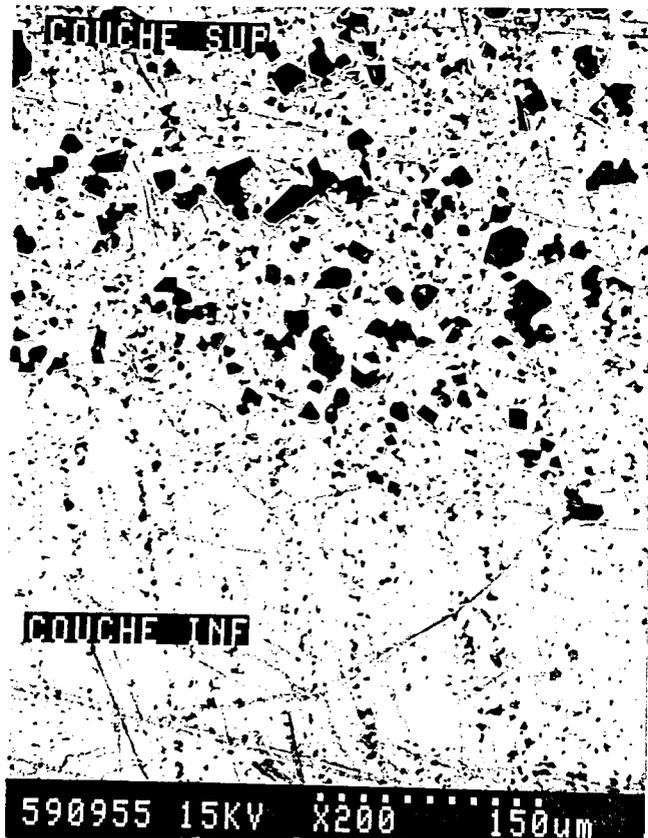
Figure III.1.4.8 Micrographie (MEB) montrant Fe₂Al₅ (phase foncée) qui forme et puis diffuse lentement à travers une couche de δ (plus claire) au lieu de se dissoudre.

III.1.5 La nature de la couche visqueuse

Dans l'industrie de galvanisation, on parle souvent d'une **écume** qui doit contenir des oxydes: une alumine superficielle, et de temps en temps, les cendres. Il est apparu une couche type-écume sans oxydes. Elle est formée de mattes et de zinc, et son comportement est non-Newtonien avec des gradients de température, et donc de viscosité, comme décrits en §II.3.2.4. Cette couche se trouve dans le clocheton, dans la cloche ou au déversement de la goulotte: les endroits présentant du zinc et des mattes (voir les figures III.1.5.1a-c). La couche est relativement absente ailleurs. Les mattes en forte concentration semblent détériorer les courants de convection de chaleur, en limitant le chauffage exclusivement au chauffage par conduction, comme nous l'avons montré au chapitre II. Tandis que la couche s'épaissit, le transfert de chaleur devient de plus en plus lent. Cela rend la couche épaisse et visqueuse, en la faisant se comporter différemment du bain, avec une tendance à former les amas. La simple présence de ces intermétalliques augmente aussi la viscosité de la couche, aggravant le problème.



a) vue en coupe du clocheton partie postérieure



b) vue agrandie de l'interface couche visqueuse bain



c) vue en coupe du clocheton partie antérieure

Figure III.1.5.1a à c. Photos de la couche visqueuse. a) et c) distance entre traits en a et c est de 1 mm b) Micrographie (MEB).

Chapitre III

Les mattes à l'interface entre la couche visqueuse et le bain sont plus concentrées et plus petites encore que celles situées à l'intérieur de cette couche, comme le montre la figure III.1.5.2. Cette microstructure suggère que les mattes dans le bain lorsqu'elles montent en surface sont petites et peu agglomérées. Cette observation n'est pas étonnante puisque selon notre hypothèse sur le grossissement des mattes nous avons constaté que la force d'attraction entre elles est faible, et les distances entre elles sont grandes. Les petites mattes individuelles s'entassent alors dans cette interface qui est souvent la première occasion de s'approcher. C'est à ce moment là que les mécanismes de grossissement démarrent.

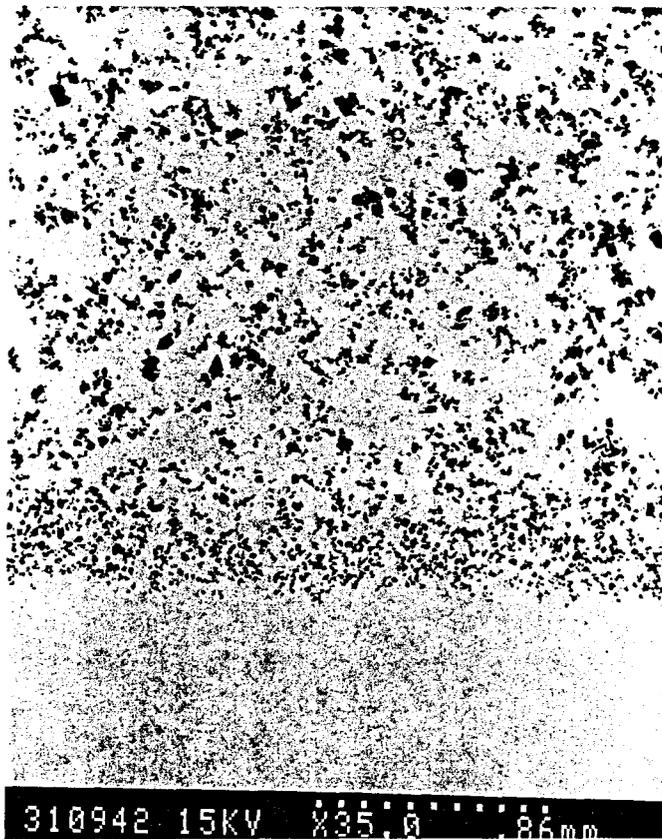


Figure III.1.5.2 Micrographie (MEB- rétrodiffusé) montrant l'interface de la couche visqueuse dans la partie postérieure du clocheton. Une couche plus dense en mattes est mise en évidence au voisinage de l'interface contenant des mattes plus fines et moins agglomérées.

Chapitre III

En grossissant, la force d'Archimède augmente, soulevant les mattes dans la couche visqueuse. Celle-ci, comme déjà mentionné, est plus froide, et amorce probablement l'évolution microstructurale. D'ailleurs, certaines analyses suggèrent que ces mattes sont moins riches en zinc de 1%, par rapport aux mattes de la frontière qui ont une teneur très proche de celles du bain (22%Zn). Cette idée semble logique parce qu'un tel refroidissement engendrerait une baisse de solubilité de zinc dans les mattes.

Dans le clocheton, la couche visqueuse est agitée par l'azote de l'essorage. Ce flux gazeux peut dissocier une partie de cette couche. Un "îlot" devient alors mobile par rapport au reste de la couche qui est lié (§II.2). Il peut ensuite être emmené dans un courant défavorable à cause d'une hétérogénéité dans le flux d'azote due à une bande cintrée ou au caractère non-stationnaire du flux dans les jets (§V.1.5). L'îlot retrouverait alors la bande. Si l'on n'évite pas ce phénomène, cette couche risque donc d'engendrer des problèmes d'entraînement de mattes. Ce contrôle est détaillé en §II.2 et au chapitre V.

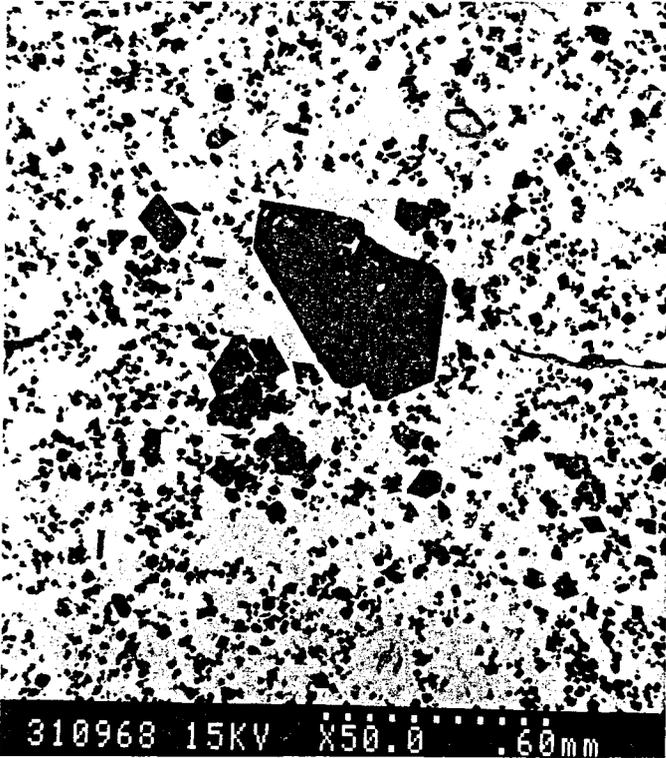
III.1.6 Conclusion : Discussion de la nature et comportement des mattes

Forme, concentration et taille

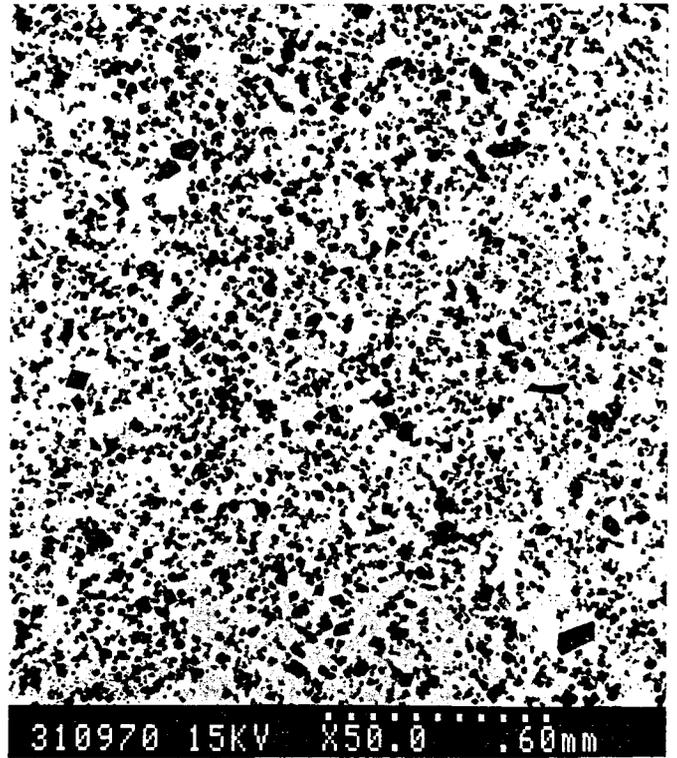
Interprêtons ces données. Une explication de l'imperfection de forme peut provenir de l'origine des mattes, comme le montre notre étude morphologique. Celle-ci a également mise en évidence, en partie, l'origine de la taille des mattes. La concentration des mattes et la distribution de leur taille restent par contre à expliquer.

En regardant de près les figures III.1.3.2a à d (reprises par la suite) et le tableau III.1.3.1a, on a pu noter les caractéristiques des endroits par rapport à la taille et distribution des mattes. Souvenons-nous que dans la cloche (a), les mattes ont une concentration importante et sont de plusieurs tailles. On y trouve les plus grosses ($> 500 \mu\text{m}$). Autour du déversement de la goulotte (b) par contre, bien qu'elles soient aussi nombreuses, les mattes sont toutes petites ($< 25 \mu\text{m}$). Dans le clocheton derrière la bande (c), on voit des grosses mattes ($\sim 200 \mu\text{m}$), mais pas de très grosses comme dans la cloche. Celles-ci sont cependant plus grandes que celles dans (b). Elles sont également moins nombreuses que dans (a) ou (b). Dans le clocheton devant la bande (d) se trouvent des mattes, qui sont également moins nombreuses, mais elles sont toutes petites ($< 25 \mu\text{m}$).

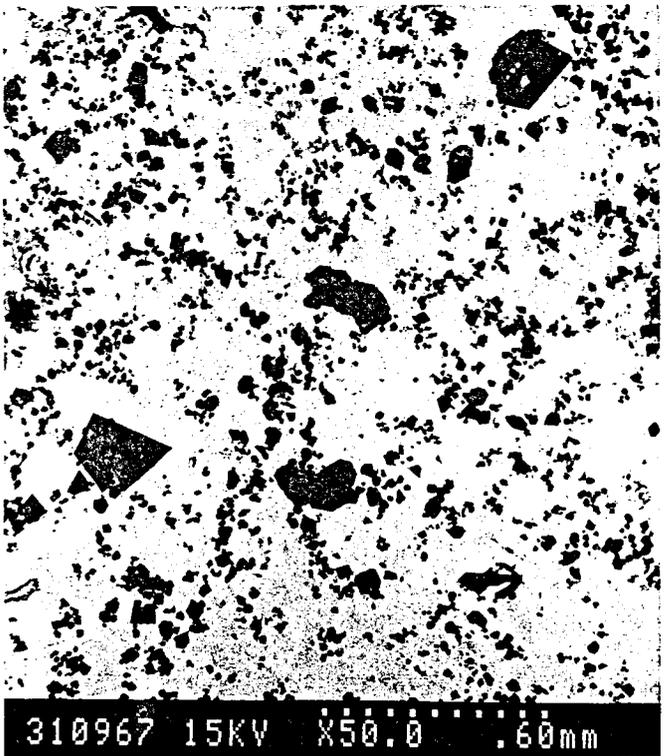
La taille et la concentration sont donc fonction de leur emplacement.



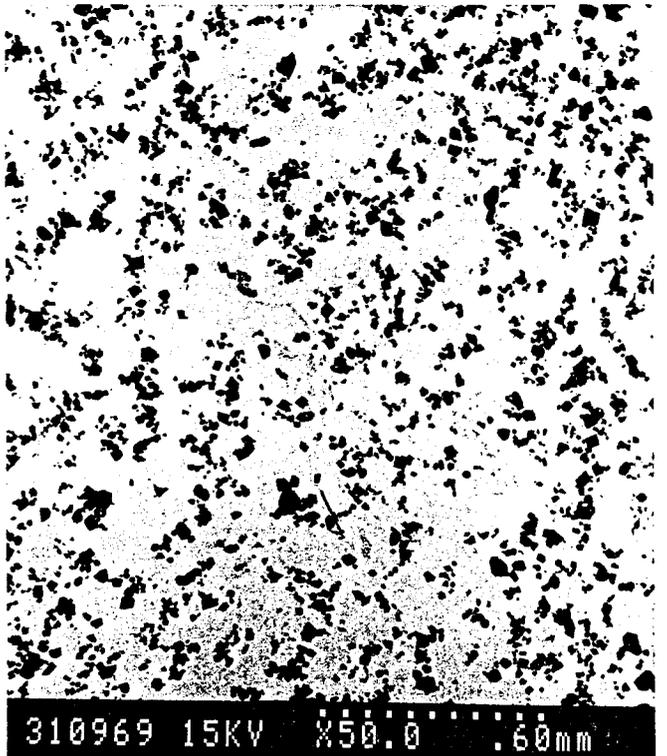
a) dans la cloche



b) autour du déversement de la goulotte



c) clocheton - partie postérieure



d) clocheton - partie antérieure
(i.e. devant la bande)

Figure III.1.3.2a à d. Micrographies (MEB- rétrodiffusé) de la distribution des mattes.

Chapitre III

Composition

Intéressons-nous, maintenant, à la composition de ces intermétalliques. Maints auteurs [8 à 10, 22 à 28] ont discuté les pourcentages des éléments Fe, Al et Zn dans les mattes. Ils sont largement d'accord, bien qu'il existe certaines divergences, voire certaines contradictions entre eux. Les mattes sont des composés isomorphes Fe-Al-Zn qui ressemblent beaucoup à Fe_2Al_5 avec le Zn en substitution dans la maille. HARVEY ET MERCER [27] constatent que le zinc se substitue à l'aluminium, quoique DAUPHIN ET AL [28] constatent que le fer est plus facilement remplacé. Une explication pour ceci est envisageable. Selon les conditions, cette étude a pu mettre en évidence que ce composé ternaire n'est pas de composition fixe et, en fonction des éléments disponibles, présente différentes compositions comme indiqué dans le tableau III.1.3.1b, ici repris.

TABLEAU III.1.3.1b. La composition des mattes (% massique) en fonction de leurs emplacements dans la cuve.

	Cloche	Cltn-Devant	Cltn-Derrière	Goulotte
Al	39,39±0,18	39,18±0,18	40,04±0,39	40,45±0,31
Fe	39,50±0,30	38,81±0,50	39,25±0,54	39,13±0,39
Zn	21,12±0,33	22,01±0,59	20,71±0,37	20,43±0,23

Il est évident que la disponibilité des éléments formant les mattes, est également fonction de l'emplacement de leur développement. Les mattes de chaque emplacement ne possèdent pas principalement les mêmes teneurs en aluminium. Le fer varie peu et le zinc constitue la différence. Ceci semble correspondre aux résultats de HARVEY ET MERCER qui ont travaillé sur des mattes du bain. DAUPHIN ET AL ont observé surtout les mattes formées dans le revêtement près de la tôle où il y a naturellement davantage de fer. Ce qui soutient l'idée de ces derniers est que le fer dans l'intermétallique semble être fonction de sa disponibilité - celle-ci étant plus importante dans les mattes de la cloche où se situe beaucoup de fer grâce à la tôle.

Il faut également noter à nouveau (comme dans la section précédente) que la solubilité du zinc dans les mattes est fonction de la température. Plus la température est élevée, plus la teneur en zinc des mattes est importante. Si la température est trop basse, comme dans une couche visqueuse très épaisse, les compositions, les tailles ne vont plus pouvoir se modifier.

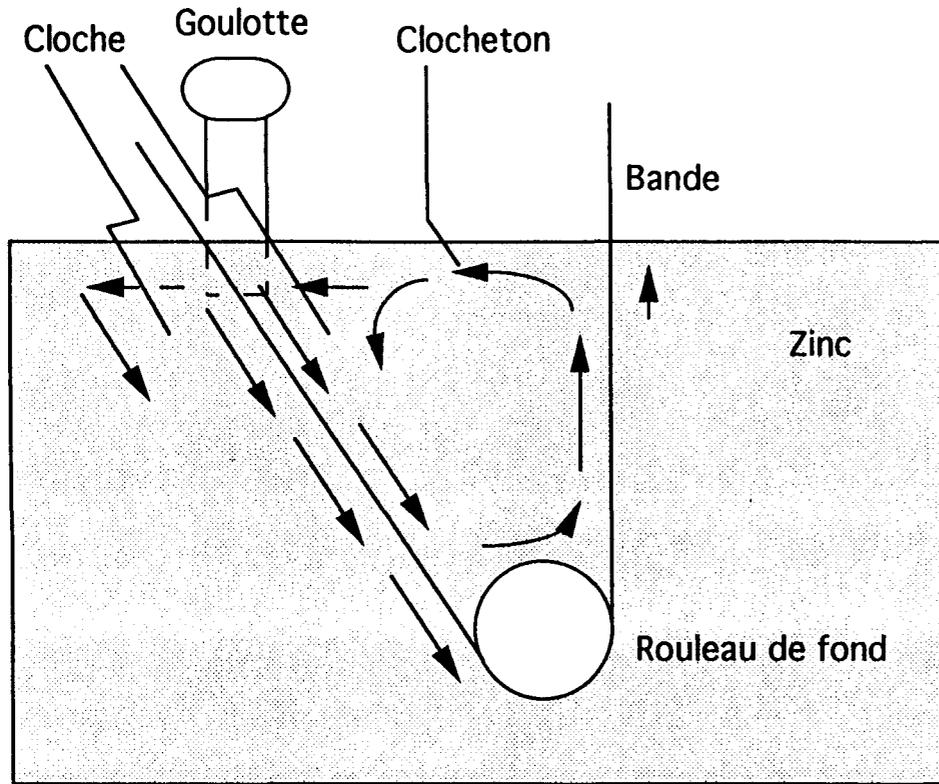
Chapitre III

Distribution

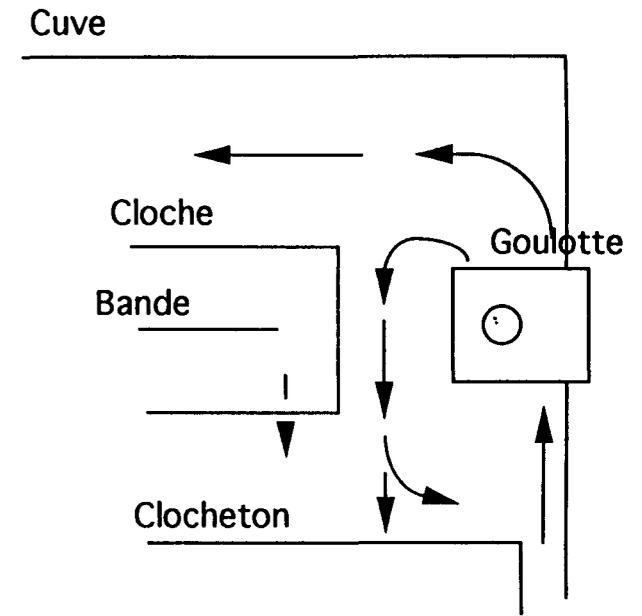
On déduit donc qu'il existe un rapport entre la composition dans les mattes, la taille, la concentration et la distribution de celles-ci. En étudiant la distribution probable des éléments, on peut expliquer les caractéristiques des mattes grâce à ce rapport.

Dans la cloche, toutes les conditions sont favorables. La température n'est pas trop basse pour amorcer l'évolution des mattes. Le Fe et l'Al sont présents en grande quantité (la proximité de la goulotte et le brassage comme décrit en §III.3 font que la cloche est probablement bien fournie en aluminium). On aura donc beaucoup de mattes, riche en fer et aluminium. A côté du déversement de la goulotte, on a également beaucoup de mattes. En revanche, ces particules étant loin de la source du fer, la tôle, ne sont pas susceptibles de grossir. Le fer ici disponible ne peut être que du fer dissous, mais des températures adéquates et de l'aluminium abondant s'y retrouvent certainement. De plus, comme le montre le tableau III.1.3.1b, les mattes qui se forment au voisinage du déversement de la goulotte sont également légèrement plus riches en aluminium et moins riches en zinc en solution. Conformément à HARVEY ET MERCER, le zinc remplace quasi-exclusivement l'aluminium dans les mattes et peut varier en concentration ce qui est naturel étant donné la forte concentration en aluminium à cet endroit. Les teneurs en aluminium dans les mattes diminuent légèrement en fonction de la distance du déversement de la goulotte. La quantité d'aluminium en étant relativement faible, celle de zinc devrait ainsi augmenter dans les mattes, et cela semble en effet être le cas (jusqu'à 22%). Cette tendance à se transformer en fonction des conditions environnantes peut expliquer la variation importante des valeurs dans la littérature (comme le mentionne GUTTMAN ET AL[9]) de 10 à 18% atomique de Zn (18-28% massique) ou davantage.

On peut tirer plus d'informations des compositions des mattes. Les variations de composition sont faibles mais significatives. Elles peuvent servir à indiquer le comportement des mattes dans le bain. Par exemple, des quantités d'aluminium plus importantes (nous ignorons si elles sont déjà sous forme de mattes ou de gradient de concentration) autour du déversement de la goulotte, peuvent passer en dessous de l'équipement du bain, et être entraînées, de préférence, vers la partie postérieure du clocheton. Ensuite, ces quantités dépassent les bords de la cloche (qui sont plus profonds que ceux du clocheton) et parviennent enfin dans la partie antérieure du clocheton. Le fer, étant en quantité plus importante dans la cloche, diminue plus loin. La partie antérieure du clocheton possède donc les plus faibles teneurs en fer et aluminium, et le zinc est par conséquent plus important. Le clocheton semble également être le lieu de rassemblement des "détritus" du bain, tout convergeant vers lui dû au brassage de la



a



b

Figure III.1.6.1 a et b. Schémas montrant les forces d'écoulement qui poussent le liquide riche en aluminium du déversement de la goulotte en partie derrière la cloche et en partie vers le clocheton.

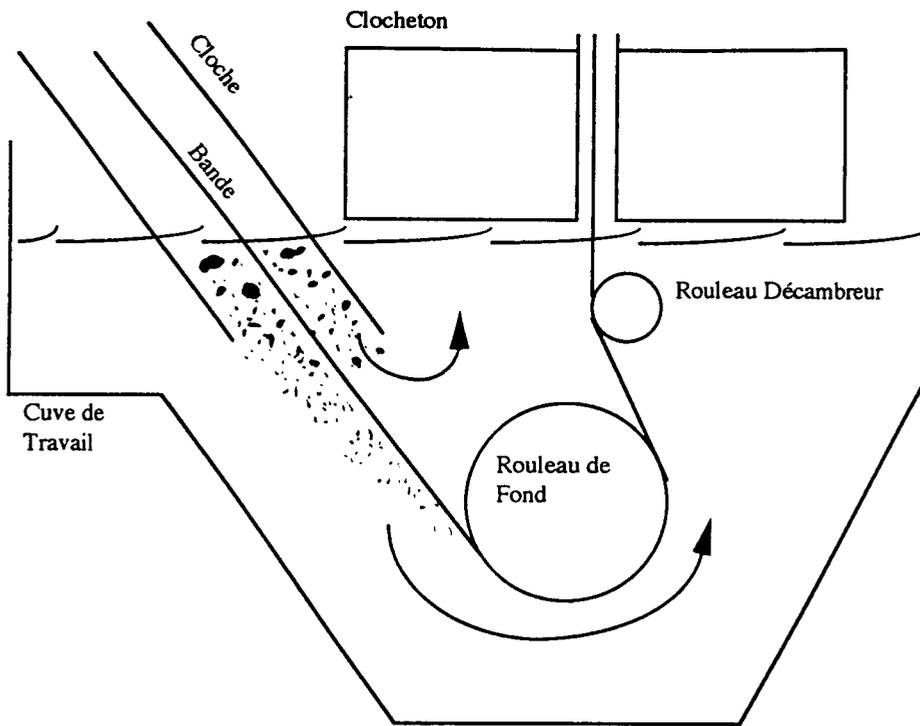
Chapitre III

bande. Il présente donc les fourchettes de composition les plus grandes. Cette idée est schématisée sur la figure III.1.6.1a et b.

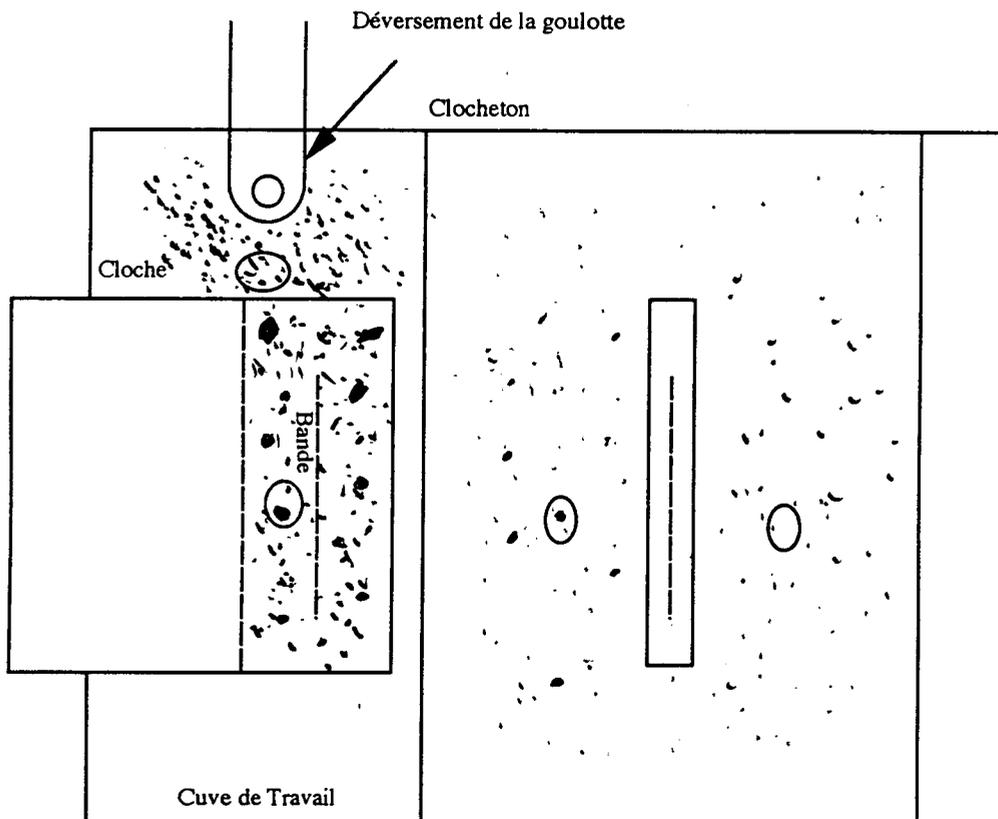
La taille des mattes soutient l'hypothèse de transformation des mattes en fonction des conditions. Bien que la plupart soit de l'ordre de quelques dizaines de microns, les mattes peuvent avoir une taille allant jusqu'à quelques millimètres. Dans la cloche, des particules de mattes de tailles diverses peuvent être repérées (figure III.1.3.2a). Beaucoup d'aluminium et de fer sont présents, et la température y est élevée, ce qui est favorable à la formation des particules des mattes. Sans possibilité efficace de les enlever, la cloche devrait être remplie de mattes. En effet, nous avons vérifié cette hypothèse. Puisque les mattes ont une masse volumique inférieure à celle du zinc liquide, elles flottent. Plus grande est la matte, plus rapide est sa remontée à la surface, grâce à la force d'Archimède plus importante. *A fortiori*, les plus petites s'enfoncent plus facilement. Elles ont donc une tendance à voyager davantage sous l'action du brassage. Cette hypothèse est encore soutenue par la distribution des mattes sur la ligne Armco Steel Company, LP Middletown Works Line #3. Leur cuve est alimentée devant la bande sortante et, dans cet endroit, nous avons trouvé des mattes de tailles diverses, bien que derrière la cloche (l'autre côté de la cuve) les mattes étaient toutes petites et de même taille.

En raison de la surabondance des mattes dans la cloche, la bande sert à la nettoyer, en repoussant les mattes les plus basses hors de la cloche. Les mattes doivent être de plus en plus petites en descendant dans le bain. Sur la face inférieure de la bande, les mattes sont obligées de voyager plus loin afin d'échapper à la cloche (car leur force d'Archimède les pousse contre la bande). La bande n'entraîne donc que des petites particules. Sur l'autre face, par contre, la profondeur de la cloche est la seule restriction, et la bande devrait pouvoir repousser hors de la cloche les mattes, de taille plus importante que celle de la face inférieure mais moins importantes que certaines qui restent dans la cloche. Ces mattes de la face supérieure se retrouveraient derrière la bande dans le clocheton, et la partie devant la bande dans le clocheton serait ensuite munie de quantités importantes de petites mattes. Des échantillons respectifs se trouvent dans les figures III.1.3.2c and d, vérifiant cette hypothèse.

Bien que les indices soient ténues séparément, tous vont dans le même sens. Les petites mattes suivent la bande. Cette idée est utile lorsque l'on schématise le mouvement des mattes, comme sur la figure III.1.6.2a et b. Nous la reprendrons plus loin (§ III.3).



a



b

Figure III.1.6.2a et b. Vue en coupe (côté hall) du mouvement des mattes et vue dessus de la distribution des mattes dans le bain.

Chapitre III

III.2 LA DISTRIBUTION DE L'ALUMINIUM DANS LE BAIN ET SES EFFETS

L'importance du comportement du bain sur la qualité du revêtement et sur la formation des mattes est déterminante. Il est ainsi critique d'évaluer le rôle de l'aluminium afin de voir si son comportement dans le bain a une influence. Nous allons reprendre les observations de GAST-BRAY ET AL qui ont montré deux phénomènes qui méritent d'être approfondis: les gradients et l'enrichissement en aluminium.

III.2.1 Influence des gradients de température et aluminium

Il est certain qu'un mélange zinc liquide + aluminium, sursaturé en fer comme dans le bain de la Ligne A, précipitera des mattes sous l'influence de gradients de température et de teneur en aluminium.

température

En ce qui concerne les deux gradients, nos expériences ont démontré que, dans les conditions de la Ligne A, le gradient de température est prépondérant sur la formation des mattes. Il n'est pas toujours possible d'éliminer ce gradient comme nous avons montré au chapitre II. En revanche, à l'aide d'un thermocouple introduit dans le déversement de la goulotte, nous avons pu mettre en évidence un gradient que nous pouvions éliminer: le zinc entrant, dans le bain, trop froid. Avec un contrôle de la température du zinc qui provient de la goulotte, on peut augmenter l'efficacité en aluminium et réduire la formation des mattes qui se figent du côté moteur et derrière la cloche. En faisant un premier essai de diminution de ce gradient, nous avons pu augmenter la teneur en aluminium du bain de 15% et réduire le nombre de plateaux de mattes d'au moins un par poste (~25%).

aluminium

Nous avons également montré l'influence des gradients en aluminium, à l'aide de deux expériences: une sur la ligne de production et une au laboratoire.

- expérience sur la ligne de production

A température constante dans la cuve de travail avec le déversement de la goulotte, riche en aluminium et à température identique, les mattes se produisent à une vitesse importante. C'est à dire que dans certaines expériences, il a été impossible d'enlever les mattes pour prélever un échantillon sans celles-ci, parce qu'elles étaient en quantité trop importante pour toutes les retirer.

- expérience au laboratoire (schématisée sur la figure III.2.1)

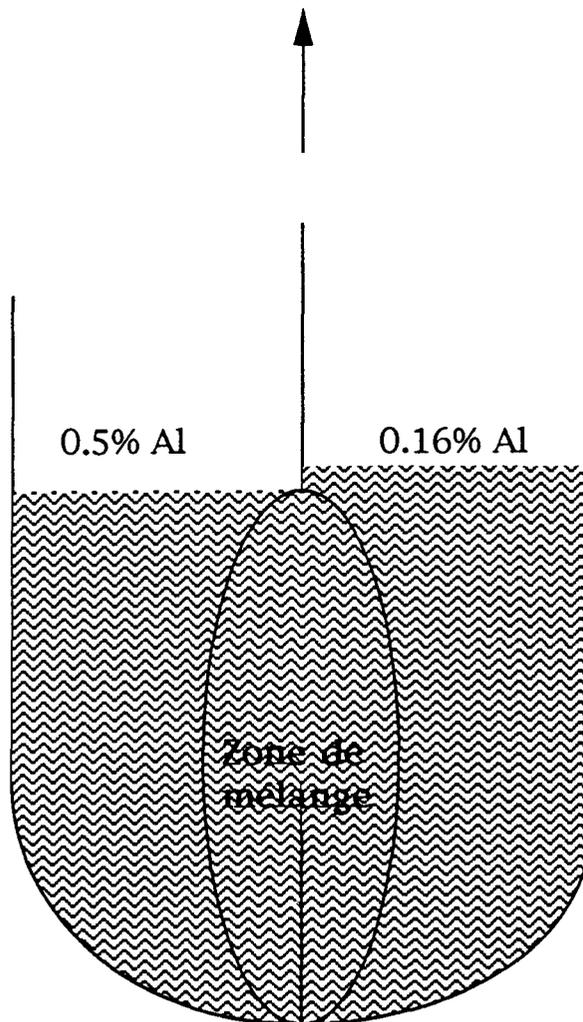


Figure III.2.1 Creuset en deux compartiments à deux teneurs en Al différentes à 480°C. Après avoir retiré la paroi entre les deux, la zone de mélange se trouve de préférence au milieu.

Nous avons utilisé un creuset à deux compartiments à 480°C séparés par une paroi céramique amovible. Nous y avons introduit du zinc liquide largement libre de mattes (confirmé par des méthodes optiques). Un compartiment contenait 0,5% Al et l'autre 0,16%. L'expérience a montré que, suite à l'enlèvement de la paroi et une trempe subséquente, la zone de mélange contenait en moyenne une quantité de mattes supérieure de 45% par rapport aux extrémités nominalement non-mélangées.

III.2.2 Enrichissement

Certains auteurs [14,15] ont soupçonné l'existence d'enrichissement à la surface des bains de galvanisation ainsi que la possibilité d'une alimentation directe de la bande, faisant ainsi un "court-circuit" dans le bain de galvanisation. Nous avons observé ces phénomènes et prouvé leur existence par les trois expériences suivantes: une sur la Ligne A, une dans un laboratoire, et une autre sur la Ligne A pour confirmer nos résultats. Ensuite, nous évaluerons la possibilité de "court-circuit" dans le bain.

Ligne A

La première expérience a consisté en quatre tests dans le bain de travail et le bain de préfusion. Chaque test a utilisé des disques en acier inoxydable de 95 mm de diamètre et de 30 mm d'épaisseur. Ces disques servaient à prélever un échantillon de surface (représentatif du liquide dans la zone des premières 5 mm de la surface du bain) figé sur la surface du disque lors de contact entre celui-ci (qui était auparavant à température ambiante) et le bain. Les analyses des compositions de ces échantillons ont été comparées à celles d'une louche de prélèvement normale, qui a prélevé un échantillon représentatif de la teneur du bain à 40 mm de la surface du bain.

Le test 1 a été effectué après l'addition quasi-constante des lingots Zn-0,5Al pendant plusieurs heures (avec un minimum de 5 heures et une pause de 10 minutes au plus pour changer les lingots). Pour le test 2, d'autre part, nous n'avons ajouté des lingots que pendant les dernières 20 minutes. Auparavant, la ligne produisait des tôles à faibles poids de revêtement, consommant ainsi beaucoup moins de zinc. Puisque le niveau du liquide était haut dans la cuve, les galvaniseurs ont cessé de rajouter des lingots pendant au moins une heure. Les tests 3 et 4 étaient des essais de confirmation faits l'un après l'autre, et effectués dans un intervalle inférieur à 10 minutes, dans des conditions opérationnelles normales (c-à-d comme le test 1).

Il est impressionnant de remarquer que la composition du bain de travail avant la réintroduction des lingots et avant le test 2 était 0.117% massique Al et 0.014% massique Fe. Quoique ces valeurs paraissent trop faibles (le Fe est faible aussi, mais devrait augmenter avec une teneur en Al plus faible dans les conditions d'équilibre), ce n'était pas la première fois qu'une diminution d'aluminium avait été remarquée dans une telle situation, ce qui n'est pas étonnant. En considérant que le bain contient en moyenne 0,155% Al, mais que la bande consomme environ 0,480% Al à faible poids de revêtement, sans renouvellement par les lingots, nous nous attendons à une diminution en

Chapitre III

aluminium. La bande continue donc d'enlever de l'aluminium préférentiellement au zinc. Sinon, le niveau du zinc baisserait, mais le pourcentage relatif d'aluminium dans le bain resterait la même. Heureusement, après avoir réintroduit les lingots, la teneur est redevenue normale au moment du test 2.

Le tableau III.2.2.1 montre les résultats de ces expériences. Les analyses du bain de travail sont décevantes car la présence de mattes est trop importante pour avoir des valeurs représentatives du liquide. Dans le bain de préfusion, nous avons pu obtenir des résultats intéressants. Même si tout le fer se consomme sous forme de mattes, l'aluminium excédentaire dans les échantillons de surface est sans exception plus important que celui de la cuve de préfusion, et même plus important que l'aluminium dans les lingots. La seule conclusion est que la surface est enrichie par l'aluminium.

Tableau III.2.2.1 Enrichissement en surface d'aluminium. Une comparaison des compositions en surface par rapport à celles des bains (% massique).

	Cuve de Préfusion				Cuve de Travail			
	Surface		Bain		Surface		Bain	
	Al	Fe	Al	Fe	Al	Fe	Al	Fe
Test 1	0.722	0.007	0.221	0.077	0.148	0.026
Test 2	0.515	0.01	0.405	0.005	0.25	0.135	0.151	0.051
Test 3	0.570	0.010	0.490	0.010	0.169	0.042	0.146	0.022
Test 4	0.567	0.050	0.215	0.086

Laboratoire

Afin de confirmer ce phénomène, un essai de laboratoire a été effectué en utilisant des creusets minces en silice (la minceur des creusets avait pour objet d'empêcher la plupart des courants de convection). Ces creusets ont été remplis en strates superposées par des morceaux de zinc solide à teneurs différentes en aluminium. Les creusets étaient ensuite fondu dans un four à température constante selon des durées prédéterminées. Nous avons ensuite évalué l'influence de la température, de teneur en aluminium et de temps sur l'enrichissement en aluminium.

Les résultats se trouvent dans le tableau III.2.2.2 (voir annexe). Lorsque des spécimens à Zn-1,3% massique Al sont bien mélangés (Tableau III.2.2.2a), l'enrichissement ne se manifeste pas, même en faisant varier le temps et la température. Autrement dit, et comme prédit par la thermodynamique, l'aluminium ne se "dé-mélange" pas.

Chapitre III

Tableau III.2.2.2a. Distribution en aluminium si les échantillons sont déjà bien mélangés
(1,3% Al nominal - % massique)

2 heures à 500°C		2 heures à 460°C	
<u>Profondeur</u>	<u>Al</u>	<u>Profondeur</u>	<u>Al</u>
Surface	1.26	Surface	1.30
20mm	1.29	15mm	1.37
35mm	1.28	31mm	1.37
55mm	1.24	50mm	1.31
90mm	1.28	76mm	1.31

Le tableau III.2.2.2b présente les résultats des échantillons qui ont subi des traitements à différentes températures, teneurs en aluminium et durées. L'enrichissement superficiel est apparent. Certaines analyses ont été perturbées par la présence des mattes. Celles-ci sont volontairement non prises en compte, mais dans le Tableau III.2.2.2b on peut en voir une à titre d'exemple. Les teneurs en fer, bien que mesurées systématiquement, sont comparées avec un de ces spécimens de laboratoire pour montrer que les mattes n'influencent pas le reste des résultats. Les tendances (schématisées sur la figure III.2.2.1) mises en évidence par ses expériences montrent que :

1) Un mélange hétérogène des "quanta", contenant des teneurs en aluminium variables n'engendre pas un mélange homogène, même après 24 heures pour des conditions approximatives de galvanisation continue, et

2) Pour des durées importantes, le quantum riche en aluminium remonte systématiquement vers la surface, sans forcément se mélanger durant son trajet, sans influence de la température ou de la teneur en aluminium .

(Il faut noter que lors de l'expérience en laboratoire, les quanta plus riches en aluminium fondaient plus rapidement que ceux moins riches, accentuant l'enrichissement.)

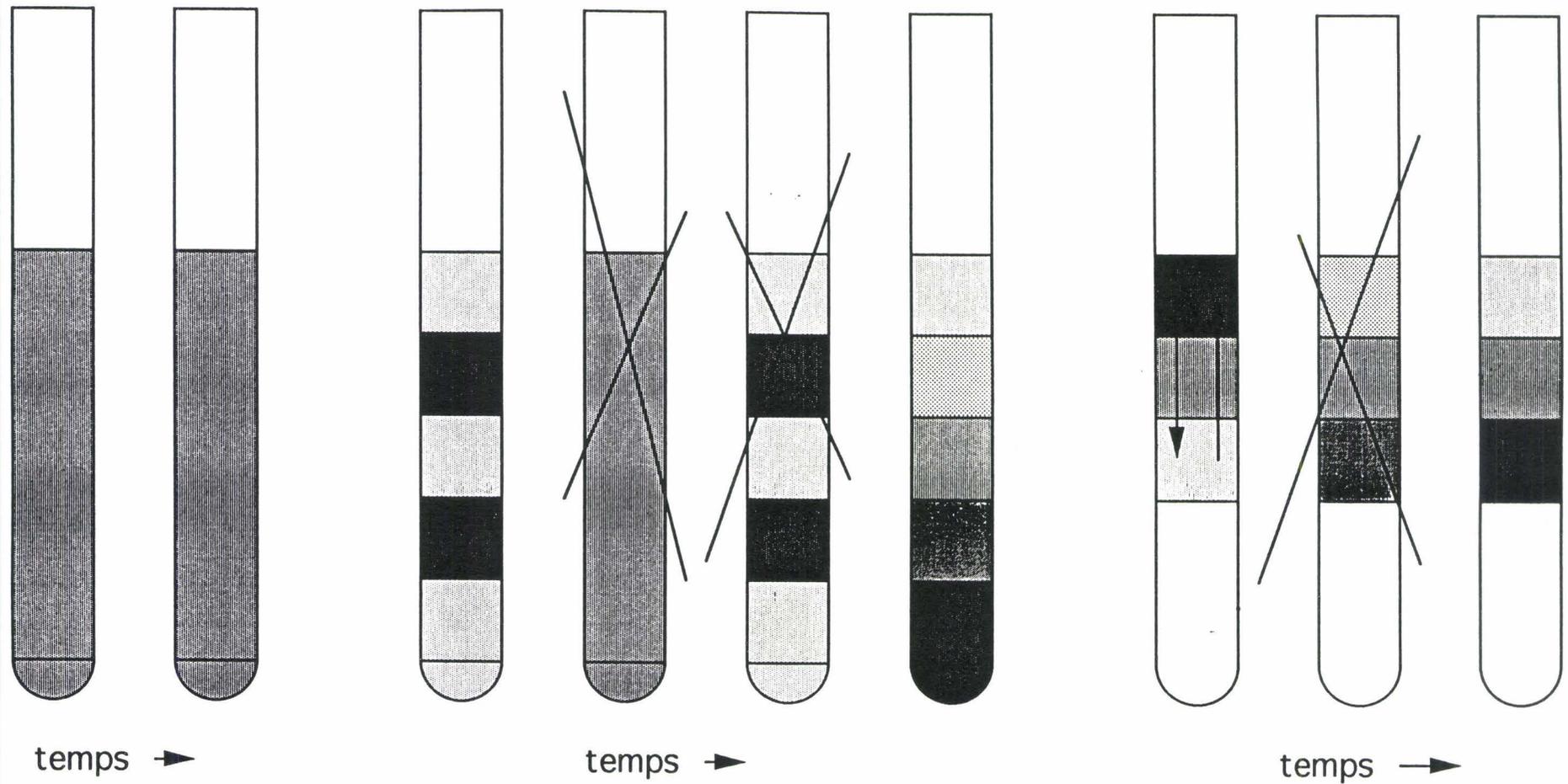


Figure III.2.2.1 Schémas de l'enrichissement d'Al en fonction du temps dans l'expérience en laboratoire: les creusets cochés sont des phénomènes non-mis en évidence, les nuances plus claires indiquant un morceau plus riche en Al.

Chapitre III

Tableau III.2.2.2b. Distribution en aluminium si les échantillons ne sont pas bien mélangés. Les temps, les températures, et les teneurs en aluminium sont variables (% massique).

Composition du bain 3 jours à 485°C			Composition de la cuve de Préfusion 3 jours à 485°C			0,3% Al nominal 2 heures à 520°C		2 heures à 500°C	
Profondeur	Al	Fe	Profondeur	Al	Fe	Profondeur	Al	Profondeur	Al
Surface	1.8	1.5	Surface	0.458	0.005	Surface	0.470	Surface	0.341
			15mm	0.459	0.005			21mm	0.288
25mm	0.310	0.171	25mm	0.457	0.004	22mm	0.469	36mm	0.268
50mm	0.307	0.177	40mm	0.454	0.005	42mm	0.451	54mm	0.167
			60mm	0.452	0.005	62mm	0.406	72mm	0.030
80mm	0.298	0.172	85mm	0.444	0.005				
110mm	0.273	0.158	115mm	0.429	0.006				
			140mm	0.418	0.009				
			170mm	0.402	0.003				

Tableau III.2.2.2c. Distribution en aluminium utilisée pour le calcul de la coefficient d'interdiffusion d'Al dans le Zn (1,3% Al nominal - % massique).

5 min. à 520°C		1 heure à 520°C		2 heures à 520°C		24 h. à 520°C†	
Depth	Al	Depth	Al	Depth	Al	Depth	Al
Surface	1.10	Surface	1.228	Surface	1.19	Surface	1.00
17mm	1.05	15mm	1.27	16mm	1.07		
36mm	0.984	35mm	1.13	31mm	1.047	27mm	0.97
56mm	0.488	51mm	0.785	50mm	0.755	59mm	0.95

† taux en fer met ces valeurs en doute

L'énergie motrice de ce mouvement est probablement la différence de masse volumique entre les quanta de teneurs inégales. DREULLE ET AL[29] montrent que la masse volumique des liquides Zn-Al diminue avec une teneur croissante en aluminium. Le résultat est la distribution dans les Tableaux III.2.2.2b et c, qui décroît d'une manière notoire en fonction de la profondeur. Cela suggère qu'en l'absence de brassage ou de convection, l'aluminium ne diffuse que lentement. A partir d'un calcul approximatif basé sur la deuxième loi de Fick:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \right)$$

nous avons formulé une fonction. Par ajustement de points expérimentaux, nous trouvons des solutions analytiques pour la concentration en fonction du temps t, et de la profondeur x:

- $C_f(t) = 0,717 + 0,184 \log t$

- $C_f(x) = C_i - (1,8E - 06) \frac{x^2}{t}$ où t est en secondes, x en cm,

et C en pourcent.

Chapitre III

Ces équations donnent une moyenne statistique du coefficient d'interdiffusion de :

- $\tilde{D}_{Al-Zn} = 6,17E-4 \text{ cm}^2/\text{s}.$

Cette valeur se situe bien dans la gamme normale des diffusivités liquides d'après GEIGER ET POIRIER [30]. La valeur est, par contre, environ 10 fois plus grande que celles de SELVERIAN ET AL [31] ou KURZ ET FISHER [32]. Ces derniers avaient obtenu 5×10^{-5} et $3 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$, respectivement, ce qui suggère que la diffusion seule est plus lente encore.

Pourquoi existe -il une telle différence?

D'abord, nous savons que nos erreurs de mesures ont également conduit à exagérer la valeur mesurée. Puis, le coefficient de diffusion est fonction de la concentration: les deux ouvrages de référence utilisent des concentrations en aluminium supérieures à 45% massique contrairement au ~1% pour nos expériences. Enfin, bien que les creusets expérimentaux soient relativement longs et minces, la convection peut également jouer un rôle.

Nous avons ensuite réalisé un essai de confirmation dans le bain de préfusion de la Ligne A pour déterminer, en utilisant le même équipement que pour les tests 1 à 4 plus haut, le taux de diffusion ajouté à l'influence de convection dans les conditions industrielles. Après avoir enlevé le lingot d'alimentation et sans brasser celui-ci, nous avons effectué sept prélèvements et puis avons réintroduit le lingot avec brassage pour en effectuer encore deux. L'intervalle entre chaque prélèvement était de 15 minutes. Pour chaque prélèvement, nous avons analysé la teneur en aluminium de la couche superficielle (dénommé Al Surf) et de la zone 40 mm en dessous de celle-ci (dénommé Al Bain). Notons par 15sp et 30sp le prélèvement 15 et 30 minutes, respectivement, après la réintroduction des lingots. Nous avons obtenu les résultats suivants (Fe en dessous de 20ppm):

TABLEAU III.2.2.3. Essai de l'influence de diffusion et de convection dans les conditions industrielles (% massique).



<u>Temps</u>	<u>Al Surf</u>	<u>Al Bain</u>
début	0,552	0,537
45min	0,545	0,520
1h30	0,505	0,487
15sp	0,514	0,498
30sp	0,528	0,500

Cela permet l'approximation suivante en fonction du temps pour l'influence de la diffusion:

- $C_f(t) = C_i - (1.0E-4 * t)^5$, où t est en secondes et C en pourcent.

L'addition des lingots augmente donc rapidement la teneur en aluminium, plus rapidement que le taux de diffusion de l'aluminium. Quant à la convection, son influence est également faible. L'aluminium enrichirait donc rapidement la surface. Une application étendue de cette correspondance, en production, risque d'être optimiste pour des raisons telles que la taille des cuves, la vitesse d'alimentation et l'inhibition de la circulation normale par l'équipement de galvanisation comme discuté par GUTTMAN ET AL [9]. Cela peut être, par contre, une approximation suffisante pour un bilan matière.

Une meilleure approximation sur une ligne de production consiste à calculer la quantité riche en aluminium dans les matières d'alimentation et le taux d'alimentation. Quand le volume du matériel riche dépasse la barrière d'extraction, c'est seulement à partir de ce moment là que l'on va se servir du matériel riche. Si un écrémage intervient, aucun zinc riche en aluminium ne va être utilisé.

A titre d'exemple, supposons que l'on veut augmenter la teneur en aluminium d'un bain de travail. On introduirait naturellement dans la cuve de préfusion des lingots plus riches en aluminium (figure III.2.2.2). Supposons qu'il existe une barrière d'extraction dans la cuve de préfusion d'une profondeur de 10 cm. Supposons que le volume d'un lingot complètement fondu correspond au liquide contenu dans un centimètre de celui-ci dans la cuve de préfusion. Comme nous avons montré que ce liquide riche en aluminium flotte, ne diffusant que lentement vis à vis de la vitesse d'alimentation des lignes de

Chapitre III

galvanisation, on doit attendre l'addition de 11 lingots avant que le liquide riche puisse dépasser la barrière d'extraction.

Outre les difficultés que ces considérations apportent aux efforts d'augmenter la teneur en aluminium dans la cuve de travail, si l'on utilise deux lingots à teneurs différentes pour réguler l'aluminium, le contrôle est aussi délicat pour les mêmes raisons. Le brassage peut servir à éliminer entièrement cet effet.

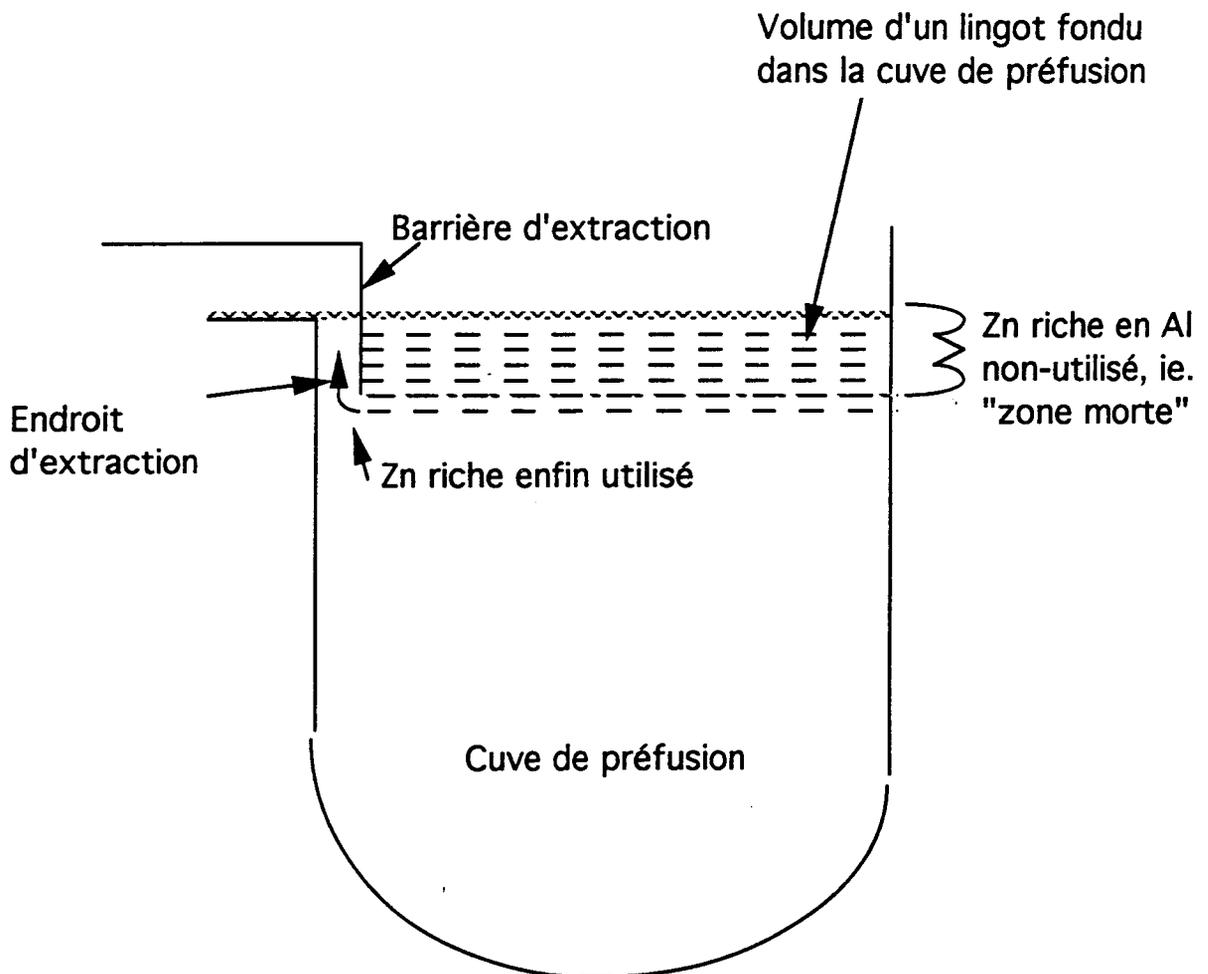


Figure III.2.2.2 Schéma de l'influence de l'enrichissement d'Al dans la cuve de préfusion sur l'efficacité de son utilisation.

Court circuit

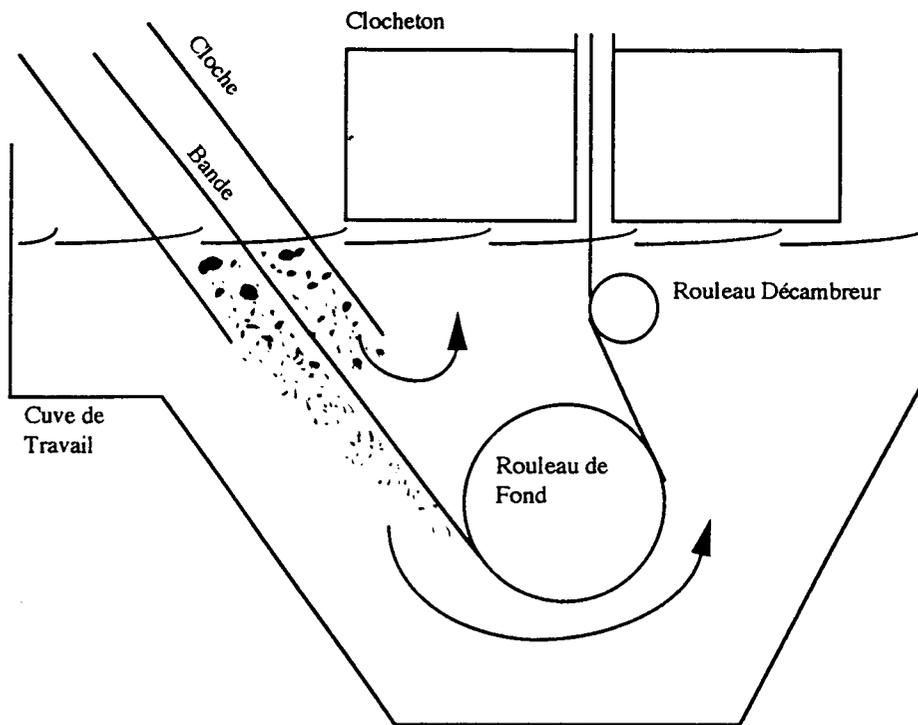
Pour investiguer la possibilité d'un court-circuit sur la Ligne A, nous avons réalisé l'expérience suivante. En utilisant les mêmes méthodes, que la première expérience d'enrichissement plus haut, nous avons effectué quatres tests. La figure III.1.6.2b illustre les endroits où tous les échantillons ont été prélevés dans un intervalle inférieur à deux minutes pour chaque test. Le tableau III.2.2.3 présente les valeurs obtenues.

Tableau III.2.2.3. Compositions en surfaces comparées à celles du bain pour des endroits divers dans les bains de travail et de préfusion. (Lettres correspondent aux points de prélèvements comme schématisé sur la figure III.2.2.1 - % massique).

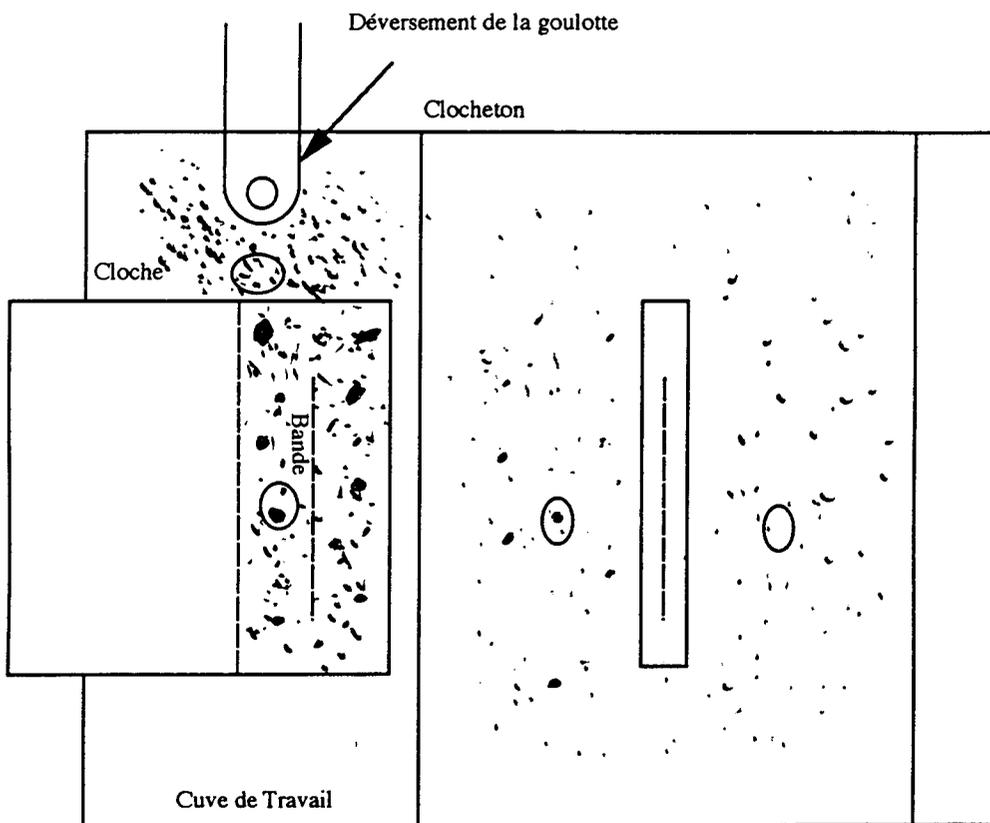
	Composition de Surface (Préfusion)				Composition du Bain			
	A		B		Préfusion		Travail	
	<u>Al</u>	<u>Fe</u>	<u>Al</u>	<u>Fe</u>	<u>Al</u>	<u>Fe</u>	<u>Al</u>	<u>Fe</u>
Test 1	0.722	0.007	0.736	0.008	0.148	0.026
Test 2	0.515	0.01	0.460	0.01	0.405	0.005	0.151	0.051
Test 3	0.570	0.010	0.499	0.010	0.490	0.010	0.146	0.022
Test 4	0.567	0.050	0.520	0.030

	Composition de Surface (Travail)							
	C		D		E		F	
	<u>Al</u>	<u>Fe</u>	<u>Al</u>	<u>Fe</u>	<u>Al</u>	<u>Fe</u>	<u>Al</u>	<u>Fe</u>
Test 1	8.95	8.05	0.221	0.077
Test 2	1.515	1.44	1.21	0.98	1.16	0.98	0.25	0.135
Test 3	1.51	1.28	0.308	0.166	0.169	0.042
Test 4	0.365	0.200	0.540	0.400	0.215	0.086

Ces valeurs de surface se sont données en fonction des teneurs en aluminium des cuves de travail et de préfusion. L'expérience a démontré que certains endroits présentent des teneurs en aluminium supérieures à celles d'autres, bien que les résultats soient masqués par la formation des mattes quasiment inévitable (voir §III.1). En revanche, cet effet est faible et nettement inférieur à l'effet d'enrichissement, dans notre cas. De plus, les endroits enrichis à la surface ne semblent pas stationnaires. Il y a probablement des façons d'accentuer ou de diminuer cet effet, comme celles suggérées par d'autres auteurs [14,15], le brassage étant l'une des plus simples, mais toute modification apporte



a



b

Figure III.1.6.2a et b. Vue en coupe (côté hall) du mouvement des mattes et vue dessus de la distribution des mattes dans le bain.

Chapitre III

inévitablement sa propre difficulté comme l'augmentation de mattes, leur entraînement ou des changements brusques dans le contrôle d'aluminium.

III.3 LES MOUVEMENTS DANS LE BAIN

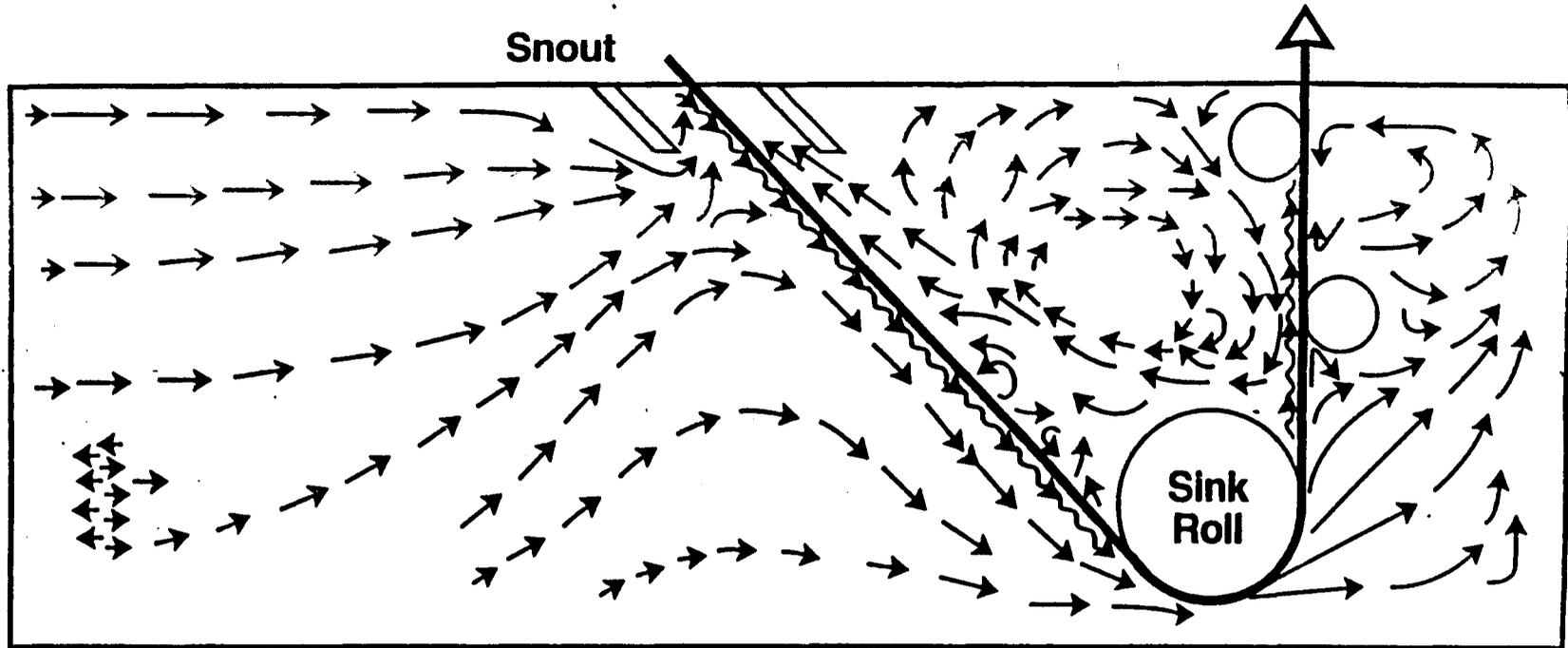
La métallurgie seule ne permet pas d'interpréter complètement un système de galvanisation. Celui-ci n'étant pas statique, il est important de prendre en compte sa dynamique. Il est essentiel de se rendre compte que les conditions, autour des défauts de galvanisation, sont fortement liées à l'écoulement des fluides dans le système. Ces fluides, apportant les éléments nécessaires pour la réaction de galvanisation, font approcher ou éloigner les mattes de la bande et rendent stable ou instable le système de galvanisation. La maîtrise complète de tout ces phénomènes est un travail de longue haleine, mais une connaissance des principes et tendances qui les gouvernent est néanmoins importante pour la gestion du bain et la qualité du revêtement.

III.3.1 L'écoulement dans le bain

Lors de la galvanisation, les réactions évoluent au fur et à mesure du temps, mais cette évolution dépend fortement de la disponibilité des agents de réaction. Il a été démontré dans le dernier sous-chapitre que les transports chimiques sont plus lents que les transports mécaniques. L'apport des agents de réaction sera donc gouverné par l'écoulement dans le bain plus encore que par les moyens chimiques. Il est naturellement essentiel d'étudier le flux dans le bain et son influence sur les autres paramètres pour comprendre l'évolution de la galvanisation.

GAGNE ET AL [33] ont illustré l'écoulement général dans une cuve de galvanisation et les facteurs déterminants dans celui-ci. D'une façon générale, ces auteurs montrent que l'écoulement avance dans le sens de la bande au milieu du bain et revient le long des cotés. Les rouleaux dans le bain influencent également l'écoulement. Les figures III.3.1.1a-c présentent leurs résultats. A partir de ceux-ci, on peut en déduire que l'écoulement sur la Ligne A devrait être équivalent à celui illustré dans ces figures. C'est à dire que le flux du bain est dirigé principalement par le brassage de la bande, qui tire du liquide de la cloche vers le devant en poussant le liquide, déjà présent dans cet endroit, vers la partie postérieure de la cuve le long des côtés. Etant donné la faible taille de la cuve, le zinc liquide pourrait approcher la vitesse de la bande à certains endroits. Le rouleau décambreur et celui de fond seraient alors des perturbateurs de cet écoulement (figure III.3.1.1a) opposant des flux contraires au flux dû à la bande.

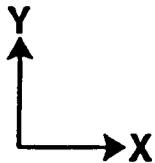
FLOW PATTERNS Centre Line of Bath



104

Chapitre III

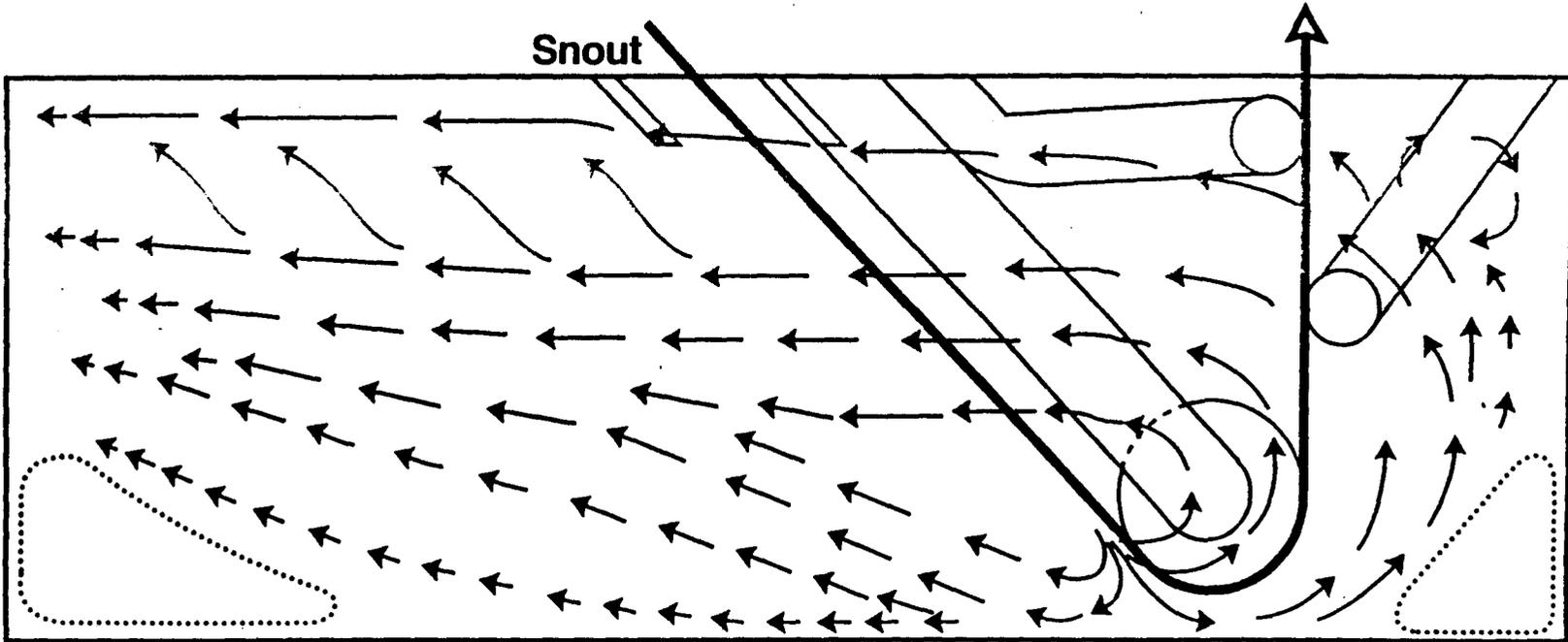
Line Speed = 550 ft / min.
 Snout = 6"
 Sink Roll = 4"
 Guide Roll = 2



— = 100 ft / min.
 — = 12 m / min.

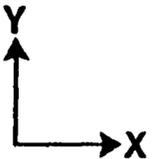
Figure III.3.1.1a. Schéma en coupe verticale de la structure de l'écoulement dans le centre du bain dans le plan perpendiculaire de la bande (tiré de GAGNE ET AL).

FLOW PATTERNS Outside Edge of Bath



105

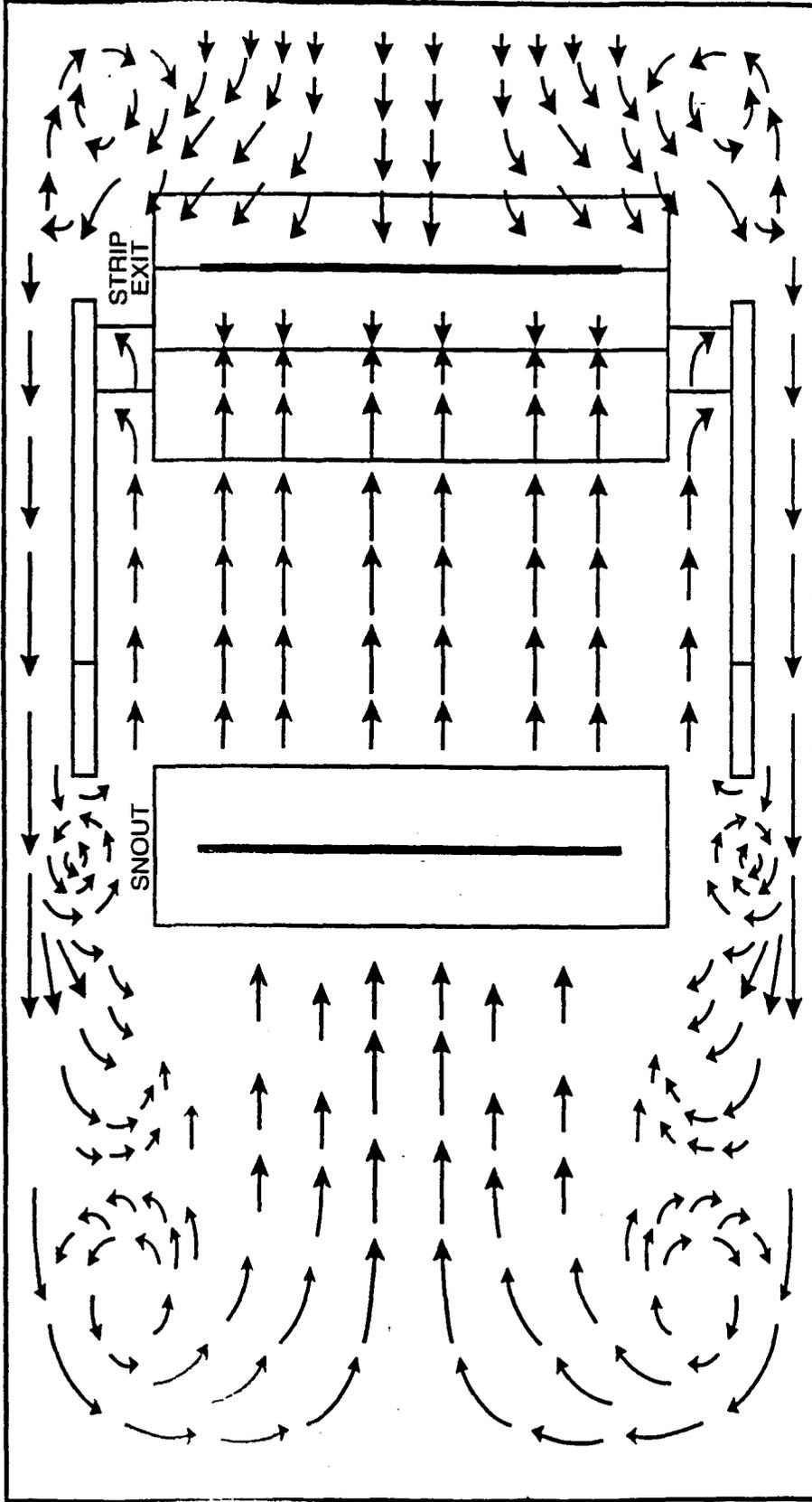
Line Speed = 550 ft / min.
Snout = 6"
Sink Roll = 4"
Guide Roll = 2



————— = 100 ft / min.
 ————— = 12 m / min.

Figure III.3.1.1b. Schéma en coupe verticale de la structure de l'écoulement en rive extérieure du bain dans le plan perpendiculaire de la bande (tiré de GAGNE ET AL).

FLOW PATTERNS Surface of Bath



Line Speed = 550 ft / min.

Snout = 6"

Sink Roll = 4"

Guide Roll = 2

—|— = 100 ft / min.

—|— = 12 m / min.

Z
X

Figure III.3.1.1c. Schéma en coupe horizontale de la structure de l'écoulement au voisinage de la surface du bain (tiré de GAGNE ET AL.).

Chapitre III

Pour analyser les possibilités de mélange du bain, la Ligne A aurait tendance à favoriser une accumulation d'aluminium du côté moteur, comme schématisé sur les figures III.3.1.2a et b. Ceci amènerait probablement une des deux possibilités suivantes :

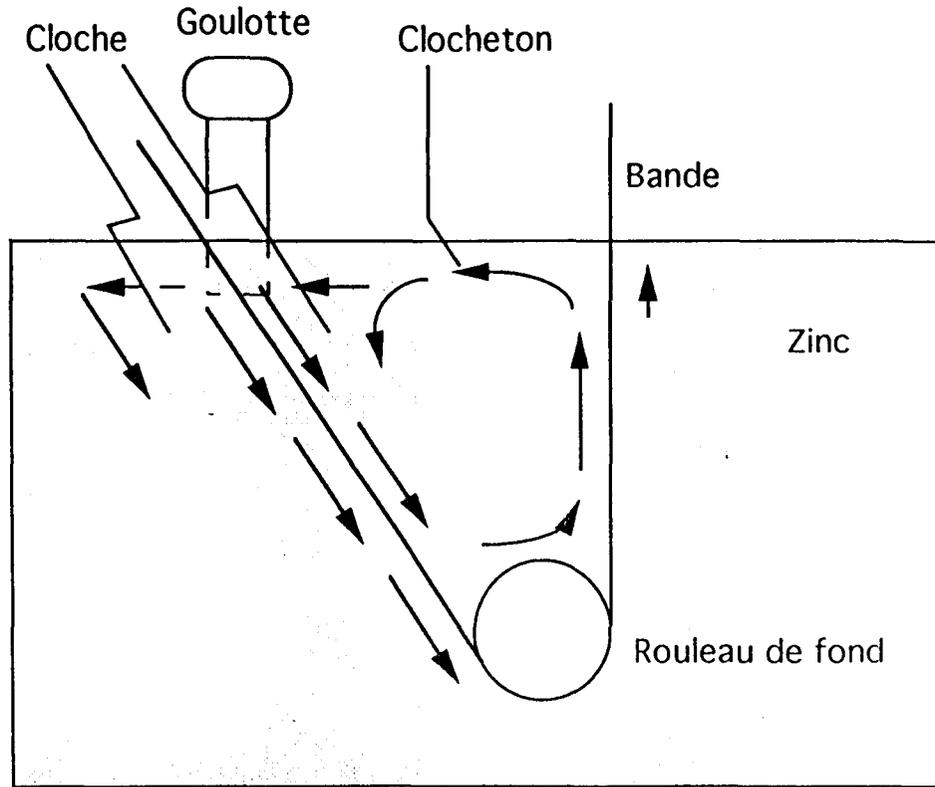
- 1) on aurait un gradient d'aluminium en permanence qui monte vers la goulotte
- 2) tout l'aluminium, au delà de l'équilibre, se précipiterait sous forme de mattes laissant une quantité de plus en plus importante à l'approche de la goulotte.

Nous n'avons pas pu mettre en évidence la première hypothèse. Cette dernière est toutefois soutenue par la distribution de mattes flottantes sur le bain de la Ligne A. La surcharge de mattes autour de la goulotte aurait tendance à être brassée derrière la cloche. Ce phénomène est également observé sur la Ligne II. Celui-ci est à l'origine de la présence de la couche visqueuse derrière la cloche. Cette couche n'est donc pas due à un problème de chauffage comme soupçonné auparavant . Si elle devient trop épaisse (c'est à dire sans être nettoyée), elle risque d'être entraînée par le brassage généré par la bande, de préférence côté goulotte (c-à-d moteur) et provoquerait alors un défaut asymétrique sur la bande qui permettrait d'identifier le phénomène. Heureusement, grâce aux efforts des galvaniseurs, ceci pose maintenant rarement problème.

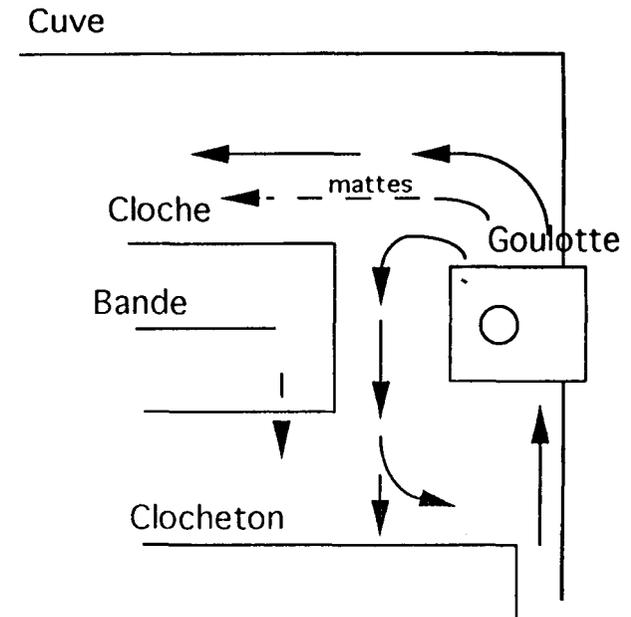
III.3.2 Le mouvement des mattes

Ces interprétations posent des questions sur l'écoulement des mattes. Après s'être occupé du flux dans le bain, il faut se rendre compte que des particules libres dans le bain vont avoir leur propre comportement, certes influencé mais non déterminé par le flux dans le bain.

Comme précité (§III.1.4), étant donné la surabondance des mattes dans la cloche, la bande, en repoussant les mattes les plus basses hors de la cloche, la nettoie. Plus bas dans le bain, les mattes devraient être plus petites. Sur la face inférieure de la bande, les mattes sont obligées de voyager plus loin afin d'échapper à la cloche (car leur force d'Archimède les pousse contre la bande). La bande n'entraîne donc que des petites particules. Sur l'autre face, par contre, la profondeur de la cloche est la seule restriction. La bande devrait alors pouvoir repousser les mattes, de taille plus importante que celles de la face inférieure, hors de la cloche, mais de taille moins importante que certaines qui restent dans la cloche. Ces mattes de la face supérieure se retrouveraient derrière la bande dans le clocheton, et la partie devant la bande dans le clocheton contiendrait ensuite des quantités importantes de petites mattes. On peut ainsi conclure que les mattes retrouvées sont amenées par la bande. Les conditions ne sont pas favorables pour une croissance importante. La taille sera donc limitée à ce que peut emmener la bande. (Le fait que la



a



b

Figure III.3.1.2a et b. Schémas montrant les forces d'écoulement qui poussent les mattes du déversement de la goulotte en partie derrière la cloche et en partie vers le clocheton.

Chapitre III

couche visqueuse est plus importante derrière la bande dans le clocheton conforte cette idée. Pourtant, le jet de ce côté est à $+10^\circ$ et -1° devant.)

Reprenons l'idée de la §III.1.3 sur le mouvement des mattes. Pour vérifier cette hypothèse, une modélisation de cet effet est proposée dans le cadre d'une étude à l'aide d'une maquette grandeur nature en présence de l'eau.

III.3.3 Hypothèses et grandeurs caractéristiques du mouvement des mattes

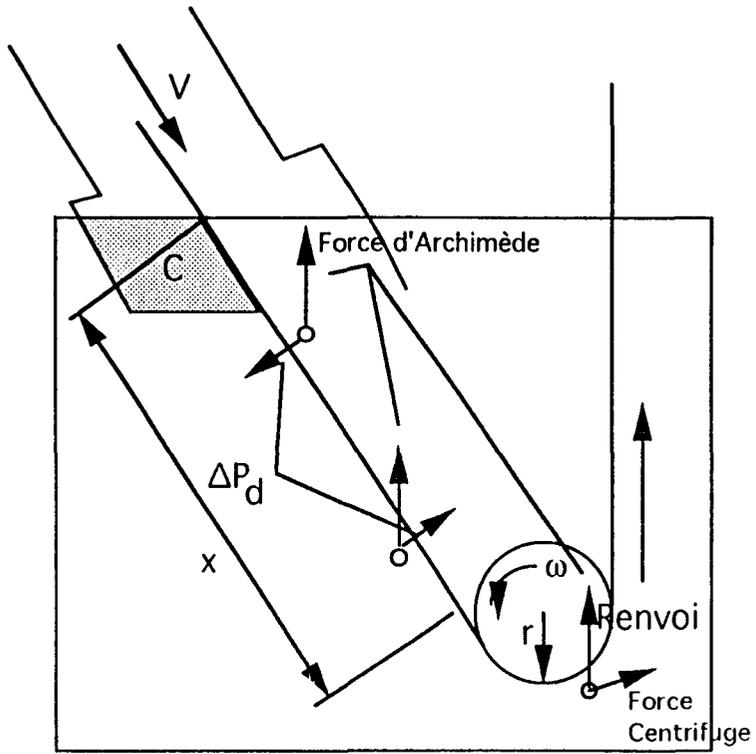
Afin de pouvoir procéder à une étude expérimentale représentative, il est nécessaire d'identifier les grandeurs caractéristiques du phénomène. Les figures III.3.3.1a, b et c présentent les principales grandeurs caractéristiques. Elles sont classées en deux catégories: les grandeurs caractéristiques du fluide et celles des particules.

Grandeurs caractéristiques du fluide

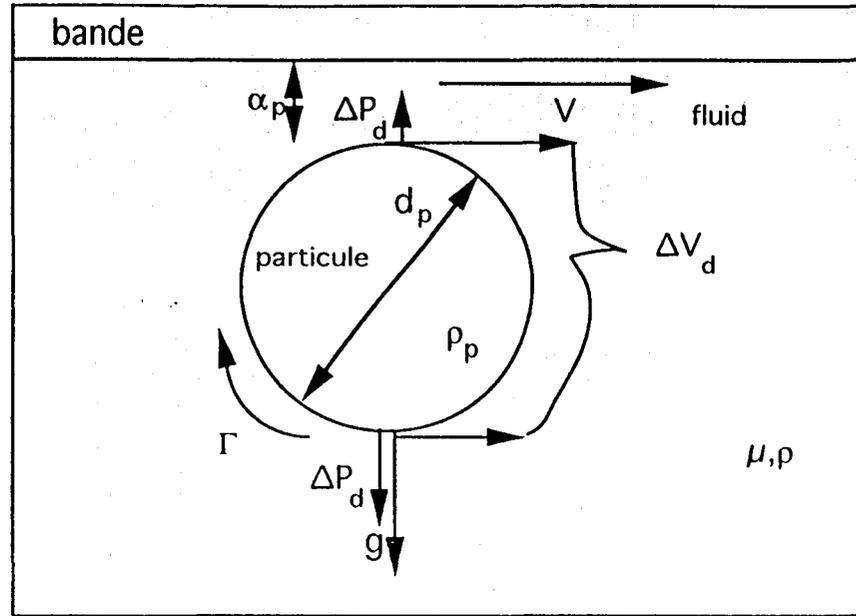
Afin d'étudier le flux dans le clocheton, il est important de connaître la nature du fluide. Ce fluide est principalement constitué de zinc liquide à 485°C . Sa masse volumique, ρ , est alors de 6600 kg/m^3 et sa viscosité, μ , $0,0035 \text{ kg/m.s}$ (selon DREULLE ET AL [29]). La modélisation sera effectuée à température ambiante exclusivement. L'écoulement au voisinage de la bande étant de type couche limite, il est caractérisé par la vitesse V (25 m/min ou $0,42 \text{ m/s}$), et localement par l'épaisseur δ de la couche limite. Le concept de la couche limite est plus important pour ces phénomènes au voisinage de la tôle traités au chapitre IV et y sera approfondi. Supposons ici que cette couche est laminaire, l'épaisseur δ , calculée selon §IV.3.1, est d'environ $5,2 \text{ mm}$ au renvoi (le rouleau de fond) vers la sortie du bain, à peu près à 1 mètre de l'entrée, avec notre faible vitesse de bande. La concentration, C , de la phase solide (c'est à dire les mattes) dans le zinc est faible, mais non-négligeable. Il est néanmoins acceptable de considérer le fluide comme une phase unique.

Grandeurs caractéristiques des particules

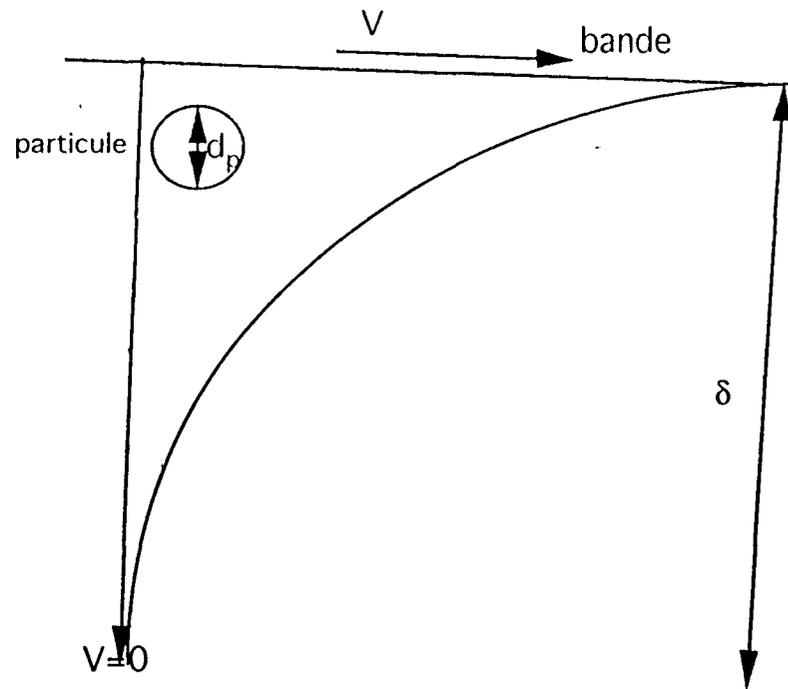
Pour la modélisation (figure III.3.3.1b), il est nécessaire de connaître le diamètre d_p des particules de mattes, leur masse volumique ρ_p (4500 kg/m^3), et l'accélération de la pesanteur g . La taille des particules, quoique difficile à mesurer car elle peut changer (§ III.1.4-5), est supposée invariable une fois en déplacement. Afin de modéliser leur comportement, on prendra 4 diamètres représentatifs ($10, 50, 100$ et $500 \mu\text{m}$) basés sur les analyses au MEB. Un autre facteur peut également être important, le coefficient de friction de la particule, α . Mais, comme il est difficilement mesuré dans notre cas, supposons une bande lisse et nous pouvons ainsi le négliger.



a



b



c

Figures III.3.3.1a à c. Schéma des grandeurs caractéristiques du flux des mattes.

Chapitre III

Si nous traçons la face supérieure de la bande, la force d'Archimède écarte la particule de la bande, ainsi que la force exercée par le rouleau de fond sur l'écoulement de zinc de ce côté (§III.3.1 et la figure III.3.1.1a). Quant à la face inférieure de la bande, la force d'Archimède qui est donnée par :

$$\bar{F}_A = \rho_p \mathbf{V} g - \rho_z \mathbf{V} g$$

où \mathbf{V} est la volume de la particule,

pousse la particule contre la bande. Celle-ci est approximativement $1,08 \times 10^{-8}$ N vers la bande. Lorsque la particule atteint le rouleau de renvoi (figure III.3.3.1a), elle est projetée hors de la bande par son moment angulaire qui est donné par :

$$\omega_p = \frac{-mV^2}{r_f}$$

où m est sa masse, V sa vitesse et r_f le rayon du rouleau de fond.

Cette force est approximativement de $2,28 \times 10^{-9}$ N.

Par contre, il est également nécessaire de considérer les influences de l'écoulement sur la particule même. L'épaisseur de la couche limite, δ , peut être importante pour ce comportement de la particule. Une différence de vitesse, ΔV_d , et de pression, ΔP_d , en fonction du diamètre de la particule peuvent également s'opposer au mouvement de celle-ci (figure III.3.3.1c) ainsi que créer une rotation, $\bar{\Gamma}$ (notation tirée de DADI [34]).

Comme on a vu plus haut, δ est d'environ 5 mm d'épaisseur. Elle est donc grande par rapport aux diamètres des particules. Quant à l'influence de ΔV_d , ΔP_d , et $\bar{\Gamma}$, d'après STREETER ET WYLIE [35], nous obtenons pour ΔV_d :

$$\frac{\Delta V_d}{V} = 1,5 \left(\frac{d_p}{\delta} \right) - 0,5 \left(\frac{d_p}{\delta} \right)^3$$

Même pour un très grand diamètre de particule comme 100μ , cette formule donne un ΔV_d inférieur à 3%. Pareillement, les deux autres sont probablement petites, surtout parce que selon DADI, elles sont d'autant plus faibles que le diamètre de particule est petit. La direction de ΔP_d est, cependant, vers la bande, ce qui encourage les particules à

Chapitre III

coller à la bande. Nous ne pouvons donc le négliger. Heureusement, ΔV_d , ΔP_d , et $\bar{\Gamma}$ sont probablement fonctions directes du diamètre de la particule, du δ et du nombre de Reynolds exclusivement. En première approximation, ils sont donc pris en compte dans cette modélisation.

III.3.4 Résumé des paramètres régissant le mouvement

A partir de l'analyse effectuée plus haut, on peut établir une liste des grandeurs caractéristiques du phénomène :

- \bar{R} = force résultante sur une particule
- d_p = diamètre des particules
- ρ_z = masse volumique du zinc [= 6600 kg/m³; = (l'eau maquette) = 1000kg/m³]
- ρ_p = masse volumique des particules [= 4500kg/m³]
- g = accélération due à la pesanteur [= 9,8m/s²]
- μ_z = viscosité du zinc [= (485°C) 0,0035 kg/m.s; = (l'eau temp. ambiente) 0,001 kg/m.s]
- V = vitesse de la paroi
- α = coefficient de friction de la particule
- C = concentration des particules
- δ = épaisseur de la couche limite

$$F(\bar{R}, d_p, \rho_z, \rho_p, g, \mu_z, V, \alpha, C, \delta) = 0$$

- paramètres fixes :

$$\rho_z, \rho_p, g, \mu_z, V, \delta$$

- paramètres variables :

$$\bar{R}, d_p, C$$

- paramètres négligeables :

$$\alpha$$

Chapitre III

Grandeurs primaires :

d_p, ρ_z, V_p

III.3.4 Equations régissant le comportement des particules et conditions aux limites pour la particule

Considérant que les particules sont en faible concentration dans le zinc en dessous de la couche visqueuse, on supposera qu'elles sont sphériques et qu'elles n'interagissent pas entre elles. DADI, utilisant un modèle théorique de Gatignol, déduit une équation globale régissant le déplacement d'une particule sphérique dans un fluide, comme on verra en §V.1.10.

Comme dans notre cas, ρ_p n'est pas nettement supérieur à ρ , nous ne pouvons pas négliger le terme de Basset *a priori* selon DADI. Cela rend cette formule difficile à manipuler car nous ne pouvons facilement le déterminer. Puisque cela ne fournit aucune information exploitable, procédons à une modélisation avec les grandeurs caractéristiques de §III.3.3:

$$\bar{R} = f(d_p, \rho_z, \rho_p, g, \mu_z, V_p, C).$$

III.3.5 Analyse dimensionnelle du mouvement des mattes

En fonction des hypothèses élaborées précédemment, et en sélectionnant d_p, ρ_z et V_p comme grandeurs primaires; nous obtenons

$$\frac{\bar{R}}{\rho_z V_p^2 d_p^2} = f\left(\frac{\rho_p}{\rho_z}, \frac{g d_p}{V_p^2}, \frac{\rho_z V_p d_p}{\mu_z}, Cd_p^3\right).$$

en notant la maquette par l'apostrophe:

$$\rightarrow 1) \quad \frac{\rho_p}{\rho_z} = \frac{\rho_p'}{\rho_z'} \quad , \quad \text{nous obtenons } \rho_p' = 0.64 \text{ par rapport à l'eau.}$$

$$\rightarrow 2) \quad V'^2 = V^2 \frac{d_p'}{d_p}$$

$$\rightarrow 3) \quad \frac{V'}{V} = \left(\frac{\mu_z'}{\mu_z} \right) \left(\frac{\rho_z}{\rho_z'} \right) \left(\frac{d_p}{d_p'} \right)$$

$$\text{rendu fixe par } \frac{V'}{V} \rightarrow \frac{d_p'}{d_p} = 1.53$$

$$\rightarrow 4) \quad C' d_p'^3 = C d_p^3 \quad \therefore C' = \frac{C}{3.6}$$

$$\rightarrow 5) \quad \frac{d_p'}{d_p} = \frac{\delta'}{\delta}$$

La condition 1 est satisfaite si l'on peut trouver un matériau simulant la particule dans la maquette avec le même rapport de masse volumique par rapport à l'eau (un polymère suffira probablement).

La condition 2 rend fixes 3, 4 et 5, mais celles-ci sont apparemment satisfaisables.

- Cela donnerait une vitesse de bande de 31 m/min ou 0,52 m/sec.
- Cela transformerait les 4 diamètres de particules sélectionnées en 750, 150, 75, and 15 μm pour la maquette. La concentration sera alors basée sur la concentration de mattes dans la cloche au moment de l'essai et mesurée par analyse d'image (actuellement ~ 20 par mm^2 ou pour la maquette 5,5)
- Cela donnerait un rapport de δ de :

$$1,53 = \frac{4,65x}{\sqrt{Re_x}} \cdot \frac{\sqrt{Re_x}}{4,65x}$$

$$1,53 = \sqrt{\frac{x'}{x}} \sqrt{\frac{V}{V'} \frac{\rho}{\rho'} \frac{\mu'}{\mu}} \Rightarrow \frac{x'}{x} = 0,81$$

où x est la distance de voyage dans le bain et Re_x est le nombre de Reynolds pour x .

Donc, pour une modélisation de la Ligne A, la bande de la maquette circulerait sur une longueur de 1,62 m dans le bain.

Il est ainsi possible de modéliser le mouvement des mattes dans un bain de galvanisation. En revanche, cela nécessite une maîtrise des couches limites et la construction d'une

Chapitre III

maquette avec de l'eau. Par conséquent, c'est une étude trop vaste pour ce mémoire. Nous allons donc remettre cette modélisation à une étape future.

III.4 CONCLUSION

Maintes épreuves et tendances, bien que séparément indéterminantes, conduisent ensembles aux mêmes conclusions. Les mattes sont les indices du comportement du bain. Elles démontrent que la composition du bain n'est pas parfaitement homogène et que ses hétérogénéités sont responsables de la formation, de la croissance et du comportement des mattes.

Elles aident à discerner le mouvement dans le bain que nous avons approfondi en §III.3. Nos investigations concernant l'origine des mattes soulèvent beaucoup de questions concernant l'interaction de la tôle et du bain. Ces questions font l'objet du chapitre suivant. Enfin, les mattes mettent en évidence l'importance de l'aluminium et de son comportement dont une perturbation, comme un appauvrissement local ou un gradient, peut générer des mattes. Cette considération a donc mis en évidence le fait que les gradients dans le système de galvanisation sont, en général, à l'origine de la germination et du grossissement des mattes

Il est maintenant évident que chaque bain de galvanisation aura des mattes, quoi que l'on fasse. Il est possible de les limiter, mais, en gros, elles sont inévitables par la nature même de la galvanisation en continu. Il est donc essentiel de savoir ce qui arrive aux mattes lors de leur formation. Il est ainsi utile d'examiner les flux qui influencent le comportement des mattes dans une cuve de galvanisation. A l'aide des informations présentées dans ce chapitre, nous avons pu aboutir à une modélisation du mouvement des mattes dans le bain, mais qui dépasse le cadre de cette étude.

Cela conduit à minimiser les gradients afin de minimiser la germination des mattes: il faut garder toutes les températures constantes et égales (bain, bande, goulotte, température apportée par le changement de format), et garder la teneur en Al aussi constante que possible. Plus forte est la teneur en aluminium dans le bain, plus basse est celle du fer, ce qui diminue donc la quantité de mattes et rend le système plus robuste. Il faut néanmoins connaître la limite supérieure admissible de teneur en aluminium, en fonction de la rentabilité, de l'adhérence, de la résistance à la corrosion recherchée [§I.3.2]. Il faut surtout connaître son influence sur la réaction de galvanisation que nous traiterons dans le chapitre suivant. Enfin, il faut également réduire les sources de fer (fines de fer, fer désoxydé, fer dissout), qui créent des gradients dans la cloche.

BIBLIOGRAPHIE

1. Gast-Bray, A., Dauphin, J.Y., Bretez, M.: "Aluminum and Dross Repartition in Continuous Hot-Dip Galvanizing Baths", *Proceedings from the Galvanizer's Association Mtg.*, 1993 Baltimore, Md., USA; 23p.
2. Tissier, J.C.: *EQUILIBRES STABLES ET METASTABLES DANS LE SYSTEME Fe-Zn-Al EN RELATION AVEC LES PROCESSUS DE GALVANISATION A 450°C*, Thèse, L'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres-Artois (22/11/91-soutenance); pp. 152, 239.
3. Cameron, D.I., Ormay, M.K.: "The effects of agitation, cooling, and aluminium on the alloying reaction in hot-dipping in zinc", *6th Int'l Conference on Hot-Dip Galvanizing*, European General Galvanizers Association, (London - 1961); pp.276-316.
4. Reumont, G.: *ETUDE THERMODYNAMIQUE ET STRUCTURALE DU SYSTEME Fe-Ni-Zn APPLICATION A LA FORMATION DES MATTES EN GALVANISATION*, Thèse, L'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres-Artois (5/1/90-soutenance); p. 56.
5. *Smithells Metals Reference Book*, 6th ed.(1983); Edited by Eric A. Brandes, Butterworth & Co. (Publishers) Ltd, 14-8.
6. Horstman, D.: *Reactions between iron and molten zinc*, Zinc Development Association, London (1978); pp. 3-15.
7. Notowidjojo, B.D, Wingrove, A.L., Kennon, N.F.: "Origin of Dross in Galvanizing Processes", *Materials Forum* (1989) 13; pp. 69-72.
8. Yamaguchi, H.; Hisamatsu, Y.: "Reaction Mechanism of Sheet Galvanizing", *Tetsu-to-Hagané*, 63(1977); pp. 1160.
9. Guttman, H., Bélisle, S., Gagné, M.: "Management of Continuous Galvanizing Baths with Emphasis on Aluminium", *Intergalva 91*, 3rd Int'l Zinc Coated Sheet Conf., Barcelona (June 1991); pp. 5-6.
10. Bélisle, S., Lezon, V., Gagné, M.: The Solubility of Iron in Continuous Hot Dip Galvanizing Baths, *Galvanizer's Association Mtg. Proceedings*, Monterrey, Mexico, 1-21 (October 1989).
11. Gagné, M., Guttman, H., L'Ecuyer, J., Brummit, G.G., Adams, G.L., Kleimeyer, D.: The Analysis and Control of Aluminium in Galvanizing Baths, *Galvanizer's Association Mtg.*, Niagara Falls, NY (October 1990).
12. Dunbar, F.C.: "Defects of the 80's - A Closer Look at the Critical Requirements of Today's Hot-Dip Galvanized", *Galvanizer's Committee Mtg.*, Canton, OH, September 1988.
13. Souské, R.: *LA GALVANISATION A CHAUD*, Dunod (Paris), 1963; p. 39.

Chapitre III

14. Brummitt, G., Boston, S., Guttman, H., Bélisle, S.: Department of Aluminum in Continuous Galvanizing Baths, *Galvatech Proceedings*, 55-61 (Amsterdam - September 1992); p. 57.
- 15. Bélisle: *ibid* 10; p. 8.
- 16. Sippola, P., Lynch, R.F.: "Zinc Bath Control and Coated Strip Surface Improvement via Bath/Strip Cooling Technology", *Intergalva 91*, Barcelona, Spain (June 1991).
- 17. Cook, N.E.: "The Development of Continuous Galvanizing in the United States, *3rd Int'l Conf. on Hot Dip Galvanizing*, Zinc Development Association, Oxford (1954); pp.13-28.
18. Philibert, J.: Diffusion et transport de matière dans les solides, de la collection Monographies de Physique, Les éditions de Physique (Les Ulis, France) Juillet 1990.
19. Geiger, G.H.; Poirier, D.R.; *Transport Phenomena in Metallurgy*, Reading, Mass.; Addison-Wesley (1973); p. 459.
20. Jouenne, C.A.: *Traité de Céramiques et Matériaux Minéraux*, Editions Septima, Paris (1990); p.529-530.
21. Bernache-Assolant, D.: Chimie Physique du Frittage, Forceram Céramique - Editions Hermès, Paris (1993); pp. 287-289, 313-315.
22. Chen, Z.W., Sharp, R.M., Gregory, J.T.: Fe-Al-Zn Ternary Phase Diagram at 450°C, *Materials Science and Technology* 6, 1173-1176 (December 1990).
23. Ghuman, A.R.P., Goldstein, J.I.: Reaction Mechanisms for the Coatings Formed During the Hot Dipping of Iron in 0 to 10 Pct. Al-Zn Baths at 450°-700°C, *Met Trans* 2, 2903 (October 1971).
24. Urednicek, M., Kircaldy, J.S.: "Mechanisms of Iron Attack Inhibition Arising from Additions of Aluminium to Liquid Zn during Galvanizing at 450°C", *Zeitschrift Metallkunde*, 64; p. 899 (en anglais).
25. Dauzat, M., Stouvenot, F., Moreau, T.: "Zinc Rich Corner of the Fe-Zn-Al Revised Phase Diagram", *Galvatech Proceedings*, Amsterdam (1992); pp.449-454.
26. Kim, Y.W., Kung, S.C., Sievert, W.C., Patel, R.: "Steel Surface Defects in Exposed Quality Hot-Dip Galvanized Steel", *Galvatech Proceedings*, Tokyo (1989); pp.120-129.
27. Harvey, G.J.; Mercer, P.D.; (1973) *Metallurgical Transactions*, 4; pp. 619-621.
28. Dauphin, J.Y., Foct, J., Perrot, P., Tissier, J.C., Limare, A., Piessen, P., Wegria, J.: Aluminum Diffusion during the Galvanizing of Iron-Aluminum Alloys in Pure Zinc and Zinc-Aluminum Baths, (198?).
29. Dreulle, N., Frappa, A., Limare, A., Piessen, P., Sokolowski, R.: Influence de l'Aluminium dans la Protection par le Zinc de l'Acier contre la Corrosion Atmosphérique; *Matériaux et Techniques*, Feb.-Mar. 1985; pp. 77-83.

30. Geiger, G.H.; Poirier, D.R.; *ibid* 19; p. 459, 478-482.
31. Selverian, J.H., Marder, A.R., Notis, M.R.: "The Reaction between Solid Iron and Liquid Al-Zn Baths", *Metallurgical Transactions A*, 19A (May 1988); pp.1193-1203.
32. Kurz, W., Fisher, D.J.: *Fundamentals of Solidification*, Trans. Tech. Publications, 1984; pp. 241-242.
33. Gagné, M., Paré, A., Ajersch, F.: "Water Modeling of a Continuous Galvanizing Bath", *84th Galvanizers Association Mtg.*, Pittsburgh (October 1992).
34. Dadi, M.: *ETUDE DE MODELES DE COMPORTEMENT DE TRACEURS DANS UN ECOULEMENT ET LEUR VALIDATION EXPERIMENTALE PAR VELOCIMETRIE HOLOGRAPHIQUE A EXPOSITIONS MULTIPLES*, Thèse, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois (1/23/87-defense); pp. 37.
35. Streeter, V.L., Wylie, E.B.: *Fluid Mechanics*, 8th. Ed., McGraw-Hill, Inc. (1985); pp. 246-57.

Chapitre IV

IV. INTRODUCTION - LE ROLE DE LA TOLE DANS LA REACTION DE GALVANISATION

Comme mentionné au chapitre I, la qualité générale du revêtement est vraiment à l'origine de cette étude (bien que les mattes en soient la partie principale). Cette qualité dépend fortement des mattes et des phénomènes se produisant dans le bain. Nous avons approfondi ce sujet au chapitre III, et nous nous sommes rendus compte que ces mattes et ces phénomènes qui leur sont associés sont également dépendants de la bande.

La tôle influence la qualité du revêtement de façon très complexe. Nous pouvons en donner quelques exemples:

- 1) D'abord, des défauts du substrat (pailles, griffes etc.) comme mentionnés par DUNBAR [1] et KIM ET AL [2] génèrent très souvent des hétérogénéités du revêtement (bosses rayonnement etc.).
- 2) De même la tôle est largement responsable du gradient de température dans le bain (§II.3.6.3 et §III.2).
- 3) Comme cité au §I.3 et au §III.1, l'apport de fer dans le bain de zinc sous forme de fines de fer, la dissolution de la tôle, etc.- donc le gradient de fer - provient également de la tôle.

En résumé, tout ce qu'apporte la tôle au bain, seule ou combinée aux phénomènes dans celui-ci, peut nuire à la qualité du revêtement. Afin de maîtriser ceci, il faut surtout comprendre la réaction avec la tôle. Celle-ci est particulièrement importante puisque la formation des mattes et la dissolution de fer dans le bain sont probablement liées à la réaction de la bande dans les premières secondes.

Ces arguments plutôt théoriques sont confortés par certains indices sur la Ligne A qui ont montré l'importance de l'étude de la tôle. A la suite de certaines expériences, on a pu remarquer des différences de qualité de revêtement en fonction de l'origine du substrat. La propreté de la tôle et de l'équipement s'est montrée prédominante dans la formation des hétérogénéités du revêtement.

De même, le suivi des mesures en continu (§II.3.4) met en évidence trois situations où un problème de régulation de la température a provoqué des hétérogénéités dans le revêtement.

- 1) Un pompage, dû à une anomalie de la boucle de régulation, est suivi d'un important entraînement de mattes.
- 2) Un recuit à 850°C (température très haute) déstabilise la maîtrise de température dans le four produisant une dégradation de l'indice de qualité.

Chapitre IV

3) Des erreurs de régulation de températures liées à des émissivités malconnues des bandes engendrent souvent des hétérogénéités du revêtement.

Il n'est pas possible d'étudier toutes les influences possibles de la tôle. Pour ce qui est défauts du substrat, le lecteur pourra se référer aux auteurs déjà cité [1,2]. BRETEZ [3], FERRIER ET GALDON [4], par exemple, traitent l'influence des éléments d'addition dans l'acier. FERRIER ET GALDON étudie également l'influence de l'oxydation superficielle d'une manière approfondie. Ce chapitre parlera plutôt de la théorie générale des réactions autour de la tôle, en mettant l'accent sur la génération des mattes et la qualité du revêtement. Il décrira les résultats d'une étude sur une ligne pilote (miniligne) adaptée spécifiquement pour éclaircir ces phénomènes. Ces résultats seront subdivisés en deux parties. La première s'occupera des réactions sur la tôle dans le bain, la deuxième plutôt de l'influence de l'état de surface. Pour finir, nous rapprocherons ces résultats de ceux de la production.

IV.1 LA REACTION ENTRE LE ZINC ET LA TOLE

La réaction entre la tôle et le bain paraît complexe, et mal connue. Il est néanmoins clair qu'en dehors de la couche visqueuse, l'endroit le plus critique pour la formation des mattes est juste à côté de la bande dans le bain et que la vitesse de formation de mattes à cet endroit est probablement la plus importante de toutes les zones critiques.

Pour commencer, il faut se familiariser avec la **réaction de galvanisation**. La réaction devrait être normalement décrite par le diagramme d'équilibre ternaire Fe-Al-Zn à la température de galvanisation, 450°C environ, présenté par UREDNICEK ET KIRCALDY [5], HORSTMAN [6], et plus récemment CHEN ET AL [7]. TISSIER [8] a affiné ce diagramme. Récemment TISSIER a également proposé un diagramme métastable qui pourrait mieux convenir puisque les réactions de galvanisation sont très courtes. Les diagrammes de Tissier vont être repris ici sur les figures IV.1.1.1 et IV.1.1.2. En revanche, même ce diagramme métastable a été déterminé pour des durées supérieures à 1 minute et inférieures à 30 minutes. La galvanisation continue se déroule, elle, dans des temps inférieurs à 15 secondes et, dans le cas de la Ligne A, en 5 secondes. A partir de ces diagrammes, nous essaierons donc d'interpréter la réaction de galvanisation continue.

La plupart des auteurs [3-12, 14-22] indiquent qu'elle consiste en un mécanisme **inhibiteur** qui empêche la formation d'une couche intermétallique fragile Fe-Zn en ralentissant fortement l'interdiffusion fer-zinc pendant un certain temps. Nous allons

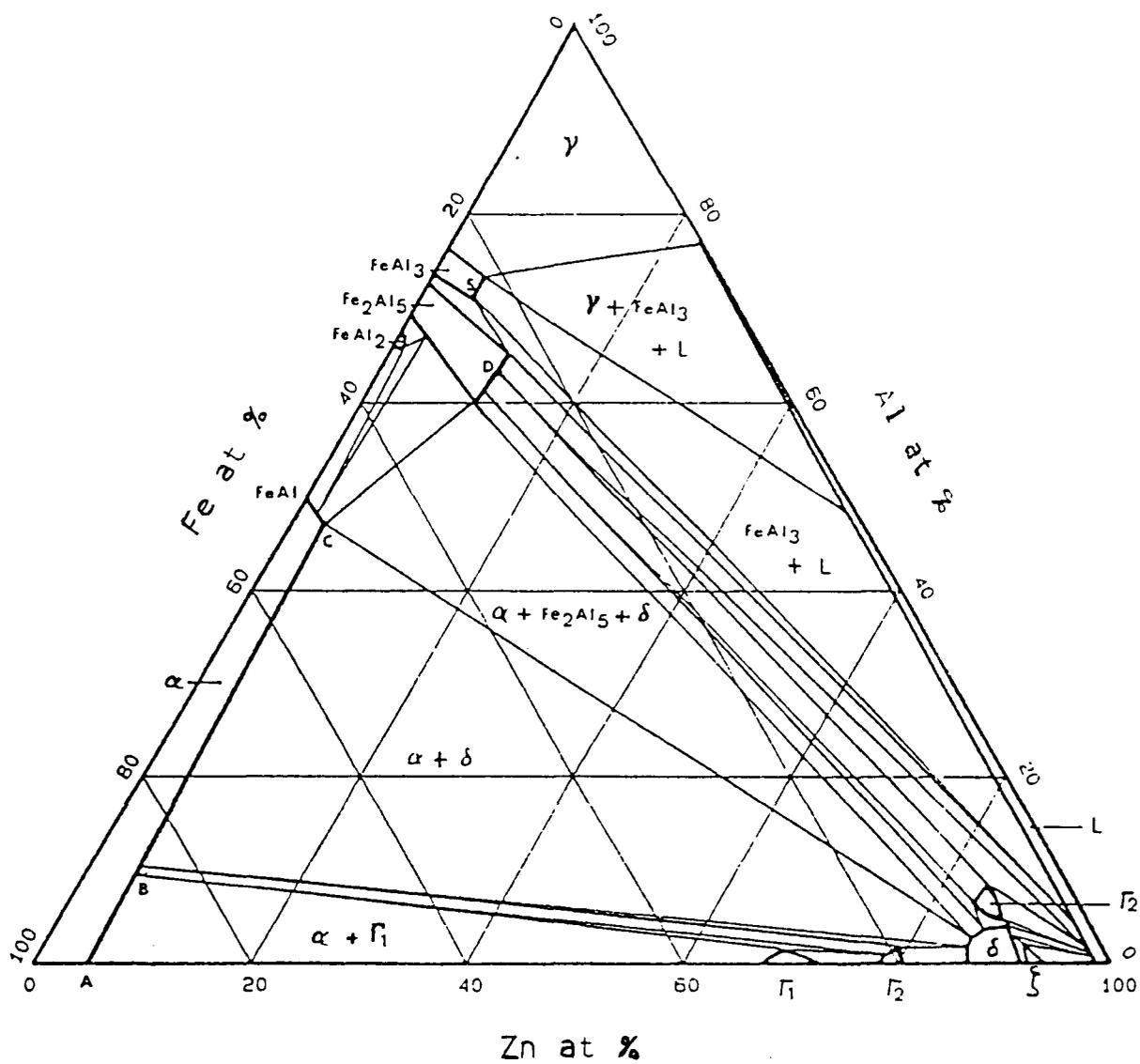


Figure IV.1.1.1. Diagramme Fer-Zinc-Aluminium stable à 450°C de TISSIER.

Chapitre IV

alors subdiviser la discussion de cette réaction en 2 parties, la formation de cette couche inhibitrice, et ensuite sa destruction.

IV.1.1 La formation de la couche inhibitrice

Pendant les années cinquante, les premières théories modernes sur l'existence d'une couche inhibitrice ont été présentées. Depuis ce temps là, les mécanismes de la formation de celle-ci ont suivi principalement deux pistes, la première favorisant la formation instantanée d'une couche inhibitrice, la deuxième plutôt une période de "pré-inhibition" attendant au moins quelques secondes avant la formation de la couche. Détaillons ces mécanismes:

Mécanisme 1 : HAUGHTON [9] dans les années cinquante, d'après GUTTMAN ET AL [10], a suggéré la possibilité d'une réaction directe entre la tôle et l'aluminium du bain, lors de l'entrée, formant du Fe_2Al_5 , en couche trop fine pour être vue en microscopie. HARVEY ET MERCER [11] et GHUMAN ET GOLDSTEIN [12] constatent que cette couche n'est pas Fe_2Al_5 , mais plutôt un ternaire Fe-Al-Zn. HARVEY ET MERCER ont également observé qu'il n'était pas nécessaire d'avoir une couche continue pour empêcher les réactions entre le fer et le zinc. En effet, on retrouve souvent des "îlots" de Fe_2Al_5 à l'interface, mais l'observation d'une phase ternaire est nettement plus controversée. FADERL ET AL [13] ont décelé cette phase sous forme d'une couche continue, qui contiendrait jusqu'à 80% de l'aluminium du revêtement, par analyses quantitatives à la microsonde et par diffraction des rayons X. Ceci confirme les idées de ses prédécesseurs, bien que les bains utilisés par FADERL ET AL aient été supérieurs à 0,20% Al, avec un temps d'immersion inconnu. Pour des teneurs en aluminium inférieures à 0,20% Al et un temps d'immersion inférieur, cette phase apparaît de façon discontinue. On identifie plutôt des îlots et non la couche entière. GHUMAN ET GOLDSTEIN prétendent que le début de la destruction de la couche inhibitrice commence par la formation d'îlots visibles de Fe_2Al_5 .

Mécanisme 2 : En 1989, KIUSALAAS ET AL [14] mettent en doute cette première théorie, ou tout au moins, précisent que la couche inhibitrice de Fe_2Al_5 n'est pas forcément la première à se former lors de l'immersion. Mais qu'il s'agit plutôt d'une phase Fe-Zn, pour des teneurs en aluminium entre 0 et 0,20%Al dans le bain et des temps d'immersion inférieurs à 5 secondes. Pourquoi cette différence? Les méthodes utilisées par ces auteurs ne sont pas très claires, et ne semblent pas les plus représentatives du procédé industriel.

Chapitre IV

IV.1.2 La destruction de la couche inhibitrice

La couche inhibitrice étant transitoire, plusieurs auteurs ont décrit en détail sa destruction [5,6,8,10,12,15,16,18 à 20]. Cette destruction s'effectue pour des durées assez longues, et cette étape n'intervient pas en galvanisation continue. On l'observe uniquement lorsque la tôle séjourne dans le bain à la suite d'un arrêt de ligne (annexe).

IV.1.3 Conclusions

Lequel de ces mécanismes de réaction avec la tôle est correct? Est-ce qu'il influence la qualité du revêtement? Quelle est l'importance ou la dépendance de la température sur le revêtement et la réaction? L'état de surface a-t-il une influence? Pour répondre à ces questions, nous avons cherché à l'aide d'une miniligne pilote, à élucider ces phénomènes qui forment le cœur de la réaction de galvanisation et surtout à observer leur influence sur la qualité du revêtement et la formation des mattes.

IV.2 LES ESSAIS MINILIGNE

Maints articles ont discuté la réaction de galvanisation, mais les méthodes d'essai ont rarement simulé les conditions de galvanisation continue d'une manière adéquate. En exploitant une miniligne fonctionnant en continu, adaptée spécifiquement à cette étude, plusieurs paramètres et états de surface ont été testés:

- 1) le temps d'immersion,
- 2) la température du bain,
- 3) la composition du bain,
- 4) les conditions de recuit (l'atmosphère et la température du four, celle-ci étant fixe dans notre cas),
- 5) la température de la bande à l'entrée dans le bain et
- 6) les polluants à la surface de la bande.

L'analyse microstructurale, la qualité d'aspect de la bande revêtue et l'adhérence du revêtement ont été les critères principaux pour l'évaluation des résultats.

Ces résultats semblent correspondre précisément à ce que l'on voit sur les lignes industrielles. Un des buts les plus spécifiques était de déterminer si un polluant de surface, présent avant le four et contenant des fines de fer, peut engendrer des mattes visibles après la galvanisation.

De nombreux articles traitant la réaction de galvanisation utilisent des durées supérieures à 10 secondes et plus souvent à une minute. La galvanisation continue est rarement si

Chapitre IV

longue. Alors, que se passe-t-il pour un temps d'immersion réellement observés sur une ligne industrielle? Les effets de brassage et de mouvement d'une bande, et des conditions industrielles de recuit, n'ont pas apparemment été examinés. Nous avons ainsi choisi de voir ces phénomènes en détail lors de cette étude.

IV.2.1 La Mise au Point

La miniligne a été spécialement adaptée (Figure IV.1.2.1) pour nos essais afin de pouvoir simuler autant que possible une ligne de production industrielle. A partir d'une bobine laminée à froid, nous avons recuit une bande dans une atmosphère N_2-H_2 , l'avons refroidie par jet d'azote à une température très voisine du bain, et nous l'avons immergée pour une durée représentative de celle des lignes de production, c'est à dire entre 2 et 6 secondes.

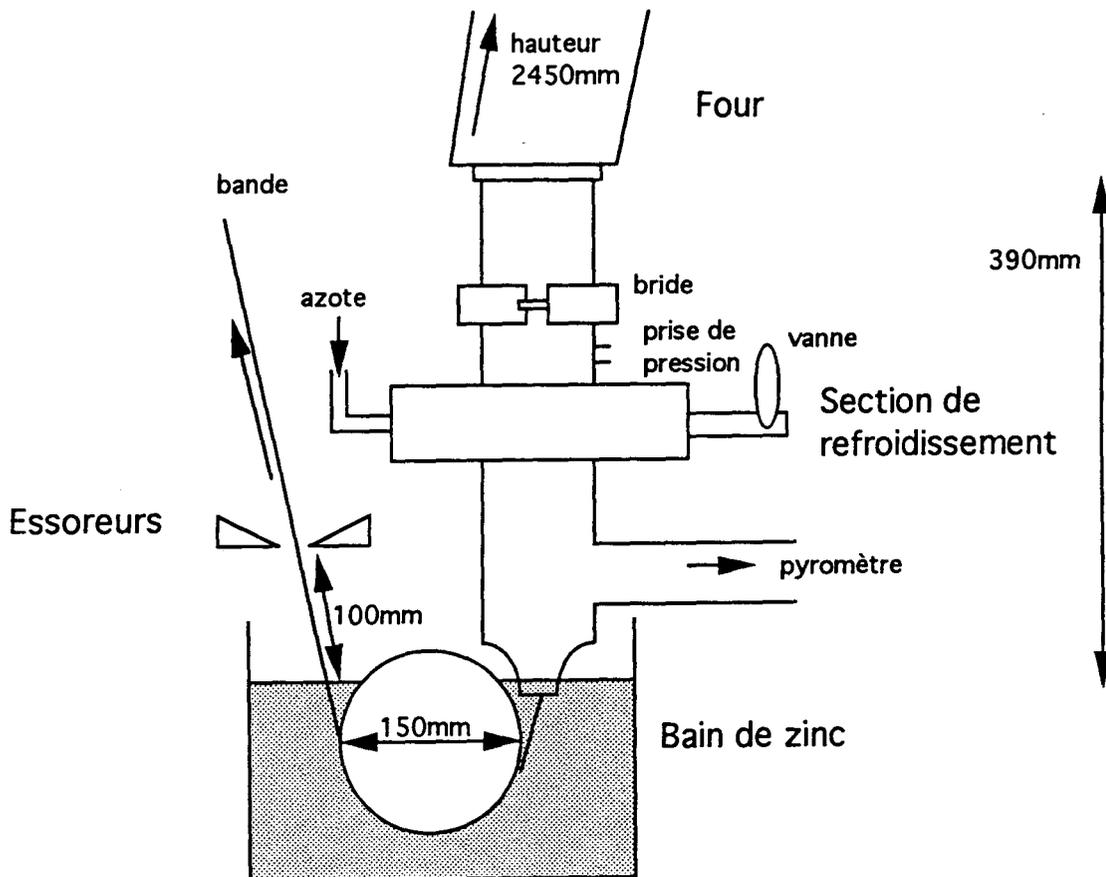


Figure IV.2.1. Schéma de la section de galvanisation de la miniligne.

Chapitre IV

Nous avons déterminé par thermocouple les profils de température subie par la bande à chaque essai. Les températures de bande maximales ont été réglées entre 700 et 750°C.

Nous avons d'abord fait des essais pour développer un plan d'expérience. Ceux-ci nous ont permis d'éliminer 4 des 8 polluants et l'influence du pourcentage d'hydrogène dans le four (la différence entre 10% et 20% est négligeable dans nos essais). Les ambitions concernant la différence entre la température de la bande et le bain sont aussi devenues plus modestes. Un refroidissement de la bande à une température inférieure à celle du bain n'était pas réalisable sans faire "bouillonner" le bain autour de la cloche, du fait du débit d'azote très intense qui était alors nécessaire.

IV.2.2 Dessin de l'expérience

Les paramètres étudiés ont inclus le temps d'immersion (2.5, 4 et 6 secondes), la teneur en Al du bain (0.18% et 0.13%), la température du bain (450°C et 485°C), la température de la bande à l'entrée ($T^{\circ}\text{bande} = T^{\circ}\text{bain}$ et $T^{\circ}\text{bande} > T^{\circ}\text{bain}$), et l'état de surface avant le four (sans polluant, avec de l'huile de laminage, avec du produit du prédégraissage, et avec un résidu aqueux des fines de fer{F2}). Afin de tester tous les paramètres, un plan statistique par matrice orthogonale [23,24] a permis une réduction du nombre d'essais. Au lieu de faire 108 essais et sans savoir s'il y a interactions, il a été possible de tout faire en 48 essais et de connaître les interactions à chaque teneur en Al dans le bain. Le plan d'expérience figure dans le tableau IV.1.2.1.

IV.3 L'ETUDE DE LA REACTION DE GALVANISATION

IV.3.1 Résultats

En premier lieu, l'expérience a réussi à simuler les conditions présentes sur une ligne industrielle d'une manière adéquate. Les résultats portant sur le temps d'immersion, la teneur en aluminium et la température sont intéressants. Par contre, les essais destinés à mesurer l'influence d'un gradient de température tôle/bain ($\Delta\text{température}$) sont décevants. Sans gaz (N_2) de refroidissement pour assurer une étanchéité vis à vis de l'oxygène de l'air environnant, une grande majorité des échantillons de ces essais s'oxydait avant de pénétrer dans le bain. C'est la raison pour laquelle figure la colonne qui spécifie s'il y avait un refroidissement ou non, dans le tableau IV.1.2.1. Seuls les échantillons avec refroidissement seront donc traités d'une manière systématique.

L'évaluation de l'aspect met peu de chose en évidence par rapport à la réaction de galvanisation. Une évaluation de l'adhérence à l'aide des tests "*double-plier*" (plier

Tableau IV. 1.2.1 Les résultats des essais Miniligne - composition du bain: Zn + 0,18% Al

<u>n°</u>	<u>T° bain</u>	<u>ref.</u>	<u>pyromètre</u>	<u>t. imm.</u>	<u>polluant</u>	<u>oxydation</u>	<u>adhérence</u>
101	485		500	6 s	-	légère	bonne
102	485		510	6 s	Huile	légère	mauvaise
103	485		495	6 s	Préd.	moyenne	mauvaise
104	485		500	6 s	F2	légère	mauvaise
105	485	+	490	6 s	-	légère	bonne
106	485	+	490	6 s	F2	légère	bonne
107	485	+	490	6 s	Préd.	légère	bonne
108	485	+	470	6 s	Huile	légère	bonne
109	450	+	460	6 s	-	nulle	bonne
110	450	+	470	6 s	Huile	légère	bonne
111	450	+	470	6 s	Préd.	nulle	bonne
112	450	+	475	6 s	F2	nulle	bonne
113	450		480	6 s	-	légère	mauvaise
114	450		500	6 s	F2	moyenne	mauvaise
115	450		490	6 s	Préd.	légère	mauvaise
116	450		490	6 s	Huile	légère	mauvaise
117	485		530	4 s	-	nulle	mauvaise
118	485		500	4 s	Huile	nulle	mauvaise
119	485		500	4 s	Préd.	légère	mauvaise
120	485		495	4 s	F2	nulle	mauvaise
121	485	+	485	4 s	-	légère	mauvaise
122	485	+	500	4 s	F2	légère	mauvaise
123	485	+	500	4 s	Préd.	légère	mauvaise
124	485	+	495	4 s	Huile	légère	mauvaise
125	450	+	450	4 s	-	nulle	bonne
126	450	+	440	4 s	Huile	nulle	bonne
127	450	+	450	4 s	Préd.	moyenne	bonne
128	450	+	460	4 s	F2	moyenne	bonne
129	450		500	4 s	-	légère	mauvaise
130	450		500	4 s	F2	moyenne	mauvaise
131	450		475	4 s	Préd.	moyenne	mauvaise
132	450		480	4 s	Huile	légère	mauvaise
133	485		560	2.5 s	-	légère	mauvaise
134	485		540	2.5 s	Huile	légère	mauvaise
135	485		520	2.5 s	Préd.	moyenne	mauvaise
136	485		550	2.5 s	F2	moyenne	mauvaise
137	485	+	490	2.5 s	-	nulle	bonne
138	485	+	510	2.5 s	F2	légère	bonne
139	485	+	505	2.5 s	Préd.	nulle	bonne
140	485	+	480	2.5 s	Huile	nulle	bonne
141	450	+	500	2.5 s	-	légère	bonne
142	450	+	480	2.5 s	Huile	nulle	mauvaise
143	450	+	485	2.5 s	Préd.	légère	bonne
144	450	+	485	2.5 s	F2	légère	bonne
145	450		530	2.5 s	-	nulle	bonne
146	450		515	2.5 s	F2	légère	mauvaise
147	450		510	2.5 s	Préd.	légère	mauvaise
148	450		510	2.5 s	Huile	légère	mauvaise

Tableau IV. 1.2.1 (cont). Les résultats des essais Miniligne - composition du bain: Zn + 0,13% Al

<u>n°</u>	<u>T° bain</u>	<u>ref.</u>	<u>pyromètre</u>	<u>t. imm.</u>	<u>polluant</u>	<u>oxydation</u>	<u>adhérence</u>
201	485		550	2.5 s	-	?	bonne
202	485		535	2.5 s	F2	légère	mauvaise
203	485		515	2.5 s	Préd.	légère	mauvaise
204	485		500	2.5 s	Huile	légère	mauvaise
205	485	+	485	2.5 s	-	?	bonne
206	485	+	495	2.5 s	Huile	légère	bonne
207	485	+	485	2.5 s	Préd.	nulle	bonne
208	485	+	480	2.5 s	F2	légère	bonne
209	450		560	2.5 s	-	?	mauvaise
210	450		520	2.5 s	F2	légère	mauvaise
211	450		500	2.5 s	Préd.	légère	mauvaise
212	450		510	2.5 s	Huile	légère	mauvaise
213	450	+	460	2.5 s	-	?	bonne
214	450	+	450	2.5 s	Huile	légère	mauvaise
215	450	+	460	2.5 s	Préd.	légère	mauvaise
216	450	+	450	2.5 s	F2	légère	bonne
217	485		580	4 s	-	?	bonne
218	485		545	4 s	F2	moyenne	mauvaise
219	485		570	4 s	Préd.	légère	bonne
220	485		540	4 s	Huile	légère	mauvaise
221	485	+	490	4 s	-	?	bonne
222	485	+	500	4 s	Huile	légère	bonne
223	485	+	500	4 s	Préd.	moyenne	bonne
224	485	+	500	4 s	F2	moyenne	bonne
225	450		560	4 s	-	?	bonne
226	450		530	4 s	F2	légère	bonne
227	450		540	4 s	Préd.	légère	bonne
228	450		540	4 s	Huile	légère	bonne
229	450	+	450	4 s	-	?	bonne
230	450	+	470	4 s	Huile	légère	bonne
231	450	+	470	4 s	Préd.	nulle	bonne
232	450	+	465	4 s	F2	légère	bonne
233	450	+	450	4 s	.-15%H2	?	bonne
234	450	+	445	4 s	.-20%H2	?	bonne
235	450	+	435	4 s	.-ss H2	?	bonne
236	450		485	6 s	-	?	mauvaise
237	450		460	6 s	F2	moyenne	mauvaise
238	450		460	6 s	Préd.	moyenne	mauvaise
239	450		460	6 s	Huile	moyenne	mauvaise
240	450	+	460	6 s	-	?	bonne
241	450	+	460	6 s	Huile	légère	bonne
242	450	+	455	6 s	Préd.	légère	bonne
243	450	+	450	6 s	F2	légère	bonne
244	485		485	6 s	-	légère	mauvais
245	485		460	6 s	F2	légère	mauvais
246	485		465	6 s	Préd.	légère	mauvais
247	485		450	6 s	Huile	moyenne	mauvais
248	485	+	495	6 s	-	?	bonne
249	485	+	515	6 s	Huile	moyenne	mauvaise
250	485	+	460	6 s	Préd.	légère	mauvaise
251	485	+	515	6 s	F2	légère	mauvaise

Chapitre IV

de la bande revêtue dans les deux sens pour évaluer l'adhérence) et "*scotch*" (collage de 10 cm de Scotch 3CH sur le revêtement et arrachage rapide - cf. DUNBAR [1]) a accompagné celle de l'aspect. Nous en avons tiré des résultats utiles mais pas facilement quantifiables. Par contre, les résultats microstructuraux sont révélateurs. Des analyses EDS ponctuelles, ou faites le long d'un trajet à incréments fixes (analyses pas à pas, les pas dans notre cas sont fonction de la longueur du trajet - 0,5 à 1 μm) facilitent l'interprétation de ces résultats. Ceux-ci sont discutés par la suite.

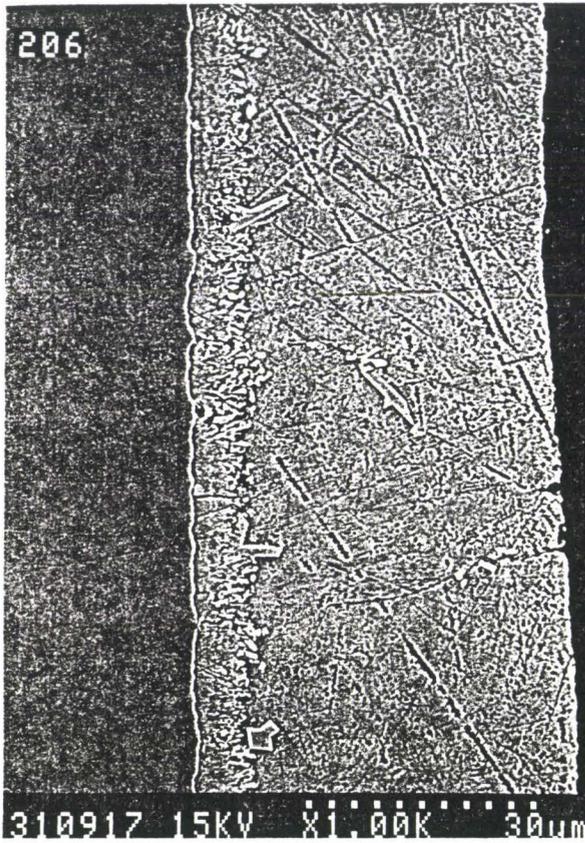
Essais effectués dans un bain à 0,13%Al

i) température - 485°C

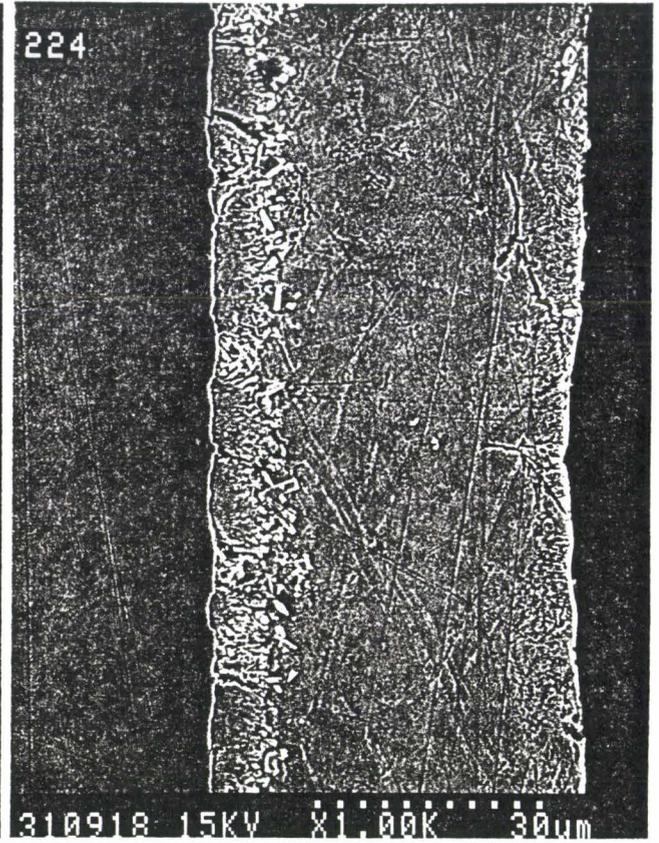
Les figures IV.3.1.1a-c montrent que le revêtement après 2.5, 4, et 6 secondes contient du δ . La révélation la plus étonnante est que cette couche continue de δ se forme, puis disparaît. Ceci ressemble à une transition d'un domaine gouverné par diffusion à un phénomène de dissolution à l'interface. Une transition similaire est décrite par FERRIER ET GALDON [4].

La microstructure de la figure IV.3.1.1c ne présente pas de couche continue. Elle contient de petits cristaux difficiles à analyser avec certitude. La figure IV.3.1.1d et le tableau IV.3.1.1 présentent les analyses faites dans l'un de ces cristaux (1) et à la surface du substrat (2+3). Ceux-ci ne semblent pas être le composé ternaire découvert par d'autres auteurs [11,12], mais la phase δ d'un caractère très différent de celle qui constitue la couche continue de la figure IV.3.1.1a. Comme nos prédécesseurs [6,14,19], nous préférons encore distinguer cette phase, et nous allons donc la dénommer "Phase D", afin d'éviter toute confusion. D'autre part, le revêtement présentant la phase D est très adhérent.

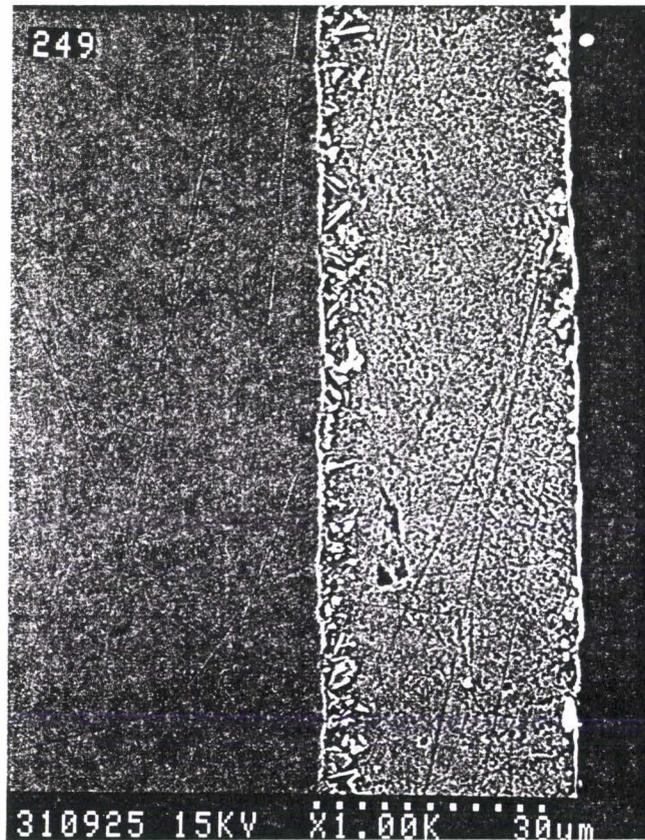
La figure IV.3.1.2 montre l'évolution du profil de l'aluminium dans le revêtement (analyse EDS pas à pas) en fonction du temps. Les pas commencent dans le substrat au voisinage de l'interface et traversent celle-ci pour aboutir dans le revêtement sans intermétallique. Ce profil s'enrichit au fur et à mesure. La teneur en Al de l'interface augmente donc avec le temps.



a) 2,5 secondes



b) 4 secondes



c) 6 secondes

Figure IV.3.1.1a à c. Micrographies (MEB) revêtement avec 0,13% Al dans le bain à 485°C. Les temps d'immersion sont indiqués.

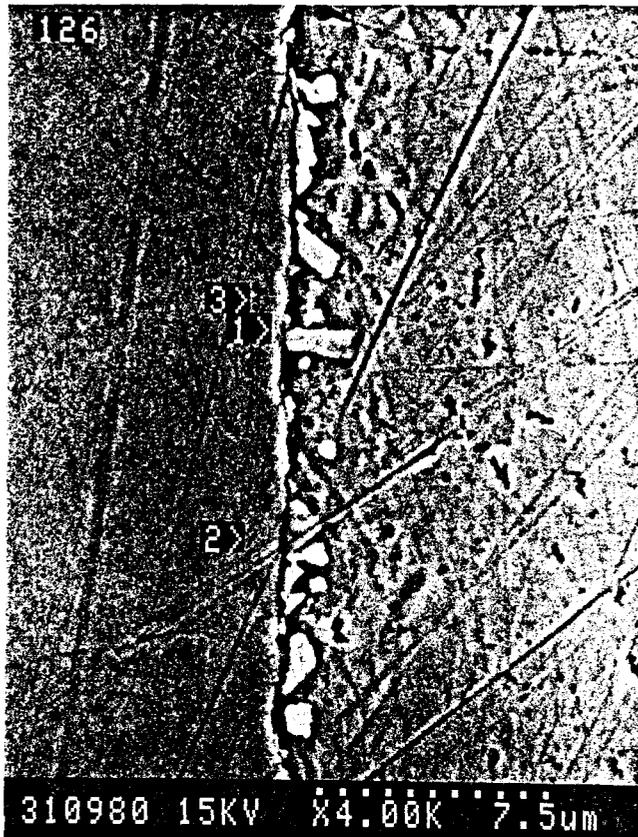
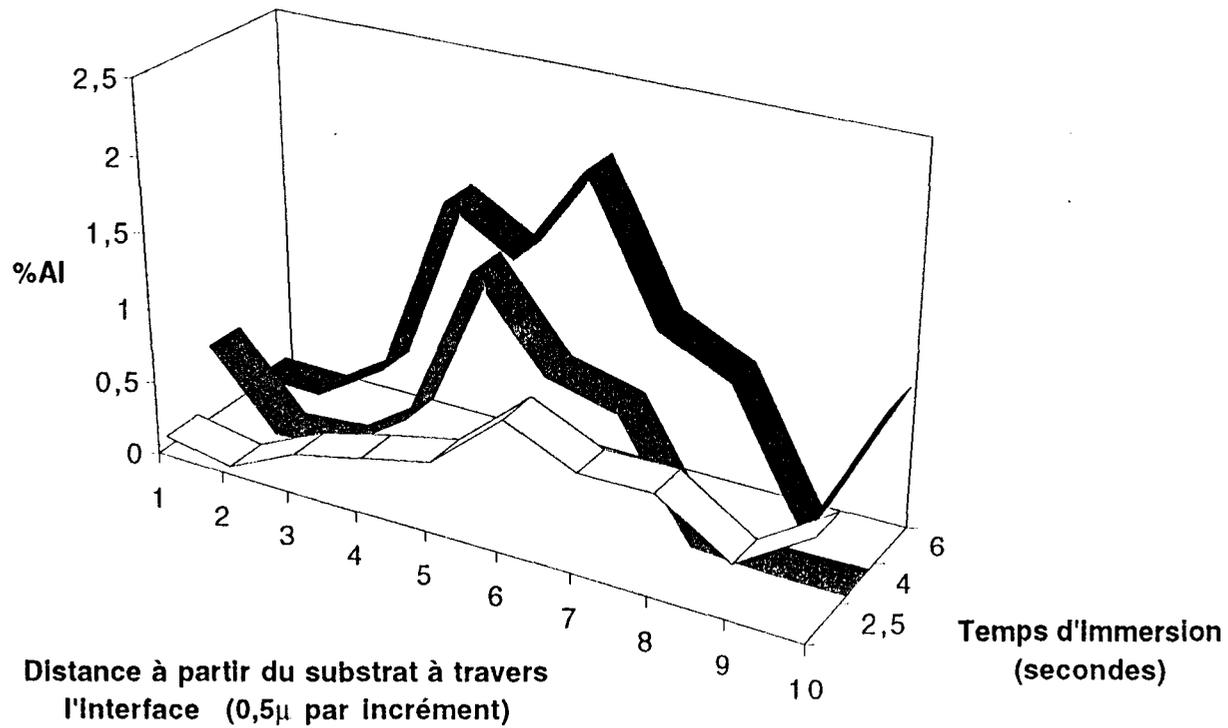


Figure IV.3.1.1d Micrographie (MEB) des petits critaux de la phase D à l'interface substrat/revêtement. Les flèches indiquent les endroits des analyses EDS. 1) l'intérieur du cristal. 2) l'interface avec un cristal et le substrat. 3) l'interface avec le substrat juste à côté du cristal 1.

TABLEAU IV.3.1.1. Analyses en pourcentage massique aux endroits indiqués sur la figure IV.3.1.1d.

Flèche	<u>Al</u>	<u>Fe</u>	<u>Zn</u>
1	0,85	9,01	90,14
2	1,15	10,38	88,77
3	4,68	26,50	68,82

Figure IV.3.1.2 L'évolution du profil de la composition en aluminium à travers l'interface substrat/revêtement. Celle-ci est mesurée par analyse EDS pas à pas ($0,5\mu$) en fonction du temps d'immersion pour un bain à 0,13% Al à 485°C



Chapitre IV

ii) température - 450°C (figures IV.3.1.3a à c)

Ici, nous voyons encore une fois la phase D dès les premières secondes. Elle est en faible quantité et son épaisseur ne semble pas changer en fonction du temps malgré peut-être une diminution, voire une disparition des mini-arborescences. Une inhibition parfaite (ie. sans présence de tout ce qui ressemble au δ) n'est jamais atteinte.

La figure IV.3.1.4 montre l'évolution du profil des analyses à travers l'interface substrat/revêtement. La teneur en aluminium semble encore une fois s'accroître à cette interface en fonction du temps. Mais, un champ d'analyse trop petit, et donc un effet de matrice important, rendent délicate la détection de l'Al lorsque le revêtement présente la fine couche de la phase D.

Essais effectués dans un bain à 0,18%Al

i) température - 485°C (figures IV.3.1.5a à c)

Comme avec 0,13% Al, au début, on peut voir la présence d'une couche complète de δ . Cela semble étonnant puisque la thermodynamique prédit un équilibre entre Fe_2Al_5 et le liquide avec une teneur de 0,18% Al dans le bain. La disparition de δ ne commence qu'à partir de 4 secondes (b). Il existe d'ailleurs des arborescences importantes sur (b), qui marquent l'étape intermédiaire entre la couche complète de δ et la phase D sur ces figures. Par contre, même à 6 secondes, on peut voir la phase D à l'interface du substrat. Là encore, on n'atteint jamais l'inhibition parfaite.

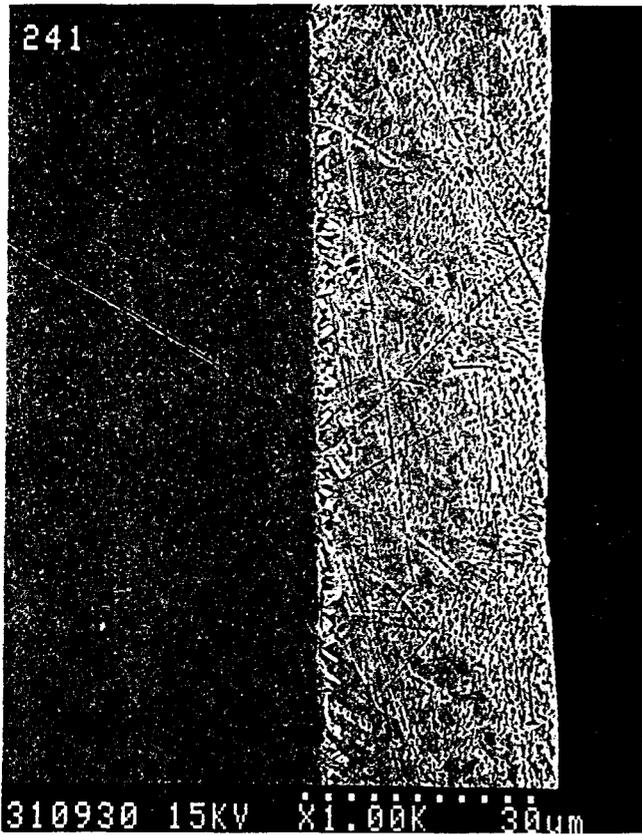
La teneur en aluminium moyenne analysée ponctuellement à l'interface s'enrichit progressivement de 1,4% à 3% et enfin à 4,1%.

ii) température - 450°C (figures IV.3.1.6a à c)

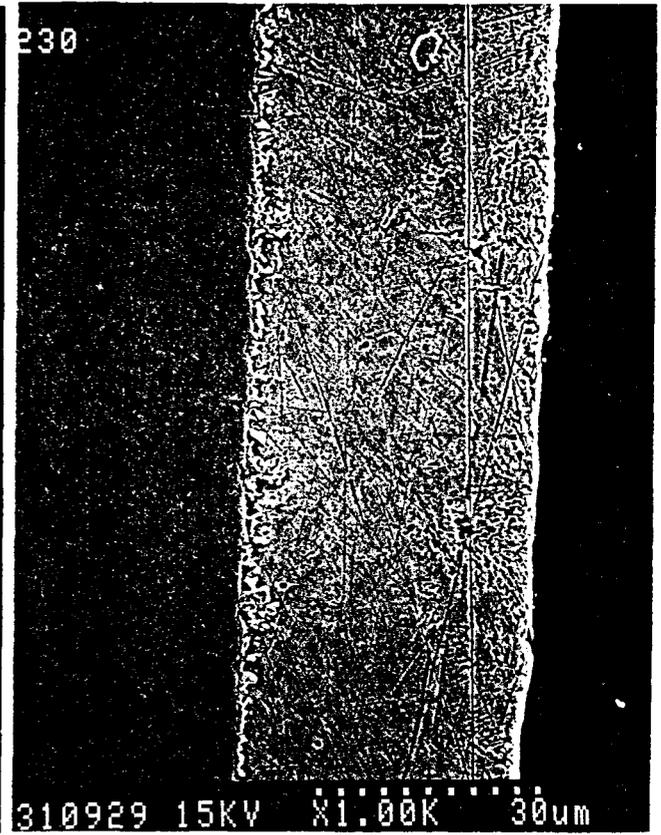
Cette fois, la couche complète de δ est absente, dès le début, mais il y a présence de la phase D. Elle est en faible quantité et ne change pas d'aspect.

Nous avons vu les premières apparitions de mattes dans le revêtement au début de ces essais. **Il est intéressant qu'elles aient été exclusivement présentes lorsque la phase D était à l'interface et jamais lorsque la couche δ y était.**

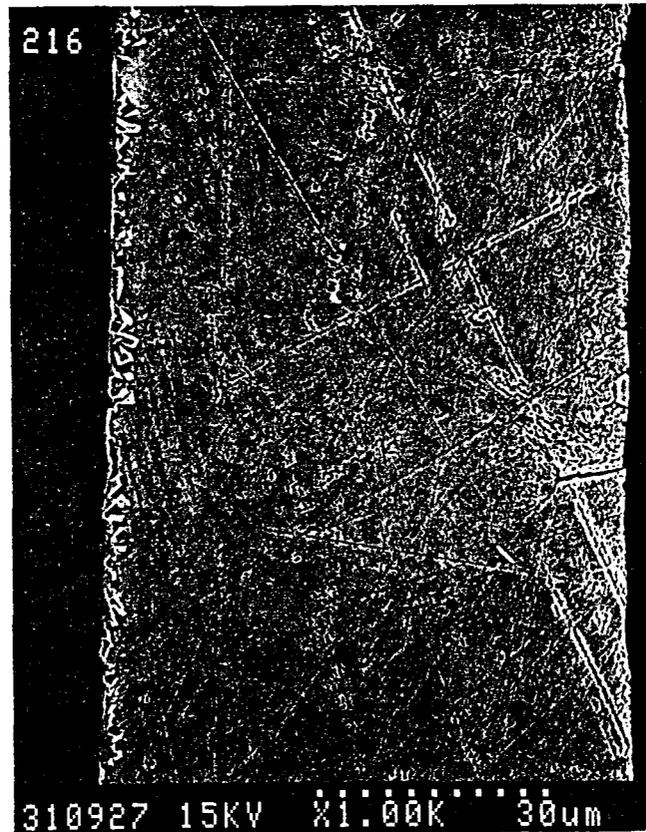
Comme à 485°C, l'aluminium augmente à proximité de l'interface de 1,5% à 4,3%.



a) 2,5 secondes



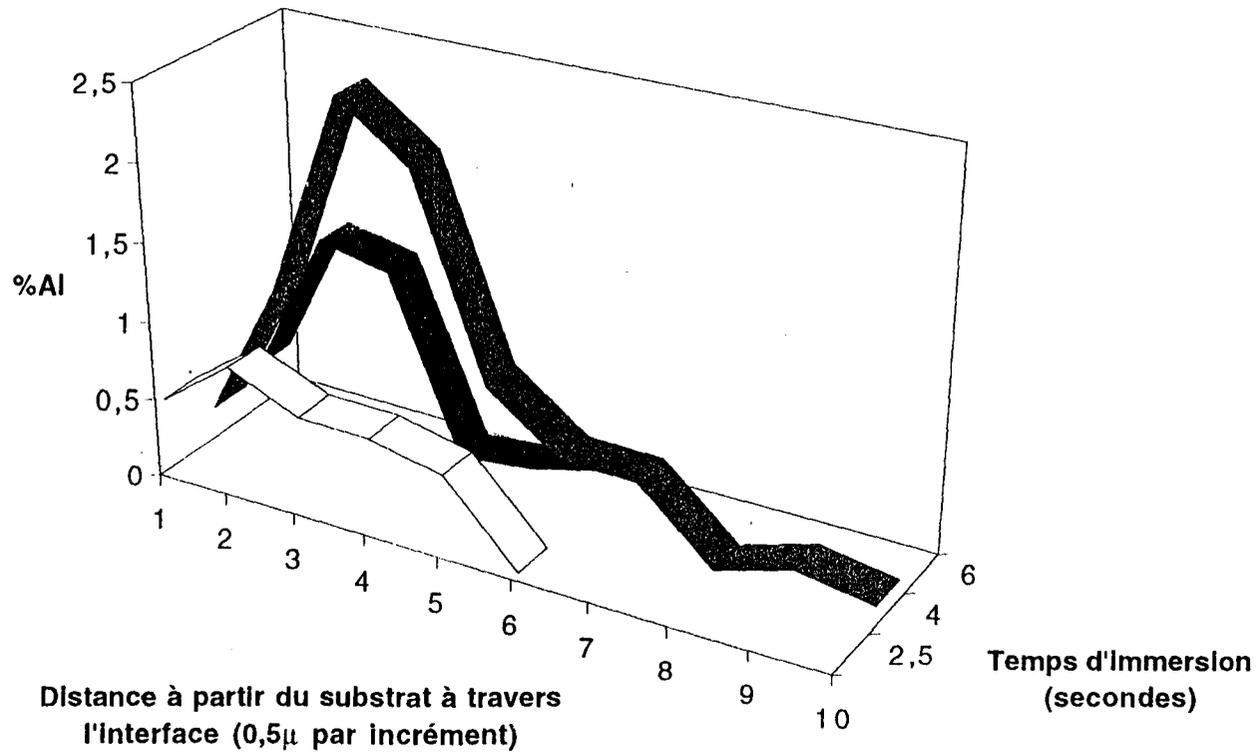
b) 4 secondes

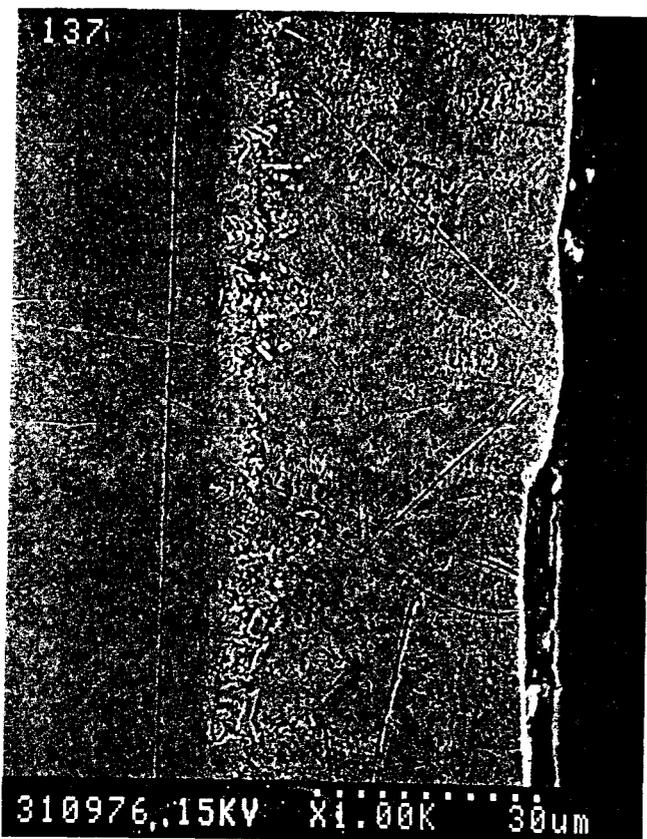


c) 6 secondes

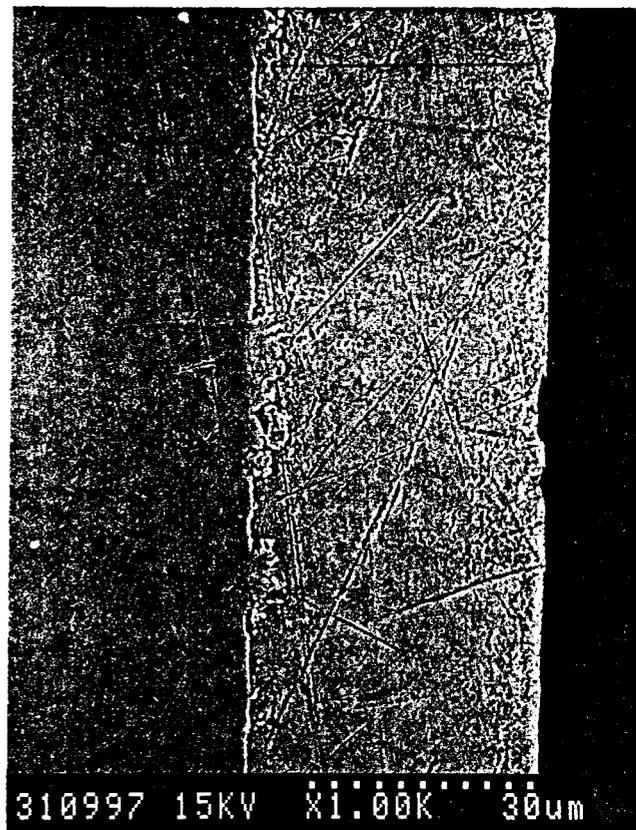
Figure IV.3.1.3a à c. Micrographies (MEB) revêtement avec 0,13% Al dans le bain à 450°C. Les temps d'immersion sont indiqués.

Figure IV.3.1.4 L'évolution du profil de la composition en aluminium à travers l'interface substrat/revêtement. Celle-ci est mesurée par analyse EDS pas à pas ($0,5\mu$) en fonction du temps d'immersion pour un bain à 0,13% Al à 450°C

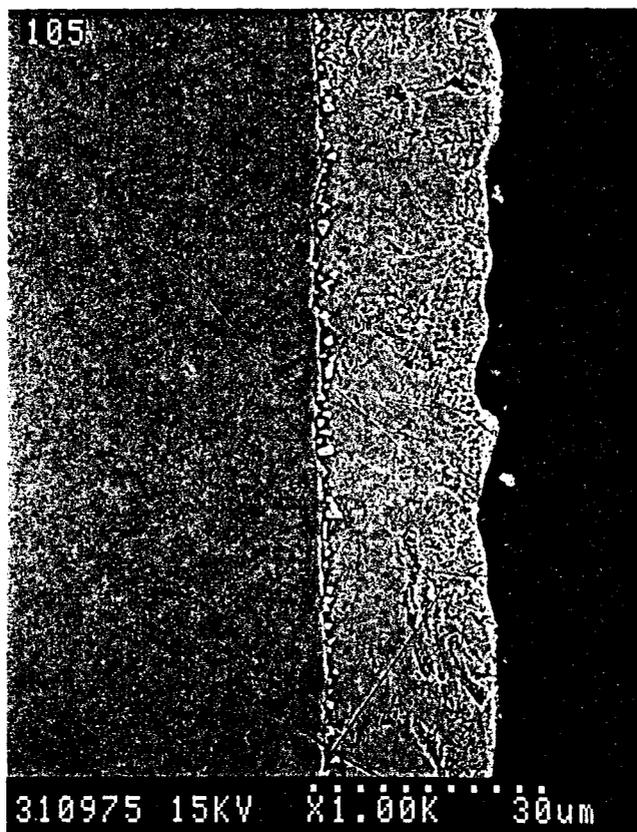




a) 2,5 secondes

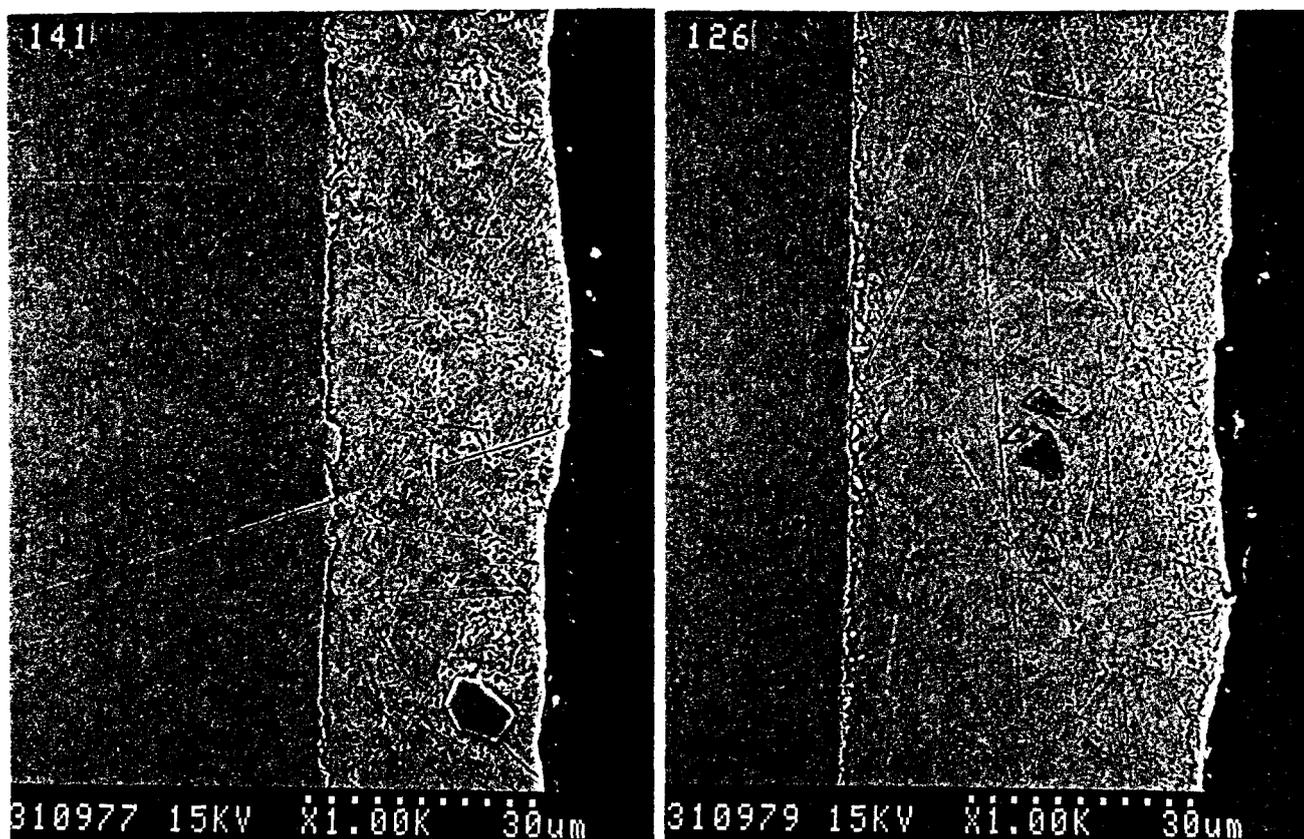


b) 4 secondes



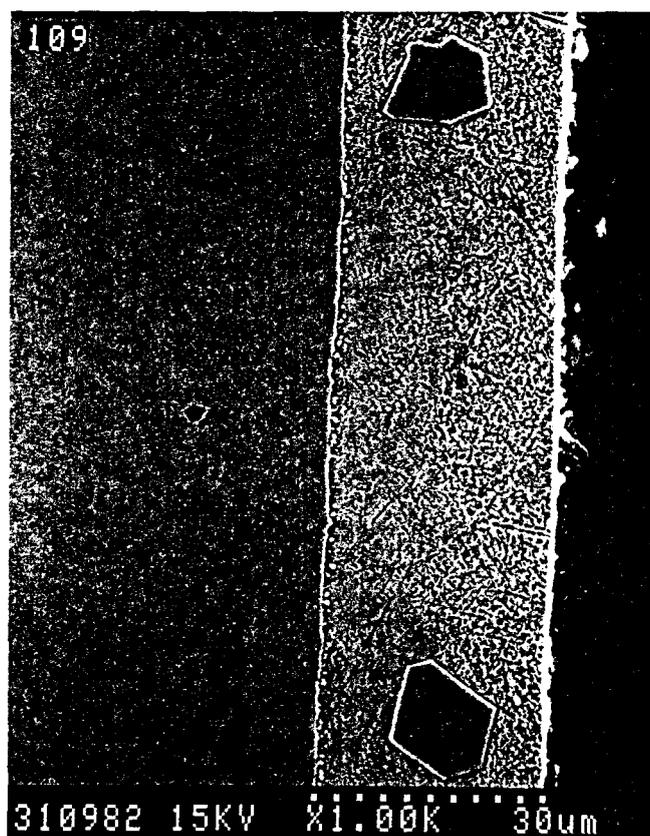
c) 6 secondes

Figure IV.3.1.5a à c. Micrographies (MEB) revêtement avec 0,18% Al dans le bain à 485°C. Les temps d'immersion sont indiqués.



a) 2,5 secondes

b) 4 secondes



c) 6 secondes

Figure IV.3.1.6a à c. Micrographies (MEB) revêtement avec 0,18% Al dans le bain à 450°C. Les temps d'immersion sont indiqués.

Chapitre IV

Effet de la différence de température entre la bande et le bain (Δ température)

Quelques échantillons ont été galvanisés, dans des conditions équivalentes: 4 secondes de temps d'immersion et 0,13% Al. Des photos représentatives de ces échantillons sont présentées sur les figures IV.3.1.7a à d.

Il semble que plus la température de la bande est élevée, plus la couche de δ est importante. L'influence de la température du bain apparait donc moins importante que celle de la différence de température avec la tôle en ce qui concerne les phases formées.

adhérence

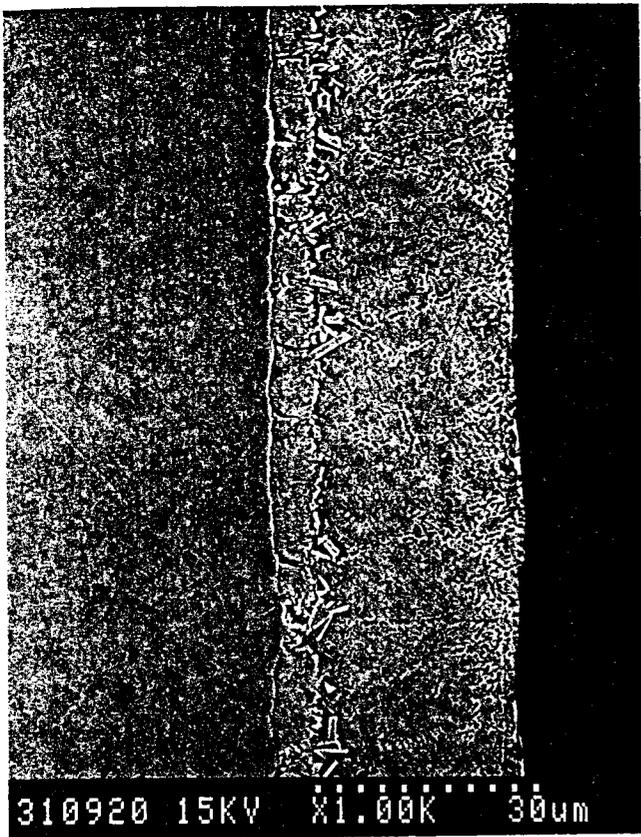
Il est intéressant de noter que l'adhérence des revêtement produits lors de ces expériences, ne constituant qu'une évaluation secondaire à l'époque, a été également un facteur révélateur. Si l'on rapproche les résultats de ces essais d'indices de la production (traînés davantage plus bas), il est possible d'élucider en partie des idées proposées dans la littérature, i.e. que le revêtement est adhérent sans couche de Fe_2Al_5 continue et que celui-ci devient moins adhérent en fonction de l'aluminium, etc.

D'une part, l'évaluation de l'adhérence a permis d'identifier les essais défectueux en montrant la présence d'une oxydation de la bande avant l'entrée dans le bain (§IV.4.2). **D'autre part, et moins attendu, un manque d'adhérence suit systématiquement la présence d'une couche continue soit de δ , soit d'oxyde, soit de Fe_2Al_5 (épaisse).** Ceci est très important pour la galvanisation continue car elle contredit la tendance de l'industrie à résoudre des problèmes de revêtement en ajoutant de l'aluminium de façon empirique. En conséquence, plus il y a discontinuité à l'interface (comme avec la phase D), plus il y a adhérence.

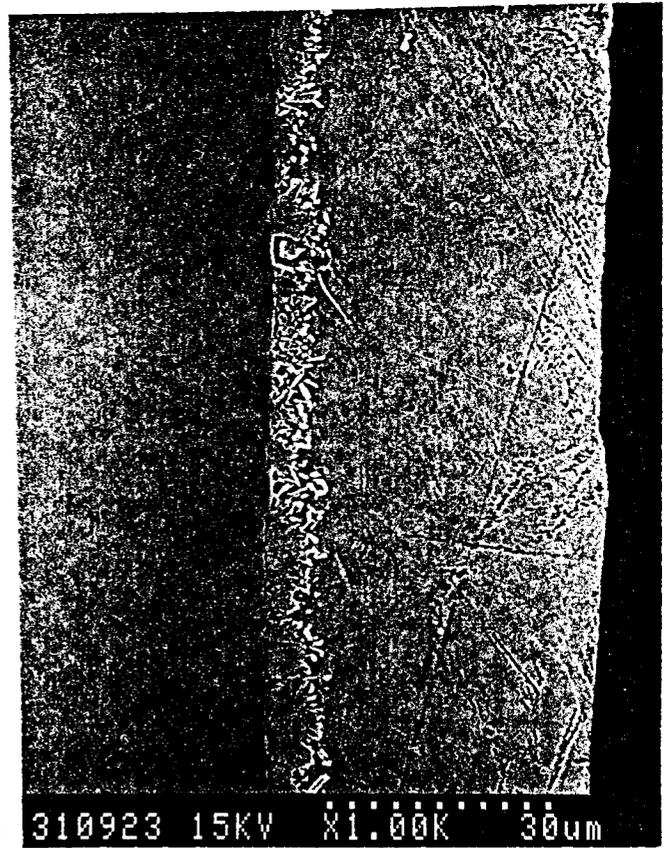
Résumé des réactions observées pendant les essais

Dans les conditions de la miniligne, à 485°C pour des temps inférieurs à 4 secondes et pour 0,13%Al dans le bain, le mélange δ +liquide est stable. Ceci est également le cas à 2,5 secondes et 0,18%Al dans le bain.

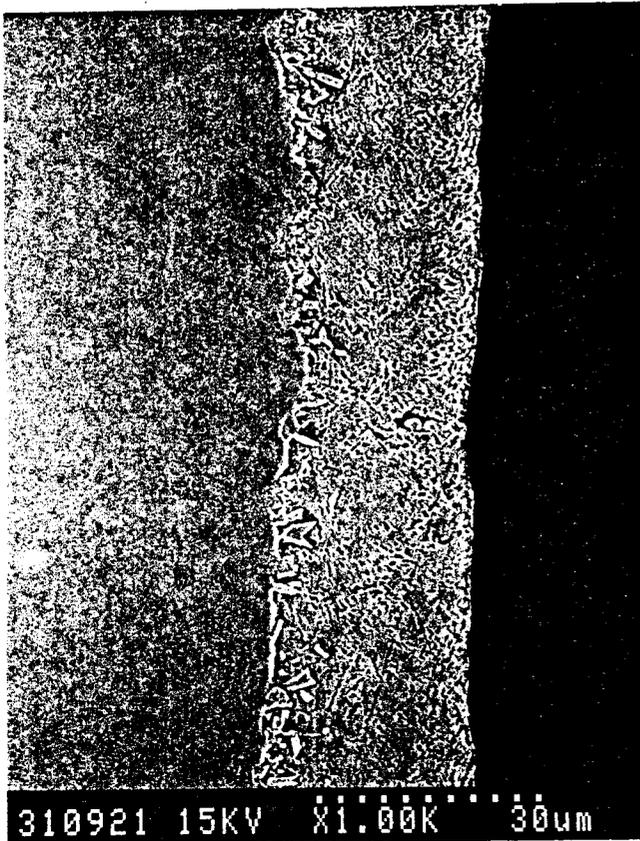
Pour des conditions supérieures à celles-ci, la phase D devient stable et est observée au contact du liquide comme le montre la figure IV.3.1.8a.



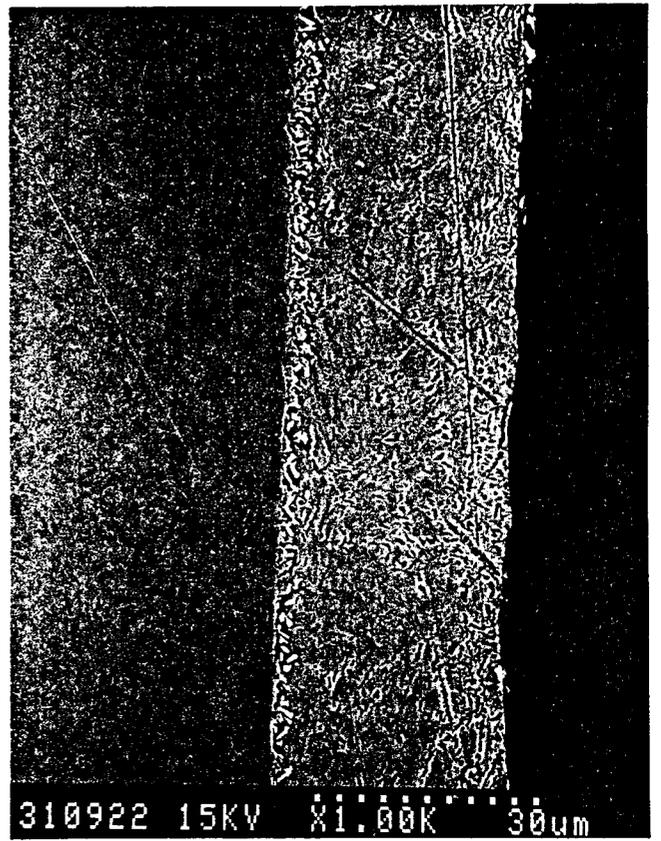
a) bande à 530°C bain à 485°C.



b) bande à 500°C bain à 450°C



c) bande à 485°C bain à 485°C.



d) bande à 450°C bain à 450°C.

Figure IV.3.1.7a à d. Micrographies (MEB) du revêtement montrant l'influence d'un Δ température avec un temps d'immersion de 4 secondes et 0,13% Al dans le bain.

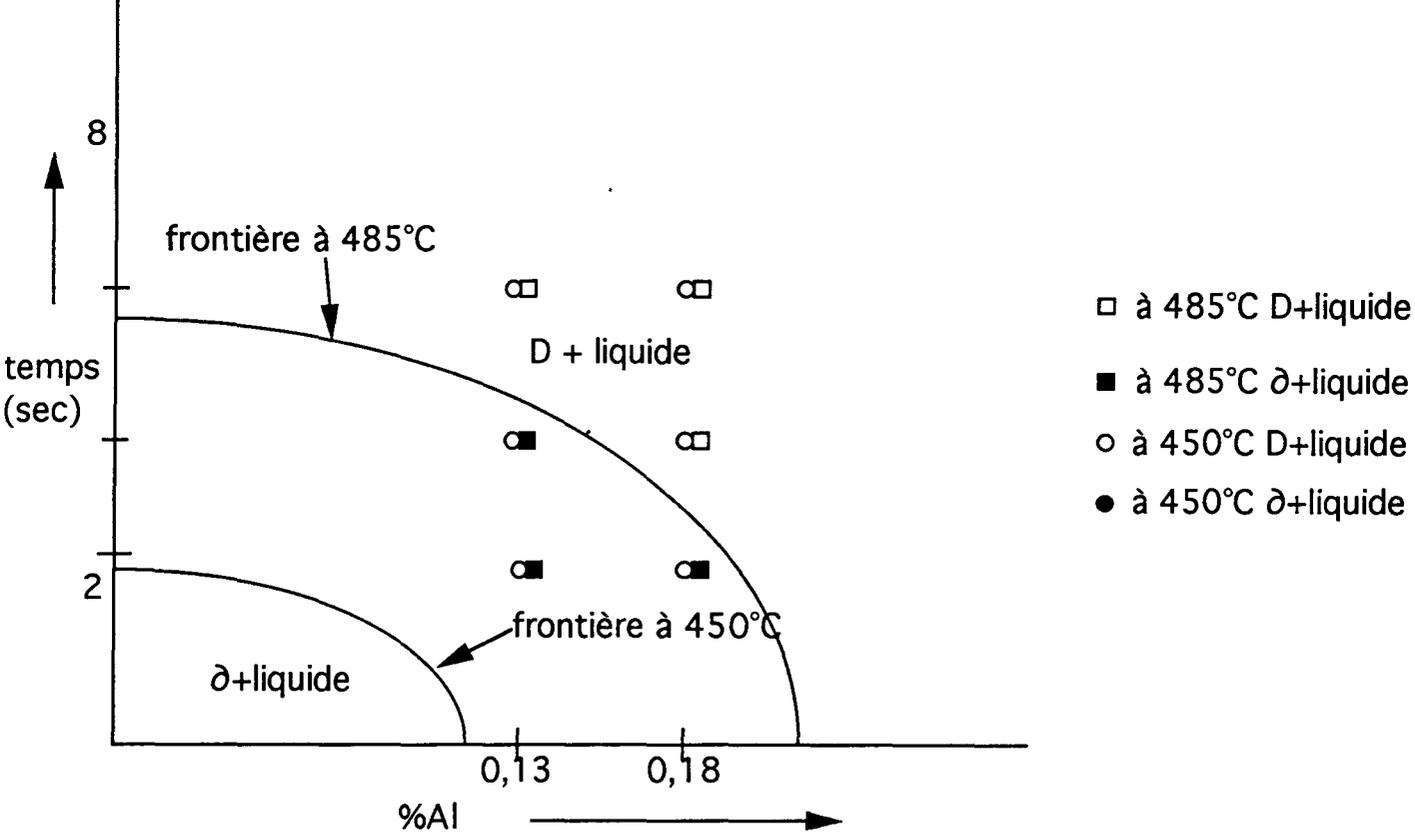


Figure IV.3.1.8a Rapport temps - température - %Al pour les microstructures rencontrées sur la miniligne.

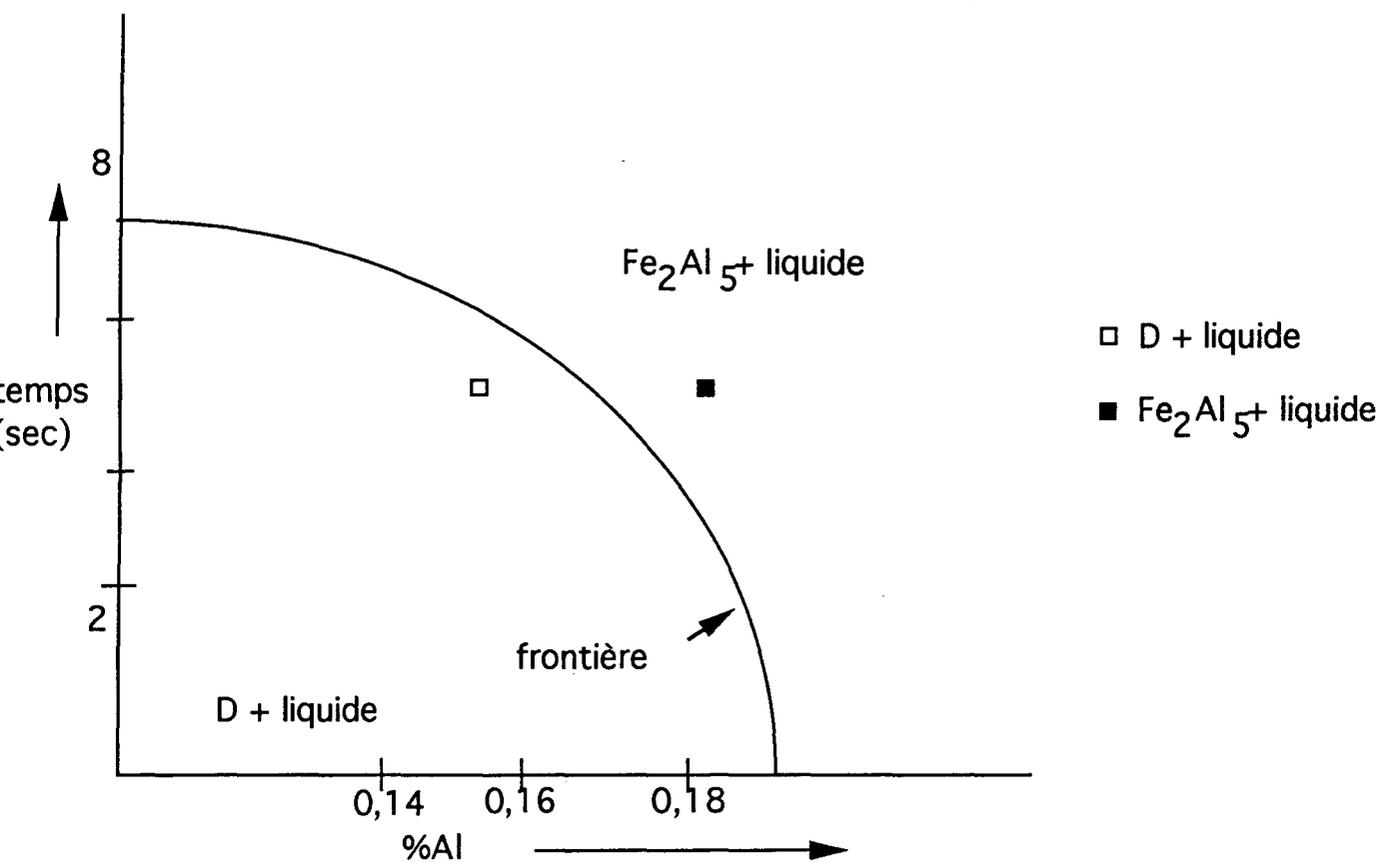


Figure IV.3.1.8b Rapport temps - température - %Al pour les microstructures rencontrées sur la Ligne A.

Chapitre IV

A titre de comparaison, le revêtement de la Ligne A donne les microstructures des figures IV.3.1.9a et b pour un temps d'immersion de 5 secondes et 0,18% Al. A côté d'un chapelet de mattes (b), l'interface montre la phase D - non une couche de δ . Bien que sans défauts (a), une couche entière de Fe_2Al_5 existe. Lorsque le bain est à 0,155% Al (d), les cristaux de la phase D sont bien apparents. La Ligne II de la FFM à 0,24%Al dans le bain et 3 secondes d'immersion (c) montre une couche de Fe_2Al_5 distincte.

Des observations provenant de la Ligne A montrent l'apparition finale d'une couche continue de Fe_2Al_5 . Nos essais n'ont jamais montré ce phénomène. Ceci constitue une divergence importante. Pour la Ligne A, la transition de la phase D à Fe_2Al_5 continu est plutôt supérieure à 0,16%Al, comme le montre la figure IV.3.1.8b.

L'explication principale provient de la grande différence des vitesses de déplacement de la tôle et des longueurs immergées, provoquant des phénomènes de brassage du liquide d'ampleur inégale. Cet aspect sera abordé plus en détail en §IV.3.3.

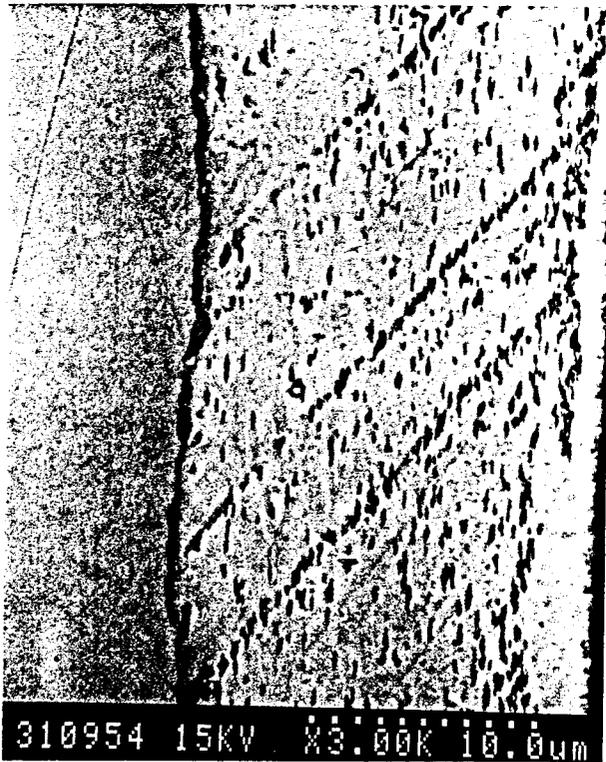
IV.3.2 Discussion

Les résultats semblent soutenir en partie ceux de KIUSALAAS ET AL, en ce qui concerne la possibilité d'avoir δ avant l'inhibition. En revanche, nous avons trouvé deux microstructures avant l'inhibition parfaite au lieu d'une.

En premier lieu, on constate que l'on forme d'abord une couche de δ en continu (microstructure type 1), à la place de Fe_2Al_5 , phase traditionnellement considérée comme responsable de l'inhibition. En effet, à la suite de la consommation de l'aluminium au voisinage de la tôle dans la réaction instantanée avec celle-ci, le point figuratif du liquide dans le diagramme ternaire tombe dans un domaine où le mélange δ + liquide s'impose.

En deuxième lieu, pour des temps un peu plus longs, on constate la présence d'une deuxième microstructure (microstructure type 2) contenant une présence discontinue de δ (la phase D) en contact du liquide. Les deux sont au contact du substrat. Cela mettrait notre point figuratif dans un domaine triphasé dans le diagramme ternaire, mais un domaine triphasé contenant δ + liquide + fer n'existe pas sur le diagramme ternaire. Selon le diagramme ternaire, il n'y a que deux possibilités de mélange triphasé contenant δ + liquide. Le troisième partenaire est ou dzéta ou Fe_2Al_5 .

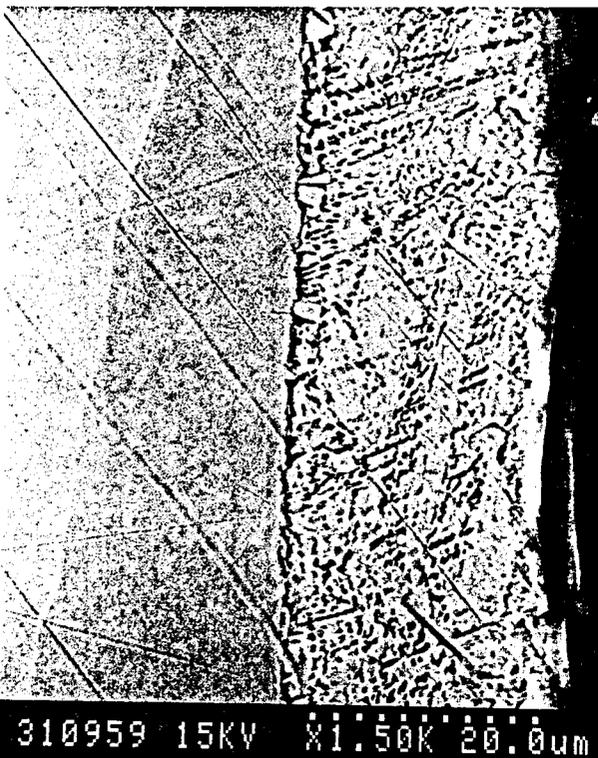
Nous avons montré des analyses de la phase D dans un cristal à côté d'une interface substrat/liquide très riche en aluminium (figure IV.3.1.1d), beaucoup trop important pour être du dzéta. Bien que l'on n'observe pas une couche visible de Fe_2Al_5 , on constate



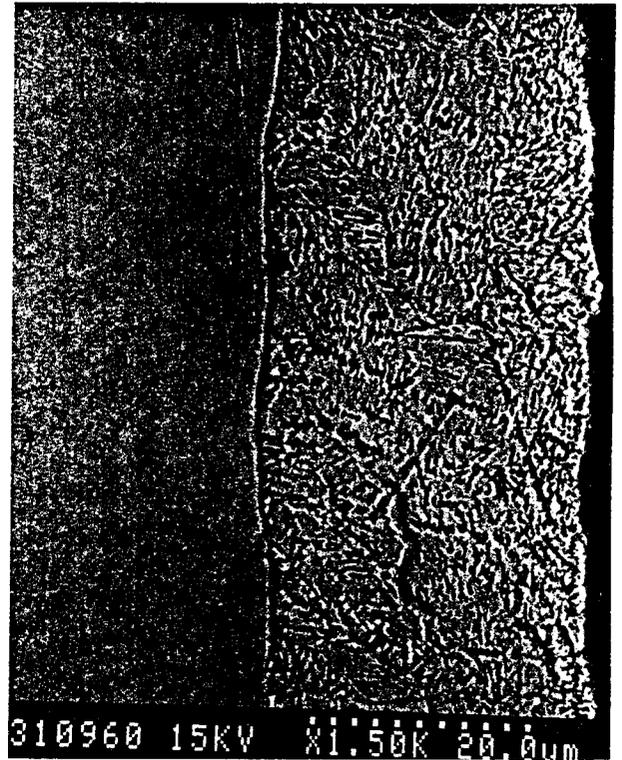
a



b



c



d

Figure IV.3.1.9a à d. Micrographies (MEB) du revêtement des Lignes A et II de la FFM. a) Ligne A avec 0,18% Al dans le bain à 485°C et un temps d'immersion de 5 sec.; une couche complète de Fe_2Al_5 est apparente. b) Ligne A avec 0,18% Al dans le bain à 485°C et un temps d'immersion de 5 sec.; le défaut appauvrissant la zone en Al, l'apparition de la phase D est apparente. c) Ligne A avec 0,155% Al dans le bain à 485°C et un temps d'immersion de 5 sec.; l'apparition de la phase D est apparente. d) Ligne II avec 0,24% Al dans le bain à 460°C un temps d'immersion de 3 sec.; une couche complète de Fe_2Al_5 est apparente.

Chapitre IV

fréquemment sa présence, difficilement visible dans des conditions de galvanisation continue lorsque l'on détecte une si forte teneur à l'interface. Le fait de former une couche d'un composé à 40% Al dans un liquide qui contient environ 0,20% Al impose une très fine épaisseur pour couvrir le substrat qui ne peut pas être directement en contact du zinc liquide. La phase à l'interface ne peut être que du Fe_2Al_5 . Cette microstructure présentant un domaine triphasé est confirmée par HORSTMAN qu'il appelle également triphasée. De plus, les mattes de Fe_2Al_5 apparaissent quasi-systématiquement avec cette microstructure, et jamais avec la couche de δ continue.

Enfin, les échantillons industriels présentent une troisième microstructure (microstructure type 3), une couche complète du Fe_2Al_5 (également difficile à voir) en contact du liquide, bien que nos conditions sur la miniligne soient trop faibles pour l'obtenir. Ce mélange, Fe_2Al_5 + liquide, est, en général, considéré stable pour les conditions de galvanisation continue.

Ces trois mélanges sont schématisés sur la figure IV.3.2.1. Il reste un problème difficile à résoudre, c'est le passage du premier type de microstructure au deuxième (1->2 sur la figure). On constate que la couche δ d'une épaisseur conséquente est remplacée par de très rares petits cristaux à l'interface. Pour ce qui est de l'aluminium contenu dans la couche δ , on le retrouve, presque intégralement concentré au voisinage de l'interface, dans la phase D et dans la très mince couche de Fe_2Al_5 .

Quant au fer contenu dans la couche δ , sa disparition ne peut s'expliquer que par dissolution dans le liquide et dissipation au delà de la zone de réaction. Une preuve convaincante est apportée par l'observation quasi-systématique de mattes dans le revêtement lorsque la microstructure type 2 est présente.

Il nous semble, par contre, difficile d'expliquer convenablement le mécanisme de la transition entre les microstructures de types 1 et 2. Il y a deux hypothèses principales.

1) la cinétique de diffusion de l'aluminium.

Le fait d'avoir une transition de 1 vers 2 puis vers 3 sur la figure IV.3.2.1 (comme indiquée par les flèches) suggère une remontée en aluminium au point figuratif dans le liquide au voisinage de la tôle. Ceci mettrait ce point dans des conditions de changement d'équilibre, expliquant la dissolution de la couche de δ en faveur des deux autres types de microstructures en fonction de la teneur en aluminium.

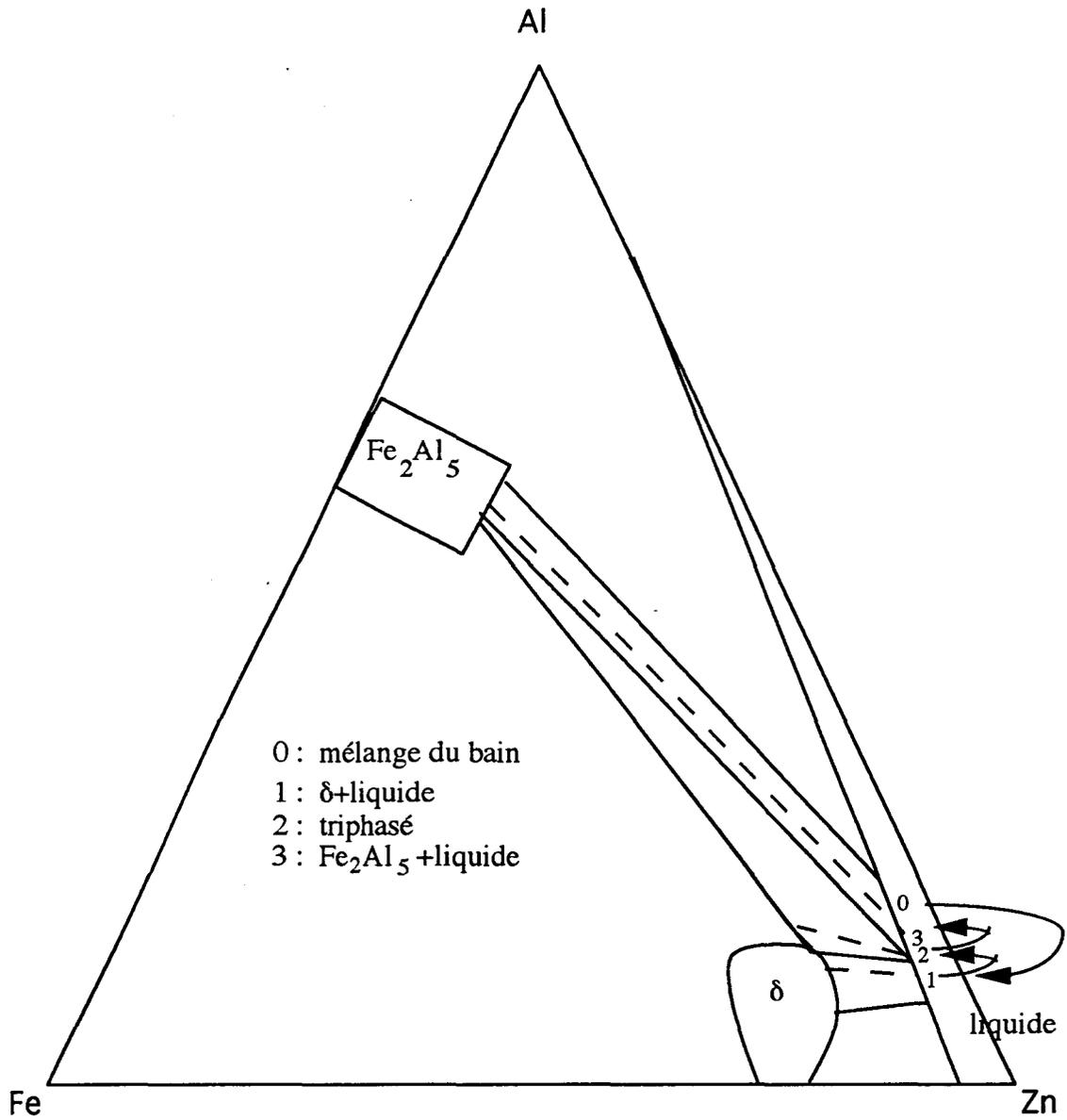


Figure IV.3.2.1 Schéma simplifié du diagramme ternaire Fe-Zn-Al à 450°C montrant les mélanges stables (1 à 3) lors de la galvanisation continue. Les flèches illustrent la chronologie des transitions.

Chapitre IV

En revanche, une telle remontée en aluminium devrait parvenir à l'interface δ /liquide, et il existe deux arguments qui vont à contrario. Le premier est que la morphologie, comme le montre la figure IV.3.1.1b, suggère que la couche se détruit à l'interface substrat/ δ détachant des grandes parties de la couche. Le deuxième est que les profils de la teneur en aluminium des figures IV.3.1.2 et IV.3.1.4 montrent, de façon similaire, que l'aluminium ségrège vers l'interface substrat/ δ . Ces deux arguments sont sans explication valable.

2) le diagramme métastable à très courte durée

Une autre possibilité se présente pour élucider le mécanisme de transition. Comme ni le diagramme d'équilibre stable ni le diagramme métastable ne représentent exactement nos observations, il est possible que ces diagrammes ne soient pas valables à très courte durée. Ceci est soutenu par YAMAGUCHI ET HISAMATSU [16] qui ont observé que la métastabilité explique pourquoi le zinc est saturé en fer. LINARES [25] a également remarqué une dissolution hypersensible, et a recommandé de diminuer le temps d'immersion afin de limiter celle-ci. D'autre part, GHUMAN ET GOLDSTEIN ont suggéré que le Fe_2Al_5 devient stable en fonction du temps et signalent plutôt la disparition d'inhibition due à la phase ternaire qui lui ressemble. On peut alors imaginer un diagramme métastable à très courte durée, mais puisque nous avons trop peu de données pour en construire un nouveau, il serait prématuré de dire que cette hypothèse est valable.

Le délai pour l'arrivée de l'aluminium

Reprenons alors l'idée que l'aluminium remonte au fur et à mesure. La théorie de KIUSALAAS ET AL a été basée sur cette idée. Une période "pré-inhibition" peut s'expliquer par un "délai" nécessaire à l'arrivée de l'aluminium en quantité suffisante pour former la couche inhibitrice de Fe_2Al_5 .

SELVERIAN ET AL [26] constatent que la diffusion d'aluminium dans le zinc liquide diminue pour de fortes teneurs en aluminium, et que ceci constitue l'étape limitante de ces réactions. Cette idée semble soutenue par les résultats de §III.2.2.1, où nous avons montré un coefficient d'interdiffusion Zn-Al plus important que celui de ces auteurs à nos faibles teneurs en aluminium. DUNBAR [27] a remarqué qu'une paille de métal sur le substrat est poussée à l'écart de la tôle par une réaction Fe-Zn puisque l'aluminium inhibiteur a du mal à l'atteindre.

Une question se pose en ce qui concerne le paramètre régissant cette diffusion. Est-ce le temps d'immersion qui gouverne le délai ou plutôt la vitesse de bande? La vitesse de la

Chapitre IV

bande n'est évidemment pas constante dans nos essais. Le temps d'immersion est plus convaincant comme explication puisque la disparition de δ correspond à la plus longue durée et donc à la plus faible vitesse. Si l'on considère que la vitesse de bande est le facteur primordial, cela suggère que plus le mouvement est lent, plus l'arrivée d'aluminium est rapide.

Au contraire, l'agitation doit améliorer l'arrivée d'aluminium, diminuant le délai. Ceci est probablement une des raisons de la présence de la couche complète de Fe_2Al_5 à courte durée sur les lignes industrielles et son absence dans nos essais et ceux de KIUSALAAS ET AL. Dans nos essais, on peut donc supposer que l'aluminium à proximité de la bande n'est pas en quantité suffisante pour former Fe_2Al_5 instantanément alors que sur la ligne industrielle, la teneur en aluminium est suffisante. Cependant, nous avons montré que même les lignes industrielles, pour les teneurs en aluminium et les temps d'immersion classiques, peuvent manquer d'aluminium nécessaire pour former une couche complète de Fe_2Al_5 , bien que les diagrammes de phases actuels le prédisent. Les réactions de galvanisation industrielle doivent donc être accélérées par leur plus forte agitation.

Nous avons observé sur nos profils de concentration une migration d'aluminium vers l'interface du substrat qui semblait dépasser un "seuil" et la dissolution de la couche de δ . Les frontières entre les domaines sur les figures IV.3.1.8a et b impliquent l'idée d'un seuil en aluminium, et en temps. On peut alors réinterpréter la notion d'une réaction accélérée par l'agitation. En effet, la tôle trouve la teneur en aluminium nécessaire pour une transition entre les types de microstructures plus rapidement, grâce à l'agitation. Si tout est constant, cette transition est donc fonction du temps d'immersion, et de l'agitation. Il est, par conséquent, nécessaire d'examiner le rôle de l'agitation.

IV.3.3 La quantification de l'agitation du bain

Introduction

Comme mentionné dans la section précédente, il est clair que le rôle de l'agitation dans le bain est très important pour la réaction de galvanisation. Cette agitation explique par exemple la différence entre les résultats de la miniligne et des lignes industrielles. HORSTMAN [6] et CAMERON ET ORMAY [19] remarquent des différences flagrantes déjà dues à une faible agitation. C'est ce facteur déterminant de la réaction de galvanisation qu'il nous reste à quantifier dans l'espoir de maîtriser celle-ci et de rapprocher les données des différentes lignes de galvanisation.

Nous savons que la réaction bain-tôle est fonction de la concentration en aluminium et du temps d'immersion. Puisque nous savons également que le délai d'inhibition de la

Chapitre IV

réaction est, au moins en partie, dû à un manque d'aluminium disponible au voisinage de la tôle, nous pouvons supposer que la bande exige une certaine quantité d'aluminium afin de réaliser l'inhibition. Il manque tout simplement le temps nécessaire à la réaction pour que l'aluminium arrive de plus loin. Il est connu [6,19] que l'agitation accélère les réactions de galvanisation, et facilite cet apport d'aluminium au voisinage de la tôle.

En revanche, cette agitation est difficile à quantifier. CAMERON ET ORMAY essaient de la contrôler à l'aide d'un moteur électrique qui déplace les échantillons d'une manière fixe pour tous leurs essais. Mais il est difficile de passer de ce procédé à un système de galvanisation industriel...

Nous savons que l'agitateur principal dans la majorité des bains de galvanisation est la bande, mais que les rouleaux, l'inducteur, la convection, etc. peuvent aussi perturber le mouvement du bain. Nous aborderons ici uniquement l'effet d'agitation dû à la bande et nous essaierons de le relier au temps d'immersion et à la teneur en aluminium.

Le rapport entre le mouvement et l'aluminium dans le bain

Comme mentionné précédemment (§III.2.2), les transports mécaniques sont plus efficaces dans les bains de galvanisation que les transports chimiques (viz. diffusion). Voyons quel est le rôle des transports mécaniques en ce qui concerne les réactions d'interface entre la tôle et le bain, décrites précédemment, et qui, toutes, consomment de l'aluminium.

D'une part, si ces réactions sont gouvernées par la diffusion, on peut s'attendre à une augmentation de leur cinétique. D'autre part, il est bien connu que l'agitation, augmentant le désordre, favorisera la germination des phases qui se forment.

En revanche, la façon dont l'agitation réalimente une zone en Al est mal connue. Supposons qu'un genre de "seuil" de quantité d'aluminium par mètre carré de tôle soit nécessaire pour atteindre l'inhibition de l'intermétallique Fe-Zn. Ce "seuil" doit être fonction de la quantité de liquide du bain qui vient en contact avec la bande ainsi que de la concentration en aluminium. On peut ainsi imaginer un genre de "débit" critique en Al, qui passe contre la tôle. Ce débit est fonction du liquide déplacé dans le bain.

Le volume déplacé par la tôle

Le volume de liquide déplacé est contenu dans la couche limite qui s'établit au voisinage de la bande (figure IV.3.3.1). Le volume déplacé par la tôle provoque un mouvement dans le bain qui rejoint la bande (comme schématisé). Eventuellement, d'autres

mouvements, générés par les jets d'essorage et par les inducteurs, peuvent également être présents.

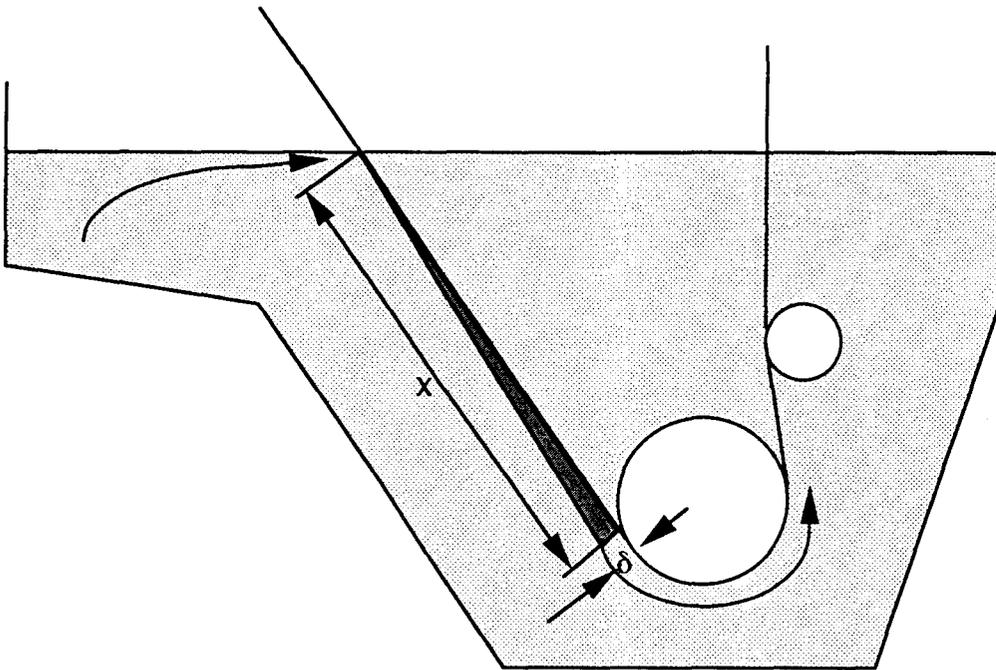


Figure IV.3.3.1 Schéma du brassage du fluide dans le bain, montrant une partie du volume du fluide déplacé sous forme d'une couche limite d'épaisseur δ à distance x dans le bain. Ce volume déplacé refournit éventuellement la bande arrivant dans le bain.

Cette couche limite est par contre difficilement accessible. Traditionnellement, on évalue les couches limites dans le cas de plaques planes immergées dans un fluide, avec celui-ci en mouvement. Le début de la couche limite est donc la rive amont de la plaque et la couche s'épaissit en aval. C'est à dire, dans le même sens que le mouvement du fluide ($V_{\text{fluide à l'infini}} = V$; figure IV.3.3.2a). Or, dans notre cas, la couche s'épaissit dans l'autre sens, dans le sens de mouvement de la tôle ($V_{\text{fluide à l'infini}} = 0$), puisque le début de celle-ci est l'entrée de la bande dans le bain. L'épaisseur de la couche est donc nulle à cet endroit. Ce concept est schématisé sur la figures IV.3.3.2b.

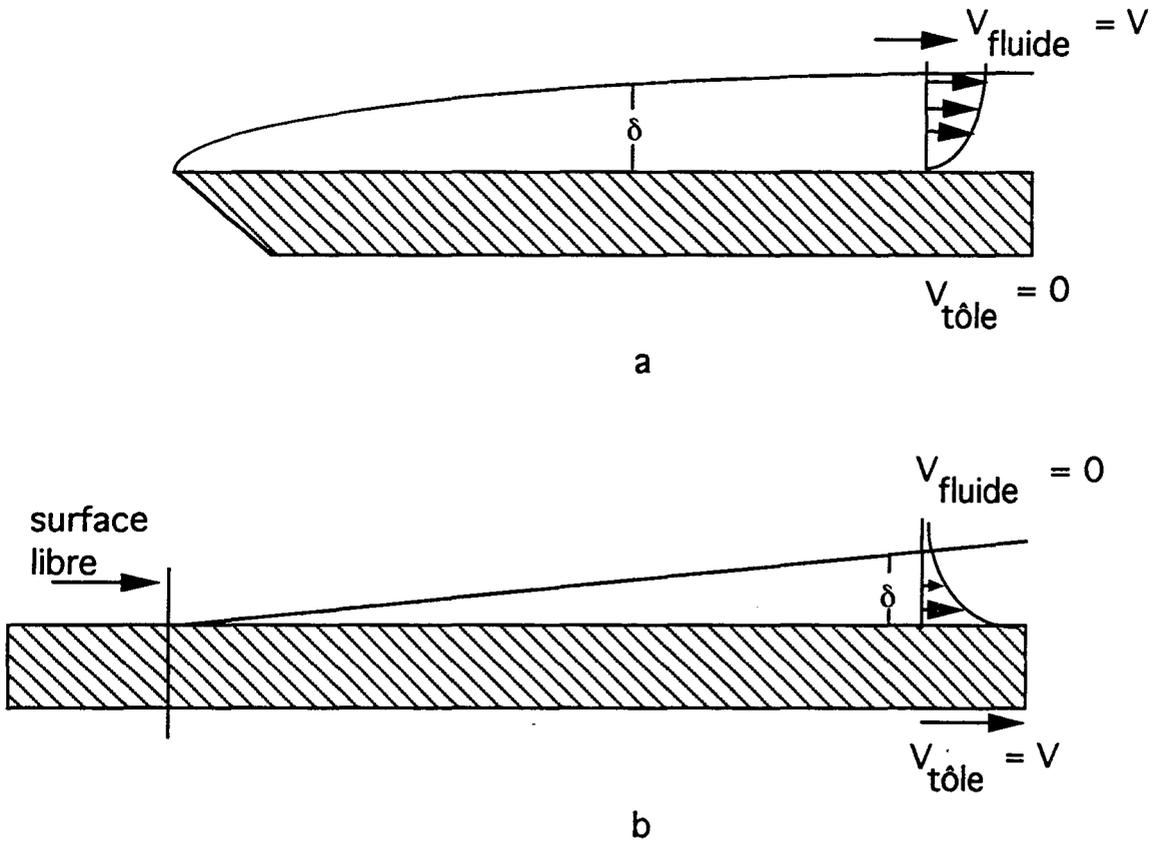


Figure IV.3.3.2 a et b. Schéma du développement de la couche limite dans le cas classique (a) et le cas de galvanisation en continu (b).

La différence, est-elle significative? Franchement, nous l'ignorons. Personne ne l'a jamais étudiée. Cela mériterait une étude complète. Nous supposons ici que cette différence n'est pas importante. Nous pouvons calculer l'épaisseur de la couche limite selon les formules classiques présentées par STREETER ET WYLIE [28].

Chapitre IV

Si la couche est laminaire (ce qui est le cas pour un nombre de Reynolds inférieur à 500 000), son épaisseur, δ , est alors:

$$\delta(x) = \frac{4.65x}{\sqrt{R_x}}, \quad \text{où } R_x = \frac{Vx\rho}{\mu}$$

pour	x	=	longueur de bande immergée ($0 \leq x \leq 2$ m)
	V	=	vitesse de bande
	ρ	=	masse volumique du zinc à la température du bain
	μ	=	viscosité du zinc à la température du bain
	R_x	=	nombre de Reynolds basé sur la longueur x

Si l'on prend les valeurs suivantes: $V = 0,42$ m/s, $\rho = 6600$ kg/m³, $\mu = 0,0035$ kg/m.s et $x = 1$ mètre, une épaisseur δ de 5,2 mm est obtenue.

Quand le nombre de Reynolds atteint une valeur entre 500 000 et 1 000 000, la couche limite devient turbulente et son épaisseur, δ , est alors:

$$\delta(x) = \frac{0.37x}{R_x^{1/5}}, \quad \text{où } R_x = \frac{Vx\rho}{\mu}$$

Avec les mêmes paramètres et toujours pour $x = 1$ mètre, δ vaut alors 24,4 mm.

Q. La quantité d'aluminium entraînée

Considérons la quantité d'aluminium contenue dans le volume de la couche limite. On peut supposer que lorsque la réaction de galvanisation se produit, elle consomme en partie cette quantité d'aluminium qui l'accompagne pendant son trajet dans le liquide.

Lorsqu'une longueur X de tôle a circulé dans le bain, elle induit un débit de liquide qui régénère, à l'entrée de la tôle dans le bain, le zinc au contact du métal. Cette quantité Q sera prise comme étant la masse d'aluminium contenue dans le volume de la couche limite étendue à toute la longueur immergée X et rapportée à la surface de tôle correspondante. Cette quantité semble apte à caractériser l'intensité de brassage et d'agitation et peut donc servir à comparer l'influence de certaines installations sur la cinétique des réactions d'interfaces.

Calculons donc la section du volume déplacé par la bande, qui est l'intégrale de la couche limite sur x . Pour une couche limite laminaire, la section, S , est donc:

Chapitre IV

$$S = 4.65 \sqrt{\frac{\mu}{V\rho}} \int_0^X x^{1/2} dx$$

ou, puisque $S=0$ pour $x=0$,

$$S = 3.1 \sqrt{\frac{\mu X^3}{V\rho}}.$$

Si la couche est turbulente, sa section, S , est donc:

$$S = 0.37 \left(\frac{\mu}{V\rho} \right)^{1/5} \int_0^X x^{4/5} dx$$

ou, puisque $S=0$ pour $x=0$,

$$S = 0.67 \left(\frac{\mu X^9}{V\rho} \right)^{1/5}.$$

Si la largeur de bande est L (en mètres), C la concentration en aluminium du bain et ρ la masse volumique du liquide, la masse de la couche limite vaut alors $2LS\rho$ (pour les deux faces), puis multipliée par la concentration C , on obtient la masse d'aluminium contenue dans cette couche. Divisant cette valeur par la surface de tôle dans le bain, on obtient :

$$Q = \frac{2LS\rho C}{2LX} = \frac{S\rho C}{X} \quad \text{en kg/m}^2.$$

Si les conditions de déplacement de la bande (température et rugosité de la bande, influence des rouleaux de fond, etc.) sont constantes, cette valeur devrait être constante pour une température et une bande données. Testons cette théorie avec des valeurs de nos essais sur minilignes et celles de la Ligne A. Supposons dans les deux cas que la bande entre à la température du bain (à 485°C). Voyons si les valeurs se rapprochent.

Pour la miniligne, la transition au domaine dit triphasé en présence de 0,18 % massique en aluminium est obtenue avec les paramètres suivants. La vitesse V est de 0,075 m/s; la distance parcourue par la bande est de $X = 0,3$ mètres; la masse volumique ρ et la viscosité μ sont respectivement 6600 kg/m³ et 0,0035 kg/ms. Le nombre de Reynolds, $R_x = \frac{Vx\rho}{\mu}$, étant de 42 400 maximum, nous supposons que la couche est toujours laminaire.

Q vaut alors $0,053 \text{ kg/m}^2$.

Pour 0,13%, la vitesse V est de 0,05 m/s; $X = 0,3$ mètres; $\rho = 6600 \text{ kg/m}^3$ et $\mu = 0,0035 \text{ kg/m.s}$. Le nombre de Reynolds étant de 28 300 maximum, nous supposons que la couche est toujours laminaire.

Q vaut alors $0,047 \text{ kg/m}^2$.

Pour la Ligne A, les données statistiques ainsi que les échantillons que nous avons examinés suggèrent que la transition au domaine dit triphasé se passe vers 0,13 % massique en aluminium et celle au domaine Fe_2Al_5 -liquide aux environs de 0,16%. V est de 0,42 m/s; $X = 2$ mètres; ρ et μ sont respectivement 6600 kg/m^3 et $0,0035 \text{ kg/ms}$. Le nombre de Reynolds monte à 792 000 pour $x = 1$ mètre, nous supposons donc qu'il existe une transition au régime turbulent en cours de route. Puisque ce nombre est presque au milieu de la gamme pour la transition, supposons que pour $0 \leq x \leq 1$ mètre, la couche soit laminaire et pour $1 \leq x \leq X$, elle soit turbulente.

Q vaut alors $0,486 \text{ kg/m}^2$.

Ce résultat diffère d'un facteur dix par rapport aux précédents. Si nous supposons une couche limite laminaire sur toute la longueur de la tôle, cela donne plutôt:

$Q = 0,042 \text{ kg/m}^2$,

et donc, du même ordre de grandeur que celui calculé pour la miniligne. Nous pouvons donc constater que cette façon de quantifier l'agitation du bain permet de vérifier que le même phénomène apparaît sur les deux lignes pour la même valeur de Q, bien que les paramètres de fonctionnement soient différents.

En revanche, l'importance de la façon d'interpréter la couche limite s'avère capitale. Etant données les suppositions, ceci montre que cette théorie a du mérite, mais aussi qu'une investigation plus exhaustive sera nécessaire pour en tirer tous les bénéfices.

Quant au rôle de l'aluminium, la valeur Q ne représente pas du tout la quantité consommée par mètre carré de la bande. Celle-ci est bien plus faible et une estimation rapide montre qu'elle est environ 100 fois plus petite. De la même façon, on peut estimer l'épaisseur de la couche de diffusion, au contact de la tôle, à travers laquelle l'aluminium parvient au lieu de réaction, à quelques dizaines de microns [29]. Ceci indique que le

Chapitre IV

rapport des épaisseurs des couches limite et de diffusion correspond bien à celui des masses d'aluminium contenues dans la couche limite et consommées.

Il est difficile de justifier l'augmentation de la cinétique de croissance et donc de la diffusion de l'aluminium à l'interface sous l'effet du déplacement du liquide relatif à la tôle, dans le cas du modèle idéal de la couche laminaire.

En effet, le mouvement du liquide strictement parallèle à l'interface ne pourrait influencer le déplacement perpendiculaire à celle-ci de l'aluminium. Cependant, dans la réalité, la rugosité de la tôle et des intermétalliques formés comporte toujours une très mince zone agitée voisine de la tôle d'épaisseur vraisemblablement comparable à celle de la couche de diffusion. Nous pensons que cette microagitation peut être à l'origine des cinétiques accrues observées, comme il l'est, à l'évidence, dans le cas où la couche limite devient entièrement turbulente.

Pour ce qui est de l'effet de l'agitation sur la germination des phases en formation, nous n'avons observé aucune différence notable dans les microstructures des revêtements produits par la miniligne ou la Ligne A.

IV.3.4 Conclusion - La réaction de galvanisation

La réaction de galvanisation est plus complexe que soupçonnée auparavant. Les interrelations des paramètres (i.e. consommation d'aluminium nécessaire pour l'inhibition sous forme de mattes, . . .) sont nombreuses. De plus, l'influence de la réaction sur la qualité du revêtement est très difficile à maîtriser. En espérant que nous en ayons élucidé une partie, il reste toutefois énormément à faire. Nous allons résumer de la manière suivante: 1) les connaissances avant notre étude, 2) les connaissances qui en découlent, et 3) les lacunes restant à combler en la matière.

Les connaissances avant notre étude

- L'importance de l'aluminium est prépondérante dans la réaction de galvanisation. Elle peut former une couche continue à base de Fe_2Al_5 , mais dans quelles conditions?
- L'agitation facilite l'action de l'aluminium dans la réaction, mais comment l'estimer?
- Une augmentation de température favorise les mattes et la dissolution du fer, mais à quel point? Qu'est-ce qui en détermine les bornes?
- Le temps joue un rôle dans la réaction, mais lequel exactement?
- Le revêtement est adhérent sans une couche de Fe_2Al_5 continue, mais pourquoi?

Chapitre IV

On soupçonnait également les points suivants:

- En dessous de certaines teneurs en aluminium et de certains temps d'immersion, une autre microstructure, contenant de petits cristaux Fe-Zn, peut résulter de la réaction, mais de quoi s'agit-il et quand se forme-t-elle?
- Plus on a d'aluminium, moins on a d'adhérence, pourquoi ?

Les connaissances qui découlent de notre étude

Notre façon de simuler la réaction était très proche des conditions industrielles de galvanisation en continu. Notre expérience nous a permis de mettre en évidence, la séquence des réactions dans le bain de galvanisation en fonction de la température et de la teneur en aluminium.

A un niveau théorique:

- Nous connaissons mieux les conditions qui gèrent la réaction de galvanisation.

Pour une température et une agitation données,

1) En dessous d'un temps d'immersion qui dépend de la teneur en Al du bain : le mélange δ -liquide est stable. La réaction est alors gouvernée par la diffusion à travers la couche δ continue.

2) Pour des temps d'immersion prolongés: Fe_2Al_5 -liquide est stable.

3) Entre les deux : un domaine triphasé s'établit. Il est caractérisé par une rapide dissolution du fer dans le zinc.

- Si la teneur en Al augmente, ces phénomènes sont observés pour des durées d'immersion plus courtes.
- Si la température augmente, ces phénomènes sont observés pour des durées plus longues.
- Entre la fin des conditions qui favorise δ -liquide et le début de celles qui favorisent Fe_2Al_5 -liquide (c'est à dire la couche triphasée), l'adhérence du revêtement semble maximale, mais cette étape provoque la dissolution du fer dans le bain (ce qui correspond à l'idée de FERRIER ET GALDON). Fe_2Al_5 n'est pas continu à l'interface sauf à des temps d'immersion et des teneurs en aluminium importantes. La présence d'une couche continue fait perdre au revêtement sa ductilité. Le zinc adhère naturellement bien à la tôle, mais une couche intermétallique est souvent fragile et se casse facilement provoquant un décollement du revêtement. Pareillement, une couche continue de δ peut faire décoller facilement un revêtement, tandis la couche triphasée n'est pas continue augmentant l'adhérence.

Chapitre IV

A un niveau appliqué:

- En général, il faut maximiser l'aluminium sans dépasser une limite au dessus de laquelle le revêtement perd son adhérence. Pour "inhiber" la couche de delta, il faut minimiser la teneur en fer, la température et le temps.
- On peut dire que le rôle de l'aluminium est déterminant dans cette réaction. S'il y a assez d'Al, on empêchera la formation du δ instantanément.
- Sinon, il faut avoir assez de temps pour que l'aluminium nécessaire à la réaction parviennent à la tôle. Par conséquent, l'intérêt d'alimenter en aluminium directement au niveau de la bande, comme proposé par certains auteurs et brevets [10,30] n'est pas contradictoire avec nos résultats. Cela paraît être une façon efficace d'aboutir à un revêtement correct, si l'on n'en met pas trop de manière à éviter un manque d'adhérence.
- La réaction est également fonction de la température, du temps et de l'agitation.
- Nous avons développé une quantification de l'agitation qui est fondée sur l'action de la couche limite au contact de la tôle.

Les lacunes restant à combler en la matière

En revanche, nous n'avons pas trouvé la relation définitive entre le rôle de l'aluminium et de l'agitation. Durant l'essai miniligne, la teneur en aluminium était trop faible pour former une couche inhibitrice continue, faute d'agitation adéquate.

- Il est certainement nécessaire de maîtriser d'abord quantitativement l'agitation (une valeur de transport massique) en tenant compte des erreurs introduites dans notre quantification.
- Il serait utile de connaître le rapport entre l'épaisseur de la couche Fe_2Al_5 et l'adhérence du revêtement pour pouvoir définir une limite supérieure de la teneur en Al du bain.
- Il faut également maîtriser la consommation d'aluminium par la bande, le bain et les mattes en fonction des paramètres déjà cités.
- Enfin, à l'aide de tous les points précédents, on doit pouvoir quantifier les bornes de l'apparition des microstructures décrites, ainsi que planifier une étude destinée à paramétrer la réaction en fonction de l'agitation, de la température, du temps d'immersion et de la teneur en aluminium (avec d'ailleurs un état de surface constant), établissant ainsi une relation définitive.

Chapitre IV

IV.4 LES RESULTATS DE L'ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ETAT DE SURFACE

Nous avons soupçonné depuis longtemps que les polluants et les fines de fer provenant du laminoir ou du dégraissage pouvaient également produire les défauts de mattes, notamment les chapelets. Tout ce dont nous étions sûr était que, lors de difficultés du contrôle du dégraissage, l'indice de qualité était mauvais. Dès le début de l'étude, nous avons essayé d'évaluer la propreté de la bande, soit par l'appréciation qualitative du galvaniseur, soit par le test d'un morceau de scotch collé sur la bande et puis décollé et mis sur papier blanc. Mais, les résultats de cette évaluation ne furent pas révélateurs. De plus, le motif des chapelets comme décrit plus haut a suggéré un problème de nettoyage. Cela semblait être une trace de contamination étalée au fur et à mesure par les "transrollers" (rouleaux de transport) et les accumulateurs. En fait, il y avait un dépôt important sur les accumulateurs qu'il fallait enlever au fur et à mesure. Il a été soupçonné que celui-ci pouvait être visible après galvanisation.

En revanche, cette dernière suspicion n'avait pas de preuve définitive. Une partie de l'étude sur miniligne était destinée à en trouver une. Lors du dernier sous-chapitre (§IV.3), nous avons examiné (1) l'influence de la tôle elle-même sur la qualité du revêtement et (2) son influence sur l'éloignement des défauts de la tôle. Dans ce sous-chapitre, l'objet de cette étude est de connaître l'influence sur (1) et (2) des autres constituants apportés par la bande que nous dénommerons état de surface:

- i) l'oxydation,
- ii) les polluants,
- iii) les fines de fer et
- iv) les changements de la température dans le four dus à ceux-ci.

Ce sous-chapitre cherche à éclaircir deux idées. La première était l'influence de l'état de surface sur l'apparition des défauts type chapelets de mattes. La deuxième était l'influence de celui-ci sur la réaction de galvanisation en général. Nous allons commencer par le dernier constituant de l'état de surface (iv) et puis reprendre l'ordre listé des autres constituants.

IV.4.1 Température

Plusieurs auteurs [31-34] ont étudiés les paramètres du recuit et leur influence sur la galvanisation. Les éléments résiduels semblent importants pour la formation des oxydes en surface et le recuit lui-même. Ceux-ci influencent également la lecture de température par pyrométrie infra-rouge en modifiant l'émissivité. JINNOUCHI ET AL [34] montre

Chapitre IV

qu'une différence d'émissivité de la bande de $\pm 0,05$ amène une différence de la température de la bande de $\pm 10^\circ\text{C}$ en sortie du four, les autres paramètres étant constants.

D'après les expériences sur miniligne déjà décrites, la présence de polluant avant le four, ou d'oxydes se formant dans celui-ci, provoque un changement de lecture de température faite par un pyromètre **bi-chromatique** Land selon le Tableau IV.4.1.

TABLEAU IV.4.1 INFLUENCE DES POLLUANTS SUR L'EMISSIVITE

<u>POLLUANT</u>	<u>ΔTEMPERATURE (moyenne °C)</u>
huile de laminage	16,25
prédégraissage	12,5
F2	15,0
bande oxydée	12,3

Ces mesures prouvent qu'une lunette bi-chromatique n'élimine pas les différences dues à des émissivités variables. Il faut donc connaître les émissivités avant de pouvoir mesurer et donc réguler la température de la bande. Cette étude a conduit à une étude plus détaillée qui est en cours à la FFM.

Ceci est important puisque les températures en surface dans la cloche se sont montrées prépondérantes pour la réaction de galvanisation et la génération des mattes. Comme mentionné précédemment (§IV.3), la réaction d'inhibition et la dissolution de fer sont fortement liées à la température voisine de la tôle. De plus, avec la miniligne, pour un fort refroidissement à cet endroit, nous avons provoqué systématiquement des mattes qui ont été ensuite entraînées par la bande. Lorsque nous avons baissé la température de la cuve, nous en avons précipité beaucoup. Mais celles-ci ont été vite épuisées par le passage de la bande, puisque elles se sont formées d'un seul coup et ne se sont pas renouvelées. Le mouvement des mattes est discuté plus bas (§IV.4.4). Nous pouvons néanmoins constater à partir de ces observations que la maîtrise des températures en bas de cloche est primordiale pour réguler la qualité du revêtement et l'éloignement des défauts de la bande.

IV.4.2 Oxydation

Malgré nos efforts pour éliminer l'oxydation dans cette étude, elle en a malheureusement fait partie. Il est donc nécessaire de discuter brièvement de ce problème. COUTSOURADIS [35] et d'autres auteurs ont constaté que l'aluminium consomme l'oxyde de fer. Ce que nous avons également observé. Mais il est certain que

Chapitre IV

l'aluminium est en quantité trop faible pour pouvoir le faire en continu. Plusieurs auteurs (notamment FERRIER ET GÁLDON [4]) ont, par contre, montré l'efficacité de l'inhibition due à une couche superficielle d'oxyde.

FERRIER ET GALDON ont mis en évidence plusieurs facteurs qui expliquent le comportement de l'acier et du zinc lors de la galvanisation à chaud. Ils ont souligné, pour le système fer-zinc, l'influence de la couche d'oxyde préliminaire sur la structure du revêtement subséquent. Cette couche a donc un rôle plus important dans le type de morphologie du revêtement. Ils ont constaté les faits suivants:

- la réaction suit un processus de diffusion, et la structure du revêtement est donc stratifiée, lorsque le fer ne contient ni phosphore ni silicium, ou bien si ces éléments sont neutralisés par oxydation interne;
- la réaction suit un processus de dissolution, et la structure du revêtement est donc dispersée, lorsque le fer contient du phosphore ou du silicium en extrême surface sans neutralisation de ces éléments par oxydation interne;
- en présence de silicium ou de phosphore dans le fer, l'oxydation interne et l'érosion ont des effets antagonistes; dans le cas où ces éléments ont été oxydés dans la couche superficielle à l'occasion d'un traitement thermique, l'effet d'une blessure même légère est spectaculaire (arborescences), ...

Nos résultats semblent tout à fait corroborer ces constatations. L'oxydation semble capable de pouvoir inhiber, naturellement moins efficacement que l'aluminium, la formation d'une couche de δ , mais avec le risque d'un manque d'adhérence. Les figures IV.4.2a et b montrent la distinction entre les microstructures d'une bande oxydée et d'une bande non-oxydée dans les mêmes conditions, sur la miniligne. Les arborescences sont présentes en faible quantité sur les deux, mais au lieu de la phase D, on peut observer les lignes noires des oxydes. La réaction évolue comme si l'aluminium était absent, mais ne forme pas non plus une couche de δ . On peut dire que ceci est donc un type d'inhibition. Comme avec la phase D, il n'y a pas de couche fragile continue, le revêtement est dans ce cas (d'ailleurs rare) adhérent.

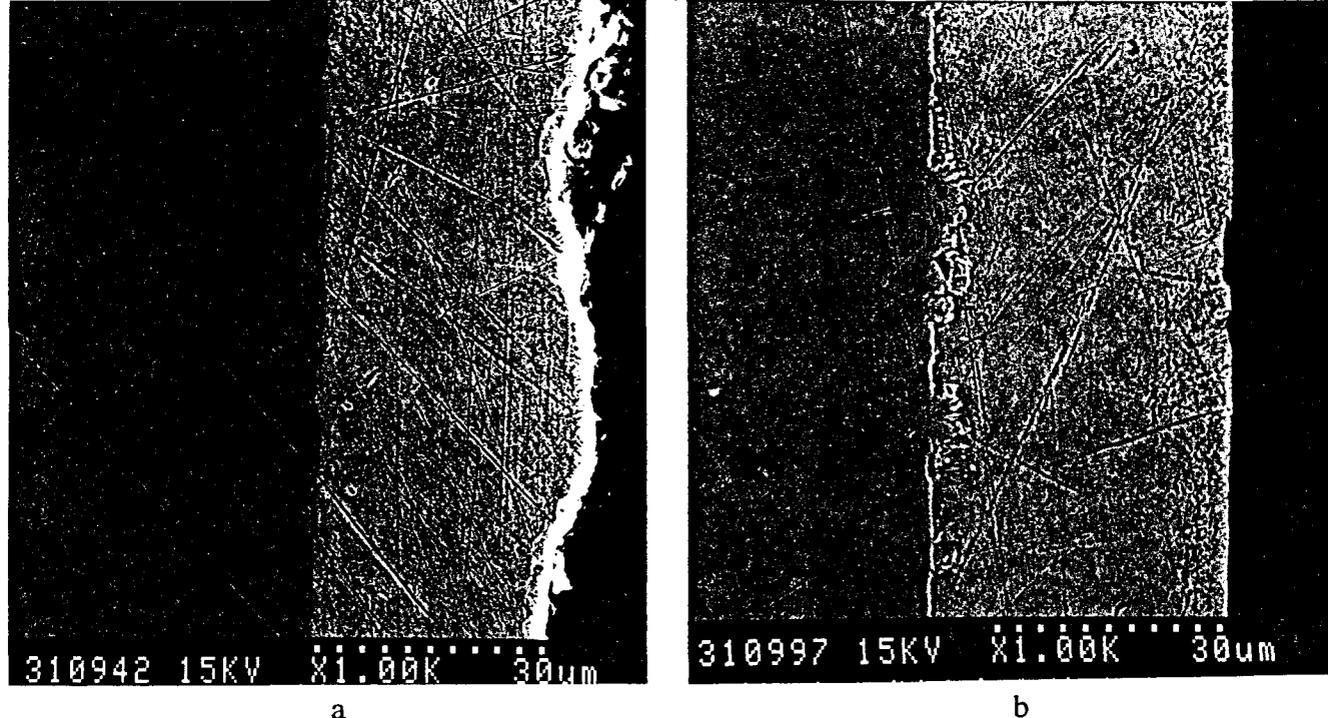


Figure IV.4.2 a et b. Micrographies (MEB) du revêtement montrant l'influence de l'oxydation à un Δ température avec un temps d'immersion de 4 secondes et 0,18% Al dans le bain. a) "inhibition" grâce à la couche d'oxyde, b) apparition des arborescences sans oxyde.

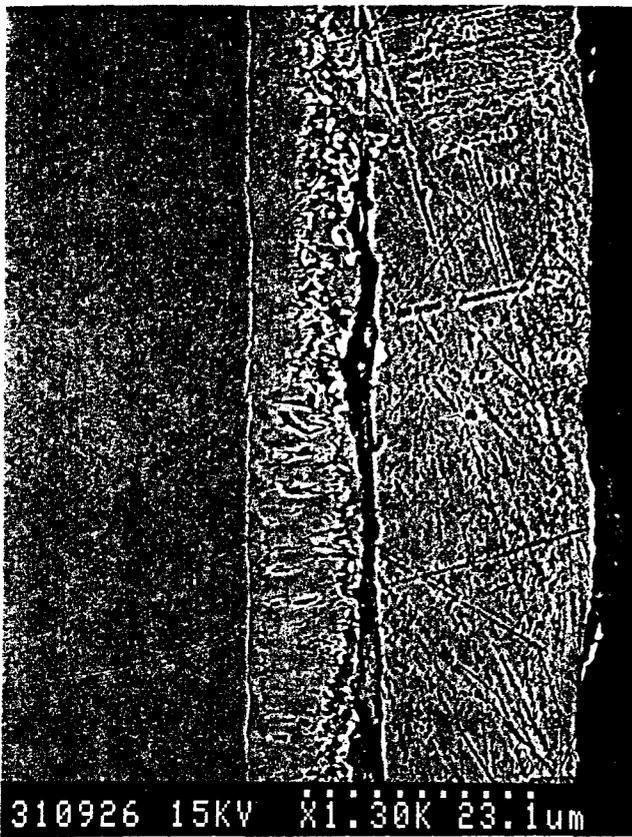
IV.4.3 Polluants

Les pollutions choisies étaient de préférences celles rencontrées sur la ligne. Parmi un grand nombre de produits testés, nous avons retenu 4 polluants ayant manifesté un effet flagrant:

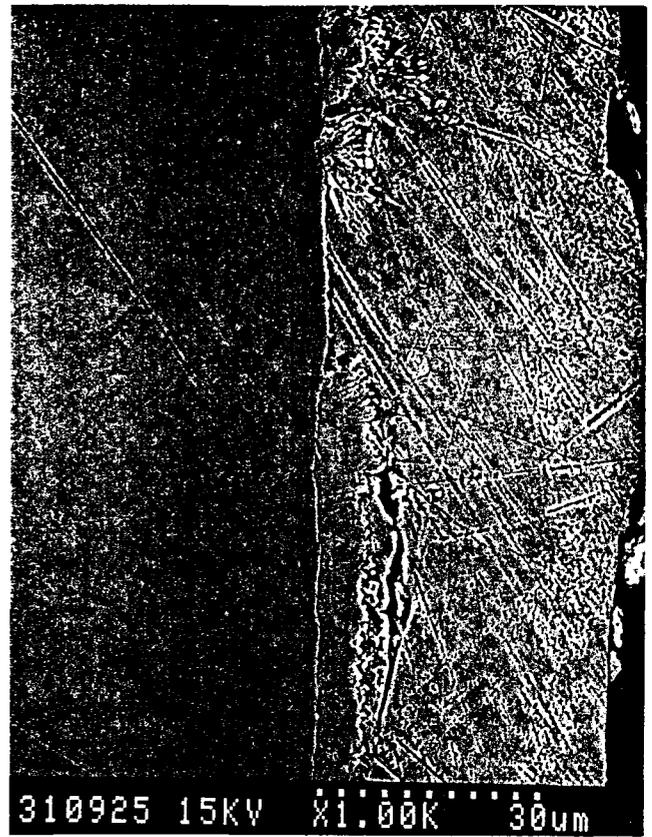
- 1) rien du tout,
- 2) l'huile de laminage,
- 3) le liquide du prédégraissage et
- 4) F2, un résidu enlevé de la tôle riche en fines de fer.

Ces polluants ont été appliqués en fine couche à l'aide d'un pinceau et régularisés par une barre filetée calibrée à 60 μm (destinée à régler les épaisseurs de peinture) juste avant l'entrée du four.

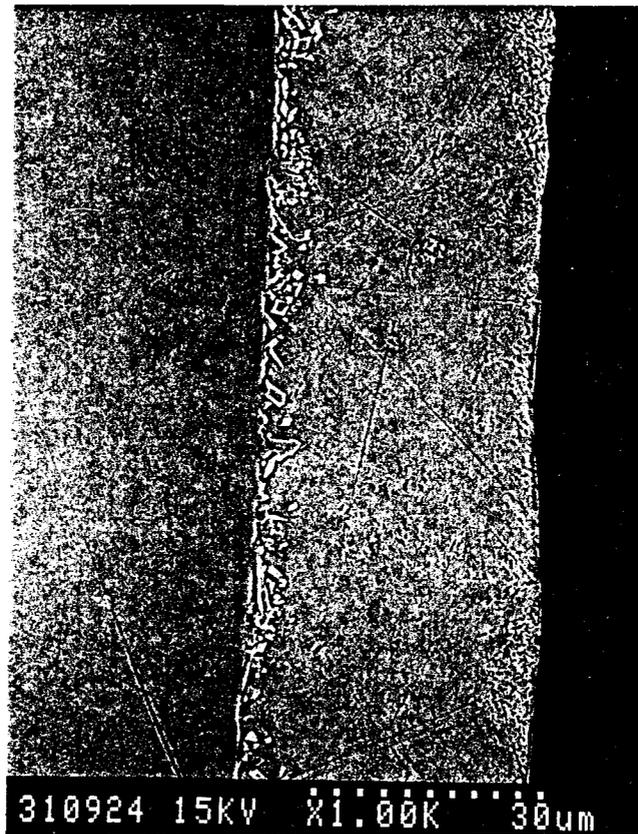
Ces polluants "mangent" l'aluminium. Des analyses EDS ont souvent montré entre 2% Al et 4% Al dans la zone du polluant qui normalement n'en contient pas. Nous obtenons alors systématiquement du δ à l'interface où est présent le polluant, comme montré sur la figure IV.4.3. HORSTMAN[6] a également mentionné la possibilité de polluants consommant de l'aluminium, et n'en laissant qu'une quantité insuffisante pour l'inhibition. Cette réaction entre l'aluminium et les polluants peut être à l'origine des défauts rencontrés lors des périodes où l'aluminium est trop riche dans le bain. Ce qui est peut-être plus important que le polluant lui-même est la présence de fines de fer dans celui-ci. L'influence de celles-ci est détaillée dans la section suivante.



a) avec polluant (produit de dégraissage)



b) avec polluant (huile de laminage)



c) témoin - sans polluant

Figure IV.4.3a à c. Micrographies du revêtement avec 0,18% Al dans le bain à 485°C et un temps d'immersion de 4 secondes.

IV.4.4 Fines de fer

Les fines de fer attirent aussi l'aluminium normalement disponible pour l'inhibition, mais il faut du temps pour faire réagir ces fines. La photo de figure IV.4.4.1 montre une fine de fer non encore convertie en Fe_2Al_5 . Elles peuvent également générer des défauts comme les chapelets. La figure IV.4.4.2a présente la microstructure d'un chapelet de la LGA, la figure IV.4.4.2b, celle obtenue avec la miniligne après application de l'huile de laminage qui contient naturellement des fines de fer. Ces deux microstructures sont à comparer avec la figure IV.4.4.2c (dans les mêmes conditions que la figure IV.4.4.2b, mais sans polluant). L'aspect d'un chapelet miniligne ressemble fortement à celui d'un chapelet LGA.

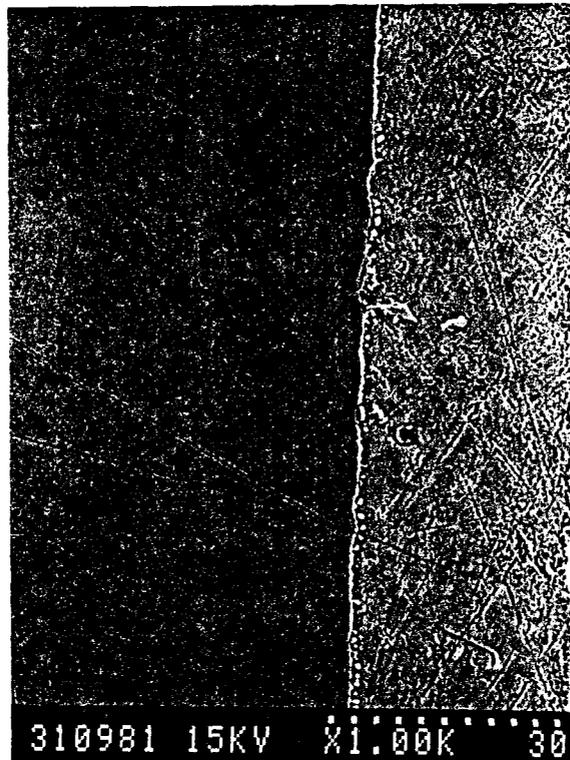
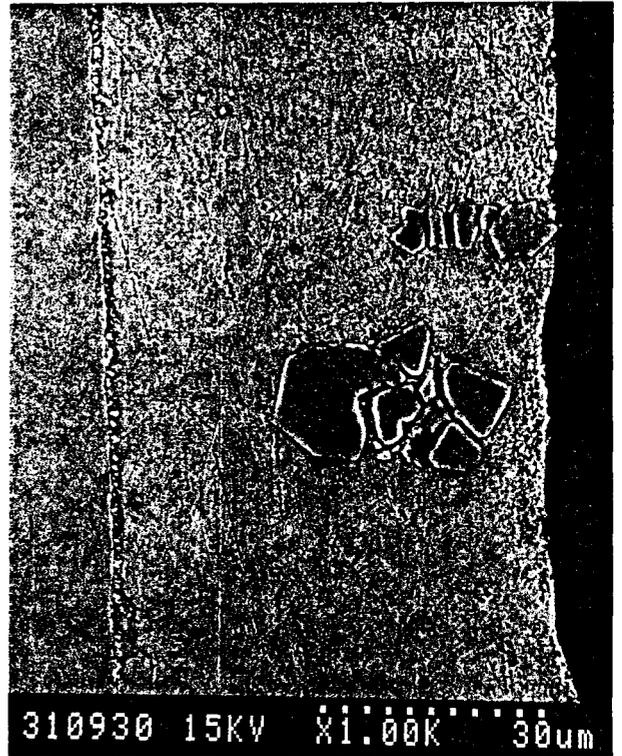


Figure IV.4.4.1 Micrographie d'une fine de fer non encore transformée en matte dont l'analyse EDS est : Fe - 66,68, Al - 6,61, Zn - 26,71 (en % massique).

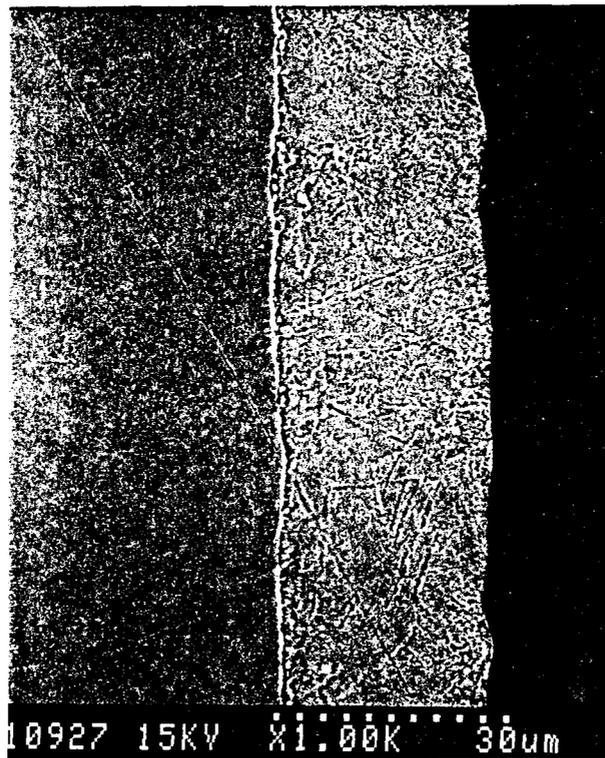
Il est intéressant que cette étude ait soutenu en partie la théorie du mouvement des mattes élaborée en §III.3. Les mattes formées dans la cloche de la miniligne suivent la bande, qui sert à les éliminer entièrement si l'on n'en fabrique pas davantage. Elles continuent de suivre la bande, même en faisant le tour du rouleau car nous les avons trouvées



a) chapelet de mattes - Ligne A



b) chapelet de mattes provoqué par l'huile de laminage - miniligne



c) témoin dans les mêmes conditions que b (mais sans polluant).

Figure IV.4.4.2a à c. Micrographies (MEB) du revêtement.

Chapitre IV

systématiquement dans le revêtement. Au moment de l'essorage, elles semblent entamer de commencer une étape de décollement, comme le montre la figure IV.4.4.3. Nous parlerons davantage au chapitre 5 de l'influence de cet essorage sur l'éloignement de ces mottes à la surface du bain.

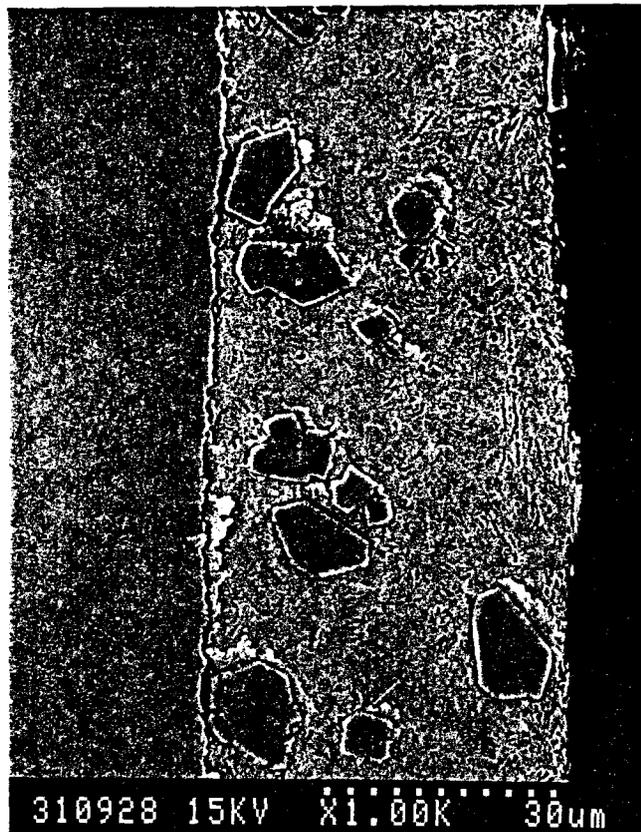


Figure IV.4.4.3 Micrographie (MEB) des mottes se décollant du substrat sous la force de l'essorage.

Les modifications de la Ligne A

A la suite de ces résultats, la Ligne A a décidé d'améliorer l'élimination des fines de fer de la bande à l'aide de buses d'eau à haute pression dans le rinçage du dégraissage (§II.1.2). Cet effort a conduit à une amélioration de l'indice de qualité (§ II.4.2) de 0,5 à 0,2 dans les premières semaines. Mais cet appareil a besoin de modifications pour assurer des résultats à long terme. Cependant l'amélioration est incontestable.

IV.4.5 Conclusion IV.4

Résumons les résultats de l'étude sur l'influence de l'état de surface.

1) Il y a un changement d'émissivité provoqué par une pollution qui n'est pas corrigée par la lecture de température d'une lunette bi-chromatique.

2) Un refroidissement important dans la cloche peut engendrer des mattes.

3) Une couche d'oxyde peut également inhiber la formation du δ , en consommant l'aluminium. Cette inhibition est plus difficile à maîtriser que celle due à l'aluminium.

4) L'aluminium est consommé par les polluants, appauvrissant ainsi l'aluminium présent pour empêcher la formation du δ . (Ceci montre qu'il existe une réaction entre la pollution et l'aluminium, ce qui est peut-être important pour l'explication d'autres défauts sur la tôle.)

5) La présence de pollution contenant des fines de fer sur la bande peut générer un défaut de type chapelet.

6) Si les mattes sont à proximité de la bande, elles sont facilement entraînées.

Nous pouvons constater que l'influence de l'état de surface sur le comportement de la bande et du bain est importante, et même prédominante en ce qui concerne la formation et le mouvement des mattes gênantes sur la Ligne A de la FFM. Ceci est encourageant puisqu'il est possible d'agir sur cet état de surface, éliminant autant que possible les fines de fer et assurant la propreté de la bande. Nous savons déjà que ceci a un impact important pour la production. En revanche, les questions d'émissivité sont plus difficiles à résoudre, et en conséquence, nous attendons les résultats de l'étude en cours avec un intérêt particulier.

IV.5 CONCLUSION

Nous avons déjà résumé aux sous-chapitres IV.3 et IV.4 l'influence de la tôle et de l'état de surface sur la réaction de galvanisation, ainsi que la formation et l'éloignement des mattes de la tôle. Par contre, il reste à constater que, suite à ces études, il est évident que l'on aura toujours des mattes, surtout pour les raisons suivantes:

1) Le besoin de galvaniser des produits diverses (taille, compositions, état de surface, etc.) conduira toujours à des instabilités du bain ou des zones voisines de la tôle.

2) La vitesse de réaction nécessaire pour une galvanisation rentable crée une réaction qui a tendance à sursaturer les bains en fer.

3) L'amélioration de l'adhérence du revêtement et l'élimination de la sursaturation en fer du bain sont des buts apparemment contradictoires à atteindre.

Chapitre IV

On peut donc comprendre qu'il faut pouvoir maîtriser les mattes restantes après les améliorations apportées. Ce qui fait l'importance du prochain chapitre, un traitement de la finition du revêtement

BIBLIOGRAPHIE

1. Dunbar, F.C.: "Defects of the 80's - A Closer Look at the Critical Requirements of Today's Hot-Dip Galvanized", *Galvanizer's Committee Mtg.*, Canton, OH, September 1988.
2. Kim, Y.W, Kung, S.C., Sievert, W.C., Patel, R.: "Steel Surface Defects in Exposed Quality Hot-Dip Galvanized Steel", *Galvatech Proceedings*, Tokyo (1989); pp.120-129.
3. Bretez, M.: *ROLE DU SILICIUM ET DE L'ALUMINIUM DANS LA REACTION FER-ZINC - APPLICATION A LA GALVANISATION DES ACIERS*, Thesis Paper, L'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres-Artois (2/7/86-soutenance); 281p.
4. Ferrier, A., Galdon, F.: Relations entre état de surface et comportement de l'acier à la galvanisation à chaud, *Revue de Métallurgie-CIT*, 1007-1012 (Décembre 1982).
5. Urednicek, M., Kircaldy, J.S.: "Mechanisms of Iron Attack Inhibition Arising from Additions of Aluminium to Liquid Zn during Galvanizing at 450°C", *Zeitschrift Metallkunde*, 64; p. 899 (en anglais).
6. Horstman, D.: *Reactions between iron and molten zinc*, Zinc Development Association, London (1978); pp. 3-15.
7. Chen, Z.W., Sharp, R.M., Gregory, J.T.: Fe-Al-Zn Ternary Phase Diagram at 450°C, *Materials Science and Technology* 6, 1173-1176 (December 1990).
8. Tissier, J.C.: *EQUILIBRES STABLES ET METASTABLES DANS LE SYSTEME Fe-Zn-Al EN RELATION AVEC LES PROCESSUS DE GALVANISATION A 450°C*, Thèse, L'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres-Artois (22/11/91-soutenance); pp. 152, 239.
9. Haughton, M.A.: "The effect of aluminium and iron on the structure of galvanized coatings", *2nd Int'l Conference on Hot Dip Galvanizing*, Zinc Development Association, Oxford (1952); pp. 59-87.
10. Guttman, H., Bélisle, S., Gagné, M.: "Management of Continuous Galvanizing Baths with Emphasis on Aluminium", *Intergalva 91*, 3rd Int'l Zinc Coated Sheet Conf., Barcelona (Juin 1991); pp. 8-9.
11. Harvey, G.J.; Mercer, P.D.; (1973) *Metallurgical Transactions*, 4; pp. 619-621.
12. Ghuman, A.R.P, Goldstein, J.I.: Reaction Mechanisms for the Coatings Formed During the Hot Dipping of Iron in 0 to 10 Pct. Al-Zn Baths at 450°-700°C, *Met Trans* 2, 2903 (October 1971).

Chapitre IV

13. Faderl, J.; Pimminger, M.; Schönberger, L.: "Influence of Steel Grade and Surface Topography on the Galvannealing Reaction.", (1992) *Galvatech Proceedings*, (Amsterdam - Septembre 1992); pp. 194-198.
14. Kiusalaas, R., Engberg, G., Klang, H., Schedin, E., Schön, L. Swedish Institute: "Control of Texture and Formation of Intermetallic Phases in Continuously Hot-Dip Galvanized Coatings", *Galvatech Proceedings*, (Tokyo - 1989); pp. 485-492.
15. Hisamatsu, Y.: "Science and Technology of Zinc and Zinc Alloy Coated Steel", *Galvatech Proceedings*, (Tokyo - 1989); pp. 3-.
16. Yamaguchi, H.; Hisamatsu, Y.: "Reaction Mechanism of Sheet Galvanizing", *Tetsu-to-Hagané*, 63(1977); pp. 1160.
17. Dauphin, J.Y., Foct, J., Perrot, P., Tissier, J.C., Limare, A., Piessen, P., Wegria, J.: Aluminum Diffusion during the Galvanizing of Iron-Aluminum Alloys in Pure Zinc and Zinc-Aluminum Baths, *INTERGALVA*, Rome (1988); 7 p.
18. Seraoui, M., Reille, C., Tabet, N., Schmitt, B.: Contribution à l'étude de la galvanisation des aciers au silicium, *Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie*, 477 (1983).
19. Cameron, D.I., Ormay, M.K.: "The effects of agitation, cooling, and aluminium on the alloying reaction in hot-dipping in zinc", *6th Int'l Conference on Hot-Dip Galvanizing*, European General Galvanizers Association, (London - 1961); pp.276-316.
20. Borzillo, A.R., Hahn, W.C.: "Growth of the Inhibiting Aluminum-Rich Alloy Layer on Mild Steel During Galvanizing in Zinc That Contains Aluminum", *Galvanizer's Committee Mtg.*, April, 1969 (reprinted in *Trans ASM*, 62, 1969); pp. 729-739.
21. Reumont, G.: *ETUDE THERMODYNAMIQUE ET STRUCTURALE DU SYSTEME Fe-Ni-Zn APPLICATION A LA FORMATION DES MATTES EN GALVANISATION*, Thesis Paper, L'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres-Artois (5/1/90-soutenance); pp. 64-66.
22. Perrot, P., Foct, J., Dauphin, J.Y.: Phase Equilibria in the Zinc Rich Corner of the Quaternary Diagram Fe-Zn-Si-Al at 460°C, *INTERGALVA*, Rome (1988); 9 p.
23. Statistically Designed Experimentation Using Orthogonal Array Spaces, Armco Internal Class, 1991.
24. Zappia, J.: personal communication, 15/10/93.
25. Linares, I.: Résumé de Linares, I.: *MODELISATION DU REACTEUR DE GALVANISATION EN CONTINU*, Thèse, Ecole Centrale des Arts et Manufactures de Paris (15/11/93-soutenance).
26. Selverian, J.H., Marder, A.R., Notis, M.R.: "The Reaction between Solid Iron and Liquid Al-Zn Baths", *Metallurgical Transactions A*, 19A (May 1988); pp.1193-1203.
27. Dunbar, personal communication 3/91, mais une photo de ce défaut est montrée sur la figure 6 de référence 1.

Chapitre IV

28. Streeter, V.L., Wylie, E.B.: *Fluid Mechanics*, 8th. Ed., McGraw-Hill, Inc. (1985); pp. 246-57.
29. Landolt, D.: *Corrosion et Chimie de Surfaces des Métaux, Traité des Matériaux* Vol. 12, Polytechnique et Universitaire Romandes (1993); p. 139.
30. Sippola, P., Lynch, R.F.: "Zinc Bath Control and Coated Strip Surface Improvement via Bath/Strip Cooling Technology", *Intergalva 91*, Barcelona, Spain (June 1991).
31. Hirose, Y., Togawa, H., Sumiya, J.: "Effects of oxidation-reduction heating conditions on the wettability of silicon-containing steels in a simulated galvanizing process", *Intergalva 82*, London, England (Mai 1992).
32. Kim, J.S., Bae, D.C., Jin, Y.S.: Improvement of coating adhesion of hot-dip galvanized sheet steels, *INTERGALVA*, Barcelona (1991); 8 p.
33. Leijon, W., Olefjord, I.: "Surface State of Batch Annealed Low-carbon Steel Sheets", *Scandinavian Journal of Metallurgy 12*, (1983); pp. 239-245.
34. Jinnouchi, H., Satta, H., Miyatani, H., Yamamoto, K.: "An Analysis of Heat Transmission on the Non-oxidizing Furnace in the Continuous Galvanizing Line by Zone Method", *Denki Seiko*, Vol. 55 N°4 (Electr.-Furn.-Steel), (Novembre 1984); pp.257-264.
35. Coutsouradis, D.: Developments in zinc and zinc alloy coated sheet, *INTERGALVA*, Barcelona (1991); 8 p.

V. INTRODUCTION V- LA FINITION DU REVETEMENT

L'état de surface de la bande avant le bain (Chapitre IV) et les phénomènes dans celui-ci (Chapitre III) font que les bains de galvanisation continue contiendront toujours, même en quantité limitée, des mattes. La finition du revêtement, c'est à dire quand il est toujours en train de se former avant solidification, est donc la dernière chance pour agir sur la qualité de celui-ci. Par conséquent, et comme on a vu au chapitre II, l'éloignement des mattes de la bande à cette étape est capital. Celui-ci est régi par l'essorage et les autres effets périphériques à la finition du revêtement. Ces phénomènes sont principalement régulés dans le clocheton. Ce chapitre cherche donc à maîtriser cet appareil en vue d'améliorer la qualité du revêtement.

V.1 LE FLUX DANS LE CLOCHETON

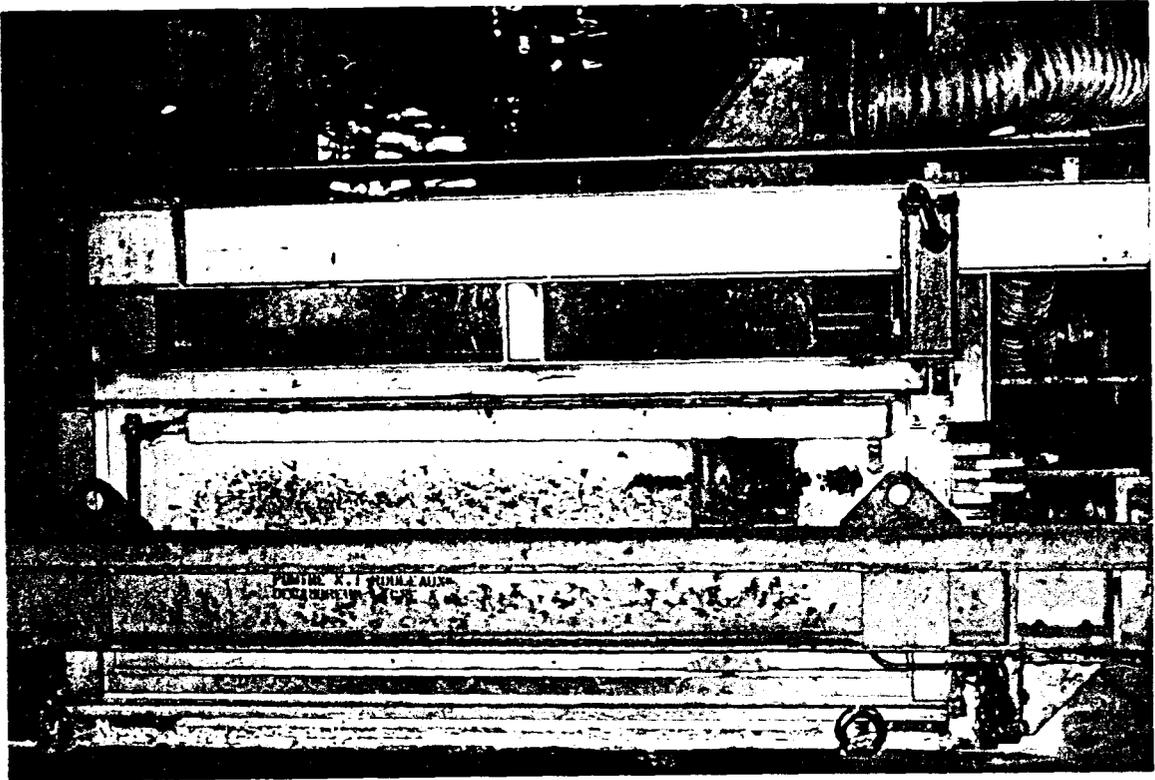
D'après les résultats d'essais présentés plus haut, il apparaît à l'évidence que le clocheton est une zone critique pour ce qui concerne les défauts du dépôt qui se forme sur la bande. L'objet de cette partie de l'étude est donc d'essayer d'améliorer le flux dans le clocheton (figure V.1.0) et ainsi d'éliminer les problèmes liés à ses caractéristiques actuelles. Parmi les autres avantages, cela peut servir à contrôler des phénomènes qui nous masquent le vrai comportement des mattes.

Cet appareil a une histoire courte mais complexe et, avant de le décrire dans son état actuel, il est important de rappeler un peu son histoire et ses fonctions.

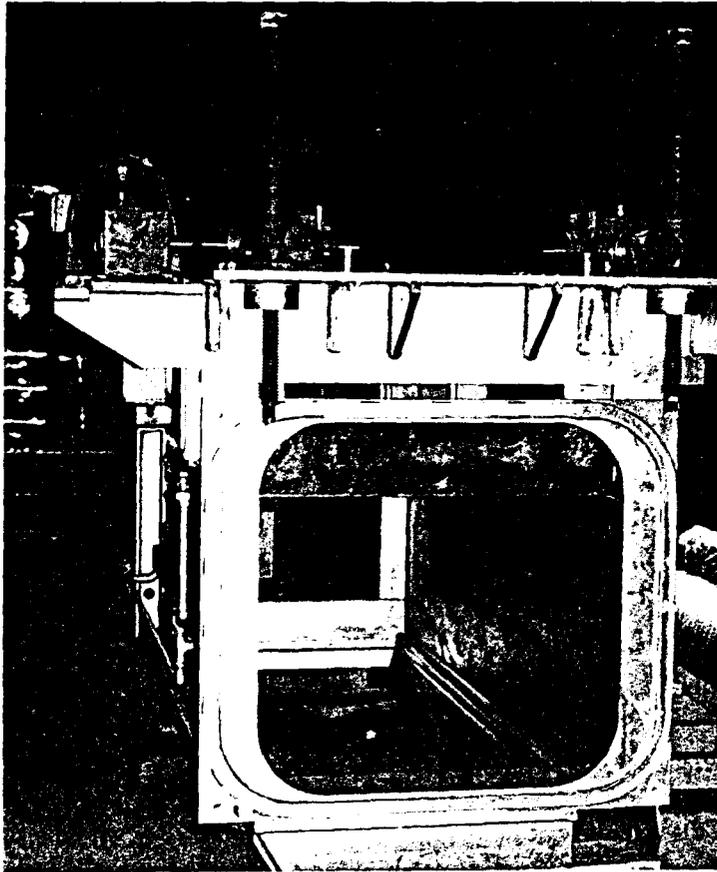
V.1.1 Un bref historique du clocheton de type "boîte"*

Il y a 30 ans, le réglage de l'épaisseur du revêtement sur une ligne de galvanisation en continu s'effectuait à l'aide de rouleaux essoreurs à la sortie du bain. Ce procédé était peu efficace. Il entraînait des difficultés de production (notamment une réduction de la vitesse de ligne) et l'uniformité du revêtement était médiocre. L'essorage à l'air a été introduit dans les années soixante. Il a nettement amélioré la productivité des lignes et l'homogénéité du revêtement, mais a également conduit à des difficultés de contrôle des défauts dus aux oxydes. Armco [1,2] a développé vers 1980 l'essorage à l'azote pur, qui utilise des jets d'azote pur pour régler l'épaisseur du revêtement. Cette méthode d'essorage nécessite un clocheton autour des jets d'azote afin d'empêcher l'entrée d'oxygène, qui provoque les défauts d'oxydes et donne un aspect identique au laminé à froid.

* Cette distinction est nécessaire car *Herman* [3], *Shin Nippon Seitetsu K.K.* [4] et d'autres ont conçu divers types de clochetons avec des caractéristiques diverses. Ceux-ci n'ayant pas à ce jour obtenu grand succès, le clocheton type de boîte sera dorénavant considéré comme référence.



a



b

Figure V.1.0a et b. Photos du clocheton de la Ligne A. a) vue de la face antérieure en marche. b) vue du côté hall au repos.

V.1.2 Le clocheton aujourd'hui

L'essorage à l'azote n'a pas résolu tous les problèmes de contrôle du revêtement. Il est nécessaire de nettoyer l'intérieur du clocheton au fur et à mesure (en moyenne: une fois par poste pour les lignes de la FFM), car il se salit assez rapidement. Se pose également le problème des poussières de zinc qui se forment par vaporisation. Auparavant, la formation de ces poussières était empêchée par l'existence d'une couche d'oxyde à la surface du bain. Grâce à l'essorage à l'azote, l'aspect du galvanisé a été nettement amélioré, et les clients sont devenus plus exigeants encore. En outre, ce n'est un secret pour personne que l'efficacité de l'essorage diminue pour des vitesses de lignes inférieures à 40 m/min [5].

Le clocheton d'aujourd'hui est normalement une grosse boîte en acier inoxydable ouverte à sa partie inférieure et rendue étanche par le zinc liquide du bain de galvanisation (figure V.1.2.1). Il y a une fente en haut, appelée cheminée, pour permettre le passage de la bande et une trappe qui permet l'accès à l'opérateur. Dans l'industrie de galvanisation, il y a plusieurs méthodes pour introduire les jets d'azote dans le clocheton qui vont de l'insertion par le côté à un montage fixé au toit du clocheton. Des angles arrondis et des rives supérieures coupées sont parmi les seuls efforts connus pour tenter d'améliorer la forme du clocheton.

Les jets industriels sont normalement rectilinéaires, mais sont souvent modifiés pour augmenter ou diminuer la pression d'essorage vers les rives de la bande. Des fentes en forme de sablier sont fréquentes, surtout à l'air. Une différence d'inclinaison entre les jets sur la Ligne A de la FFM est utile pour empêcher les éclaboussures de se déposer sur la fente d'en face provoquant un lignage inacceptable du revêtement. D'autres lignes de production sont obligées de mettre la fente postérieure légèrement plus haut (jusqu'à 150 mm) que la fente antérieure afin d'éviter ce phénomène.

Les lignes FFM consomment entre 500 et 2500 Nm³/hr d'azote par jet. La surpression dans le clocheton est normalement de l'ordre de 10 à 30 Pa. Elle doit être maintenue supérieure à 6 Pa pour empêcher les problèmes dus à la présence d'oxygène. La teneur en oxygène est également mesurée dans le clocheton. Elle est pratiquement toujours inférieure à 60 ppm. L'écartement, la hauteur et l'inclinaison (figure V.1.2.2) des jets peuvent tous être réglés dans une plage limitée. Ces réglages sont fonctions des caractéristiques de production. La Ligne A opère typiquement avec un écart de 20 mm, à une hauteur de 150 mm, et à une inclinaison de -1° pour le jet avant, +10° pour le jet arrière (mesurée à partir de horizontale). La largeur de cheminée peut être réglée, en utilisant des obturateurs. La distance minimum entre un obturateur et la bande est de

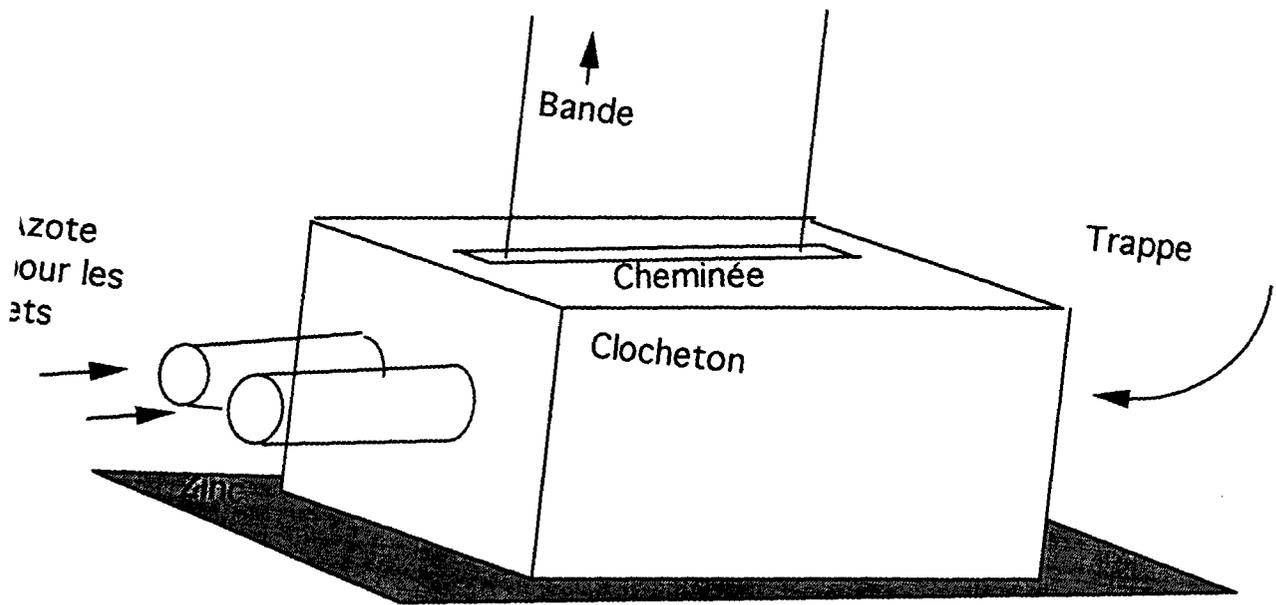


Figure V.1.2.1. Schéma d'un clocheton typique.

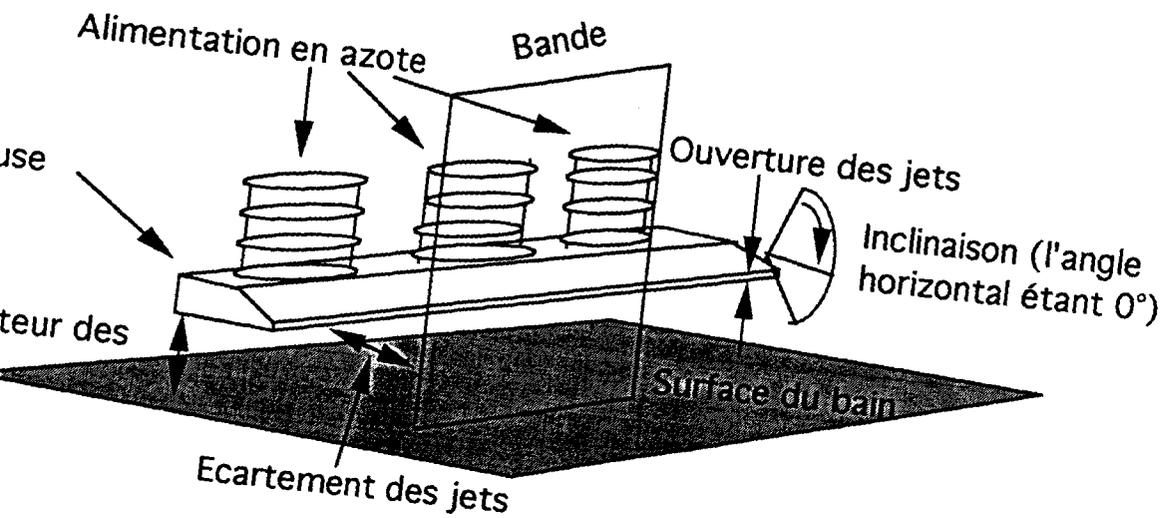


Figure V.1.2.2. Schéma des possibilités de réglage des jets.

20 mm de chaque côté. Des obstructions sont souvent ajoutées pour réduire aussi les ouvertures latérales des rives de la bande. Ces ajustements ont pour but d'augmenter la pression de l'azote dans le clocheton.

La forme du clocheton de la Ligne A a tendance à provoquer un écoulement turbulent non-permanent, avec des tourbillons non-stationnaires (révélés par des poussières de zinc dans le flux) et des effets de cage de Faraday qui engendrent des zones mortes dans les coins du clocheton. Cet écoulement peut être observé par la trappe du galvanisateur. Aucune autre observation n'est actuellement possible à l'intérieur du clocheton en fonctionnement pour des raisons de visibilité et de sécurité. Au-dessus du clocheton, les poussières de zinc montrent que le flux a tendance à sortir plutôt du côté machine. Il semble irrégulier en force et périodique dans le temps, produisant un effet de "pulsion". Des mesures effectuées à l'aide d'un tube Pitot montre que la pression varie entre 0 et 96 Pa (pour une valeur moyenne de 21 Pa) dans le clocheton, les pressions plus fortes étant dans la partie supérieure des jets et surtout vers la cheminée. Les vitesses de sortie du gaz mesurées varient d'une manière importante: de valeurs négatives jusqu'à 6 m/s pour un débit de jet de 640 Nm³/hr (la moyenne par jet).

V.1.3 Les conséquences de l'écoulement dans le clocheton

Comme on l'a indiqué plus haut (§II.2 et §III.1), une zone critique pour le contrôle de la qualité d'aspect de la tôle galvanisée est la sortie de la bande du bain de galvanisation. Le revêtement de zinc est dans son étape finale de formation (§II.1.6), il est encore presque exclusivement liquide, maintes caractéristiques du revêtement sont à établir, telles que: l'épaisseur du revêtement, les tailles et formes des grains de zinc, et même la nature finale du zinc. A la sortie du clocheton, la plupart de ces caractéristiques sont complètement ou quasi-complètement établies. Tout effort pour améliorer la qualité d'aspect de la tôle galvanisée doit donc considérer l'étape du clocheton comme primordiale. Par conséquent, les écoulements de fluides à la surface du bain et juste au-dessus sont déterminants pour la qualité d'aspect du revêtement de zinc.

A la surface du bain, par exemple, le rinçage des mattes pour les écarter de la bande et le contrôle de la couche visqueuse sont indispensables. Les normes industrielles suggèrent que les vitesses de ligne de production inférieures à 40 m/min sont dangereuses, danger dû au risque d'entraînement des mattes et des oxydes (figure V.1.3.1) dans le "**rerinçage**". La vitesse et la rugosité de la bande sont des facteurs primordiaux pour déterminer la quantité de zinc provenant du bain. Pour une épaisseur finale de revêtement équivalente, une augmentation de volume de zinc enlevé du bain oblige à une quantité plus importante de zinc "**rerincé**". Cette augmentation du

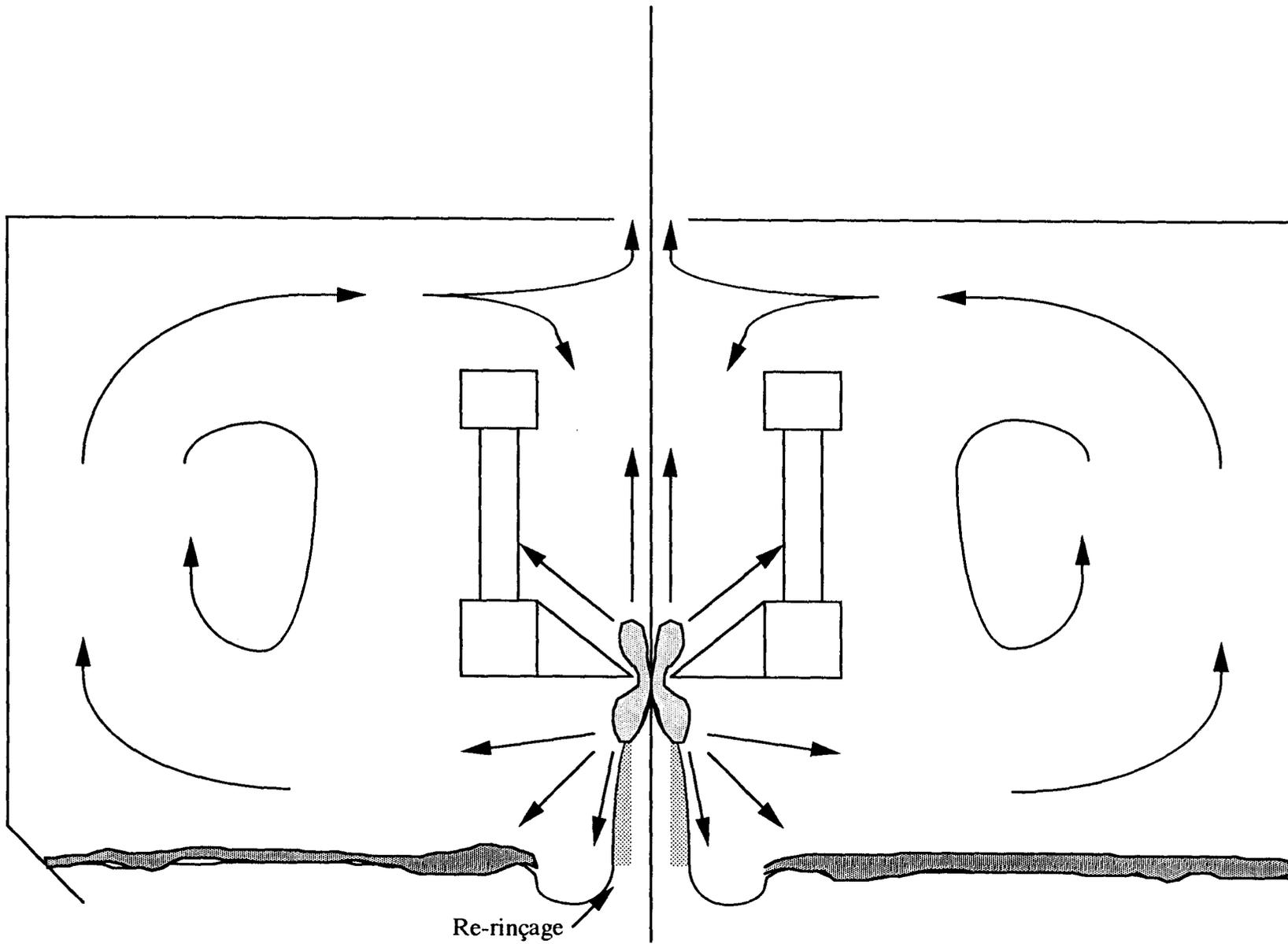


Figure V.1.3.1 Schéma des Phénomènes du Clocheton

rerinçage augmente la pression dans le liquide enlevé du bain et a tendance à décoller et à éloigner les pollutions flottantes de la bande. En revanche, plus la concentration des pollutions flottantes est forte, plus leur manipulation est difficile; le blocage par une paroi du clocheton peut, par exemple, être très néfaste. Dans la section V.1.4 on étudiera plus en détail ce phénomène.

Au-dessus de la surface du bain, l'écoulement gazeux est également important. Non seulement ce flux gazeux exerce une force sur la couche visqueuse, mais des poussières de zinc, des pénétrations d'oxygène, et d'autres problèmes peuvent également en résulter. Certains de ces effets seront détaillés par la suite [5,6,7].

La présence nuisible d'oxygène est une des raisons principales qui a conduit à l'invention du clocheton. A la surface d'un bain de galvanisation contenant de l'aluminium, plusieurs auteurs [2,6,7] ont détecté une couche d'alumine (oxyde d'aluminium, Al_2O_3). Cette couche d'oxyde extrêmement fine ($\sim 0,1\mu$) peut, à l'occasion, être entraînée par la bande, créant un défaut dénommé "**choucroute**" (aspect de ficelles entrelacées). De nombreux **défauts d'oxydes** sont moins importants [6,7], surtout sur les lignes de production qui utilisent l'essorage à l'air. Cependant, la raison majeure et peut-être la plus convaincante pour l'utilisation de l'essorage à l'azote est l'agglomération d'oxyde sur les rives de la bande, phénomène connu dans l'industrie sous le nom de "**surépaisseurs des rives**" ou de "**montées à gorge**" (car les rives épaisses par rapport à un centre plus mince ont l'air de petites gorges). Afin de comprendre le mécanisme de formation des surépaisseurs, il est encore une fois important de considérer le re-rinçage. Cet oxyde est très léger par rapport au zinc liquide. La force Archimède l'empêchant de se mélanger, il reste toujours en surface. De plus il est solide, donc il résiste au cisaillement, contrairement au liquide qui le porte. Lors de son entraînement par la bande, la pression de l'azote le repousse vers le bain (figure V.1.3.2). La couche d'oxyde qui suit résiste au re-rinçage de cette oxyde en le forçant horizontalement. Cet oxyde a du mal à surmonter les effets des rives de la bande, et une partie importante de l'oxyde reste ainsi collée au rive au lieu de re-rincer ou d'éclabousser la rive.

L'élimination des défauts d'oxydes combinée à l'amélioration de l'aspect de la bande a encouragé l'utilisation de l'essorage N_2 (voir recristallisation plus bas) . En éliminant l'oxygène de la zone d'essorage, les difficultés liées à sa présence sont retardées. Afin de permettre à la bande de sortir du clocheton, une fente, appelé cheminée, est pratiquée dans la partie supérieure de celui-ci. Si la pression d'azote est insuffisante dans le clocheton, de l'oxygène peut pénétrer par cette fente. Il existe également d'autres points d'entrée de l'oxygène, les étanchéités ne sont jamais parfaites autour du système

d'introduction des jets et de la trappe de nettoyage. Leurs dessins varient, naturellement, de ligne à ligne. Il est souvent observé que l'existence de ces ouvertures, ainsi que le caractère tri-dimensionnel et non-stationnaire de l'écoulement dans le clocheton, conduisent parfois à une aspiration d'air dans celui-ci. Afin d'éviter une pénétration d'oxygène de l'atmosphère environnante, la pression statique d'azote dans le clocheton est gardée légèrement supérieure à la pression atmosphérique autour de ces ouvertures, dans le but de s'assurer que le flux circule toujours de l'intérieur du clocheton vers l'extérieur. Cette condition n'est pas toujours facile à atteindre pour un écoulement tridimensionnel qui a un rapport d'aspect important.

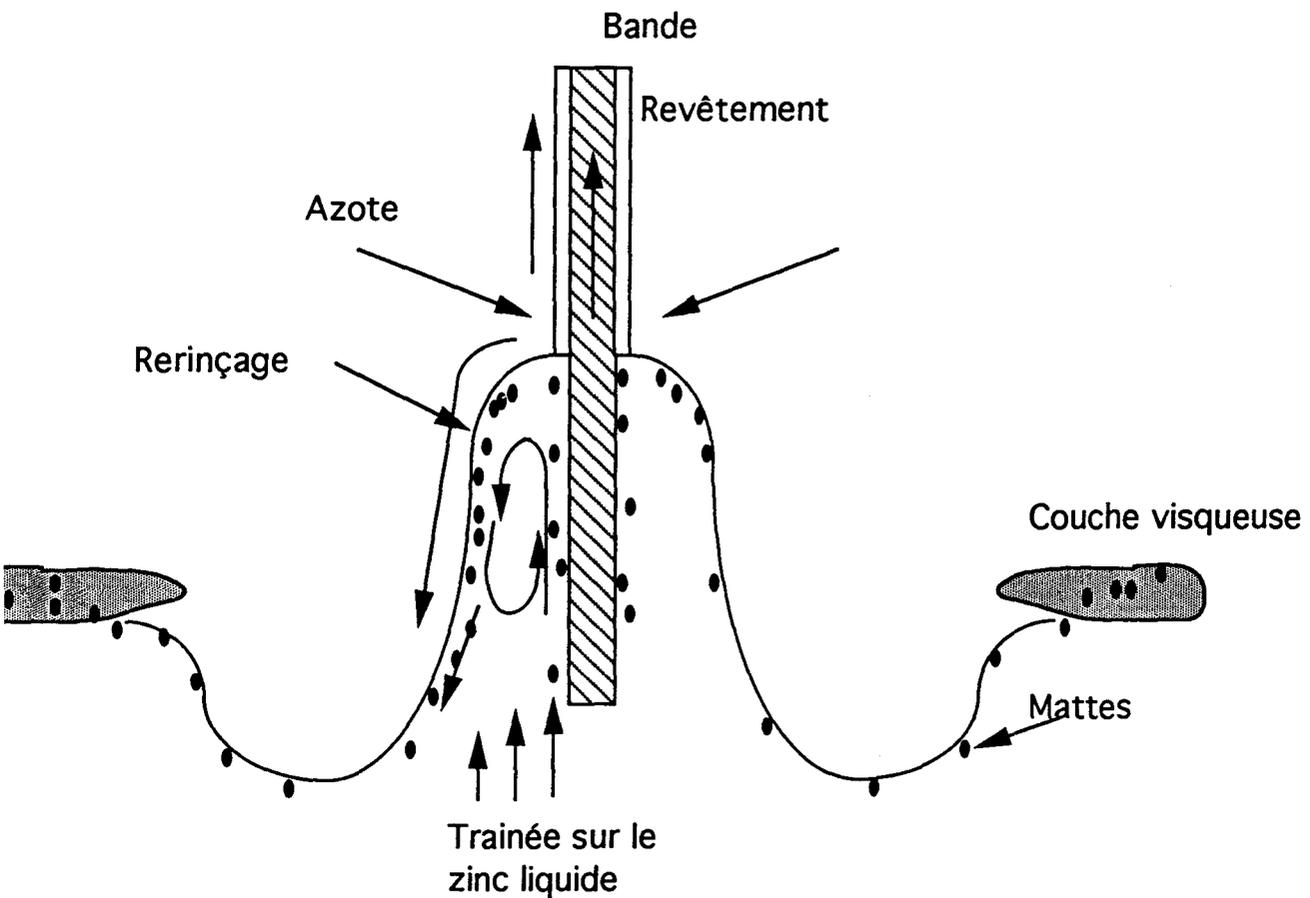


Figure V.1.3.2. Schéma des forces agissant sur le rerinçage.

Par ailleurs, un débit de gaz important passant à travers une fente étroite comme celle des jets peut entraîner une figure interférence, analogue à celle de la lumière passant par une fente étroite. Dans ce cas, on obtient un revêtement ondulé. L'amplitude de ces ondes est normalement trop faible pour être vue à l'œil nu. Lors de l'enroulement de la bande, la friction peut néanmoins polir préférentiellement les pics des ondes générant un **lignage** visible lors du déroulement. Cela est normalement contrôlé en assurant une hauteur de fente minimum. Pour un débit donné, la pression cinétique diminue lorsque la hauteur de la fente augmente; pour obtenir une force d'essorage équivalente lorsqu'on augmente la hauteur de la fente, il est donc nécessaire de réduire la distance entre les jets et la bande, ou bien d'augmenter le débit (ce qui est coûteux).

La **recristallisation** est un autre défaut attribuable à la zone du clocheton. Afin de mieux la comprendre, il est utile de décrire préalablement le phénomène de fleurage (§II.2.4). Lors de sa solidification, le zinc liquide forme des grains. Les frontières de grains deviennent quelquefois visibles à l'œil nu si (1) elles sont suffisamment distinctes, et (2) si les grains sont suffisamment grands. Ce fleurage est parfois créé volontairement (§II.2.4), il est cependant à éviter pour la plupart des produits peints, car les frontières de grains sont également visibles à travers la peinture. Pour éliminer le fleurage, il faut ou rendre les grains trop petits à voir ou empêcher les frontières de grains de devenir distinctes. En permettant au revêtement de se solidifier à l'air, l'oxygène germe tellement de grains de zinc lors de la solidification qu'ils sont trop petits à voir. En azote pur, par contre, les frontières de grains ne sont plus perceptibles à l'œil nu après s'être formées, même si les grains sont grands (figure V.1.3.4). Si le revêtement se solidifie dans une ambiance "mixte", qui contient assez d'oxygène pour rendre les frontières visibles mais pas assez pour rendre les grains petits (dans la cheminée, par exemple), une recristallisation visible se manifeste sous forme de fleurage.

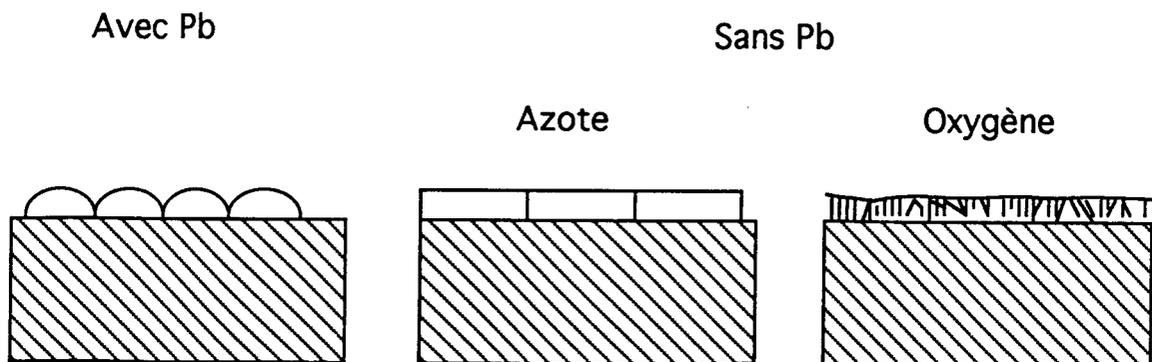


Figure V.1.3.4. Schéma de l'influence des frontières de grain sur le revêtement.

La génération des **poussières de zinc** est un problème important dans les clochetons actuels, en particulier parce que ces poussières sont difficiles à capter et sont par la suite dispersées dans toute l'usine. Les poussières, lorsqu'elles sortent du clocheton, sont encore à des températures élevées. Au contact de l'oxygène de l'air, elles peuvent s'enflammer en se transformant en oxyde. Ces particules brûlantes propulsées du clocheton créent un risque réel d'incendie. De plus, l'inhalation des poussières présente un risque pour la santé du personnel d'exploitation. Les poussières forment également une salissure dans toute l'usine, en se déposant, entre autres, sur des contacts électriques, et en obligeant à des nettoyages fréquents et coûteux. Des quantités importantes de poussières dans un endroit fermé peuvent aussi provoquer une combustion. Dans la section de galvanisation, les poussières de zinc peuvent se déposer sur la bande et être interprétées comme un entraînement des mattes (si cela ne justifie pas aujourd'hui un déclassement, même par des clients exigeants on peut supposer que, dans l'avenir, cela devienne une cause supplémentaire de rejet.). Ces poussières peuvent également germer un motif de fleurage irrégulier inacceptable sur la bande. Enfin, les poussières se déposent sur les parois du clocheton, sur les jets, sur la surface, etc. Elles provoquent des arrêts de ligne pour nettoyages, et créent des pertes de zinc et de tonnage pour salissures.

Il est reconnu [8] que les poussières de zinc proviennent du zinc vaporisé. Le zinc se vaporise lorsque la pression locale (l'équilibre zinc liquide/zinc vapeur) baisse. Celle-ci force le zinc liquide à se vaporiser pour rétablir l'équilibre. La pression de vapeur du zinc aux températures et pressions qui règnent couramment dans le clocheton est approximativement de 120 Pa à l'équilibre [9]. Comme mentionné plus haut (§V.1.2), la pression à l'intérieur du clocheton n'est pas nettement supérieure à celle de l'air ambiant et varie énormément. Il suffit d'observer, à l'intérieur du clocheton d'une ligne de production, la violence de la turbulence pour se convaincre qu'elle peut facilement générer des dépressions locales notables. Les gradients de température et de pression existants dans le système augmentent la métastabilité de l'équilibre Zn_l/Zn_v induite par l'écoulement non-stationnaire de l'azote. Cette vaporisation peut se passer à la surface du bain ou à l'interface des gouttelettes de zinc générées par les éclaboussures de l'essorage. Ces gouttelettes peuvent elles-même devenir des poussières. Une fois vaporisé, le zinc peut se précipiter dans le gaz ou se déposer sur l'équipement plus froid. Il peut également réagir avec tout oxygène disponible (si celui-ci est présent à une température suffisamment élevée) pour former un oxyde blanc (ZnO), ou un oxyde hydraté jaunâtre (voir plus haut). Lorsqu'il existe une couche d'oxyde (Al_2O_3) sur le bain, la vaporisation du zinc ne se produit plus, ou au moins est ralentie de façon importante. Cette couche d'alumine est relativement inerte et empêche le zinc liquide de se vaporiser. Armco [8] en profite en exploitant une injection d'azote humide afin de

créer une couche d'oxyde contrôlable. Ceci diminue la formation des poussières, mais n'est pas toujours facile à contrôler, voire impossible pour certaines lignes industrielles. Cette méthode permet d'ailleurs une génération de poussières non-négligeable.

Si la turbulence est atténuée, et qu'un flux correct est établi, d'autres problèmes qui lui sont liés (lignage, recristallisation, etc.) devraient pouvoir être surmontés, voire éliminés. Il est peu probable que l'on puisse supprimer complètement la turbulence dans un tel flux à cause des vitesses importantes nécessaires dans les jets. Il faut donc d'abord essayer de limiter la génération des poussières en atténuant la turbulence autant que possible et puis concevoir un système supplémentaire efficace pour capter les poussières qui restent.

L'objectif de la présente étude est de tenter de maîtriser les effets physicyodynamiques au-dessus de la surface, à l'aide du clocheton mis au point lors de l'étude d'écartement des mattes et de la couche visqueuse.

V.1.4 Le contrôle de la surface du bain et de la couche visqueuse

Comme mentionné précédemment, la couche superficielle à l'intérieur du clocheton joue un rôle important dans la formation et dans le comportement des mattes dans le bain (§I.3 et III.I). Cette couche se compose souvent d'une couche visqueuse (§II.2 et III.I) qui possède maintes propriétés particulières par rapport au liquide du bain. Son contrôle est devenu une partie importante des opérations de nettoyages du bain. Cette section se concentrera sur la nature et sur les problèmes liés à ce contrôle et sur le comportement de la couche superficielle qui entoure la bande à l'intérieur du clocheton en mettant l'accent sur l'influence de l'essorage à l'azote.

La couche superficielle est généralement constituée de deux parties, bien qu'il puisse en exister jusque quatre et même davantage. Ces deux composants sont une surface de zinc libre et une couche visqueuse composée de mattes et de zinc. La couche visqueuse peut également être rendue plus complexe par la présence d'une porosité due à un mélange d'azote ou par une oxydation du zinc ou de l'aluminium. La surface de zinc libre n'est pas modifiée au contact d'une atmosphère d'azote. Par contre, elle peut s'oxyder au contact d'une faible concentration d'oxygène en formant une couche d'alumine (§III.4.4), ou par l'addition de vapeur d'eau à l'azote, ce qui engendre un film d'oxyde de zinc hydraté (§III.4.3). Dans cette étude, on suppose qu'aux environs de la bande, du zinc libre et une simple couche visqueuse sont les seuls acteurs.

Le comportement de la zone autour de la bande est d'une complexité notable. La figure V.1.4.1 tente de schématiser les principaux efforts en jeux. Premièrement, la bande, en fonction de sa rugosité et de sa vitesse, enlève du zinc du bain. Ce zinc liquide est dénommé **zinc tiré**. Afin d'obtenir une fine couche de zinc sur la bande, des grandes vitesses de gaz sont employées pour l'essorage. Ce fluide à grande quantité de mouvement crée une agitation intense dans tout le clocheton. L'essorage agit rapidement sur le zinc tiré, en enlevant une grande partie sous forme de **rerinçage**. Le restant devient le revêtement de zinc. Ce rerinçage retombe sur le zinc tiré subséquent. Une version simplifiée de ce phénomène est schématisée sur la figure V.1.4.1, qui montre que le rerinçage retombe sur lui-même comme le déferlement d'une vague, pour s'étaler ensuite à la surface. L'orientation vers le bas des jets conduit à l'interaction rapide du gaz avec la surface libre qui exerce un cisaillement sur le rerinçage. Ce phénomène n'est certainement pas négligeable car il provoque une déformation importante de la surface du bain. Cette dépression est située dans une zone souvent appelée la **zone {de zinc} fraîche** (nom mal approprié). Cette zone fraîche est entourée d'habitude de la couche visqueuse. A l'interface se crée souvent une frontière déchiquetée (comme schématisé sur la figure V.1.4.1). La surface de la zone fraîche comblée en continu est poussée par le poids du rerinçage et l'effort du gaz contre la couche visqueuse, l'écartant de la bande de façon précaire.

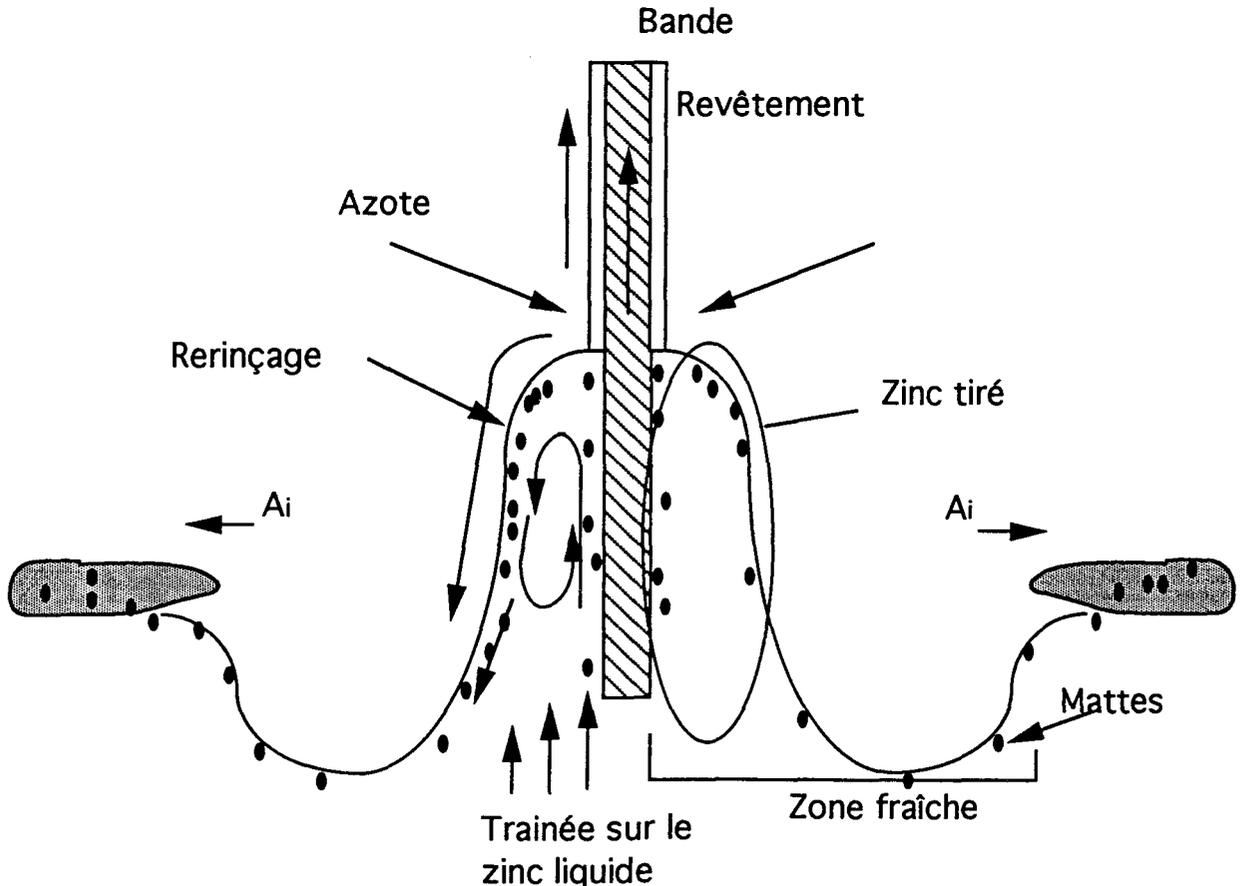


Figure V.1.4.1. Schéma des forces agissant sur le rerinçage.

Toute matte apparaissant dans cette zone est incorporée dans la couche visqueuse. Cette couche est poussée au loin, à moins qu'un obstacle tel qu'une paroi du clocheton ne bloque. Cette couche visqueuse bénéficie d'une force de cohésion importante qui a tendance à s'entretenir, elle se déplace d'un bloc, ce qui favorise son écartement de la tôle. En revanche, si elle est bloqué par la paroi, la couche visqueuse s'entasse contre celle-ci, s'épaississant jusqu'à ce que son poids surmonte les efforts combinés du gaz et du rerinçage. Une partie se détache et entre dans la zone fraîche. Elle est généralement entraînée dans le zinc tiré, engendrant un défaut. En fonction de la taille et de la nature de cet "îlot" visqueux, ce défaut prend la forme d'un **châpelet de mattes** ou d'un **macaron**. Un châpelet peut généralement résulter d'un petit "îlot" mince détaché de la frontière déchiquetée de la couche visqueuse par la force du gaz. Un macaron se manifeste si un grand îlot épais est détaché mécaniquement (par accident) lors d'un nettoyage. Malheureusement, la couche visqueuse est sûrement non-Newtonienne et ses caractéristiques mécaniques sont difficilement accessibles. Ce phénomène, simple en principe, est donc très difficile à modéliser au niveau théorique comme au niveau expérimental.

Il est néanmoins ressenti qu'un modèle simplifié peut approximer cet effet. Un écoulement dirigé, par exemple, par une aspiration de gaz au point A_j sur la figure V.1.4.1 peut améliorer l'éloignement de la couche superficielle en augmentant la force d'entraînement due au gaz. Une approximation d'ordre de grandeur peut donc aider à déterminer si une telle direction est valable. Le contrôle de la couche visqueuse est approfondi dans la section II.2.

V.1.5 La modélisation du clocheton

Afin de confirmer les conséquences de l'écoulement précédemment citées et de fournir un plan d'expérience, il est nécessaire de modéliser le clocheton. A cause du caractère tridimensionnel et turbulent de l'écoulement, une modélisation théorique ou numérique n'est actuellement pas envisageable. En conséquence, une modélisation expérimentale a été choisie. Sur la base des observations, la forme d'un clocheton prototype peut être améliorée pour réduire la turbulence, et le système d'aspiration peut être modifié afin de mieux capter les poussières restantes.

Une première tentative de conception d'un clocheton plus aérodynamique, visant à résoudre le problème précité de la couche visqueuse (§V.1.10), a conduit au prototype présenté sur la figure V.1.5.1. La nécessité de pouvoir utiliser le prototype sur la ligne pilote et de représenter le mieux possible les caractéristiques de la ligne A de production de la FFM ont conduit à un certain nombre de compromis. Dans une première étape,

pour réduire le temps et les coûts, un seul prototype, adapté aussi bien à la ligne pilote qu'à l'étude de Mécanique des Fluides, a été construit. En dehors des difficultés apportées par cette contrainte, la ligne pilote n'est pas en similitude physique exacte avec la ligne de production (comme on le verra un peu plus loin). Les résultats avec la maquette ne sont donc que qualitativement valides pour un clocheton de taille industrielle, ce qui suffit cependant pour une première approche.

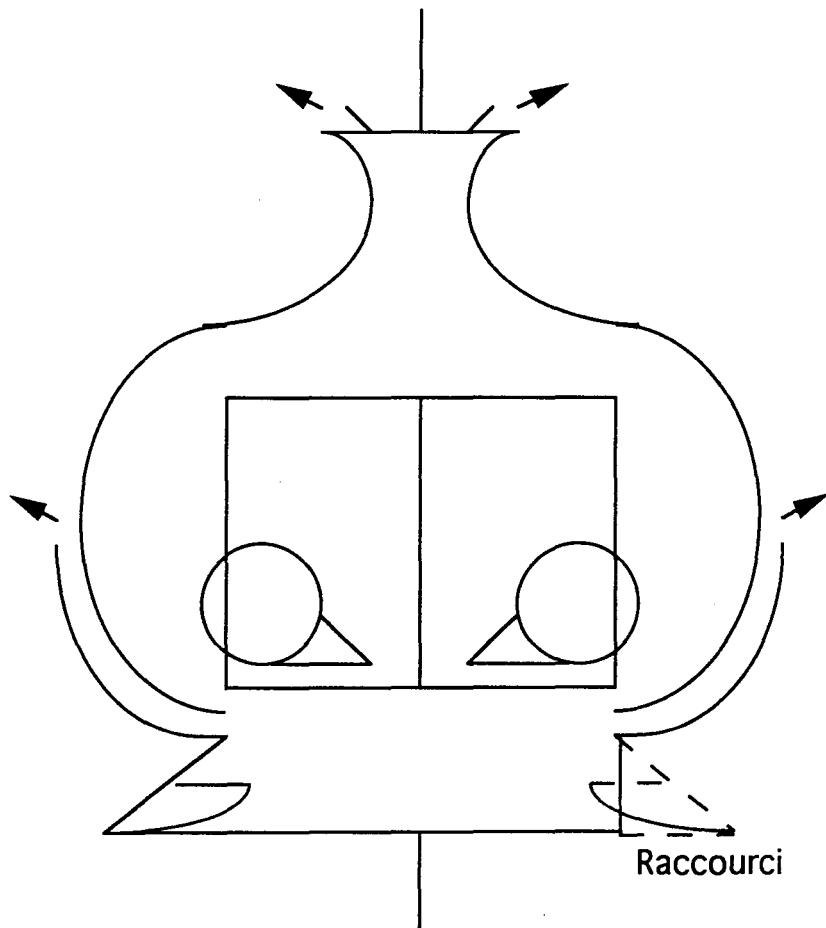


Figure V.1.5.1 Prototype du Nouveau Clocheton

La figure V.1.5.2 montre une représentation schématique dans le plan vertical perpendiculaire à la bande du clocheton classique et du prototype ainsi que les caractéristiques probables des écoulements. La forme dans le plan de la bande n'a pas été modifiée sur le prototype. Les mêmes jets sont utilisés sur chaque système, avec les mêmes possibilités de réglage des paramètres des jets. Le même écartement des jets est maintenu pour empêcher le frottement de la bande contre celles-ci. Chaque clocheton a une profondeur maximale fixe, y , déterminée par la place disponible sur la ligne de production. Chacun d'eux est équipé d'un système d'aspiration des poussières. Les aspirateurs du clocheton classique se trouvent au-dessus de la cheminée et ont pour objet la captation des poussières qui passent. Le système d'aspiration conçu pour le prototype a été séparé en deux et dessiné de manière à premièrement contribuer à l'organisation du flux dans le clocheton et deuxièmement à mieux capter les poussières grâce à son positionnement dans l'alignement du courant.

La nature des écoulements est la principale différence entre les deux appareils. Le clocheton classique présente un écoulement turbulent qui est **non-permanent** et **tridimensionnel**. Cela veut dire que le flux est non-stationnaire et qu'il varie spatialement à l'intérieur du clocheton. Par exemple, au-dessus des jets, il existe un tourbillon qui change fréquemment de la position a à la position b sur la figure V.1.5.2a et vice versa pour le même débit à travers les jets. La forme du prototype est destinée à créer un écoulement **permanent** et uniforme pour ce même débit. De plus, la forme plus aérodynamique (2-D exclusivement) du prototype pourrait éliminer les tourbillons qui existent dans les coins du clocheton classique. Le flux guidé du prototype est également destinée à faciliter l'éloignement de la couche visqueuse (§V.1.10).

V.1.6 Hypothèses et grandeurs caractéristiques des flux

Afin de pouvoir procéder à une étude expérimentale représentative, il est nécessaire d'identifier les grandeurs caractéristiques du phénomène. Les figures V.1.6.1a-c présentent les principales grandeurs caractéristiques. Elles sont classées en quatre catégories: les grandeurs de flux, les grandeurs géométriques, les grandeurs de pression et les grandeurs caractéristiques des poussières.

Grandeurs caractéristiques des flux

Afin d'étudier le flux dans le clocheton, il est important de connaître la nature du fluide. Ce fluide est principalement de l'azote gazeux. Il entre dans le clocheton à température ambiante. Sa masse volumique, ρ , est alors de 1.16 kg/m^3 et sa viscosité, μ , $2.5 \times 10^{-5} \text{ kg/m.s}$. (La modélisation sera effectuée à température ambiante exclusivement). Lors de son entrée dans le clocheton, l'azote est rapidement chauffé par le bain de zinc. En

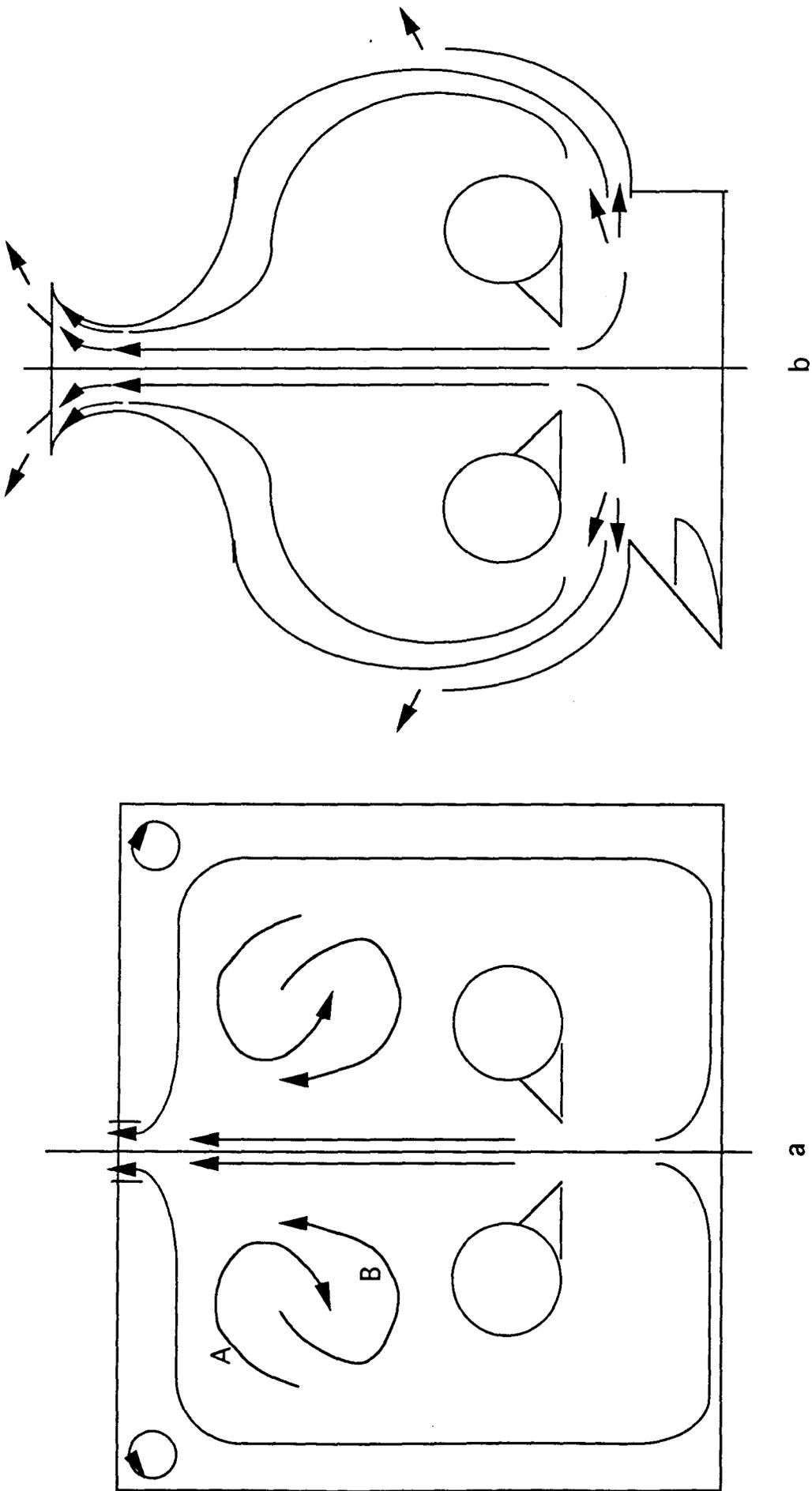


Figure V.1.5.2. Schéma des écoulements probables dans un clocheton classique (a) le nouveau prototype (b).

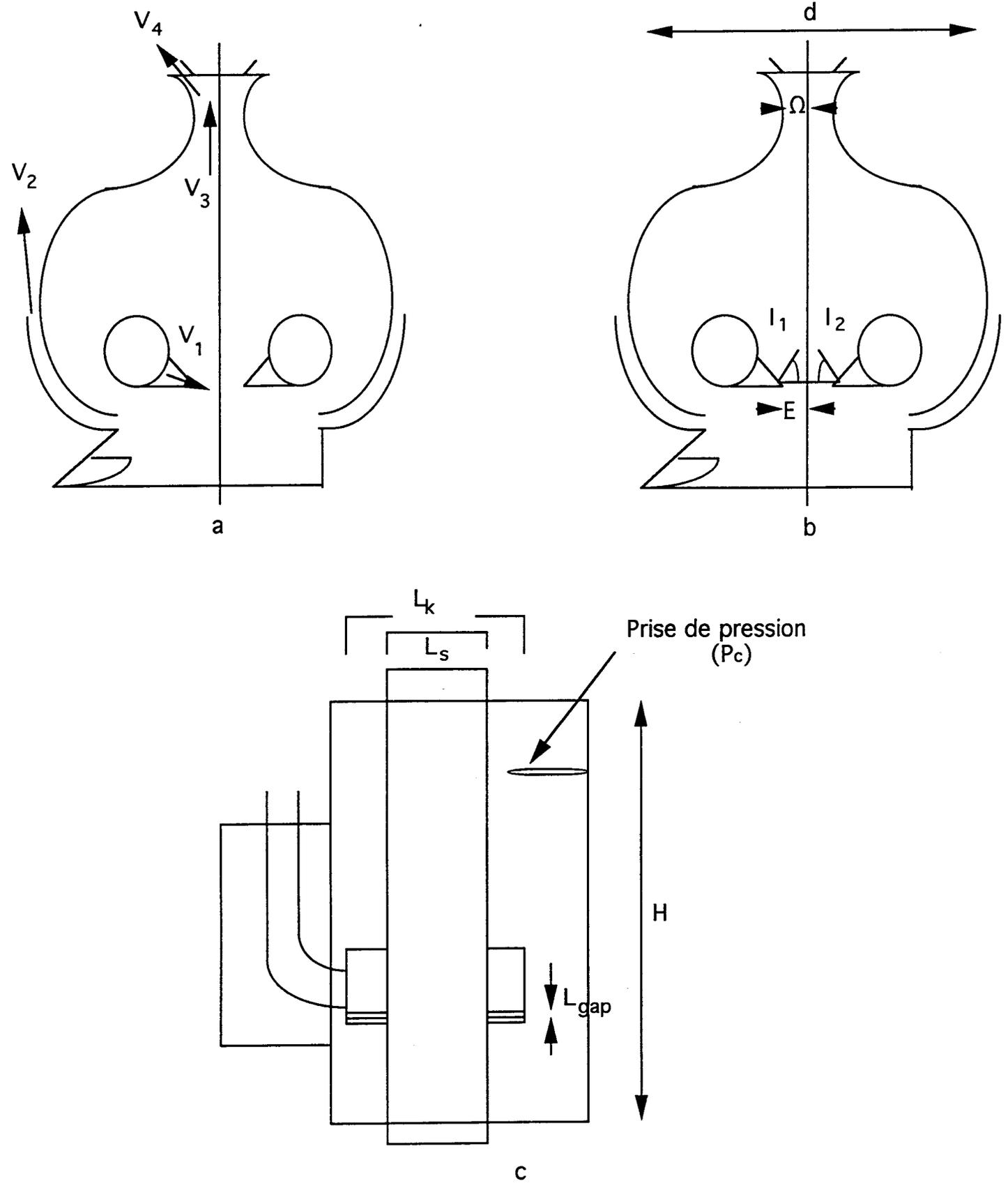


Figure V.1.6.1a à c. Les paramètres importants à l'étude.

théorie, l'azote proche du bain devrait être plus chaud que celui près de la cheminée, produisant un gradient vertical de température. Mais, le phénomène n'est pas si simple. L'effet de bouclier thermique des jets froids et le mélange des gaz froids et chauds dans le flux turbulent font que des gradients existent dans différentes directions. Il est nettement plus facile de supposer que le mélange convectif est suffisamment important et rapide, pour que la température dans le clocheton soit à peu près uniforme. La température dans une zone relativement calme comme "M" de la figure V.1.6.1a est alors représentative de celle à l'intérieur du clocheton. Une moyenne de 156°C a été mesurée sur la Ligne A. La masse volumique de N₂ est alors de 0.79 kg/m³ et la viscosité de 2.0 kg/m.s, les valeurs mesurées étant proches de celles de la littérature [10,11].

L'azote entre dans le clocheton à travers les jets à des débits déterminés pour contrôler le poids du revêtement de zinc. La pression cinétique dans les jets est le paramètre principal pour le réglage de ce poids et, n'est donc pas une variable indépendante dans cette étude. La vitesse V_1 du gaz en sortie des jets est directement liée à la pression d'alimentation de ceux-ci. Les vitesses dans le clocheton et dans les aspirateurs sont déterminées par anémométrie ou débitmétrie, étant plus faciles à mesurer dans l'ensemble du clocheton et dans les aspirateurs. La vitesse V_1 a été choisie comme vitesse de référence pour l'analyse par similitude. Pour la Ligne A, V_1 peut être calculée à partir du débit multiplié par la section du jet. V_2 et V_4 représentent les vitesses respectives dans les aspirateurs inférieurs et supérieurs. Elles peuvent être ajustées indépendamment. V_3 est la vitesse de sortie du clocheton (figure V.1.6.1a). Elle est fonction des dimensions de la cheminée et de V_1 , V_2 et V_4 .

Grandeurs caractéristiques de la géométrie

Les paramètres géométriques sont nécessaires pour une modélisation à l'échelle. Les figures V.1.6.1b et c montrent les dimensions importantes du clocheton grandeur nature et du prototype dans les plans verticaux parallèles ou perpendiculaires à la bande. L_k représente la largeur des jets et L_{gap} , la hauteur de la fente des jets. L_S est la largeur de bande. Ces paramètres sont tous difficilement modifiables à cause des conditions de fonctionnement de la ligne. Pour cette étude, ils sont considérés comme imposés. Deux largeurs de bande représentatives sont sélectionnées afin de montrer leur influence sur l'écoulement. E représente l'écart entre une jet et la bande, et Ω , entre la paroi de la cheminée et la bande. Les valeurs de ces deux grandeurs sont limitées par la planéité de la bande (pour empêcher la bande de frotter contre la jet ou la paroi) à un minimum de 20 mm (bien sûr à l'échelle pour le prototype). H est la hauteur du clocheton, $1/2H$ pour le prototype; la profondeur du clocheton, d , est

semblable $1/2d$. I_1 et I_2 sont les inclinaisons des jets antérieur et postérieur, respectivement, et sont des variables indépendantes.

Comme il a été mentionné plus haut, la similitude n'est pas tout à fait exacte entre la ligne de production et la ligne pilote. Ceci a nécessité de faire des choix quant aux paramètres géométriques importants du prototype. La largeur du prototype, vue dans le plan vertical parallèle à la bande, n'est pas à l'échelle. Elle est approximativement au $1/10$ de celle de la ligne de production. De plus, la partie inférieure du prototype sous les aspirateurs inférieurs, conçue pour améliorer le contrôle de la couche visqueuse (§V.1.10), a une forme dissymétrique pour rentrer dans la cuve de la ligne pilote.

Grandeurs caractéristiques de la pression

Comme on l'a expliqué au paragraphe (§V.1.3), on peut empêcher l'oxygène de pénétrer dans le clocheton en maintenant dans ce dernier une surpression "globale". La pression "globale" dans le clocheton est mesurée comme une moyenne en plusieurs endroits autour de la bande au voisinage de la cheminée. Lorsque cette pression, P_C , est supérieure à une valeur prédéterminée ($\Delta P_C = P_C - P_a = 6 \text{ Pa}$ pour la Ligne A de la FFM : où ΔP_C représente la différence entre la pression mesurée pour le clocheton et la pression atmosphérique, P_a), la teneur en oxygène du clocheton est inférieure 70 ppm et aucun défaut dû à l'oxygène ne se manifeste. P_C est souvent incorrectement supposée représentative de la pression globale du clocheton. En fait, la pression relative mesurée à l'aide d'un tube Pitot en plusieurs endroits dans le clocheton varie de valeurs négatives jusqu'à 96 Pa. Les pressions les plus importantes étaient mesurées au voisinage immédiat de la bande. Ceci suggère que l'oxygène est écarté de la bande par un "rideau" d'azote produit par les jets plutôt que par une surpression globale dans le clocheton. La pression, P_C , semble néanmoins être une bonne mesure de l'efficacité du rideau d'azote. Comme la teneur en oxygène, elle est directement reliée au débit injecté à travers les jets. Quand elle descend en dessous d'un seuil critique, on constate l'apparition de défauts dus à l'oxygène. La pression P_C (ou bien ΔP_C) est donc un paramètre adéquat pour garantir que l'écoulement de l'azote dans le clocheton joue bien son rôle d'inhibiteur de l'oxygène.

Grandeurs caractéristiques des poussières

La concentration de la phase solide (c'est à dire des poussières de zinc) dans le gaz est de l'ordre de grandeur du gramme/litre. Elle est normalement visible sous forme d'une fumée fine dont la concentration dans le grand volume de N_2 circulant dans le système est largement négligeable. Il est donc acceptable de considérer le flux comme une phase unique. Pour la modélisation (figure V.1.6.1b), il est nécessaire de connaître le diamètre d_p des particules de poussière, leur masse volumique ρ_p (3000 kg/m^3 pour

ZnO et 6600 kg/m³ pour Zn pur), et l'accélération de la pesanteur g. La taille des poussières, quoique difficile à mesurer car elle peut changer lors de la combustion ou de l'agglomération avant d'arriver à température ambiante, semble varier notablement. Afin de modéliser leur comportement, on suppose que le diamètre des poussières varie entre 10 μm à 2 mm.

V.1.7 Résumé des paramètres régissant l'écoulement

A partir de l'analyse effectuée plus haut, on peut établir une liste des grandeurs caractéristiques du phénomène qui sont décrites sur la figure V.1.7.1 :

μ = viscosité d'azote [= (temp. ambiante) 2,5x10⁻⁵ kg/m.s; = (temp. Ligne A) 2,0x10⁻⁵ kg/m.s]

ρ_a = masse volumique d'azote [= (temp. ambiante) 1,16kg/m³; = (temp. LGA) = 0,79]

V_1 = vitesse de débit d'azote à travers chaque jet

V_2 = vitesse d'aspiration inférieure du clocheton

V_3 = vitesse à la sortie du clocheton

V_4 = vitesse d'aspiration supérieure du clocheton

E = écartement des buses [(moyenne) = 0,01m]

Ω = ouverture de la cheminée [nominal = 0,01m]

I_1, I_2 = angle d'inclinaison des jets d'azote par rapport à l'horizontale (Face

Avant, Face Arrière

L_k = largeur des jets

L_s = largeur de la bande

H = hauteur du clocheton (dont la section est approximativement carrée)

$\Delta P_C = P_C - P_{atm}$ = pression moyenne relative dans le clocheton

d_p = diamètre des poussières

g = accélération de la pesanteur [= 9,8m/s²]

ρ_p = masse volumique des poussières [= 3000kg/m³-ZnO; = 6600kg/m³ Zn] .

\vec{R} = force résultante sur une poussière

- paramètres qui peuvent être ajustés :

$V_2, V_4, I_1, I_2, E, \Omega, H$

- paramètres qui varient dû au procédé

L_s

- paramètres qui sont importants pour la qualité du dessin

$$V_1, \Delta P_c, \bar{R}$$

Grandeurs primaires :	pour le problème de la couche visqueuse	V_1, ρ, E
	pour le problème de l'oxygène	V_1, ρ, Ω
	pour le problème des poussières	V_1, ρ, H

V.1.8 Equations régissant le flux gazeux et conditions aux limites - le problème de l'oxygène

Le problème essentiel à résoudre concernant le flux gazeux et d'empêcher la pénétration d'oxygène dans le clocheton, un des rôles principaux du clocheton. Les mécanismes de cet inhibition sont malheureusement peu compris, et les mesures sont soit rares soit simplistes. Cependant, l'expérience acquise en production a conduit à définir des critères empiriques qui, faute de modèle plus scientifique, doivent pouvoir être respectés. Pour un clocheton de taille plus ou moins équivalente à celui de la Ligne A, basé sur les expériences de la production, il faut maintenir un ΔP_c de 0.6 mm d'eau (6 Pa) pour empêcher les problèmes dus à l'oxygène. Le flux gazeux doit être uniforme transversalement à l'entrée dans le clocheton (au niveau des jets) ainsi qu'à l'intérieur et aux sorties de celui-ci.

Puisque la concentration en poussière est faible, on peut supposer que l'écoulement gazeux est uniphasique. On suppose de plus que le fluide est isovolume, que l'écoulement est isotherme et régit par les équations de Navier-Stokes. Ceci permet une modélisation en similitude dynamique. Les grandeurs caractéristiques du fluide sont dans ce cas la masse volumique ρ , la viscosité μ . Et comme on l'a vu plus haut les vitesses caractéristiques du problème sont V_1, V_2 et V_4 .

Les grandeurs géométriques qui peuvent influencer l'écoulement sont les angles I_1 et I_2 et l'écartement des jets E , bien que cet écartement restera constant et mis à l'échelle de la longueur caractéristique dans la présente étude. L'ouverture de la cheminée et la hauteur du clocheton sont également importantes. Cela conduit à une expression de la pression en fonction de:

$$\Delta P_c = f(I_1, I_2, V_1, V_2, V_4, \rho, \mu, L_k, L_s, \Omega, H)$$

V.1.9 Equations régissant le comportement des poussières et conditions aux limites pour la poussière

Considérant que la poussière est en faible concentration dans le gaz, on suppose que les particules sont sphérique et qu'elles n'interagissent pas entre elles comme indiqué sur le schéma V.1.9.1.

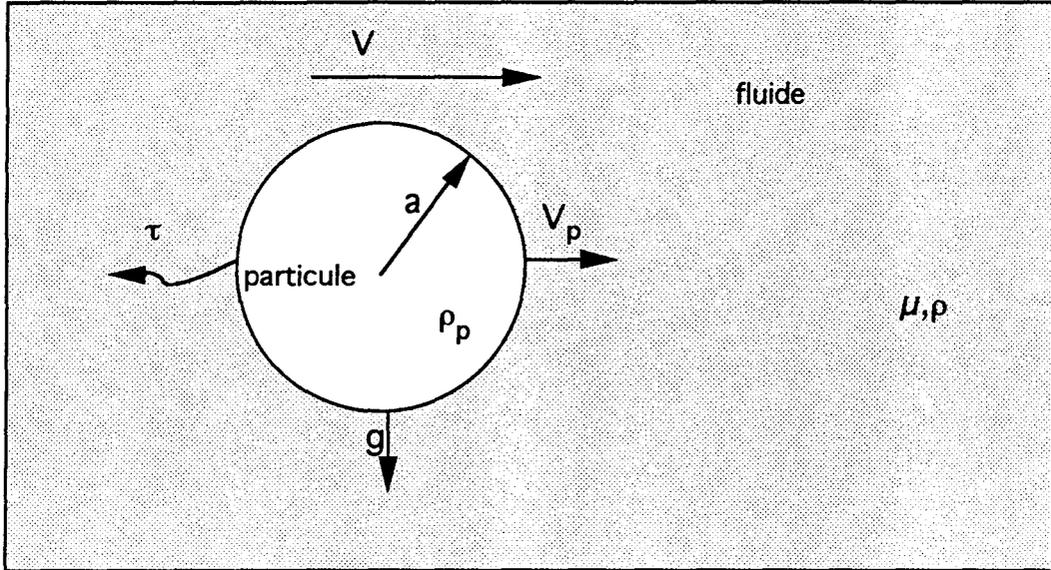


Figure V.1.9.1. Schéma du mouvement d'une particule sphérique dans un fluide également en mouvement.

Dadi [12], utilisant un modèle théorique de Gatignol, déduit une équation globale régissant le déplacement d'une particule sphérique dans un fluide – pour des nombres de Reynolds inférieurs à 1 et sans interaction entre les particules (a_p est le rayon de la particule et t le temps):

$$\begin{aligned}
 \frac{4\Pi a_p^3}{3}(\rho_p) \left(\frac{d\vec{V}_p}{dt} \right) &= \underbrace{6\Pi\mu a_p (\vec{V} - \vec{V}_p)}_{\text{II}} + \underbrace{\frac{2\Pi a_p^3}{3} \rho \left(\frac{d\vec{V}}{dt} - \frac{d\vec{V}_p}{dt} \right)}_{\text{III}} + \underbrace{\frac{4\Pi a_p^3}{3} \rho \left(\frac{d\vec{V}_p}{dt} \right)}_{\text{IV}} \\
 &+ \underbrace{6a_p^2 \sqrt{\Pi\mu\rho} \int_{-\infty}^t \left(\frac{d\vec{V}}{dt} - \frac{d\vec{V}_p}{dt} \right) \frac{d\tau}{\sqrt{t-\tau}}}_{\text{V}} + \underbrace{\frac{4\Pi a_p^3}{3} (\rho_p - \rho) \vec{g}}_{\text{VI}}
 \end{aligned}$$

Les différents termes de cette équation s'interprètent de la manière suivante :

- I variation de la quantité de mouvement de la particule
- II terme visqueux de Stokes
- III terme de masse ajoutée
- IV terme de gradient de pression
- V terme d'histoire, dit de Basset
- VI termes des forces extérieures

Cette équation peut se simplifier si l'on fait l'hypothèse suivante: lorsque la particule est dans la cheminée avec une trajectoire verticale, si elle atteint la vitesse V_3 , elle quittera le clocheton. On peut alors supposer que, par rapport à cette vitesse, si celle de la particule est négative, elle retombera dans le clocheton. Par conséquent, pour trouver la taille plus grande particule sortante, il n'est nécessaire de trouver que la vitesse limitante dans un fluide au repos, ce qui donne alors $\vec{V} = 0$ et $\frac{d\vec{V}_p}{dt} = 0$, et avec $\rho_p \gg \rho$, l'équation Dadi se simplifie en :

$$6\Pi\mu a_p V_p = \frac{4\Pi a_p^3}{3} \rho_p g$$

$$\text{pour } R_{*p} = \frac{\rho(V_p - V)2a_p}{\mu} < 1$$

Si le nombre de Reynolds est supérieur à 1, Dadi fournit un formule empirique pour la trainée :

$$\frac{1}{2} c_D \Pi a_p^2 \rho V_p^2 = \frac{4 \Pi a_p^3}{3} \rho_p g$$

$$\text{avec } c_D = \frac{24}{R_{e_p}} \left(1 + 0,15 R_{e_p}^{0,687} \right)$$

pour $R_{e_p} < 200$, $\rho_p \gg \rho$

Dans le premier cas pour $V_p = V_3$, les particules sortent.

$$6 \Pi \mu a_p V_3 = \frac{4 \Pi a_p^3}{3} \rho_p g$$

$$a_p^2 = \frac{9 \mu V_3}{2 \rho_p g} \quad \rightarrow \quad d_{p_{lim}} = 2 \sqrt{\frac{9 \mu V_3}{2 \rho_p g}}$$

$\rho = 1,2 \text{ kg/m}^3$ $\rho_p = 6600 \text{ kg/m}^3$ pour le zinc et 3000 kg/m^3 pour ZnO

$\mu = 15 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

Pour des poussières de zinc pur, le diamètre de la particule limitante, dans la gamme de V_3 , pour le clocheton industriel est :

$V_3 = 1 \text{ m/s}$ $\rightarrow d_{p_{lim}} = 65 \mu\text{m}$
 $V_3 = 10 \text{ m/s}$ $\rightarrow d_{p_{lim}} = 200 \mu\text{m}$
 $V_3 = 30 \text{ m/s}$ $\rightarrow d_{p_{lim}} = 356 \mu\text{m}$

pour celles qui s'oxydent auparavant :

$V_3 = 1 \text{ m/s}$ $\rightarrow d_{p_{lim}} = 96 \mu\text{m}$
 $V_3 = 10 \text{ m/s}$ $\rightarrow d_{p_{lim}} = 303 \mu\text{m}$
 $V_3 = 30 \text{ m/s}$ $\rightarrow d_{p_{lim}} = 525 \mu\text{m}$

Dans le deuxième cas, incorporer la trainée dans l'équation donne :

$$\frac{1}{2} \cdot \frac{24}{\frac{\rho V_p^2 a_p}{\mu}} \left[1 + 0,15 \left(\frac{\rho V_p^2 a_p}{\mu} \right)^{0,687} \right] \Pi a_p^2 \rho V_p^2 = \frac{4 \Pi a_p^3}{3} \rho_p g.$$

En simplifiant et en utilisant le diamètre de la particule, cette équation devient:

$$1 + 0,15 \left(\frac{\rho V_p d_p}{\mu} \right)^{0,687} = \frac{d_p^2}{18\mu V_p} \rho_p g.$$

Il est donc possible d'obtenir V_p en fonction de:

$$V_{pim} = f(\rho_p, \mu, d_p, \rho, g, V_3),$$

et V_3 à partir de $V_1, V_2,$ et V_4 . Quoique ces équations deviennent inaccessibles pour des généralisations dans les conditions de cette étude, elles conduisent, en effet, aux grandeurs caractéristiques pour le déplacement des poussières dans un fluide :

$$\bar{R} = f(\rho_p, \mu, d_p, \rho, g, V_1, V_2, V_4).$$

V.1.10 Equations, et conditions aux limites pour la couche visqueuse

Sachant qu'une des fonctions du système du clocheton (notamment, la vitesse de l'azote à travers les jets) est d'écarter la couche visqueuse, une tentative provisoire, pour approximer cet effet, est schématisée sur la figure V.1.10.

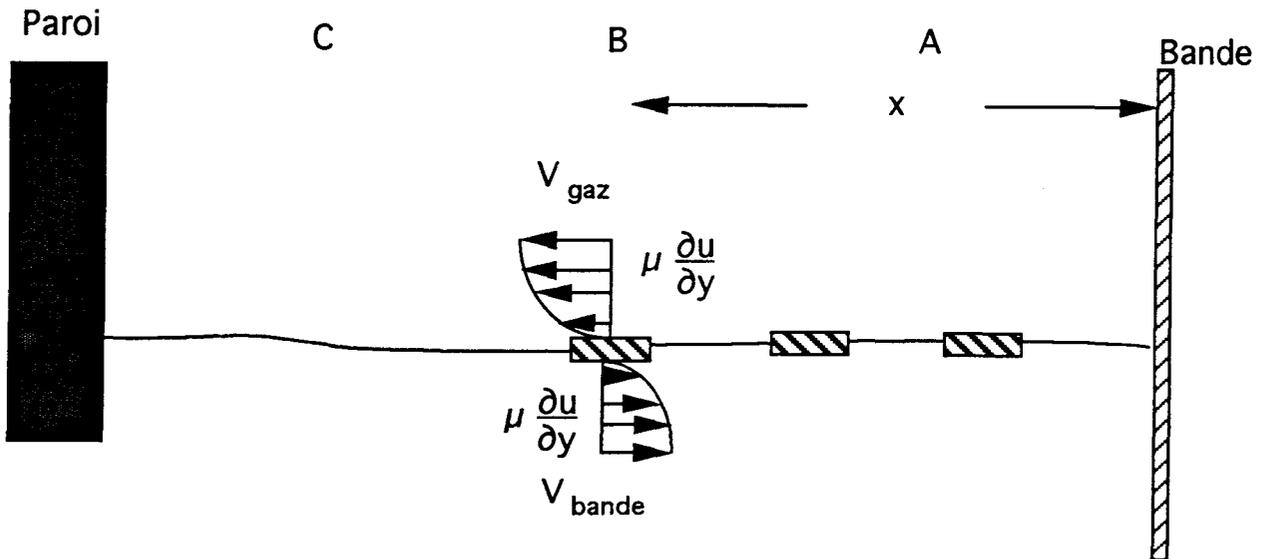


Figure V.1.10. Schéma des forces qui agissent sur des "icebergs" de couche visqueuse

Il faut supposer que la zone étudiée est suffisamment éloignée de la bande, afin d'éviter les difficultés liées aux conditions de rinçage qui sont trop compliquées pour être abordées ici. La couche visqueuse est considérée comme un petit "iceberg" de forme cubique. L'effort gazeux sur l'iceberg doit surmonter l'effort exercé par le bain brassé par la bande, qui le pousse cette dernière. La vitesse du zinc liquide en dessous de l'iceberg est supposée égale à la vitesse de la bande (comme le montre la §III.10, celle du bain est certainement inférieure à celle de la bande, en considérant la vitesse de la bande comme un maximum). Il est normalement possible de déterminer l'évolution de la vitesse de gaz nécessaire pour éloigner la couche visqueuse, même si les valeurs exactes sont imprécises, étant données les suppositions. Ceci fournit des indices, ou au moins des contraintes, pour le dessin final du clocheton au voisinage de la surface du bain. Supposons que la contrainte locale de frottement est celle sur une plaque plate déterminée par Schlichting [13] pour une surface d'un centimètre carré de la couche visqueuse et les données suivantes :

$$\begin{aligned} \nu_{\text{bain}} &= 5.4 \times 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s} = 5.4 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s} & \rho_{\text{bain}} &= 6500 \text{ kg/m}^3 \\ V_{\text{bande}} &= 0.4 \text{ m/s} \\ \nu_{\text{gaz}} &= 3 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s} (\sim 156^\circ\text{C}) & \rho_{\text{gaz}} &= 1.2 \text{ kg/m}^3 \end{aligned}$$

Si le nombre de Reynolds est compris entre $5 \cdot 10^5 < R_{x} < 10^7$, l'écoulement est turbulent et l'équation empirique est [14] :

$$\frac{\tau}{\frac{1}{2} \rho u_{\infty}^2} = 0,0576 \left(\frac{V_{\infty} x}{\nu} \right)^{-\frac{1}{2}}$$

Pour un $R_{x} < 5 \cdot 10^5$, l'écoulement est normalement considéré laminaire, en notant qu'il existe une gamme transitoire entre les deux d'environ 3.1×10^5 à 5.5×10^5 . L'équation empirique est alors [15]:

$$\frac{\tau}{\rho V_{\infty}^2} = 0,332 \left(\frac{V_{\infty} x}{\nu} \right)^{-\frac{1}{2}}$$

Pour le bain à une distance de 0,25 m (i.e. point B sur la figure V.1.10 - la moitié de la distance entre la bande et la paroi du clocheton), on a :

$$R_{x} = \frac{V_{\infty} x}{\nu} \approx 1,85 \cdot 10^5$$

où $V_{\infty} = V_{\text{bande}}$.

La deuxième équation s'applique donc:

$$\tau_z = \rho V_{\text{bande}}^2 \cdot 0,332(R_{e_x})^{-1/2}$$

$$\tau_z = 0,8 \text{ N/m}^2$$

En égalisant les forces, le cisaillement dû au gaz est égal à celui dû au bain. Celui dû au gaz, si laminaire, devient donc :

$$\tau_z = \rho V_{\text{gaz}}^2 \cdot 0,332(R_{e_x})^{-1/2}$$

En résolvant pour la vitesse de gaz :

$$\frac{\tau_z}{\rho \cdot 0,332\left(\frac{x}{v}\right)^{-1/2}} = V_{\infty}^{(2-1/2)}$$

$$V_{\text{gaz}} = \left(\frac{\tau_z}{\rho \cdot 0,332\left(\frac{x}{v}\right)^{-1/2}} \right)^{2/3} = 32 \text{ m / s}$$

En procédant de même pour les points A et C de la figure V.1.10, on obtient les résultats du tableau suivant :

TABLEAU V.1.10. Evolution de la vitesse de gaz en fonction de la distance de la bande.

<u>Position</u>	<u>R_e_{bain}</u>	<u>τ_{bain}</u>	<u>V_{gaz}</u>	<u>R_e_{gaz}</u>
A	2,78x10 ⁵	0,66	23	9,6x10 ⁴
B	1,85x10 ⁵	0,80	32	2,67x10 ⁵
C	9,3x10 ⁴	1,1	46	5,75x10⁵
	Rg. Turbulent	----->	19	2,38x10⁵

Au point C, on constate que l'écoulement est dans un régime transitoire entre laminaire et turbulent. Il est néanmoins apparent que la vitesse de gaz nécessaire pour écarter la couche visqueuse de la bande a tendance à augmenter en fonction de la distance de la bande. Ceci suggère que l'aspirateur inférieur peut également servir à faciliter l'éloignement de la couche visqueuse de la bande. Autrement, un changement de forme est peut-être nécessaire pour augmenter la vitesse du gaz dans cette zone. Ceci présuppose néanmoins un écoulement dans le bain non-perturbé dans la direction de la

bande. Par exemple, un rouleau stabilisateur trop près de la surface du bain peut modifier cet écoulement, et aider ou empêcher l'écartement de la couche par la suite.

V.1.11 Analyse dimensionnelle du flux gazeux - le problème d'oxygène

A partir de §V.1.7 et §V.1.8, l'analyse dimensionnelle, utilisant V_1 , ρ , et Ω comme grandeurs primaires pour le problème d'oxygène conduit à:

$$\frac{\Delta P_c}{\rho V_1^2} = f\left(I_1, I_2, \frac{V_2}{V_1}, \frac{V_4}{V_1}, \frac{\rho \Omega V_1}{\mu}, \frac{L_k}{\Omega}, \frac{L_s}{\Omega}, \frac{H}{\Omega}\right)$$

Les trois derniers paramètres peuvent être remplacés par $\frac{L_s}{L_k}$, $\frac{L_k}{H}$, et $\frac{H}{\Omega}$, qui sont plus représentatifs du problème étudié.

En notant la maquette par l'apostrophe, les conditions de similitude s'écrivent :

$$1) \quad \begin{aligned} I_1 &= I'_1 \\ I_2 &= I'_2 \end{aligned}$$

$$2) \quad \frac{V_2}{V_1} = \frac{V'_2}{V'_1}$$

$$3) \quad \frac{V_4}{V_1} = \frac{V'_4}{V'_1}$$

$$4) \quad \frac{\rho \Omega V}{\mu} = \frac{\rho' \Omega' V'_1}{\mu'}$$

$$5) \quad \frac{L_s}{L_k} = \frac{L'_s}{L'_k}$$

$$6) \quad \frac{L_k}{H} = \frac{L'_k}{H'}$$

$$7) \quad \frac{H}{\Omega} = \frac{H'}{\Omega'}$$

Les conditions 1) et 5) sont facilement satisfaites.

Les conditions 2) et 3) sont déterminées par les conditions sur les poussières imposé sur le modèle.

La condition 6) n'est pas satisfaite pour le prototype étudié en raison des contraintes de la ligne pilote, mais les débits sont adaptés proportionnellement. Par conséquent, seuls les effets 3-D près des extrémités latérales ne sont pas correctement représentés.

La condition 7) est facilement satisfaite par le fait que la maquette est en similitude géométrique dans le plan perpendiculaire à la bande.

La contrainte principale est donc sur le nombre de Reynolds qui donne:

$$\left(\frac{\mu}{\mu'}\right)\left(\frac{\rho'}{\rho}\right)\left(\frac{\Omega'}{\Omega}\right) = \frac{V_1}{V_1'} \quad \Rightarrow \quad \left(\frac{2.5}{2}\right)\left(\frac{1.16}{0.79}\right)\left(\frac{1}{2}\right) = 0.92$$

et elle est presque vérifiée.

Par conséquent, en négligeant en première approximation l'effet de $\frac{L_k}{H}$, la pression dans le vrai clocheton peut être obtenue à partir de la pression dans la maquette par le rapport:

$$\frac{\Delta P_c}{\rho V_1^2} = \frac{\Delta P_c'}{\rho' V_1'^2} \Rightarrow \Delta P_c = \frac{\rho}{\rho'} \left(\frac{V_1'}{V_1}\right)^2 \Delta P_c' .$$

V.1.12 Analyse dimensionnelle du flux des poussières

De §V.1.7 et §V.1.9 ci-dessus, en choisissant ρ , d_p , et V_1 comme les grandeurs primaires, l'analyse donne:

$$\frac{\bar{R}}{\rho d_p^2 V_1^2} = f\left(\frac{\rho_p}{\rho}, \frac{\rho V_1 d_p}{\mu}, \frac{\sqrt{g d_p}}{V_1}, \frac{V_2}{V_1}, \frac{V_4}{V_1}\right)$$

en notant la maquette par l'apostrophe:

$$\begin{array}{ll} 1) \quad \frac{\rho_p}{\rho} = \frac{\rho_p'}{\rho'} & 2) \quad \frac{g d_p}{V_1^2} = \frac{g d_p'}{V_1'^2} \\ 3) \quad \frac{\rho \Omega V_1}{\mu} = \frac{\rho' \Omega' V_1'}{\mu'} & \\ 4) \quad \frac{V_2}{V_1} = \frac{V_2'}{V_1'} & 5) \quad \frac{V_4}{V_1} = \frac{V_4'}{V_1'} \end{array}$$

Les conditions 4) et 5) sont facilement satisfaites.

La condition 1) est imposée par le système.

$$\rightarrow \quad 1) \quad \frac{\rho_p}{\rho_n} = \frac{\rho_p'}{\rho_n'} \Rightarrow \frac{\rho_p'}{\rho_p} = 0,68$$

Les conditions 2) et 3) fournissent les contraintes suivantes:

$$\rightarrow \quad 2) \quad V_1'^2 = V_1^2 \frac{d_p'}{d_p} \Rightarrow d_p' = 1,182d_p$$

$$\rightarrow \quad 3) \quad \frac{V_1'}{V_1} = \frac{\mu'}{\mu} \frac{\rho'}{\rho} \frac{d_p}{d_p'} \quad \text{rendue fixe par } \frac{V_1'}{V_1} \text{ de §V.1.11}$$

$$\Rightarrow \frac{d_p'}{d_p} = 0,5$$

On ne peut donc modéliser exactement le flux des poussières. Mais comme l'ordre de grandeur de la déviation de la similitude est 2, il n'est pas trop inexact de le modéliser avec une gamme de poussières de diamètres différents.

V.2 EXPERIENCES A L'AIDE DU PROTOTYPE DU CLOCHETON

L'étape suivante dans l'évaluation du système est naturellement de faire les expériences. La débimétrie est indispensable pour caractériser quantitativement le système, la multiplication des cas d'essais rendant l'expérience longue et coûteuse. Une visualisation permettant la compréhension de la structure de l'écoulement dans le clocheton est également souhaitée. Etant donné que la mise au point et les méthodes de visualisation sont complexes, elles méritent un exposé détaillé. Nous avons effectué des expériences sans aspiration, suivies d'essais avec aspiration. Un système d'aspiration de rechange a également été préparé et, en fin de compte, s'est montré plus approprié pour les conditions opératoires de la Ligne A. Après avoir établi les conditions optimales, un essai sur ligne pilote a été tenté avec le même prototype, et une décision finale a été prise.

V.2.1 Mise au point des essais

La mise au point a été laborieuse. Il a fallu satisfaire à la fois aux contraintes de la production et à celles de la recherche. Cela a compliqué la construction du prototype et les possibilités de visualisation comme mentionné précédemment en §V.1.5. Quelques

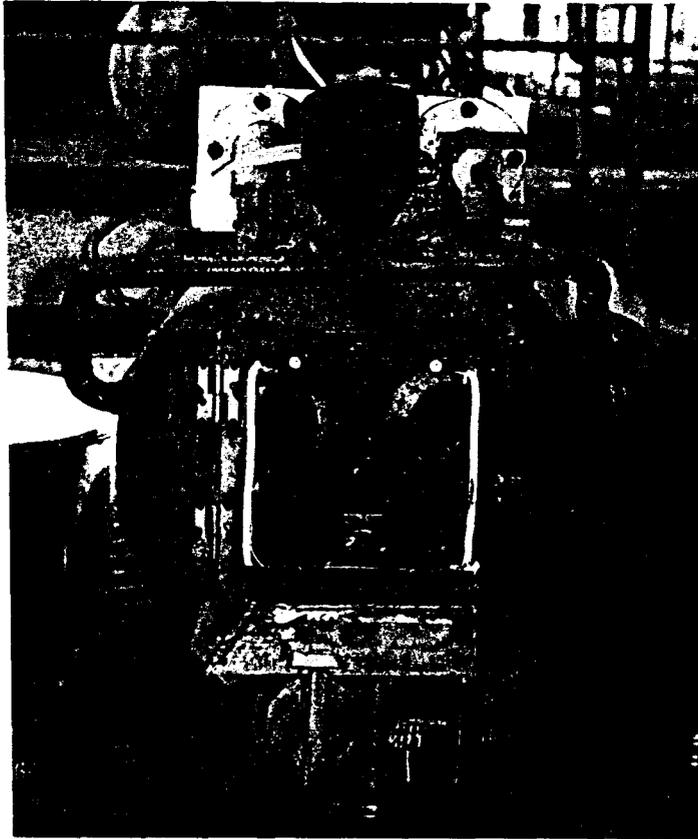
mesures et techniques d'aspiration se sont montrées inadéquates, et ont été ainsi revues. Tout ceci a conduit à un système plus facilement décrit en trois parties: le prototype du clocheton, les systèmes d'aspiration et l'instrumentation.

Le clocheton

Les paramètres géométriques et le schéma du plan vertical perpendiculaire à la bande étant fournis en §V.1.6, les photos du clocheton prototype sont présentées sur les figures V.2.1.1a et b. Le schéma dans le plan vertical parallèle est fourni sur la figure V.2.1.2.

Pour la modélisation, les jets d'azote utilisés étaient ceux de la ligne pilote qui sont similaires à ceux de la Ligne A, avec cependant des différences notables. On a supposé que l'injection d'azote est uniforme dans les deux systèmes (sur la ligne pilote et sur la Ligne A). Les jets de la ligne pilote peuvent s'incliner de $\pm 10^\circ$ par rapport à l'horizontale et ont la possibilité d'être fixés à différentes distances vis à vis de la bande. La modification de cette inclinaison a exigé beaucoup de temps, et le nombre d'inclinaisons à évaluer a donc été réduit. La hauteur des jets a été fixée en respectant le facteur d'échelle, quoiqu'elle varie légèrement avec l'inclinaison (il en est de même sur la production). L'ouverture des jets a également été fixée, et est exactement la même que celle de la ligne de production (c'est à dire qu'elle n'est pas à l'échelle - 1/2). La difficulté de fabrication des buses si fines nous ont obligé de compromettre à ce niveau. Ceci introduit une erreur de vitesse (notre paramètre de choix) de facteur 2.

La partie inférieure du prototype a dû être modifiée afin de rentrer directement dans la cuve de la ligne pilote. Le côté four de cette partie n'avait pas de volet postérieur, mais était plat, comme le montre la figure V.2.1.1b. A titre de modélisation, au lieu du zinc liquide, nous avons rendu étanche le plancher du clocheton par un base en contreplaqué, afin d'empêcher l'entrée de l'air, mais sans ajouter de difficultés dues aux éclaboussures ou à d'autres phénomènes incontrôlable. La bande utilisée était du galvanisé-prélaqué qui a été découpée à l'échelle et rendue fixe, centrée dans le contreplaqué et tendue par de tiges ajustables au dessus du prototype. Ceci n'a pas permis de maintenir la bande parfaitement rigide, mais la bande de production ne l'est pas non plus. Elle est aussi un peu flexible entre les jets. Puisque la bande était d'origine FFM, il est normal de supposer que les propriétés mécaniques, la rugosité, etc. étaient équivalents à celles de la Ligne A. Deux largeurs ont été utilisées, au dixième de celles fréquemment utilisées en production, 900 et 1400 mm. Il y avait également une trappe avec un hublot de pyrex fixé dedans pour observer l'intérieur du prototype lors de la modélisation.



a



b

Figure V.2.1.1a et b. Photos du clochette prototype. a) vue de l'extérieur du côté moteur. b) vue de l'intérieur.



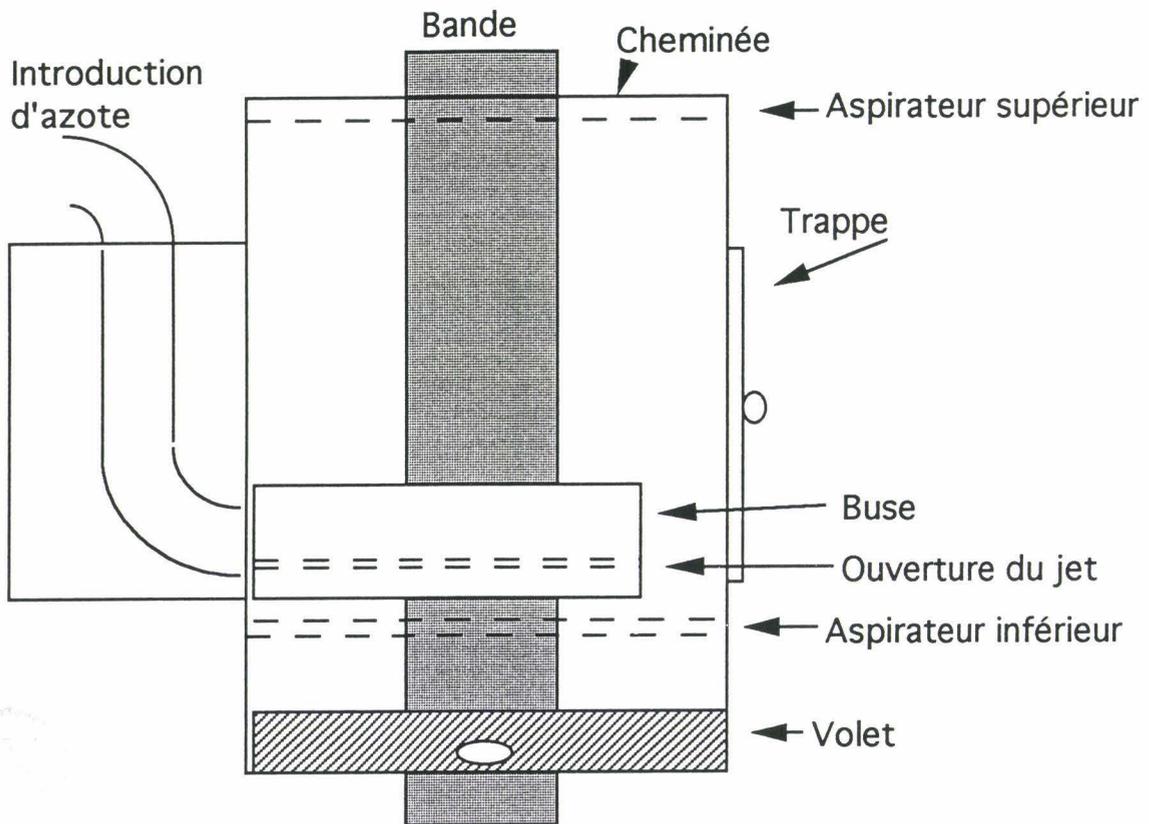


Figure V.2.1.2 Schéma du clocheton dans le plan parallèle à la bande.

Les obturateurs de la partie supérieure ont été conçus pour s'approcher, ou être écartés de la bande, à une distance souhaitée et fixe, tout en conservant l'étanchéité de la forme aérodynamique et en introduisant un décrochement de 2 mm au point de rattachement (dû à l'épaisseur de l'obturateur). Des obstructions similaires à celles de la Ligne A, afin d'augmenter la pression globale dans le clocheton, ont été également utilisées.

Le système d'aspiration

Le système d'aspiration a été conçu avec deux objectifs. Le premier était de capter les poussières pour améliorer la propreté et la visibilité à l'intérieur du clocheton. Le deuxième était d'aider à guider le flux à l'intérieur et à l'extérieur du clocheton. La pompe de 3,5 kW rejetait le gaz aspiré à travers un filtre à poussière élémentaire qui se composait d'un filtre plastique et d'un seau d'eau. L'aspiration de la pompe a été subdivisée en quatre tuyaux flexibles raccordés à une boîte de contrôle (Figure V.2.1.3), chaque tuyau étant équipé d'une vanne pour régler l'aspiration à une consigne souhaité. Ces tuyaux ont été branchés à l'autre extrémité à des buses à section continuellement décroissante dans le sens de l'aspiration. Cela assure que l'écoulement ne subit jamais de pertes par élargissement. Ces buses ont été fixées sur le clocheton, en vue de favoriser le passage du flux le long de la paroi extérieure du clocheton, facilitant ainsi son contrôle.

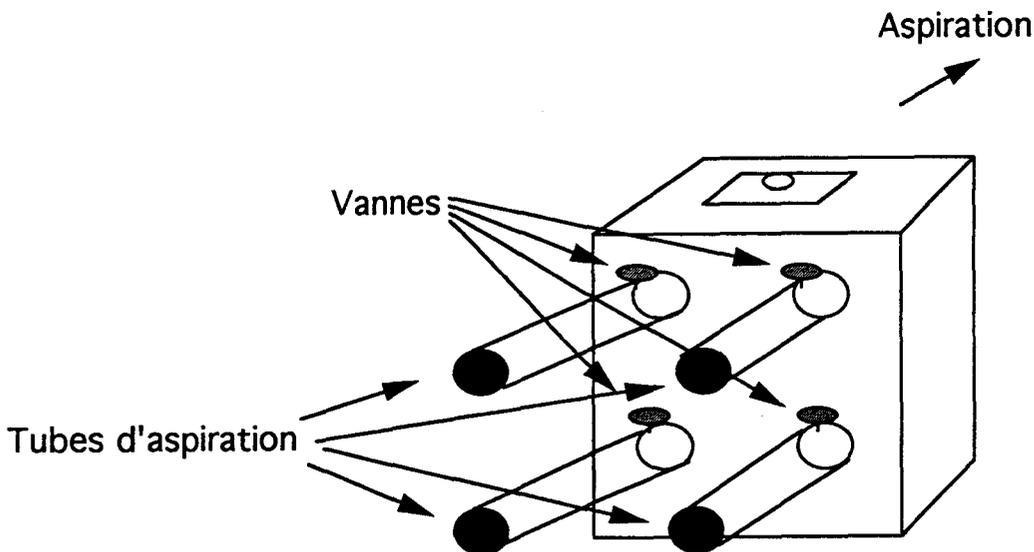


Figure V.2.1.3 Schéma de la boîte de réglage d'aspiration.

Dans l'hypothèse où cette configuration ne permettrait pas de capter l'écoulement le long de la bande sans mettre le clocheton en dépression, un système "d'aspiration à double lame" a été prévu (Figure V.2.1.4). La première paire de buses servant à décoller l'écoulement qui suivait la bande. La deuxième paire étant placée au dessus des premières pour aspirer l'écoulement décollé.

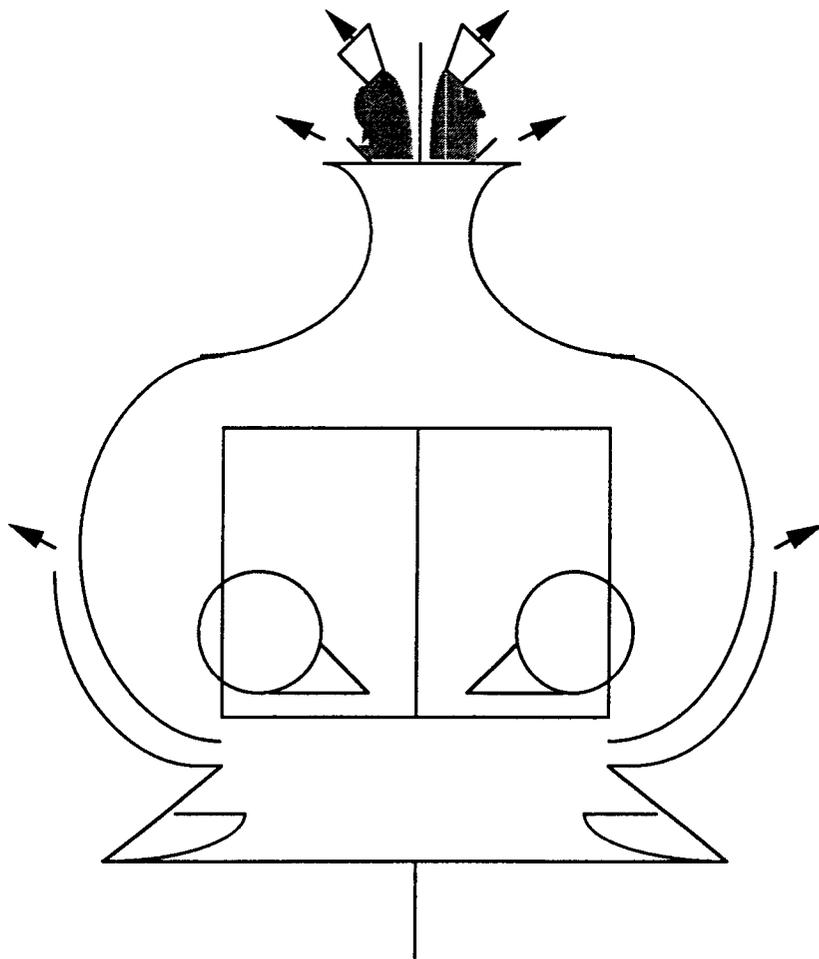


Figure V.2.1.4. Schéma de l'aspiration à double lame

L'instrumentation

La pression globale a été mesurée selon le principe utilisé sur la ligne de production. On utilise un tube, de forme annulaire, qui entoure la bande juste en dessous de la cheminée. Cet anneau est perforé sur sa face inférieure à intervalle constant de 12 orifices circulaires. Il est raccordé à un manomètre. L'anneau a pour but d'obtenir une moyenne de la pression dans le clocheton. Compte tenu de l'orientation des orifices, il mesure une pression totale plutôt qu'une pression statique. Dans le cas de la maquette, nous avons simplifié le montage en mettant un tube droit dans le plan de la bande avec un seul trou sur sa partie inférieure voisine de la bande. L'autre extrémité est raccordé à un manomètre. Cet appareil mesure donc également une pression totale.

Plusieurs autres grandeurs sont mesurées dans le système. Le débit d'azote dans les jets d'essorage est nécessaire pour calculer V_1 dans le prototype. Cette mesure est obtenue à l'aide d'un diaphragme qui donne directement V_1 à l'aide de la formule suivante:

$$V_1 = 17.5\sqrt{R'} \quad \text{où } R' \text{ représente la hauteur d'eau en mm.}$$

Pour la Ligne A, V_1 est obtenue à partir du débit (voir les paramètres de l'écoulements §V.1.8). Sur le prototype, dans chaque tube d'aspiration un tube Pitot a été ajouté, comme le montre la figure V.2.1.5. ΔP_2 est la pression cinétique dans l'aspirateur inférieur, et pareillement, ΔP_4 est celle dans l'aspirateur supérieur. Elles se convertissent en V_2 et V_4 par l'équation suivante:

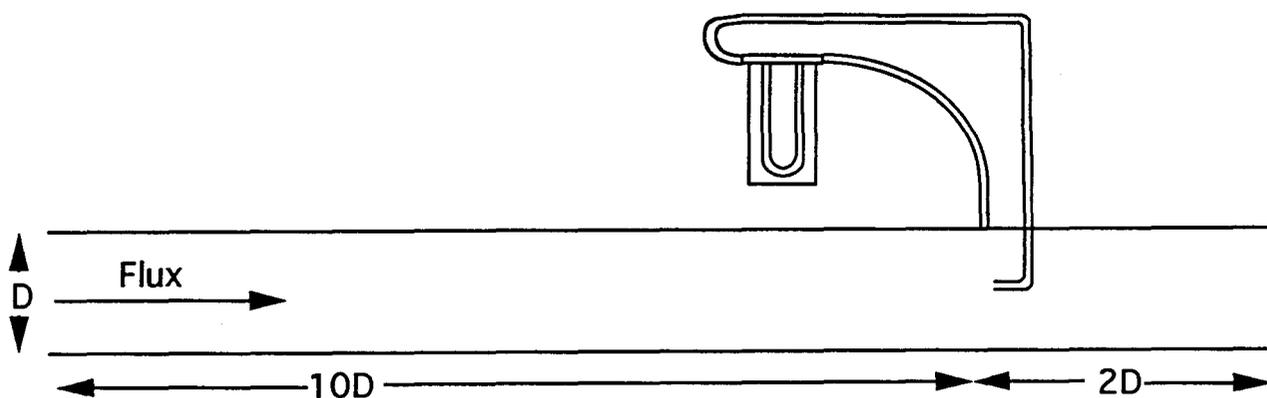


Figure V.2.1.5. Schéma du montage du tube Pitot pour le réglage d'aspiration.

$$V = \sqrt{2gR' \left[\left(\frac{\rho_{\text{eau}}}{\rho_{N_2}} \right) - 1 \right]} \Rightarrow \sqrt{19.58R'} \quad (R' \text{ en mm, } V \text{ en m/s})$$

Un tube Pitot et un vélocimètre à film chaud supplémentaires ont été utilisés pour les mesures ponctuelles.

V.3.2 Méthode de visualisation

La visualisation était difficile car le prototype a été fabriqué en acier. Les observations à l'intérieur de celui-ci ont été limitées à celles faites à travers le hublot en pyrex et à travers la cheminée. Nous avons d'abord utilisé un plan de lumière blanche afin de faciliter la mise au point et la sélection des paramètres importants à un prix modéré. Ensuite, pour l'observation détaillée, le plan de lumière a été réalisé à l'aide d'un laser. Pour mettre en évidence la structure de l'écoulement dans ces plans, un ensemencement par fumée est nécessaire. Enfin, la partie de notre étude concernant la modélisation des poussières nous a contraint à utiliser à une alimentation indépendante pour celles-ci .

Plan de lumière blanche

Afin d'avoir accès à l'équipement nécessaire, la modélisation a été effectuée à côté de la ligne pilote de la FFM, donc dans un environnement quasi-industriel. Nous avons ainsi été obligés de construire une chambre noire de fortune pour empêcher la lumière parasite de nuire à la visibilité du plan. Deux spots halogène de 500W, alignées dans une boîte à double fente produisent un plan de lumière de 6 mm de large. Cette boîte a été suspendue au dessus de la maquette pour permettre le déplacement longitudinal et transversal du plan. L'intensité était trop faible pour visualiser le détail de l'écoulement à l'intérieur du clocheton, mais elle a permis une mise au point correcte et une sélection des zones d'intérêt.

Plan de lumière laser

Afin d'obtenir un plan suffisamment contrasté pour discerner la structure de l'écoulement, nous avons utilisé un laser. Un laser Ar de 5W a été installé dans une salle propre voisine, et une fibre optique a amené le faisceau de lumière à proximité de la maquette. Nous avons utilisé des lentilles pour obtenir un plan de 1 mm de large, et avons adapté un support pour pouvoir orienter le plan dans différentes directions.

Des prises de vues ont été effectuées à l'aide d'un appareil photo Canon AE-1, équipé de film noir et blanc Kodak T400, et d'un caméscope (Sony Camcorder). Compte-tenu

des vitesses mises en jeu, les images manquaient néanmoins de netteté et la majorité de l'analyse a été effectuée directement à l'œil.

Génération de fumée

Une huile chauffée par un générateur a créé une fumée qui a été introduite dans un des jets d'essorage. D'autres méthodes d'ensemencement ont été tentées, mais n'ont pas donné de meilleurs résultats.

Alimentation en poussière

Celle-ci a été réalisée facilement à l'aide d'un tube coudé en forme de saxophone. L'ouverture de l'extrémité inférieure a été aplatie afin d'étaler un plan horizontal de poussière à un endroit donné. Un tube rigide était nécessaire pour résister au flux de gaz et pour être facilement déplaçable. Un entonnoir a permis l'alimentation en poussière. Le tube a été introduit au travers de la cheminée. Son efficacité était médiocre. Les particules de diamètre plus important ont dû être ajoutées à la main, sinon elles bouchaient le tube. Cette méthode a été, par contre, très utile pour la confirmation des structures d'écoulement visibles avec la fumée. Elle a également permis de visualiser le comportement général des poussières; les poussières fines ont presque toujours suivi les motifs des fumées.

V.2.3 Les résultats préliminaires sur le prototype

Un des buts de cette première étape de l'étude est de réduire le nombre de paramètres à faire varier, qui sont : V_1 (vitesse dans les jets), I (inclinaison des buses), L_S (largeur de la bande), E (l'écart des buses) et Ω (ouverture en haut du clocheton). La mise au point préliminaire a permis de déceler plusieurs phénomènes intéressants. La pression dans le prototype chute rapidement avec l'ouverture de la cheminée Ω qui a été fixée en conséquence à sa valeur minimum. L'écartement des jets, E , a été alors fixé à la même valeur, ce qui correspondait, à l'échelle, aux contraintes de la ligne industrielle. Dans un premier temps, l'inclinaison des buses a été fixée à $(-1,+0)$. Celle de $(+0,+0)$ n'étant pas acceptable puisque les jets soufflaient alors l'un contre l'autre. Ceci provoquerait, sur une ligne industrielle, des éclaboussures et un écoulement perturbé, ainsi qu'un bruit insupportable. L'ajustement de l'inclinaison est un paramètre important vis à vis la pression. Nous reviendrons plus loin sur son influence. Il faut préalablement rappeler qu'il existe des indices qui montrent que la pression n'est pas homogène dans les clochetons industriels. Elle dépend notamment de l'endroit où elle est mesurée et du temps. Pour l'inclinaison considérée et pour un débit équivalent de $900 \text{ Nm}^3/\text{hr}$, la pression mesurée à l'aide du tube de Pitot, en différents points à

l'intérieur du clocheton est dans son ensemble très voisine de la pression atmosphérique.

On constate cependant des variations de l'ordre de 0,6 mm de colonne d'eau (0-5,8 Pa). Elle est plus importante au voisinage de la tôle. Il semble donc que dans le prototype, un rideau d'azote existe autour de la tôle. Cette pression est finalement maximum dans la cheminée. Il semble donc que ce soit ce niveau de pression dans la cheminée, associé au flux sortant qui s'oppose à la pénétration de l'oxygène plutôt qu'un niveau général de pression important dans l'ensemble du clocheton. Cela justifie le partitionnement de la sonde fixe qui sert à mesurer la pression de référence P_C dans le clocheton.

La figure et le tableau V.2.3.1 présente l'évolution de la différence $\Delta P_C = P_C - P_a$ en fonction du nombre de Reynolds $Re = \frac{\rho V_1 E}{\mu}$ directement proportionnel au débit injecté. On a indiqué également les débits équivalents sur la Ligne A (LGA) pour chaque point de mesure. ΔP_C augmente logiquement avec le débit injecté.

Tableau V.2.3.1. Liste des équivalences (par jet)

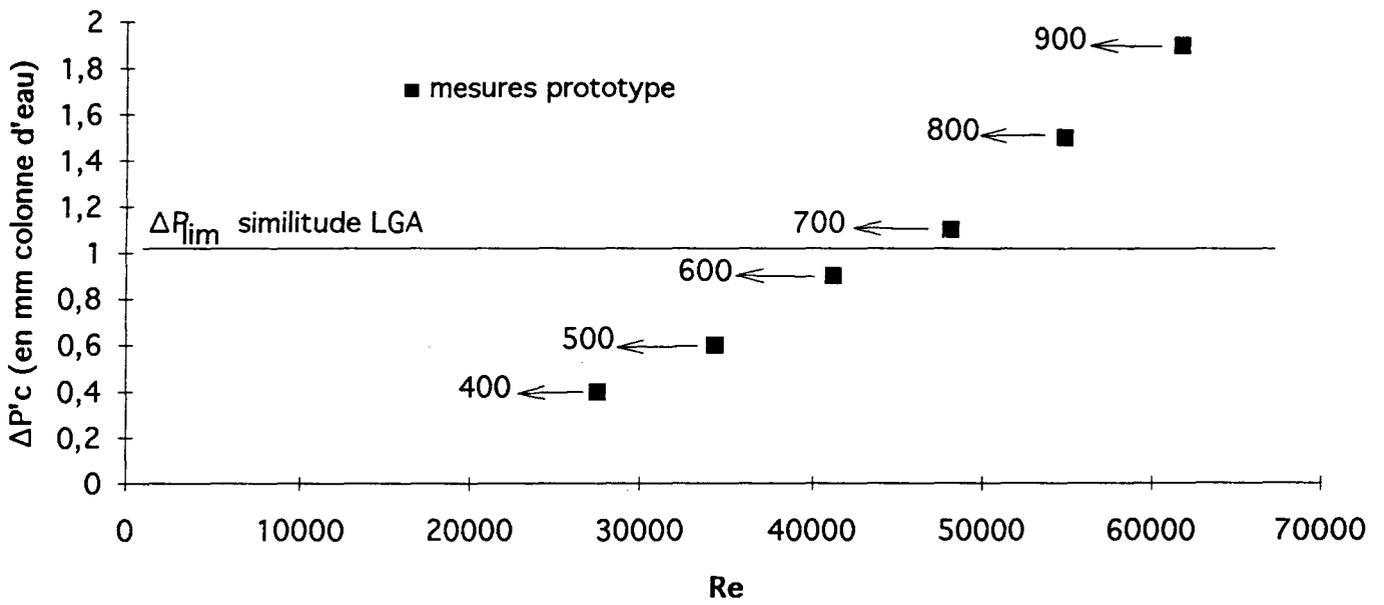
LGA-Débit	LGA-V1	Prototype-V1	$\frac{\rho \Omega V_1}{\mu}$
400	43,58	47,37	27,475
500	54,46	59,2	34,336
600	65,36	71,04	41,203
700	76,25	82,88	48,670
800	87,14	94,72	54,938
900	98,07	106,6	61,682

La pression minimale acceptable sur la Ligne A est de 0,6 mm de colonne d'eau (5,8 Pa), ce qui donne, compte tenu de la similitude (cf. §V.1.11), pour la maquette :

$$\frac{\Delta P_c}{\rho V_1^2} = \frac{\Delta P'_c}{\rho' V_1'^2} \Rightarrow \Delta P_c = \frac{\rho}{\rho'} \left(\frac{V_1}{V_1'} \right)^2 \Delta P'_c \quad \text{ou} \quad \Rightarrow \Delta P'_c = 1,04 \text{ mm H}_2\text{O} (10,2 \text{ Pa}).$$

On a également reporté sur cette figure la valeur limite $\Delta P'_c = 1,04 \text{ mm H}_2\text{O}$ déduite des observations effectuées sur la ligne industrielle. On constate que cette limite est atteinte pour un débit équivalent supérieur à $650 \text{ Nm}^3/\text{h}$.

Figure V.2.3.1 Pression maximale dans le prototype à (-1,+0) d'inclinaisons en fonction du nombre de Reynolds (débit équivalent sur la LGA indiqué par une flèche {en Nm³/hr})



Or, sur la ligne industrielle les problèmes d'origine commencent à apparaître pour un débit inférieur à 500 Nm³/h. Cette différence est attribuable à plusieurs facteurs :

- 1) Le problème du volume déjà cité, le prototype n'est pas en similitude dans la troisième dimension, et
- 2) La mesure de ΔP_c est différente car la vitesse V_3 autour de la bande a été perturbée lorsque nous l'avons mesurée à l'aide du vélocimètre. La sonde pour la maquette ne prélève qu'en un point cette mesure, alors que cette dernière est réalisée en 12 points tout autour de la bande sur la ligne industrielle.

Par ailleurs, des essais de galvanisation ont été réalisés sur la ligne pilote dont le clocheton est géométriquement plus proche de celui de la Ligne A dans le plan normal à la bande, mais qui présente la même problème de rapport d'aspect que le présent prototype. On a constaté des problèmes d'oxygène jusqu'à des débits équivalents à 900 Nm³/h sur la Ligne A. Ceci tendrait déjà à indiquer que même si la relation entre $\Delta P'_c$ et ΔP_c n'est pas exacte, une optimisation des paramètres réglables sur le prototype devrait conduire à une amélioration sur la Ligne A.

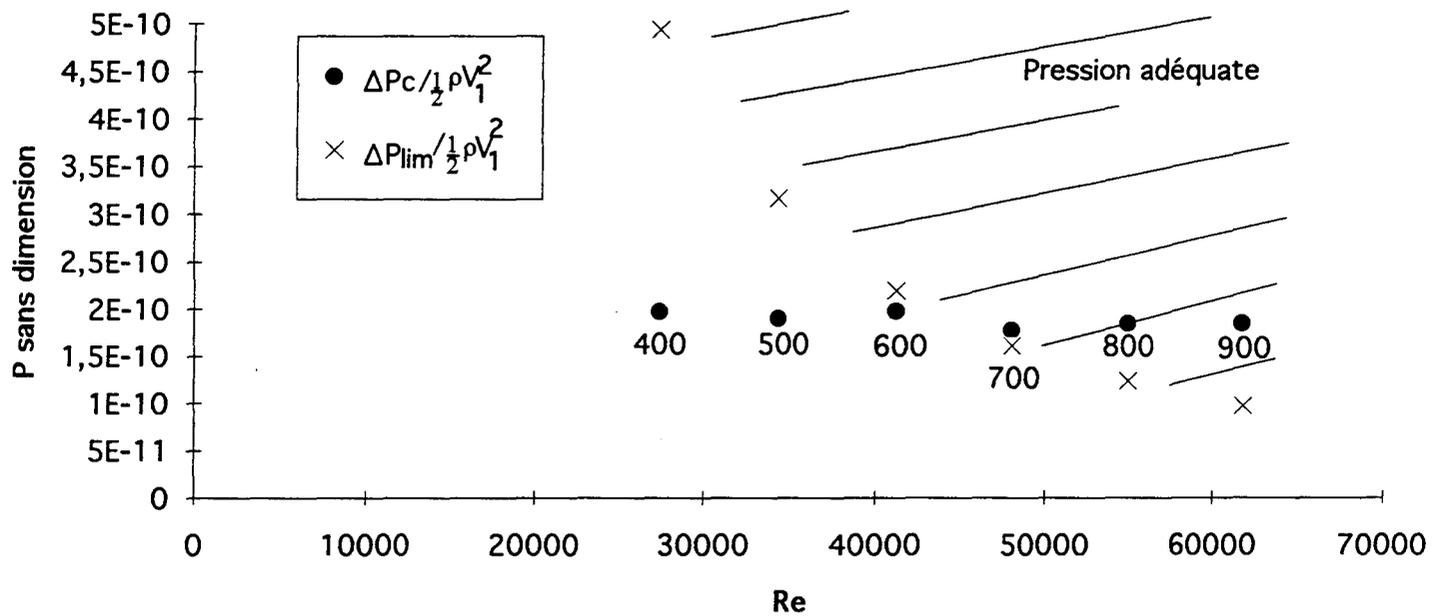
Sur la figure V.2.3.2, on représente la différence $\Delta P'_c$ adimensionnée par $\frac{1}{2} \rho' V_1'^2$, ainsi que les débits équivalents sur la Ligne A. On présente également sur cette figure la limite déduite des observations sur la Ligne A. On constate que le nombre sans dimension résultant dépend peu du nombre de Reynolds. Ceci est logique car nous mesurons la pression totale qui est égale à la pression statique plus $\frac{1}{2} \rho' V_3'^2$. Puisque la vitesse V_3 est proportionnelle à V_1 , cela signifie que la pression statique est alors relativement faible. La limite traverse l'autre courbe entre les équivalents de 600 et 700 Nm³/h comme dans le cas plus haut.

V.2.4 Débitimétrie

Les résultats préliminaires nous ont permis d'éliminer certains des paramètres de la modélisation. Si : (cf. §V.1.11 avec les grandeurs primaires de ρ , V_1 , et Ω)

- $$\frac{\Delta P_c}{\rho V_1^2} = f\left(I_1, I_2, \frac{V_2}{V_1}, \frac{V_4}{V_1}, \frac{\rho \Omega V_1}{\mu}, \frac{L_k}{\Omega}, \frac{L_s}{\Omega}, \frac{H}{\Omega}\right),$$
- I_1, I_2 et L_s sont donnés,
- L_k, H et Ω sont fixes comme mentionné plus haut (ρ et μ rendu fixe par nature),

Figure V.2.3.2 Nombre sans dimension pour la pression maximale dans le prototype en fonction du nombre de Reynold's (débit équivalent sur LGA indiqué à côté {en Nm³/h})



- les rapports de vitesse étant nuls sans aspiration,

le premier membre de l'équation ci-dessus n'est plus fonction que du nombre de Reynolds.

La première partie de l'étude nous a permis de réduire le nombre des inclinaisons à tester à (-10,-10), (-5,-10), (-1,-10), (-1,+10) et (+10,+10). La largeur L_S a été limitée à deux valeurs, 90 mm et 140 mm (i.e. 1/10 des largeurs typiques de la Ligne A). De plus, on a reproduit le système d'obstruction des parties latérales de la cheminée utilisé sur la Ligne A. Des essais ont été réalisés avec et sans obstructions.

L'ensemble des résultats est présenté dans le tableau V.2.4.1 On a reporté pour chaque essai les paramètres géométriques, la vitesse V_1 , les paramètres sans dimension caractéristiques avec et sans obstruction et le paramètre de pression $\frac{\Delta P_{lim}}{\frac{1}{2} \rho V_1^2}$ déduit des observations effectuées sur la Ligne A (cf. §V.2.3). Pour ce qui concerne le paramètre V_3/V_1 , on a porté la valeur mesurée et la valeur calculée à partir de V_1 et de la conservation du débit (en négligeant les fuites éventuelles). En effet, les valeurs de V_3 mesurée résultent d'une moyenne de 6 valeurs relevées autour de la bande comme le montre la figure V.2.4.0a. La variation de V_3 dans le plan de sortie est intéressante en soi. Le côté buses (côté hall) a presque toujours une vitesse supérieure à celle du côté trappe (côté moteur). Le côté antérieur a, en général, une vitesse supérieure à celle du côté postérieur. Excepté à (-1,+10) où c'est le contraire, ce qui est logique puisque le jet du côté postérieur a une inclinaison positive. Ces résultats mettent en évidence le caractère nettement disymétrique de l'écoulement en sortie. La plus petite largeur de bande semble en général accentuer la disymétrie.

La comparaison de la vitesse V_3 moyenne avec la valeur calculée montre des écarts notables. Ces écarts peuvent avoir trois causes principales :

- 1) étant donné les variations importantes de vitesse dans le plan de sortie, un échantillonnage plus important serait nécessaire pour obtenir une moyenne vraiment représentative.
- 2) on constate que la sonde dont on disposait avait une dimension non-négligeable par rapport à la largeur Ω de la cheminée.
- 3) On a observé, pour certains réglages et particulièrement avec la bande la plus étroite, des vibrations notables de la tôle. Ces vibrations de faible fréquence et d'amplitude de

TABLEAU V.2.4.1. PRESSION DANS LE CLOCHETON SANS ASPIRATION

{Ob signifie avec obstruction et (c) signifie une valeur calculée}

Essai	E' ou Ω' (m)	I ₁ I ₂ (degrés)	L _s /Ω	V' ₁ (m/s)	V ₃	V ₃ (c)	V ₃	V ₃ (c)	ΔP _c	ρEV ₁	ΔP _c	ρEV ₁	ΔP _{lim}	
					V ₁	V ₁	V ₁	V ₁	½ ρV ₁ ²	μ	½ ρV ₁ ²	μ	½ ρV ₁ ²	
					Ob	Ob	Ob	Ob			Ob	Ob		
1	0,01	-10-10	1400	47,36	0,021	0,036	0,049	0,090	3,84E-04	21975	1,54E-03	21975	8,07E-03	
2	0,01	-10-10	1400	59,2	0,076	0,036	0,076	0,090	1,48E-03	27469	1,97E-03	27469	5,17E-03	
3	0,01	-10-10	1400	71,04	0,070	0,036	0,070	0,090	1,37E-03	32963	1,71E-03	32963	3,59E-03	
4	0,01	-10-10	1400	82,88	0,072	0,036	0,084	0,090	1,25E-03	38456	2,01E-03	38456	2,64E-03	
5	0,01	-10-10	1400	94,72	0,063	0,036	0,084	0,090	1,35E-03	43950	3,65E-03	43950	2,02E-03	
6	0,01	-10-10	1400	106,6	0,072	0,036	0,087	0,090	1,97E-03	49462	3,64E-03	49462	1,59E-03	
7	0,01	-10-10	900	47,36	0,042	0,036	0,046	0,140	3,84E-04	21975	3,07E-03	21975	8,07E-03	
8	0,01	-10-10	900	59,2	0,051	0,036	0,054	0,140	1,48E-03	27469	3,44E-03	27469	5,17E-03	
9	0,01	-10-10	900	71,04	0,056	0,036	0,035	0,140	2,05E-03	32963	3,42E-03	32963	3,59E-03	
10	0,01	-10-10	900	82,88	0,054	0,036	0,048	0,140	1,76E-03	38456	3,76E-03	38456	2,64E-03	
11	0,01	-10-10	900	94,72	0,053	0,036	0,051	0,140	1,92E-03	43950	3,46E-03	43950	2,02E-03	
12	0,01	-10-10	900	106,6	0,044	0,036	0,052	0,140	1,82E-03	49462	3,64E-03	49462	1,59E-03	
13	0,01	-5-10	1400	47,36	0,015	0,036	0,072	0,090	3,84E-04	21975	1,54E-03	21975	8,07E-03	
14	0,01	-5-10	1400	59,2	0,078	0,036	0,076	0,090	1,97E-03	27469	3,44E-03	27469	5,17E-03	
15	0,01	-5-10	1400	71,04	0,084	0,036	0,082	0,090	1,71E-03	32963	3,07E-03	32963	3,59E-03	
16	0,01	-5-10	1400	82,88	0,077	0,036	0,084	0,090	1,76E-03	38456	3,01E-03	38456	2,64E-03	
17	0,01	-5-10	1400	94,72	0,080	0,036	0,082	0,090	1,73E-03	43950	3,65E-03	43950	2,02E-03	
18	0,01	-5-10	1400	106,6	0,080	0,036	0,083	0,090	1,82E-03	49462	3,64E-03	49462	1,59E-03	
19	0,01	-5-10	900	47,36	0,053	0,036	0,049	0,140	1,54E-03	21975	4,61E-03	21975	8,07E-03	
20	0,01	-5-10	900	59,2	0,059	0,036	0,059	0,140	2,46E-03	27469	4,43E-03	27469	5,17E-03	
21	0,01	-5-10	900	71,04	0,053	0,036	0,056	0,140	2,39E-03	32963	4,44E-03	32963	3,59E-03	
22	0,01	-5-10	900	82,88	0,048	0,036	0,054	0,140	2,26E-03	38456	4,52E-03	38456	2,64E-03	
23	0,01	-5-10	900	94,72	0,051	0,036	0,058	0,140	2,50E-03	43950	4,61E-03	43950	2,02E-03	
24	0,01	-5-10	900	106,6	0,049	0,036	0,063	0,140	2,58E-03	49462	4,10E-03	49462	1,59E-03	
25	0,01	-1-10	1400	47,36	0,074	0,036	0,074	0,090	7,69E-04	21975	3,07E-03	21975	8,07E-03	
26	0,01	-1-10	1400	59,2	0,078	0,036	0,081	0,090	1,97E-03	27469	3,44E-03	27469	5,17E-03	
27	0,01	-1-10	1400	71,04	0,077	0,036	0,063	0,090	1,71E-03	32963	2,73E-03	32963	3,59E-03	
28	0,01	-1-10	1400	82,88	0,076	0,036	0,064	0,090	1,51E-03	38456	3,01E-03	38456	2,64E-03	
29	0,01	-1-10	1400	94,72	0,079	0,036	0,042	0,090	1,54E-03	43950	2,69E-03	43950	2,02E-03	
30	0,01	-1-10	1400	106,6	0,074	0,036	0,000	0,090	1,67E-03	49462	3,64E-03	49462	1,59E-03	
31	0,01	-1-10	900	47,36	0,000	0,036	0,000	0,140	0,0E+00	21975	0,0E+00	21975	8,07E-03	
32	0,01	-1-10	900	59,2	0,000	0,036	0,000	0,140	0,0E+00	27469	0,0E+00	27469	5,17E-03	
33	0,01	-1-10	900	71,04	0,000	0,036	0,000	0,140	0,0E+00	32963	0,0E+00	32963	3,59E-03	
34	0,01	-1-10	900	82,88	0,000	0,036	0,000	0,140	0,0E+00	38456	0,0E+00	38456	2,64E-03	
35	0,01	-1-10	900	94,72	0,000	0,036	0,000	0,140	0,0E+00	43950	0,0E+00	43950	2,02E-03	
36	0,01	-1-10	900	106,6	0,000	0,036	0,000	0,140	2,28E-03	49462	3,34E-03	49462	1,59E-03	
37	0,01	-1+10	1400	47,36	0,076	0,036	0,080	0,090	1,54E-03	21975	3,84E-03	21975	8,07E-03	
38	0,01	-1+10	1400	59,2	0,084	0,036	0,090	0,090	1,97E-03	27469	3,44E-03	27469	5,17E-03	
39	0,01	-1+10	1400	71,04	0,084	0,036	0,096	0,090	2,05E-03	32963	3,42E-03	32963	3,59E-03	
40	0,01	-1+10	1400	82,88	0,084	0,036	0,072	0,090	2,01E-03	38456	3,26E-03	38456	2,64E-03	
41	0,01	-1+10	1400	94,72	0,084	0,036	0,088	0,090	1,92E-03	43950	3,27E-03	43950	2,02E-03	
42	0,01	-1+10	1400	106,6	0,084	0,036	0,094	0,090	2,12E-03	49462	3,34E-03	49462	1,59E-03	
43	0,01	-1+10	900	47,36	0,063	0,036	0,063	0,140	3,07E-03	21975	4,61E-03	21975	8,07E-03	
44	0,01	-1+10	900	59,2	0,059	0,036	0,073	0,140	2,95E-03	27469	4,92E-03	27469	5,17E-03	
45	0,01	-1+10	900	71,04	0,063	0,036	0,069	0,140	3,07E-03	32963	4,78E-03	32963	3,59E-03	
46	0,01	-1+10	900	82,88	0,064	0,036	0,072	0,140	3,26E-03	38456	5,02E-03	38456	2,64E-03	
47	0,01	-1+10	900	94,72	0,059	0,036	0,069	0,140	3,07E-03	43950	4,61E-03	43950	2,02E-03	
48	0,01	-1+10	900	106,6	0,066	0,036	0,064	0,140	2,73E-03	49462	4,55E-03	49462	1,59E-03	
49	0,01	+10+10	1400	47,36	0,112	0,036	0,127	0,090	7,69E-04	21975	3,07E-03	21975	8,07E-03	
50	0,01	+10+10	1400	59,2	0,110	0,036	0,115	0,090	1,48E-03	27469	2,95E-03	27469	5,17E-03	
51	0,01	+10+10	1400	71,04	0,110	0,036	0,114	0,090	1,71E-03	32963	3,07E-03	32963	3,59E-03	
52	0,01	+10+10	1400	82,88	0,112	0,036	0,112	0,090	2,01E-03	38456	3,76E-03	38456	2,64E-03	
53	0,01	+10+10	1400	94,72	0,103	0,036	0,109	0,090	2,11E-03	43950	4,23E-03	43950	2,02E-03	
54	0,01	+10+10	1400	106,6	0,102	0,036	0,113	0,090	2,28E-03	49462	4,25E-03	49462	1,59E-03	
55	0,01	+10+10	900	47,36	0,000	0,036	0,000	0,140	0,0E+00	21975	0,0E+00	21975	8,07E-03	
56	0,01	+10+10	900	59,2	0,000	0,036	0,000	0,140	0,0E+00	27469	0,0E+00	27469	5,17E-03	
57	0,01	+10+10	900	71,04	0,084	0,036	0,068	0,140	1,71E-03	32963	2,39E-03	32963	3,59E-03	
58	0,01	+10+10	900	82,88	0,060	0,036	0,052	0,140	1,00E-03	38456	2,01E-03	38456	2,64E-03	
59	0,01	+10+10	900	94,72	0,078	0,036	0,075	0,140	9,61E-04	43950	1,73E-03	43950	2,02E-03	
60	0,01	+10+10	900	106,6	0,080	0,036	0,070	0,140	1,52E-03	49462	2,28E-03	49462	1,59E-03	

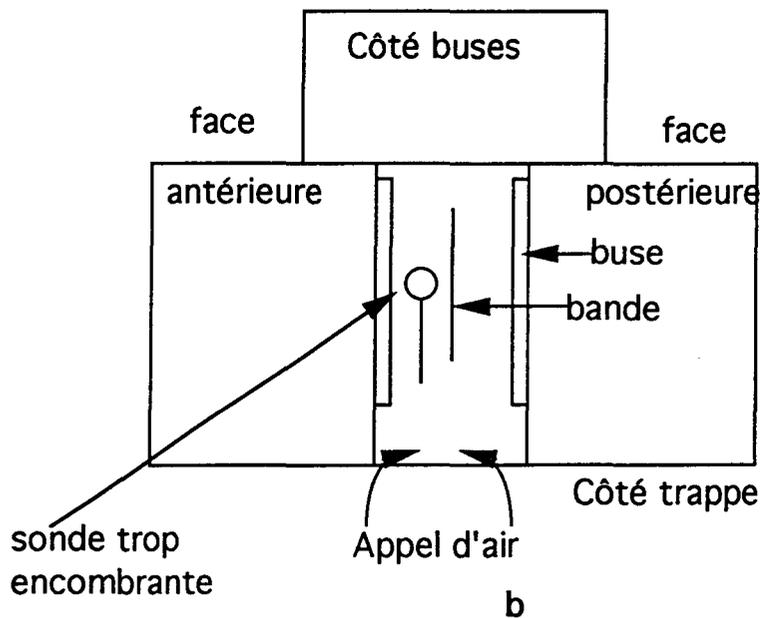
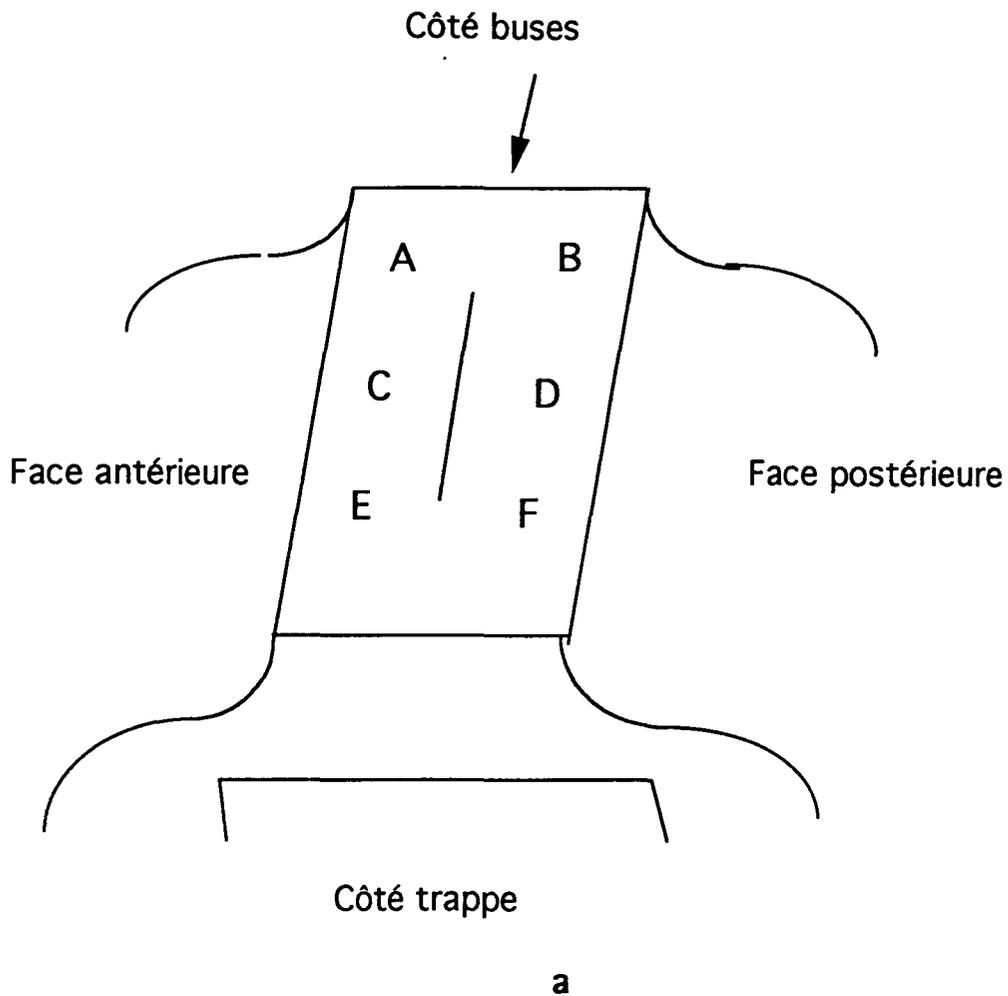


Figure V.2.4.0a et b. Position des points de mesure de la vitesse V3 en sortie (A->F) et vue de dessus des difficultés de mesures rencontrées, ainsi que des asymétries dans le plan horizontal.

l'ordre de $\Omega/2$ rendaient la vitesse V_3 mesurée pulsatoire. La détermination d'une valeur moyenne était dans ce cas plus délicate.

Malgré le manque de précision évident sur la vitesse V_3 une interprétation des résultats est néanmoins possible, en examinant attentivement les valeurs expérimentales et calculées du tableau V.2.4.1. On verra plus loin que l'asymétrie dans le plan horizontal (figure V.2.4.0b) provoque une légère aspiration près du côté moteur. Sans obstruction, celle-ci augmente pour des inclinaisons positives et pour les deux largeurs de bande. Ceci est logique car, sous ces inclinaisons, l'azote quitte le clocheton plus directement. Ceci tend à mettre le clocheton en dépression et à aspirer de l'air de l'extérieur. Les points de mesure utilisés étant voisins de la bande, la vitesse en sortie est exagérée par l'omission de la zone de vitesses négatives située côté trappe. On remarque ensuite que, toujours sans obstruction, l'aspiration augmente avec la largeur de bande, quelle que soit l'inclinaison. Il semble donc que la bande contribue notablement à diriger ce flux des jets directement vers l'extérieur, diminuant ainsi la pression dans le clocheton.

Avec obstruction, on constate que quelque soit l'incidence, l'aspiration est très faible voire nulle pour la grande largeur de bande (les essais 25 à 36 étant à mettre à part car les mesures ont été rendues très difficiles par de fortes instabilités de l'écoulement). Pour la petite largeur par contre, on mesure une vitesse V_3 inférieure à la vitesse calculée. Il semble donc que dans ce cas le clocheton monte en pression, ce qui augmenterait notablement les débits des fuites. Il faut cependant mentionner que dans ce cas une grande partie de l'écart est à attribuer à la difficulté de mesurer correctement V_3 , compte tenu de l'encombrement de la sonde et de l'accessibilité de la maquette.

Compte tenu des difficultés rencontrées dans la caractérisation de V_3 , et bien qu'en principe cette vitesse V_3 soit plus caractéristique du problème d'oxygène, on a choisi d'utiliser V_1 pour déterminer les paramètres sans dimension résultant des essais.

Les valeurs nulles sont les essais trop perturbés pour être valables. Il est plus facile de comprendre ces données sous forme graphique. La figure V.2.4.1 illustre l'évolution de la pression $P = \frac{\Delta P_c}{\frac{1}{2} \rho V_1^2}$ (sans dimension) en fonction du nombre de Reynolds

$Re = \frac{\rho E V_1}{\mu}$, tous deux basés sur V_1 , pour la grande largeur de bande et sans

obstruction. La figure V.2.4.2 présente les mêmes résultats, mais pour une petite largeur de bande; de même pour les figures V.2.4.3 et V.2.4.4 avec obstruction. Les courbes notées par des "P" indiquent la pression limite (LGA), les valeurs à gauche de

Figure V.2.4.1. ΔP_c sans dimension en fonction du nombre de Reynolds pour une grande largeur de bande sans obstruction.

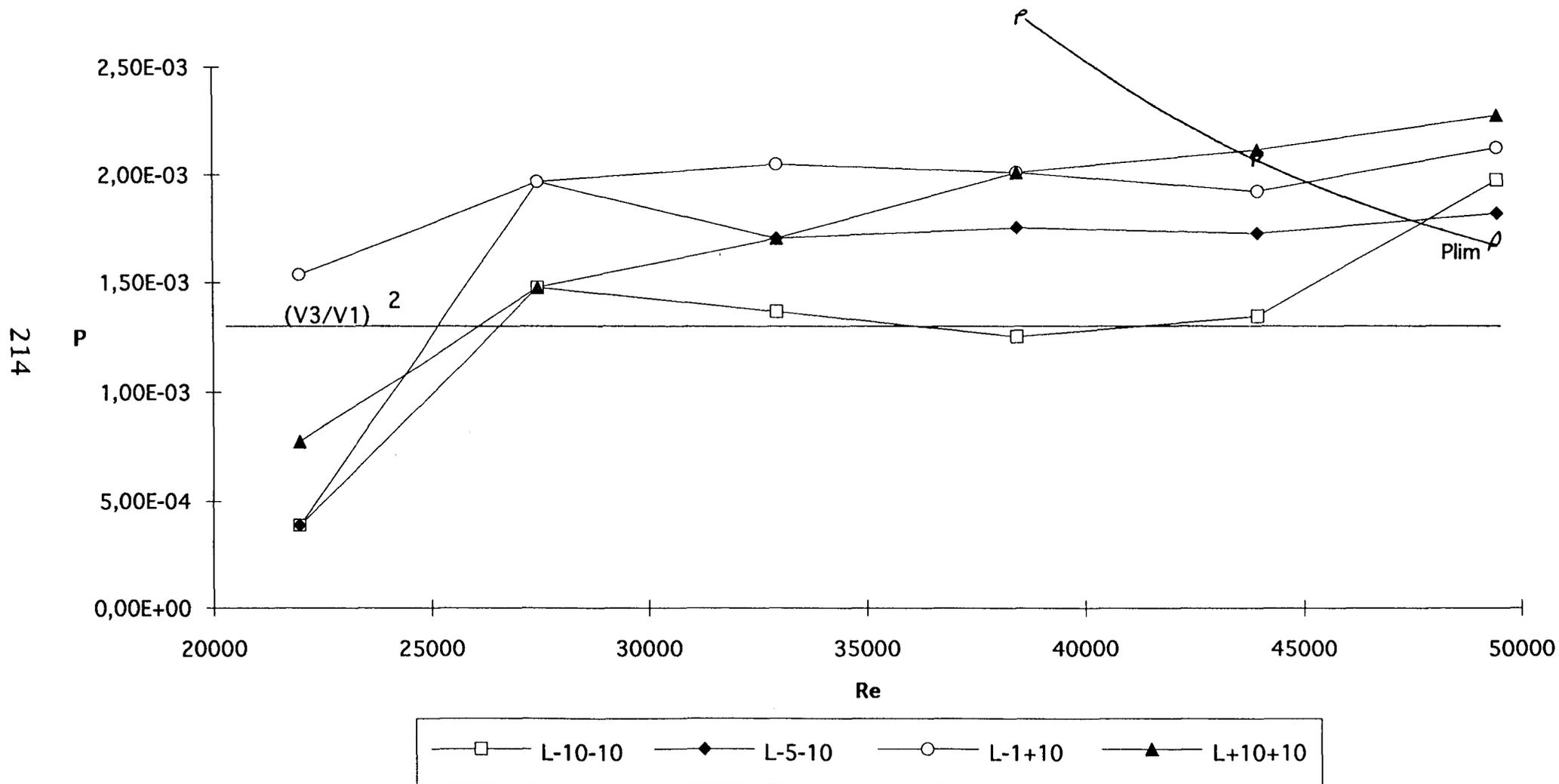


Figure V.2.4.2. ΔP_c sans dimension en fonction du nombre de Reynolds pour une petite largeur de bande sans obstruction.

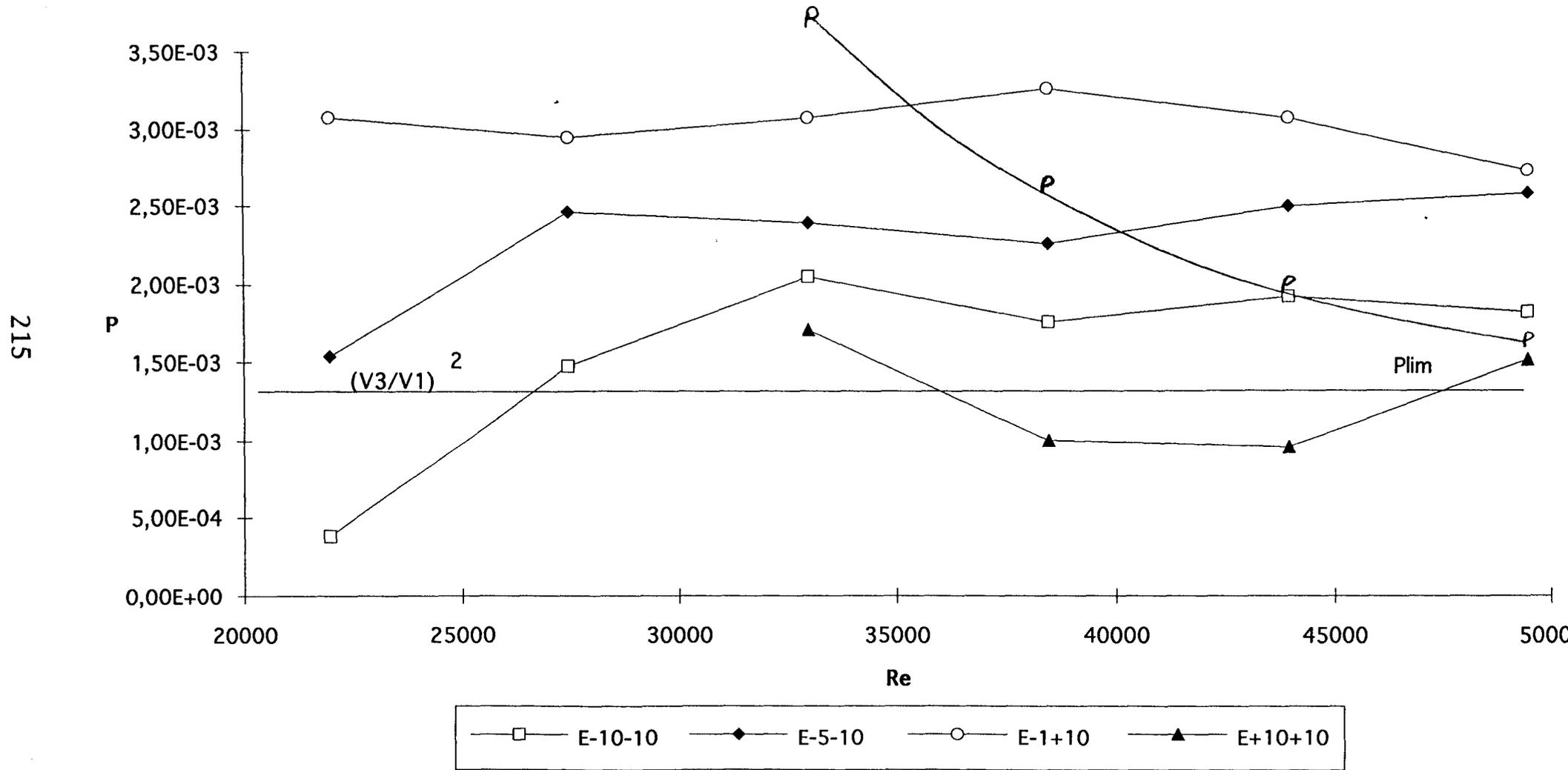


Figure V.2.4.3. ΔP_c sans dimension en fonction du nombre de Reynolds pour une grande largeur de bande avec obstructions.

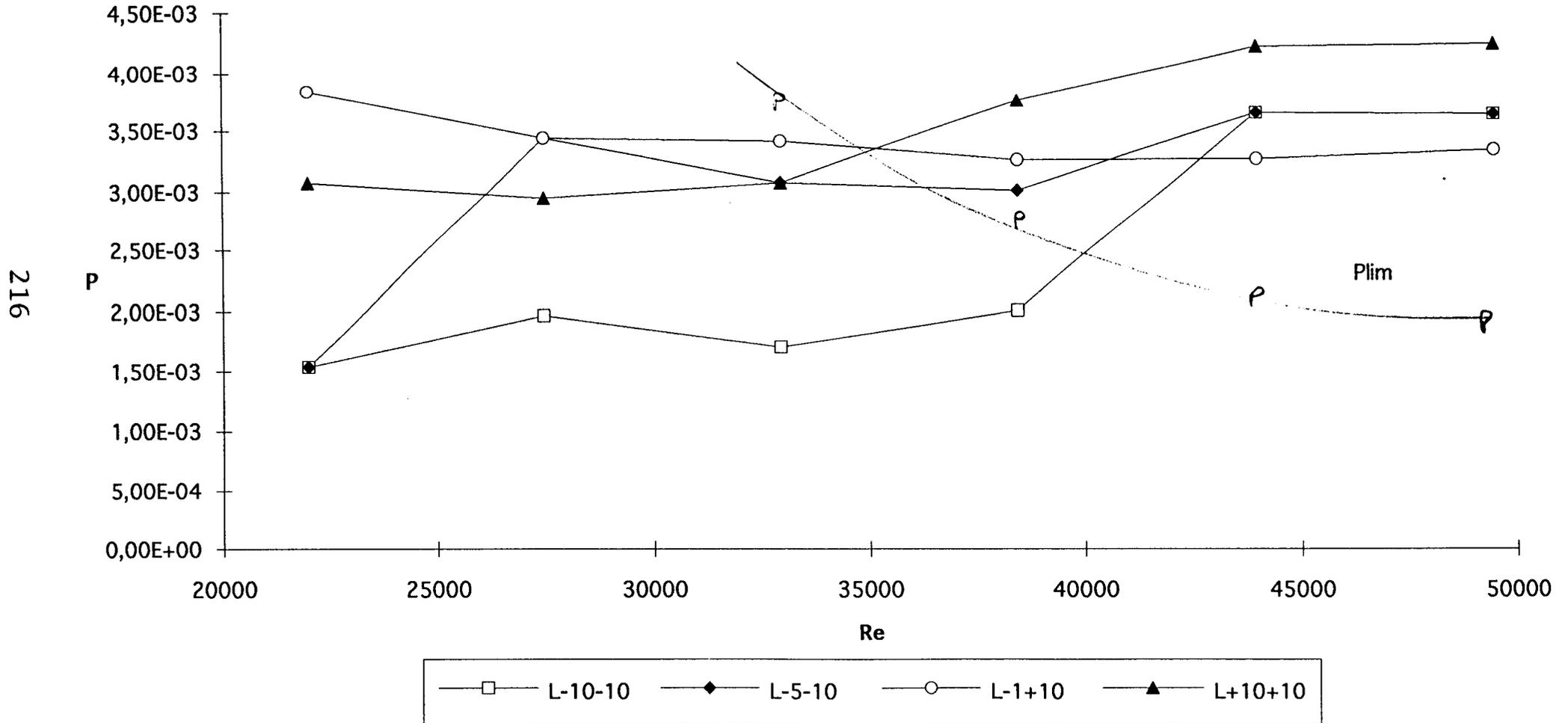
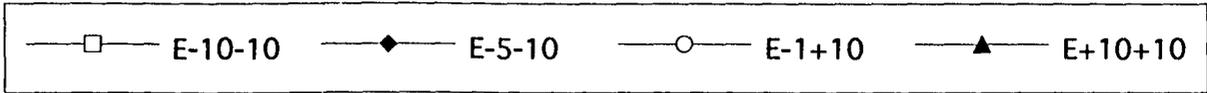
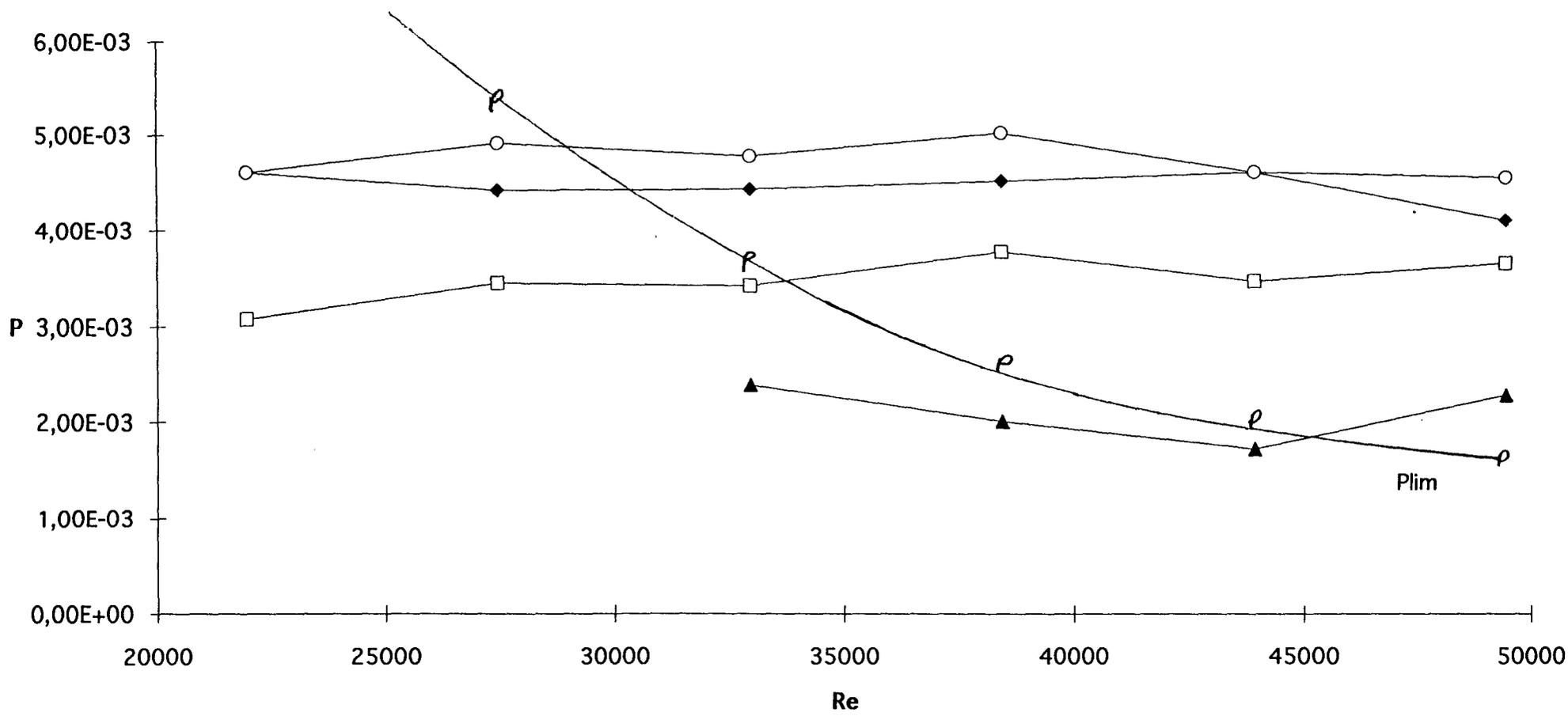


Figure V.2.4.4. ΔP_c sans dimension en fonction du nombre de Reynolds pour une petite largeur de bande avec obstructions.

217



cette courbe risquent de provoquer des surépaisseurs de rives. La légende en bas des figures présente les inclinaisons et la largeur de bande (L pour grande largeur et E pour petite). Les graphiques seront comparés de la manière suivante:

- 1) Les graphiques individuellement.
- 2) Les courbes individuellement.
- 3) Les graphiques dans leur ensemble.

Malgré les nombreuses difficultés expérimentales, un certain nombre d'enseignements peuvent être tirés de ces résultats. On a reporté sur les graphiques correspondants sans obstruction la valeur de $(V_3/V_1)^2$, qui devrait être proche de P si l'écoulement est uniforme en sortie du clocheton.

On constate que pour la grande largeur de bande (figure V.2.4.1), P est relativement constant pour $Re \geq 2,8 \times 10^4$, indiquant que la structure de l'écoulement ne change plus au delà de cette valeur du nombre de Reynolds. Pour $I=(-10,-10)$ P est relativement proche de la valeur attendue, indiquant une distribution assez uniforme de l'écoulement en sortie. Pour cette configuration, on constate un nouveau changement de régime pour $Re \approx 4,5 \times 10^4$.

On constate que P augmente avec l'incidence jusqu'à $(-1,+10)$ en restant indépendant de Re pour $Re \geq 2,8 \times 10^4$. Ceci indique une augmentation de la vitesse au voisinage de la bande, compte tenu de la position de la sonde de mesure de pression.

L'incidence $(+10,+10)$ présente un comportement différent puisque P croît avec Re de façon quasi-linéaire.

Pour les petites largeurs (figure V.2.4.2), on retrouve les mêmes tendances pour les trois premières incidences, mais avec des écarts plus marqués. Le cas $(-1,+10)$ semble établi dès $Re = 2 \times 10^4$. Par contre, le cas $(+10,+10)$ présente un comportement complètement différent. L'explication est vraisemblablement la suivante : pour les grandes largeurs de bandes, à cette incidence, le flux issu des injecteurs est dirigé directement vers l'extérieur du clocheton. Une dissymétrie de la répartition de débit en sortie d'injecteur peut être amplifiée par la dissymétrie du clocheton. Dans le cas des faibles largeurs, la forte interaction entre les deux jets tend à homogénéiser rapidement le flux. Il faut mentionner que pour cette configuration, on a observé de fortes instabilités qui ont empêché d'effectuer les mesures aux deux premières valeurs de Re.

La mise en place des systèmes d'obstruction latéraux, qui visent à limiter l'entrée d'oxygène dans le clocheton, a pour effet principal d'augmenter un peu le niveau des pressions relevées dans les deux cas. Les niveaux de P se retrouvent, par contre, nettement en dessous des valeurs de $(V_3/V_1)^2$ qui sont respectivement 8×10^{-3} pour la grande largeur et $19,6 \times 10^{-3}$ pour la petite largeur. Ce résultat est logique, compte-tenu de la position de la sonde de pression utilisée (viz. en dessous des obstructions).

L'allure générale des courbes obtenues pour les différentes incidences n'est pas modifiée par la mise en place des obstructions si ce n'est pour les grandes largeurs pour (-10,-10) où le deuxième changement de régime à $Re=4,5 \times 10^4$ est plus marqué.

De manière générale, il semble que l'incidence (-1,+10) corresponde dans tous les cas à une structure d'écoulement bien établie, peu dépendante du nombre de Reynolds et associée à des vitesses assez élevées au voisinage de la bande. Ce flux d'azote à grande quantité de mouvement jouerait un rôle d'écran vis à vis de l'oxygène.

Les résultats obtenus à (+10,+10) indiquent pour leur part le rôle primordial d'homogénéisation du flux joué par le clocheton. Compte-tenu de ces résultats, des visualisations permettant une meilleure compréhension de l'organisation de l'écoulement à l'intérieur du clocheton paraissent indispensables.

V.2.5 La visualisation et les résultats avec aspiration

Pour de faible débit d'aspiration, il a été possible de maintenir une pression adéquate dans le prototype, mais sans un captage satisfaisant des poussières. Pour un débit plus important, les aspirateurs inférieurs avaient tendance à mettre le clocheton en dépression lorsqu'ils ont été mis en route. Dans tous les cas, seulement une partie des poussières et de la fumée ont été captées avec le système d'aspiration inférieur. De plus, le filtre à poussière simpliste n'a pas fonctionné comme prévu. Trop de poussière s'échappe pour pouvoir calculer l'efficacité de captation. Par conséquent, nous avons limité l'évaluation de celle-ci à une visualisation qualitative.

Du fait de la disponibilité limitée du laser, les essais ont été limités à deux inclinaisons car il fallait beaucoup de temps pour les changer. Quant au générateur de fumée, il consommait beaucoup d'huile à fort débit d'azote et, comme la pression n'est plus représentative à faibles débits, une valeur moyenne (l'équivalent de $800 \text{ Nm}^3/\text{h}$ sur la ligne) a été utilisée. L'influence des variations de débit équivalentes à $100 \text{ Nm}^3/\text{h}$ a donc été simplement observée qualitativement.

Le laser a permis d'observer plusieurs angles et parties du flux auparavant inaccessibles. Il était quand-même impossible de voir parfaitement la fumée à l'intérieur du clocheton à cause du manque d'accès optique. Cela a empêché une caractérisation complète de l'écoulement. Nous avons toutefois pu évaluer les effets de la forme du clocheton de l'inclinaison des buses, de l'aspiration, du débit, de l'ouverture et de la largeur de bande sur le flux dans le clocheton et sur la possibilité du captage des poussières de zinc.

Flux

Plusieurs plans de lumière ont été observés pour étudier autant que possible l'écoulement à l'intérieur et à la sortie du clocheton. Les plans les plus révélateurs sont schématisés sur la figure V.2.5.1. Les photos sur les figures V.2.5.2a et b présentent deux exemples dans les plans (1) et (3). Bien que les photos ne révèlent pas clairement l'écoulement, l'œil humain était capable de le faire. L'écoulement observé à travers le hublot et au dessus du clocheton a été noté autant que possible.

L'écoulement semblait relativement permanent dans tous les cas (ie. la nature non-stationnaire nettement atténuée). La distribution homogène de la fumée dans tout le clocheton était une caractéristique important de l'écoulement. Les buses projetaient un nuage d'azote plutôt que de fines lames et l'agitation au voisinage de la zone d'impact était très important.

Inclinaison

Les visualisations ont permis de dresser les schémas d'écoulement des figures V.2.5.3 et V.2.5.4 respectivement aux inclinaisons de (-10,-10) et (-1,+10). Les différences les plus importantes sont dans les plans (1), (2), et (3+4). (-1,+10) est plus homogène dans le plan horizontal. L'influence dans ce plan (1) est également visible au dessus du clocheton, dans le plan (5). L'écoulement en haut du clocheton présente le même motif que dans le plan horizontal à l'intérieur du clocheton. Par exemple, le tourbillon qui tourne dans le sens inverse des aiguilles d'une montre dans le plan (1) de la figure V.2.5.3 se retrouve dans le plan (5) où trois tourbillons sur quatre tournent dans le même sens. Le flux symétrique dans le plan (1) de la figure V.2.5.4 se retrouve dans le plan (5). Les plans verticaux (2) et (6) sont peu affectés par le changement d'inclinaison. L'influence de ce paramètre est plus sensible dans les plans (3) et (4) où l'inclinaison modifie l'importance des asymétries

Forme

L'explication de la structure de l'écoulement dans le clocheton est donc plutôt due à sa forme. En effet, l'asymétrie dans sa partie basse crée le tourbillon qui tourne autour de

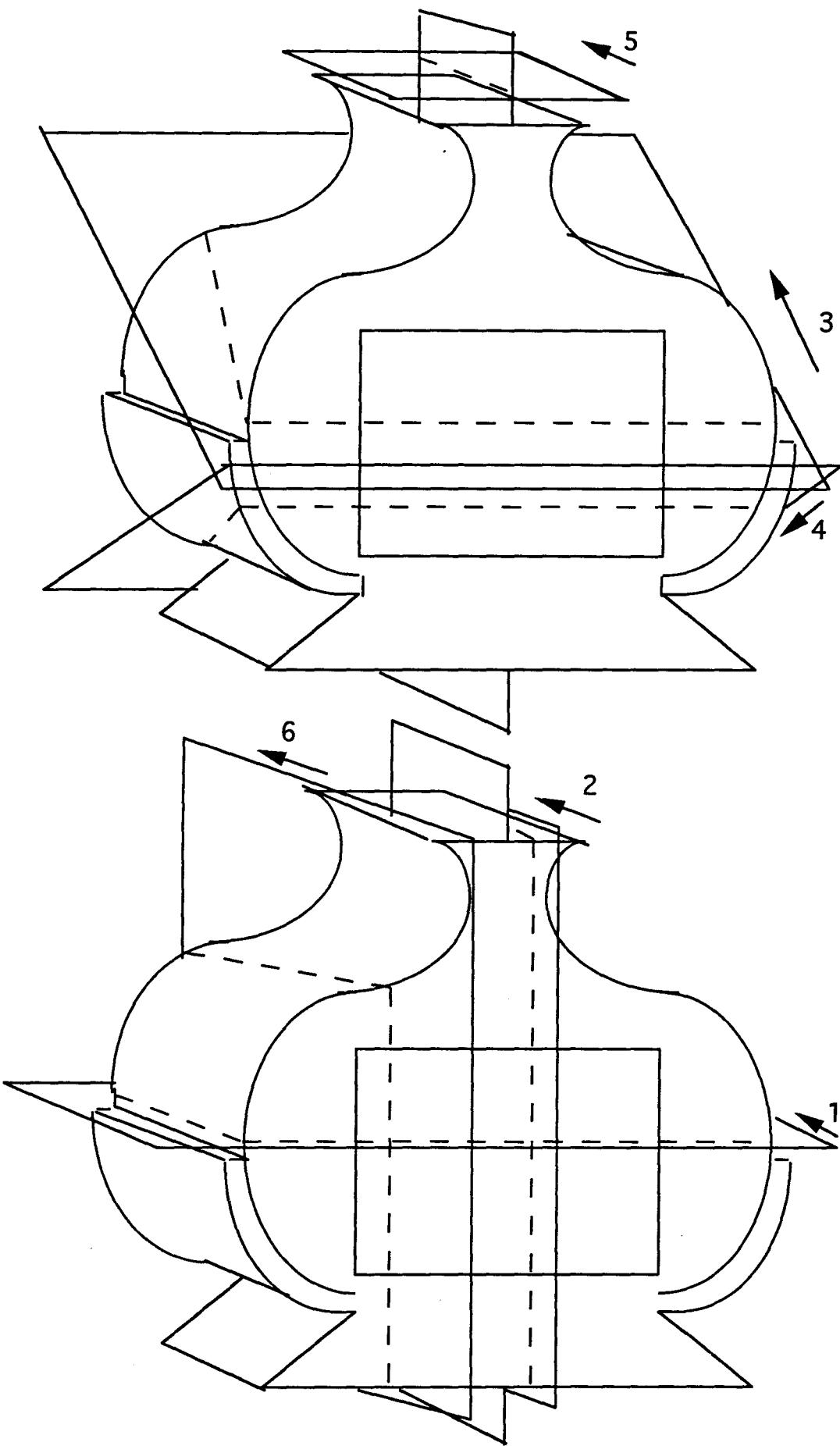


Figure V.2.5.1. Schémas des plans de lumières les plus révélateurs dans la modélisation du clocheton.

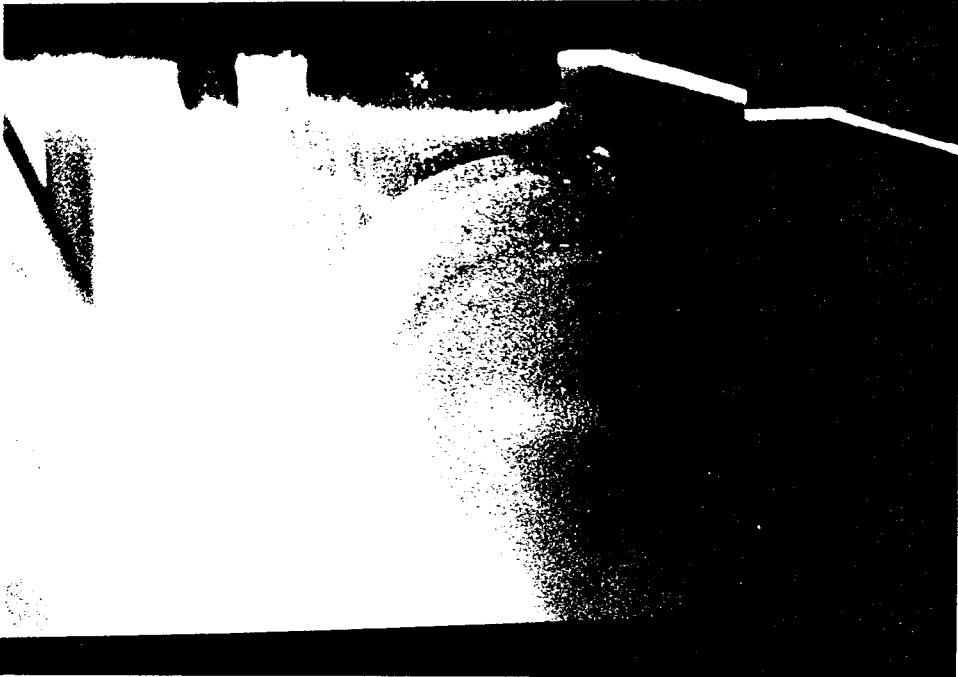


Figure V.2.5.2a. Une photo du plan horizontal (1) dans le clocheton prototype, effectué par la fumée et une fine tranche de lumière laser.

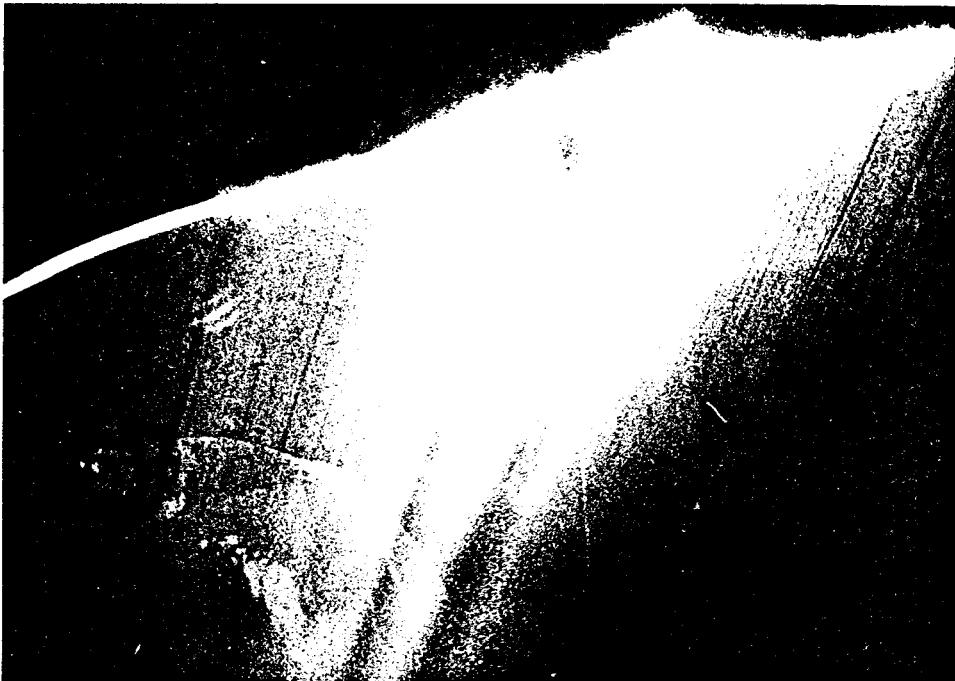


Figure V.2.5.2b. Une photo du plan colline (3) dans le clocheton prototype, effectué par la fumée et une fine tranche de lumière laser.

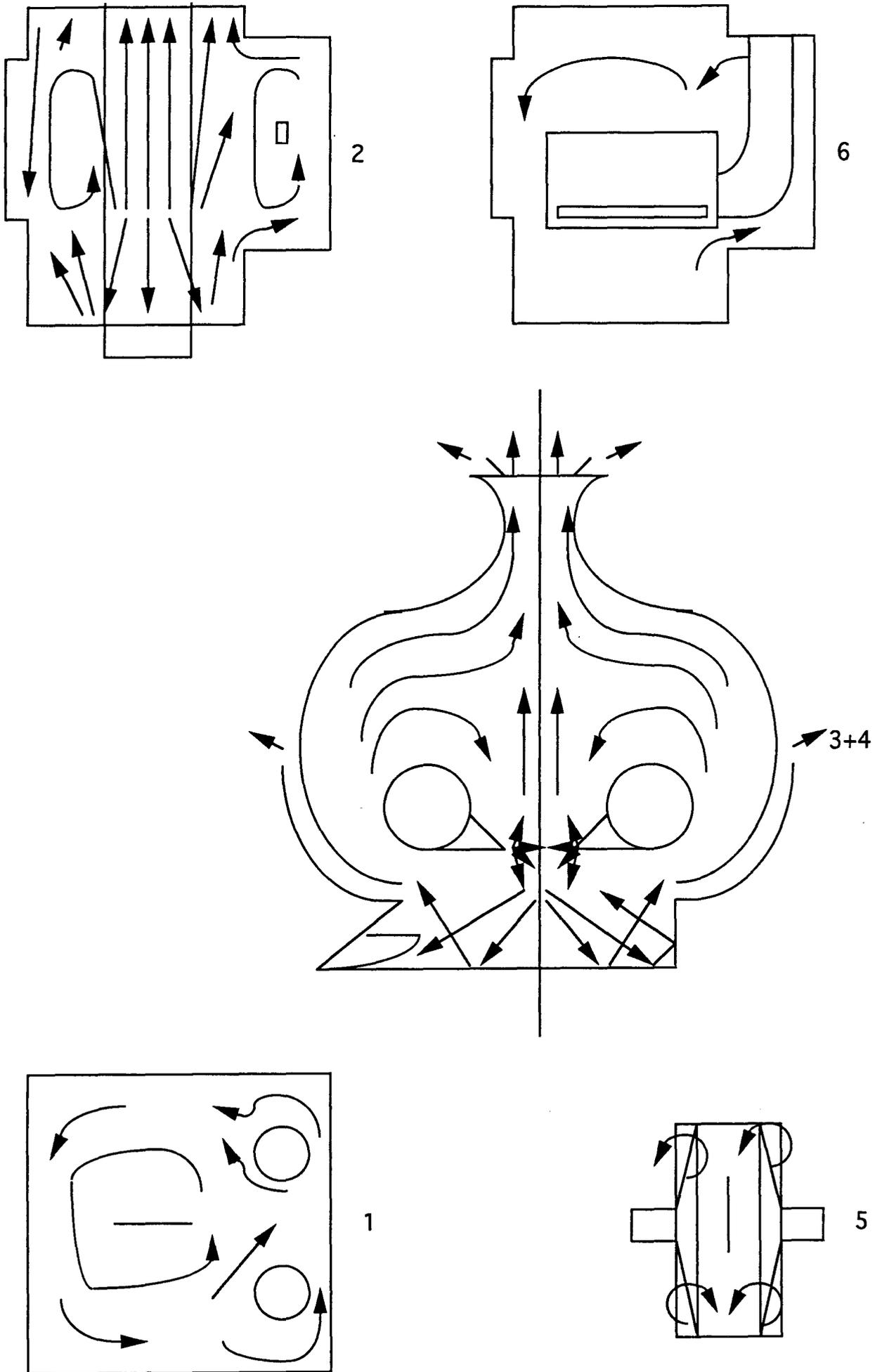
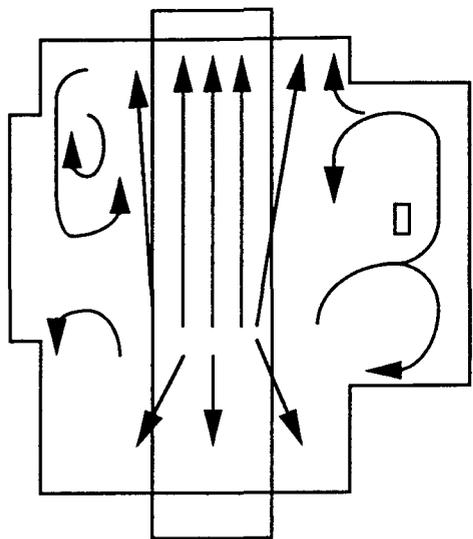
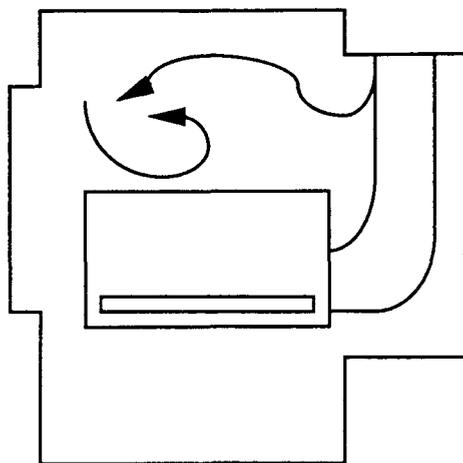


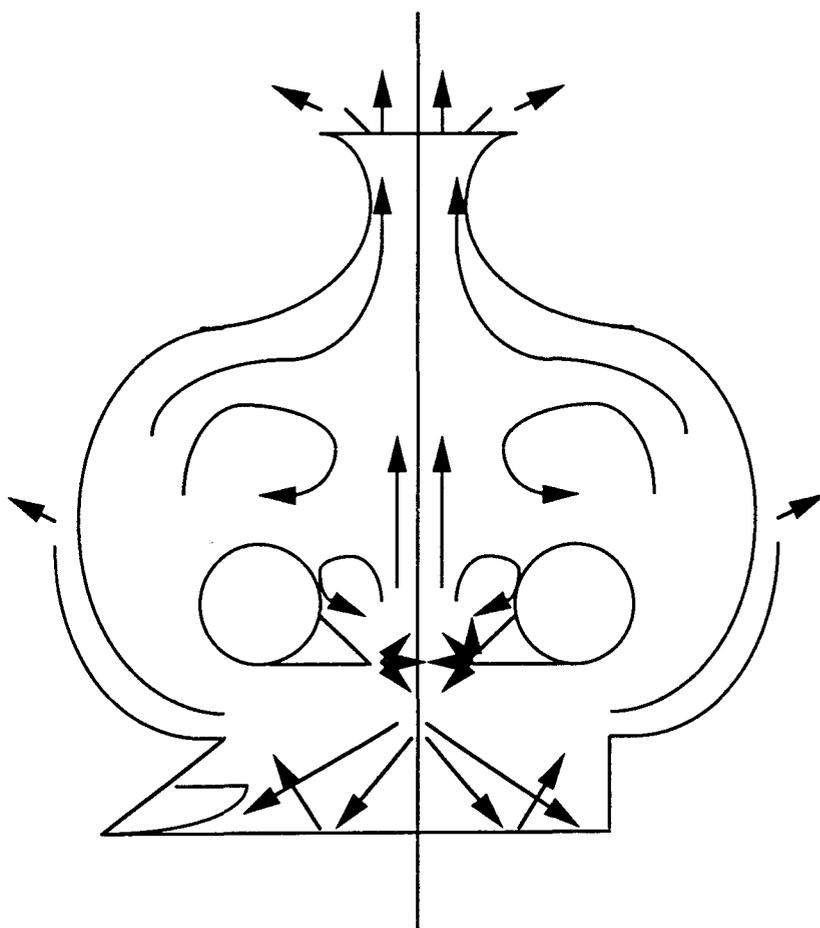
Figure V.2.5.3. Schéma du flux dans le clocheton à -10-10 pour chaque plan de lumière.



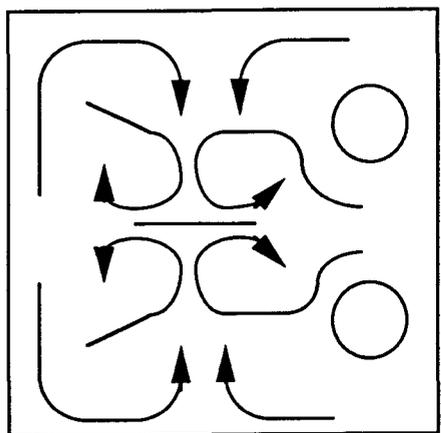
2



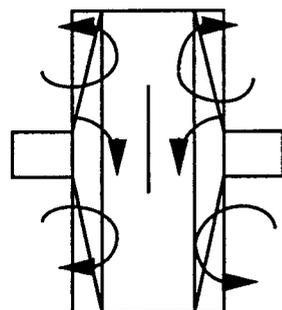
6



3+4



1



5

Figure V.2.5.4. Schéma du flux dans le clocheton à -1+10 pour chaque plan de lumière.

la bande dans le plan (1) pour (-10,-10) dans le sens inverse des aiguilles d'une montre. L'influence des deux renforcements (l'arrivée des buses et le hublot) apparaît également clairement dans le plan (2) où l'on voit deux tourbillons importants de part et d'autre de la bande. L'inclinaison des buses peut diminuer ces asymétries, mais ne les élimine pas. La forme du clocheton est donc un facteur prépondérant dans l'organisation du flux.

Aspiration

L'aspiration joue un rôle moins important dans l'organisation de l'écoulement, d'autant plus qu'elle a été maintenue à un niveau raisonnable afin de ne pas mettre le clocheton en dépression. Son influence se fait plutôt sentir sur la dimension des structures tourbillonnaires que sur l'organisation générale.

Débit

L'augmentation du débit tend à homogénéiser l'agitation dans le clocheton. Elle permet également augmenter l'intensité de certains tourbillons et les déplacer légèrement.

Obstructions et largeurs de bande

Les obstructions n'ont pas d'influence importante sur la structure de l'écoulement dans le clocheton. La réduction de section de sortie ne change que le plan (5). On y constate essentiellement une réduction de la taille des tourbillons latéraux. Hormis un léger déplacement du tourbillon situé à gauche dans le plan (2) vers la bande, avec aspiration, l'obstruction n'a rien changé à l'intérieur du clocheton. La largeur de bande n'était qu'un facteur mineur également. La petite largeur de bande crée un flux plus perturbé en raison de la vibration plus importante de la bande, ainsi que de l'interaction directe plus importante des jets de gaz.

Captation des poussières

L'aspiration s'est montrée utile. En bas, nous avons réussi à capter les grosses poussières, mais ces aspirateurs mettent facilement le clocheton en dépression. Par conséquent, pour la Ligne A et d'autres lignes à faible débit d'azote, le rendement n'est pas suffisant pour être recommandé, mais pour une plus grande ligne de production, il y a moins de risque de surépaisseurs des rives et une telle aspiration pourra être plus intéressante. L'aspiration en haut n'a capté qu'une partie de ce qui sortait du clocheton. Elle a réussi plutôt à décrocher les poussières de la bande (comme avec l'aspiration actuelle sur la Ligne A). Cela a conduit à essayer un système d'**aspiration à double lame** (déjà présenté schématiquement sur la Figure V.2.1.4). Cette façon d'aspirer est apparue plus efficace, mais le réglage s'est avéré délicat.

Calcul de similitude 1

Une estimation de V_4 pour un système en grandeur nature peut être obtenue grâce aux calculs de similitude. Sachant que la modélisation n'était pas en similitude exacte, ce résultat n'est valable qu'en terme d'ordre de grandeur :

- $V_4' \cdot L_g' = V_4 \cdot L_g$ avec $\frac{V_4'}{V_1} = \frac{V_4}{V_1}$

en notant la maquette par «'», la largeur d'ouverture par L_n et la hauteur d'ouverture par L_g

- $V_4 = \frac{V_4' V_1}{V_1} \Rightarrow 12,3 \text{ m/s}$

- $L_g = \frac{V_4'}{V_4} L_g' \Rightarrow 9,2 \text{ mm}$

Donc, un aspirateur avec une ouverture de 1700 mm par 9,2 mm est nécessaire avec une réduction de section continue à partir de l'ouverture jusqu'au tuyau. Puis, un rapport de vitesse, V_4/V_1 , de 0,14 doit être respecté, donnant $V_4 = 12,3 \text{ m/s}$ pour un débit de 700 Nm³/h dans les jets d'azote de la Ligne A.

CONCLUSION

L'ordre d'importance des variables étudiées est:

FORME > INCLINAISON > ASPIRATION > DEBIT > OBSTRUCTIONS & AUTRES.

Certaines petites modifications peuvent encore améliorer le flux en éliminant les tourbillons à l'opposé de la sortie. Il s'agit d'une augmentation (autant que possible) de symétrie dans le sens de la largeur de la bande aussi bien que dans le sens normal à la bande. L'inclinaison peut homogénéiser le reste. Il apparaît que le plan 5 peut permettre de confirmer que l'homogénéisation est bien faite. Bien que les valeurs exactes ne soient pas correctes, cette modélisation semble bien décrire l'écoulement dans le clocheton de la Ligne A aussi bien que le clocheton prototype. De plus, une aspiration à double lame paraît capable de bien capter les poussières de zinc.

L'effet du rideau d'azote semble certainement s'améliorer lorsque l'écoulement est plus régulier. Par conséquent, (-1,+10) apparaît comme le meilleur réglage pour limiter l'entrée de l'oxygène.

V.2.6 Essai de confirmation

Les résultats des visualisations avec le laser ont conduit à un essai de confirmation sur la ligne pilote. La largeur de bande de la ligne pilote correspond à la largeur maximum de la modélisation avec laser. L'ouverture et l'écart restant les mêmes, nous avons conservé une inclinaison de (-1,+10) et une aspiration de type "double lame". Aucune aspiration à l'intérieur du clocheton n'a été utilisée.

Dans cet essai, nous avons cherché à vérifier la pression limitante, ΔP_{lim} (pression inférieure à laquelle apparaissent des surépaisseurs de rives), vérifier les pressions et les valeurs de V_1 et V_4 , confirmer les rapports entre eux (N.B. nous sommes maintenant à une température équivalente à celle de la Ligne A) et mettre au point l'aspiration à double lames des poussières (N.B. cette fois-ci, avec des poussières formées en ligne) et son influence sur les autres paramètres.

Résultats

Le tableau V.2.6 présente les résultats:

Tableau V.2.6 Les résultats de l'essai de confirmation

ΔP_t	V_1	V_4	V_4/V_1	$\frac{\rho E V_1}{\mu}$	$\frac{\Delta P_c}{\frac{1}{2} \rho V_1^2}$	$\frac{\Delta P_{lim} (calc)}{\frac{1}{2} \rho V_1^2}$
	47,36	0,00	0,000	18707	4,51E-03	1,13E-02
	47,36	8,85	0,187	18707	1,13E-03	1,13E-02
	59,2	0,00	0,000	23384	4,33E-03	7,22E-03
	59,2	8,85	0,149	23384	1,44E-03	7,22E-03
	71,04	0,00	0,000	28061	4,01E-03	5,02E-03
	71,04	6,26	0,088	28061	2,51E-03	5,02E-03
	71,04	8,85	0,125	28061	2,01E-03	5,02E-03
	71,04	10,84	0,153	28061	1,50E-03	5,02E-03
0,5	82,88	0,00	0,000	32738	3,69E-03	3,69E-03
	82,88	6,26	0,076	32738	1,84E-03	3,69E-03
	82,88	16,56	0,200	32738	0,00E+00	3,69E-03
0,3	94,72	0,00	0,000	37414	3,67E-03	2,82E-03

	94,72	6,26	0,066	37414	1,69E-03	2,82E-03
	94,72	8,85	0,093	37414	8,47E-04	2,82E-03
	94,72	10,84	0,114	37414	5,64E-04	2,82E-03
0,4	106,6	0,00	0,000	42107	3,34E-03	2,23E-03
	106,6	6,26	0,059	42107	2,23E-03	2,23E-03
	106,6	8,85	0,083	42107	1,56E-03	2,23E-03
	106,6	10,84	0,102	42107	1,11E-03	2,23E-03
	106,6	12,52	0,117	42107	8,91E-04	2,23E-03
	106,6	13,99	0,131	42107	6,68E-04	2,23E-03

ΔP_t représente ici la pression limitante déterminée par l'expérience. Le nombre de Reynolds et la pression sans dimension sont basés sur V_1 .

L'évolution de la pression sans dimension en fonction du nombre de Reynolds (Re) et de l'influence de l'aspiration est présentée sur la figure V.2.6.1. On retrouve une zone de transition dans les courbes, qui semble indiquer la pression limitante. Même si nous n'avons pas réussi à observer les «surépaisseurs de rives», il est possible de constater un changement net d'aspect qui semble l'équivalent. Ce changement correspond à la courbe, ΔP_t (convertie sous forme de grandeur sans dimension), à comparer avec ΔP_{lim} , la limite calculée à partir des expériences sur la Ligne A. Ces deux valeurs sont relativement proches pour le cas sans aspiration. Avec aspiration, la vraie pression limitante est obtenue pour des débits plus faibles que ne l'indique ΔP_{lim} . Cette valeur de ΔP_t sera utilisée dans les calculs qui suivent.

Captation des poussières

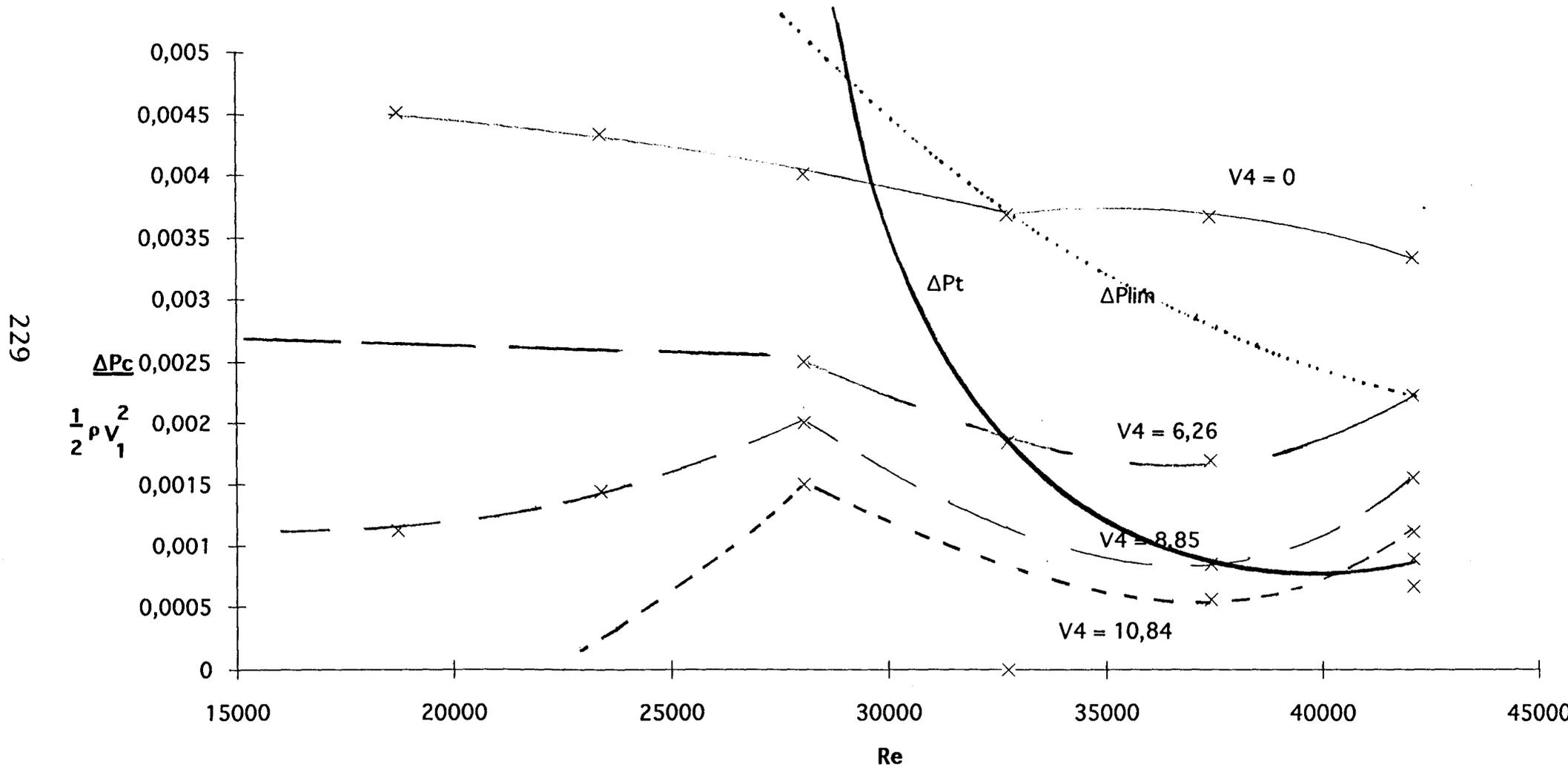
La teneur en aluminium étant trop élevée, il n'y avait pas de poussière de zinc sur la ligne pilote. Par conséquent, il n'était pas possible de maîtriser le captage des poussières de zinc. En revanche, il y avait une fumée de résidu silicone au début de l'expérience. Cette fumée a été bien aspirée.

Calcul de similitude 2

Comme dans le dernier rapport, une approximation de V_4 pour une système en grandeur nature peut être déterminée grâce aux calculs de similitude. Ce calcul donne l'ordre de grandeur du résultat pour une valeur du ΔP_C donnée par l'essai de confirmation. L'approximation suivante est obtenue:

$$\bullet \frac{V_4'}{V_1'} = \frac{V_4}{V_1}$$

Figure V.2.6.1. L'influence d'aspiration à double lames sur la pression sans dimension en fonction du nombre de Reynolds - essais de confirmation sur la ligne pilote.



en notant la maquette par «1»,

$$\bullet \quad V_4 = \frac{V_4 V_1}{V_1} \Rightarrow 10,9 \text{ m/s} \quad \text{à } 800 \text{ Nm}^3/\text{hr}$$

Donc, un rapport de vitesse, V_4/V_1 , inférieur à 0,11 doit être respecté, soit $V_4 = 10,9$ m/s pour un débit de $800 \text{ Nm}^3/\text{hr}$ dans les jets d'azote de la Ligne A.

Les résultats de l'aspiration et du contrôle d'oxygène correspond bien à ceux de la modélisation, mais sans poussières, il est impossible de vérifier l'efficacité du dessin des aspirateurs. Un essai plus approfondi est donc proposé pour l'avenir.

V.2.7 L'étude en cours

Basée sur ces résultats prometteurs, mais incomplets, une étude plus approfondie sur un nouveau clocheton (tenant compte de l'homogénéité du flux à travers les buses d'azote et d'une symétrie tridimensionnelle) est actuellement en cours en collaboration avec l'IMFL (Institut de Mécanique des Fluides de Lille). Une maquette en plexiglass sera utilisée dans un premier temps afin de surmonter les difficultés rencontrées lors de l'étude bidimensionnelle.

V.3 CONCLUSION - LA FINITION DU REVETEMENT

La qualité d'aspect de la bande dépend fortement du traitement subi à partir de la sortie du bain jusqu'à la solidification complète. Par conséquent, la maîtrise des effets à l'intérieur du clocheton est capitale pour satisfaire aux exigences des normes actuelles de l'acier galvanisé.

Plusieurs défauts, tels que les surépaisseurs de rives, le lignage, la récrystallisation et les picots des rives, peuvent se manifester dans le clocheton actuel, ainsi que l'entraînement des mattes. De plus, d'autres phénomènes peuvent s'y produire qui nuisent à la performance globale de la ligne de galvanisation, tels que les poussières de zinc et les difficultés de contrôle du revêtement. Le manque de visibilité et de connaissances du comportement à l'intérieur du clocheton est largement responsable de ces deux derniers phénomènes.

En abordant ces problèmes, un nouveau dessin de clocheton a été réalisé, conçu pour observer les phénomènes dans cette "boîte noire" et, avec un peu de chance, éliminer les difficultés associées. Le système a été modélisé bidimensionnellement dans l'espoir que les asymétries de la troisième dimension ne seraient importantes qu'aux extrémités éloignées vis à vis de la bande. Un prototype a été construit. La débimétrie et la visualisation ont été étudiées et ont été révélatrices. La troisième dimension s'est montrée, en effet, très importante. D'autres erreurs dans le premier dessin, ainsi que des compromis d'ordre technique ont abouti au prototype actuel trop encombrant et non-évolutif. Par conséquent, une autre étude est nécessaire. Elle est actuellement en cours.

Les résultats obtenus ont montré que la forme du clocheton et l'inclinaison des jets sont les paramètres les plus importants pour la création d'un bouclier contre la pénétration d'oxygène dans la cheminée du clocheton. Le gradient de température présent dans un clocheton industriel, peut favoriser l'homogénéisation du flux sortant, mais probablement peu. Un écoulement non-uniforme en sortie peut provoquer un appel d'oxygène directement au niveau de la zone critique juste en dessous des distributeurs d'azote. Une étude complète du problème doit donc être entreprise sur la base des présentes observations. Les résultats obtenus sur ce premier prototype indiquent qu'un nouveau dessin devra prendre en compte, si possible de façon indépendantes, le contrôle de l'oxygène, de la couche visqueuse et l'aspiration efficace des poussières.

BIBLIOGRAPHIE

1. Armco oxygen-free finishing patent - US Patent 4,330,574 dated 05/18/82.
2. Graff, H., Roberts, T., Orts, D.: *Ultrasmooth: A Two-Side Hot-Dip Galvanized Steel for Exposed Automotive Applications*, SAE Int'l Congress (Feb 1981); 16pg.
3. Herman, Joseph: US Patent 2,166,249 dated 12/03/34.
4. Shin Nippon Seitetsu K.K.: *Surface-Treated Steel Sheet*, Nippon Steel Technical Report No. 21 (June 1983); pp. 119-125.
5. Boston, S.L., personal communication, September 1992.
6. Dunbar, F.C.: "Defects of the 80's - A Closer Look at the Critical Requirements of Today's Hot-Dip Galvanized", Galvanizer's Committee Mtg., Canton, OH, September 1988.
7. Dunbar, F.C.: ARMCO Internal Class, 1989.
8. Armco wet nitrogen practice - US Patent 4,577,953 dated 12/10/85.
9. *Smithells Metals Reference Book*, 6th ed.(1983); Edited by Eric A. Brandes, Butterworth & Co. (Publishers) Ltd, 8-54.

10. Les données de viscosité tirées de Streeter, V.L., Wylie, E.B.: *Fluid Mechanics, 8th ed.*, McGraw-Hill, Inc., 1985; pp.559-60.

11. D'autres données tirées des annexes de Geiger, G.H.; Poirier, D.R.; *Transport Phenomena in Metallurgy*, Reading, Mass.; Addison-Wesley (1973); p. 588-98.

12. Dadi, M.: *ETUDE DE MODELES DE COMPORTEMENT DE TRACEURS DANS UN ECOULEMENT ET LEUR VALIDATION EXPERIMENTALE PAR VELOCIMETRIE HOLOGRAPHIQUE A EXPOSITIONS MULTIPLES*, Thèse, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois (1/23/87-defense); pp. 37.

13. Schlichting, H.: *Boundary Layer theory*, McGraw-Hill Book Co., 1979. (reissue 1987), Transl.- Kestin, J.; pp. 70-111.

14. Ibid 13; p. 638.

15. Ibid 13; p. 138.

VI. CONCLUSION GENERALE

En analysant l'ensemble du système de galvanisation et en le décomposant, nous nous sommes rendu compte que les phénomènes prépondérants sont : le nettoyage de la bande, les réactions dans la cloche et la finition du revêtement. Nous allons présenter ici ces phénomènes sous un autre angle: l'évolution des rapports entre les mattes flottantes et la qualité du revêtement.

La propreté de la bande qui entre dans le bain est critique. Nous avons vu qu'à partir des amas de fines de fer sur la bande, on peut provoquer un chapelet de mattes. Un polluant présent en surface de la bande peut modifier l'émissivité de celle-ci provoquant une perturbation dans la régulation de température de la bande entrant dans le bain. Ce polluant peut également consommer de l'aluminium présent dans la cloche, ce qui conduit à un manque pour la réaction de galvanisation.

Cette réaction de galvanisation est le point capital pour expliquer les rapports entre les mattes et le revêtement. Elle est d'ailleurs complexe et difficile à contrôler. Nous avons montré que, lors de l'immersion, la réaction de galvanisation dépend principalement de la teneur en aluminium, la température de la bande, du temps d'immersion et de l'agitation. Nous avons trouvé un rapport entre le temps d'immersion et l'agitation. Nous soupçonnons également un rapport entre ceux-ci et la teneur en aluminium critique à la réaction de galvanisation, mais n'avons pas encore déterminé ce rapport d'une manière adéquate. Une sursaturation en fer résulte de la dissolution rapide de la tôle dans la cloche. La stabilisation de cette sursaturation produit des mattes.

Cette zone riche en mattes au voisinage de la tôle est dangereuse pour la qualité du revêtement, puisque nous avons montré que ces mattes ont une très forte tendance à être emmenées par la bande, surtout par la face inférieure dans le bain. La dernière possibilité d'écartier de la bande ces mattes se situe au niveau de la finition du revêtement.

Nous avons éclairci les phénomènes régissant la finition du revêtement. Nous avons déterminé les rapports entre la finition et la qualité de celui-ci. Ces connaissances nous ont permis de mettre au point un système régulant mieux cette finition, système qui est actuellement en cours d'amélioration.

Amélioration Continue

Les mattes sont le résultat d'hétérogénéités, caractéristiques inévitables de la galvanisation en continu. Aussitôt que l'on diminue l'importance d'une hétérogénéité, les autres deviennent plus importantes et exigent des traitements appropriés.

L'étape du laminage à froid n'a pas été examinée. Le voyage des mattes reste à modéliser. Nous cherchons toujours la liaison entre la teneur en aluminium et l'agitation pour ce qui est de la réaction de galvanisation, ainsi que la raison de la remontée en aluminium dans les microstructures qui précèdent la couche continue de Fe_2Al_5 . Enfin, notre système de finition du revêtement reste à perfectionner.

A un niveau plus général, ces considérations montrent clairement que le système de galvanisation est plutôt mécanique que chimique. Pourtant, les mouvements de la phase liquide semblent perturber les phénomènes chimiques de galvanisation; la maîtrise de cet aspect physico-chimique reste à atteindre.

accumlateur	II.1.2	pg. 20
acier à bas-carbone	II.1.1	pg. 17
acier électrique	II. 1.1	pg. 17
acier I-F	II.1.1	pg. 17
aspiration à double lames	V.2.1	pg. 202
atmosphère reductrice	II.1.4	pg. 21
bi-chromatique	IV.4.1	pg. 156
châpelet de mattes	III.1.1; V.1.4	pg.54; pg.178
choucroute	V.1.3	pg. 172
cloche	II.1.4	pg. 21
clocheton	I.3.2; II.1.6	pg. 9; pg. 26
contrôle statistique du procédé (SPC)	II.4.1	pg. 42
côté hall	I.2.2	pg. 6
côté moteur	I.2.2	pg. 6
couche visqueuse	II.2.1	pg. 27
cuve de galvanisation	II.1.5	pg. 23
cuve de préfusion	II.1.5	pg. 23
cuve de travail	II.1.5	pg. 23
défauts d'oxydes	V.1.3	pg. 172
distributeur à lèvres	II.1.6	pg. 26
écume	III.1.5	pg. 81
entraînement	II.2	pg. 26
flame directe	II.1.3	pg. 20
galvaniseur	II.2	pg. 26
goulotte	II.1.5	pg. 23
indice de qualité	II.4.2	pg. 43
inhibiteur	IV.1	pg. 123
laminage	II.1.4	pg. 21
lèvres (voir distributeur à lèvres)	II.1.6	pg. 26
lignage	V.1.3	pg. 172
macaron	III.1.1; V.1.4	pg.54; pg.178
matières carbonées	II.1.3	pg. 20
mattes aléatoires	III.1.1	pg. 54
mattes de fond	I.3.3	pg. 10
mattes des nettoyages classiques	III.1.1	pg. 54
montées à gorge	V.1.3	pg. 172
nettoyages classiques	II.2.1	pg. 27
non-permanent	V.1.5	pg. 180
non-prévisible	II.4.1	pg. 42
outillage de fond	II.1.5	pg. 23
oxydant	II.1.3	pg. 20
pains des mattes	II.2.1	pg. 27
permanent	V.1.5	pg. 180
point de rosée	II.3.1	pg. 30
pourcentage ouverture	II.3.1	pg. 30
poussières de zinc	V.1.3	pg. 172
réaction de galvanisation	IV.1	pg. 120
recristallisation	V.1.3	pg. 172
relinçage	V.1.3, 5	pg. 172, 180
rouleau de fond	II.1.5	pg. 23
rouleau décambreur	II.1.5	pg. 23
rouleau stabilisateur	II.1.5	pg. 23

skin-pass	II.1.7	pg. 26
solubilité du fer	II.3.6.2	pg. 38
surépaisseurs des rives	V.1.3	pg. 172
sursaturé	II.3.6.2	pg. 38
tambour magnétique	II.1.3	pg. 20
test double-plier	IV.3.1	pg. 126
test scotch	IV.3.1	pg. 126
thermocouple différentiel	II.3.6.2	pg. 38
tridimensionnel	V.1.5	pg. 180
zinc tiré	V.1.4	pg. 178
zone fraîche	V.1.4	pg. 178

ANNEXE 1

Modifications de l'installation de galvanisation

Nous avons modifié en partie l'équipement de la Ligne A et son fonctionnement lors de cette étude afin d'améliorer les performances ainsi que d'élucider les phénomènes dépendants de celles-ci.

Cloche

Nous avons introduit une trappe dans la cloche afin de pouvoir nettoyer en l'intérieur. Celle-ci permet un accès à la bande dans la cloche sans nécessiter un refroidissement du four. On l'ouvre à chaque entretien (c-à-d, toutes les deux semaines) pour enlever les mattes de la cloche. Lors des premières opérations, des quantités importantes de mattes ont été retirées, mais avec le système d'un nettoyage toutes les deux semaines, il y en a eu nettement moins, (mais il y en a toujours beaucoup et de taille importante). Il est possible de beaucoup apprendre en observant les mattes dans cette cloche et une étude systématique se poursuit.

Clocheton

Comme mentionné précédemment, le clocheton a été modifié pour faciliter les nettoyages. Premièrement un volet a été placé sur la face antérieure pour permettre une évacuation de la couche visqueuse qui était apparemment plus perturbatrice de ce côté. Ce volet triangulaire est fermé à chaque extrémité afin d'assurer une étanchéité satisfaisante en position du fonctionnement normal ou lors de l'évacuation de la couche visqueuse. Cette étanchéité est obtenue grâce au dessin qui maintient toujours un côté dans le bain (figure II.2.3). Bien que des difficultés de dilatation, de place, et d'attaque par le zinc aient offert des épreuves à surmonter, ce volet a donné satisfaction et permet de bien contrôler l'évacuation de la couche visqueuse.

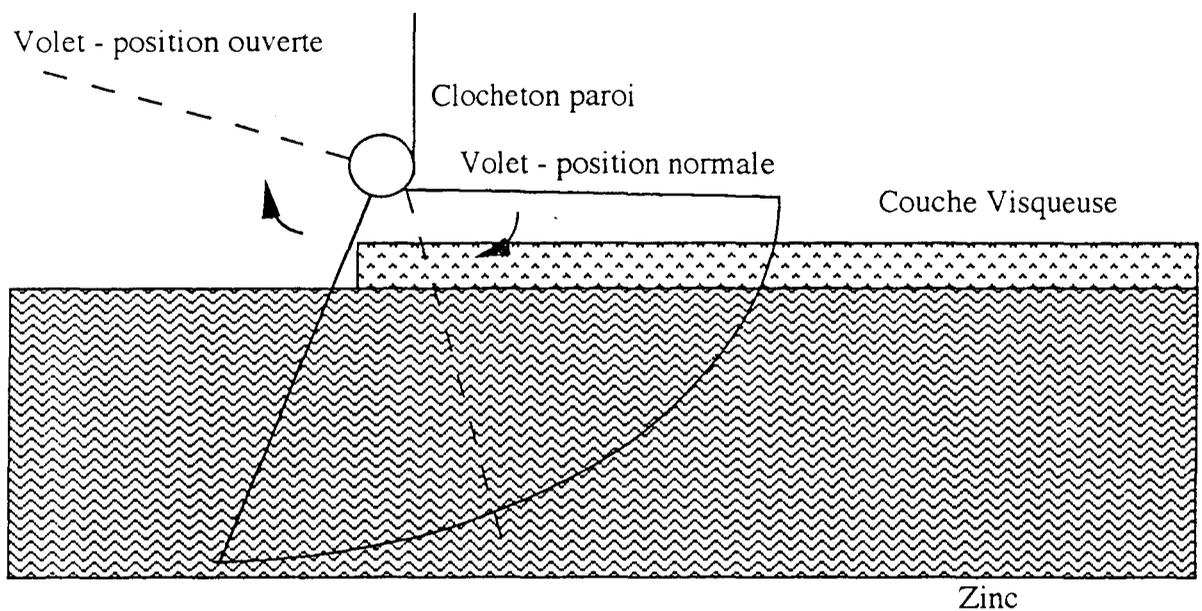


Figure II.2.3. Schéma de l'étanchéité du volet

ANNEXE 2

Gestion informatique des données

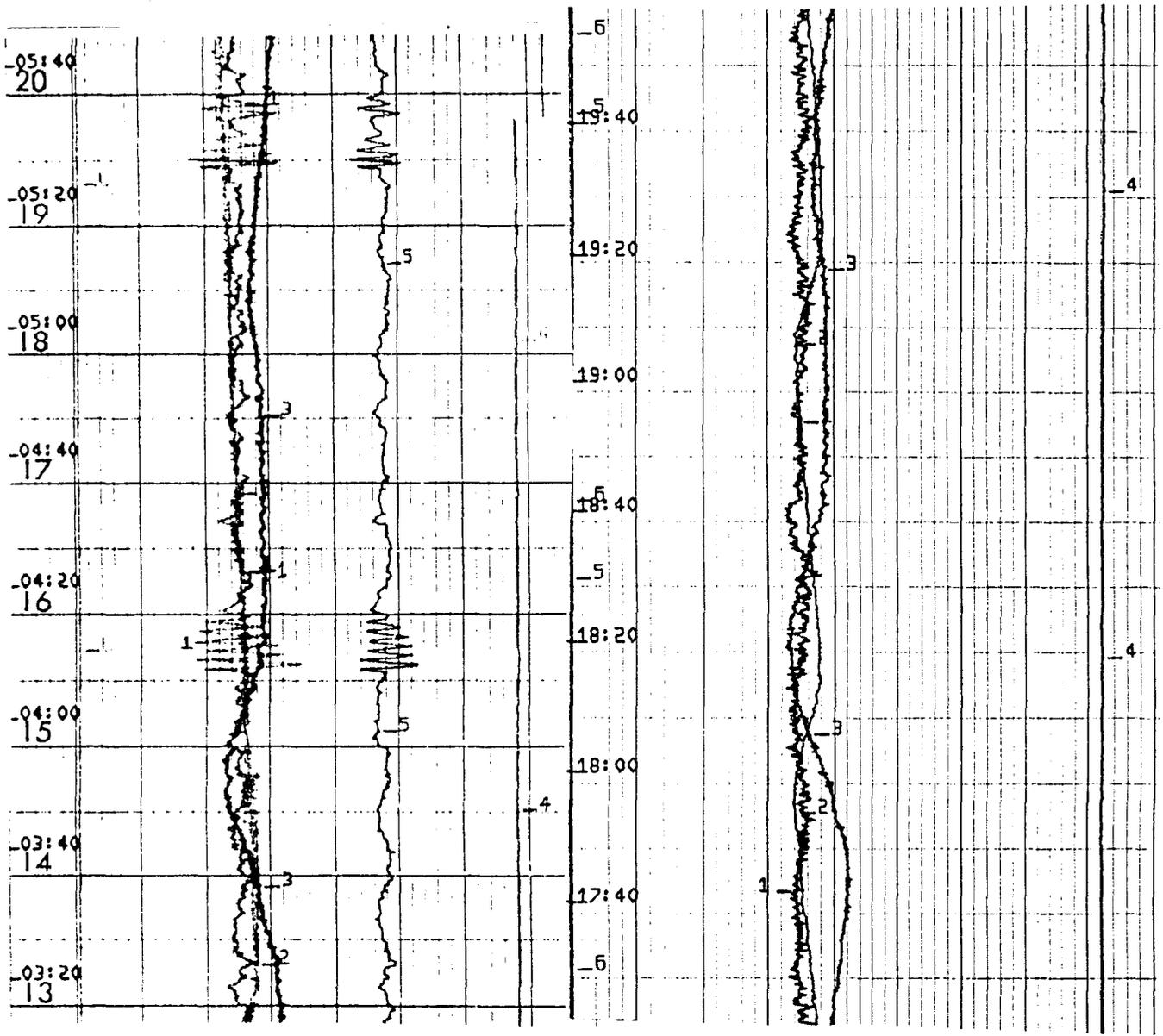
Grâce au suivi des mesures simultanées, nous avons pu mettre en évidence plusieurs régulations qui ne fonctionnaient pas comme prévu, notamment la boucle de régulation des jets de refroidissement et la régulation de la vitesse de ligne (détaillées plus bas). Cependant, cette amélioration avait été obtenue par une intervention manuelle, ce qui ne pouvait constituer une solution définitive. La Ligne A prit alors la décision de mettre en œuvre un système semi-automatisé exploitant un Dimelco DATATAKER 500 centrale des mesures. Les résultats en sont plus révélateurs encore. Nous décrivons simplement deux exemples de ceux-ci par la suite parce qu'ils sont trop nombreux et complexes pour figurer ici.

Exemple 1

La figure II.3.1.2a montre la vitesse (V) en train de changer prématurément pour faciliter le traitement de la bande dans la section peinture. Ce changement quoique utile pour la peinture étaient désastreux pour la galvanisation. La réaction de l'ouverture des jets et celle du chauffage du four étaient trop lentes pour réagir, provoquant la oscillation cerclée sur de température de bande en bas de cloche, juste avant que la bande plonge dans le bain. On constate que ce "**pompage**" a systématiquement provoqué un défaut de mattes. Pour éviter ce phénomène, nous avons depuis rendu la **boucle de régulation** de la réaction des jets plus rapide comme le montrent les résultats cerclés sur la figure II.3.1.2b.

Exemple 2

Ce nouveau système a pu démontrer, entre autres, l'influence des recuits à plus forte température qui ont été faits environ deux fois par mois sur un des produits FFM. Ceci se traduit par une dégradation systématique de la qualité du revêtement pendant les jours suivants à cause d'une remontée de mattes. Celle-ci se révèle attribuable à une insuffisance de puissance dans le four pour permettre des changements de types de recuit si brutaux.



a

b

- 1 - température bas de cloche
- 2 - température bain
- 3 - température cuve de préfusion
- 4 - vitesse
- 5 - pourcentage d'ouverture des jets de refroidissement (sur 'a' exclusivement)

encerclées sont les zones dont les perturbations sont inacceptables

Figure II.3.1.2a et b. Enregistrements de la Ligne A. a) ceci montre les perturbations dues à un manque de rapidité dans la boucle de régulation du refroidissement de la bande. Ceci provoquait des mattes. b) ceci montre le même système après modification de cette boucle de régulation.

ANNEXE 3

Les Mesures de Variation

Armé d'une telle évaluation qui représente ce que l'on voulait améliorer, il est maintenant possible de décomposer les facteurs. Cet effort se poursuit, et par conséquent on ne présentera que deux exemples pour en montrer l'utilité.

Exemple 1

En cherchant les facteurs prédominants à la qualité du revêtement, aucun facteur n'influçait tout seul l'indice de qualité d'une manière systématique, sauf un, la concentration de produit dégraissant. Celle-ci est, par contre, régulé en fonction de la lecture du conductivimètre. Celui-ci régule l'addition automatique du produit dégraissant pour maintenir une certaine conductivité. Bien que la conductivité et la température puissent être mesurées en continu, tous les paramètres dépendent l'un sur l'autre. Si la pollution est basse et constante, la concentration ne dépend que sur la conductivité et la température.

La figure 3.1 présente la concentration dans le prédégraissage (petits croix) et dans la dégraissage (petits triangles) à côté de l'indice de qualité. La croissance brutale des pics de concentration correspondaient souvent aux périodes d'un indice bas, mais pas toujours. La conductivité prélevée dépend naturellement de cette concentration, mais aussi de la pollution dans le dégraissage. En fait (bien que nous simplifions un peu) quand la pollution était basse et la concentration haute (mais pas trop haute) nous avons très souvent un indice bas. Cette relation est vraiment plus complexe et n'est pas dans le cadre de cette thèse, mais cet exemple met en évidence l'utilité de l'indice de qualité ainsi que l'importance de l'état de surface de la bande pour la génération de défauts dans le revêtement de la Ligne A. Ce sujet est repris au chapitre IV.

Exemple 2

L'indice de qualité - au lieu de détecter une aberration, on peut aller dans l'autre sens. Il est possible de voir si une modification apporte une amélioration. L'introduction de buses d'eau à haute pression dans le rinçage du dégraissage (§IV.4.4) a transformé l'indice de qualité en diminuant fortement les limites statistiques comme montré sur la figure 3.2.

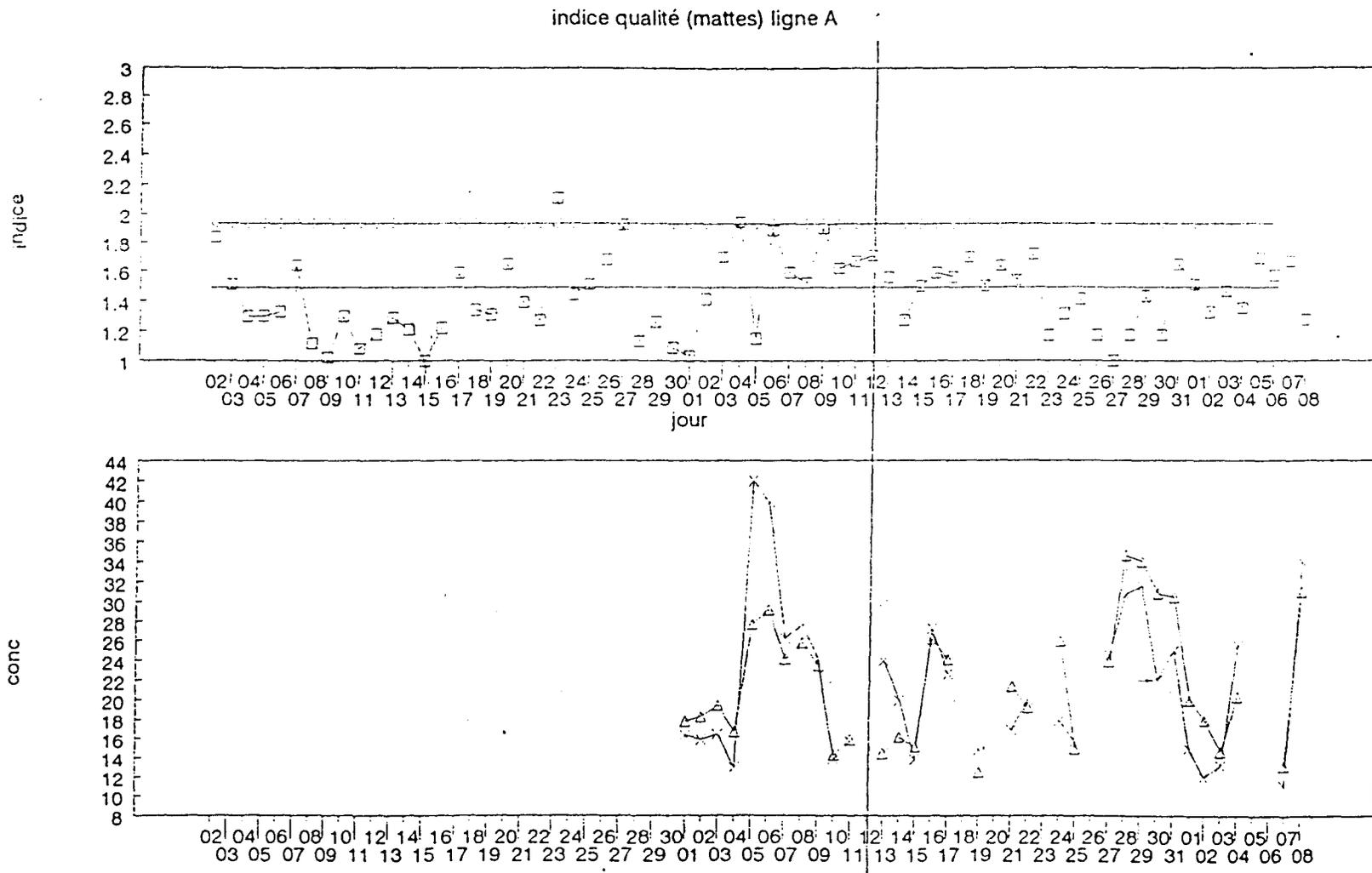


FIGURE 3.1

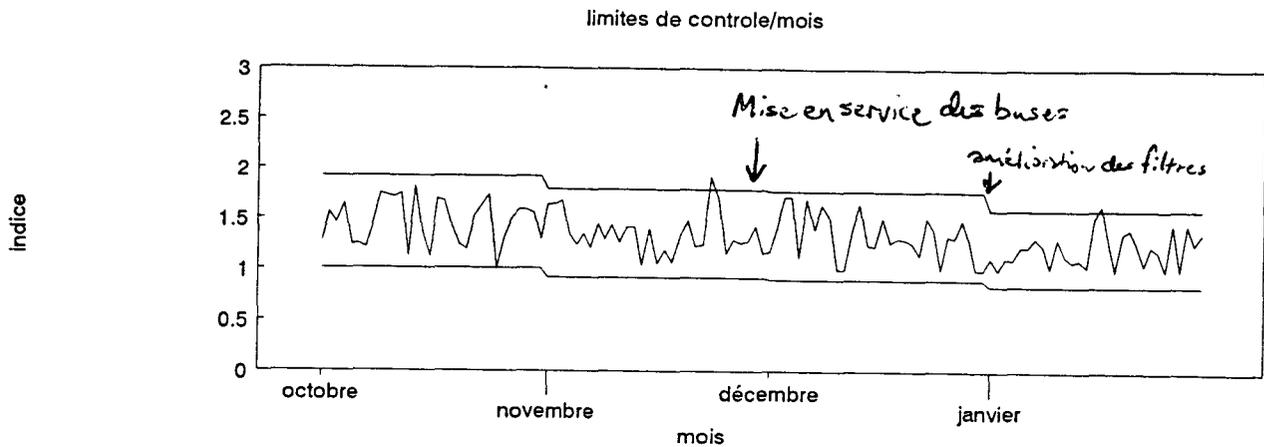


FIGURE 3.2

ANNEXE 4

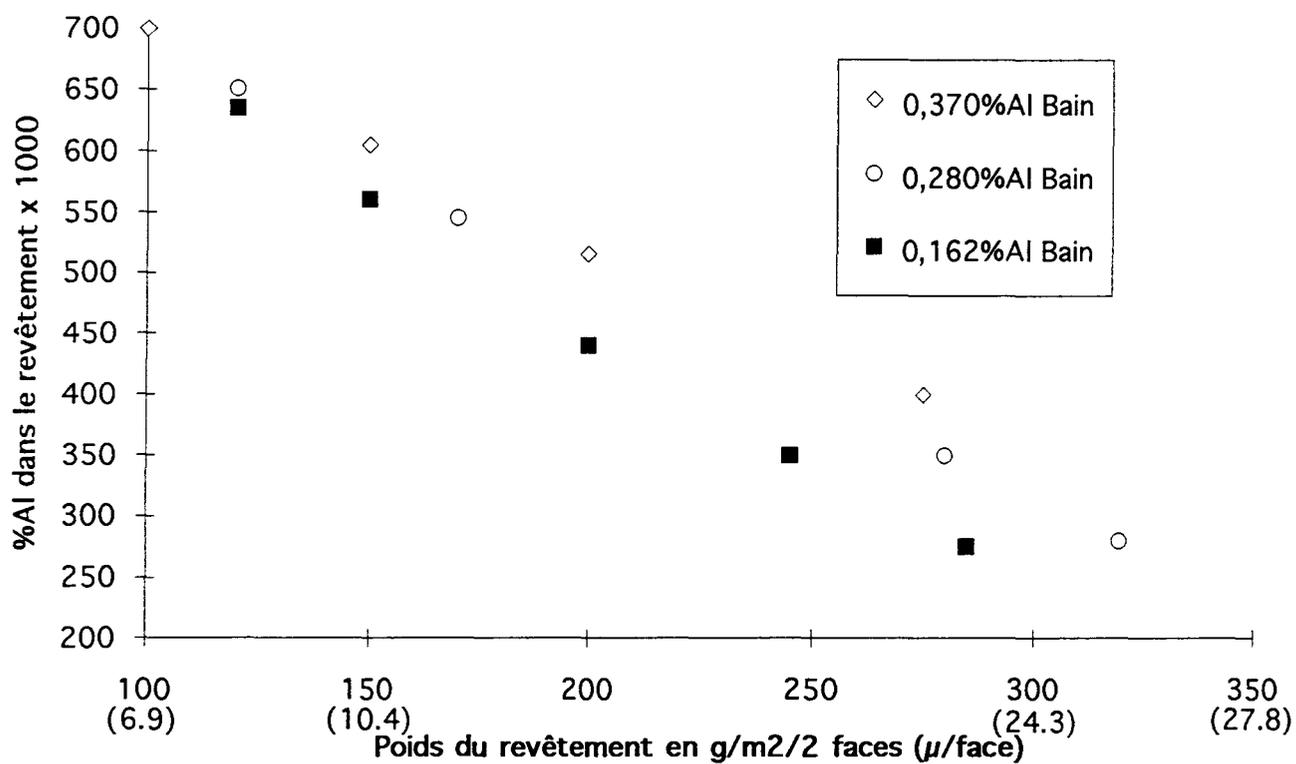
La teneur en Al du revêtement - Ligne II

A titre de comparaison, la Ligne II de la FFM est plus intéressante. En effet, la température du bain est changée pour des produits différents ainsi que la vitesse de la ligne, contrairement à la Ligne A. Par conséquent, la température du bain (T_b), ainsi que le poids du revêtement (P_r), se montrent capable d'influencer la teneur en aluminium dans le revêtement. L'épaisseur de bande (E) n'a qu'une faible influence (probablement due aux changements de temps d'immersion et de température pour les fortes épaisseurs). La largeur, la vitesse et la température de bande (pour les gammes opérationnelles) se montrent sans influence. Les résultats pour la correspondance donnent la suivante:

$$\bullet \quad \%Al \times 1000 = -1767 + 5.03T_b - 1.02P_r + 0.525E.$$

Une comparaison des valeurs d'aluminium dans le revêtement entre celles calculées à l'aide de cette formule et celles mesurées pour la Ligne II donne un r^2 de 0,94. La figure II.3.5.3.1b illustre l'influence de la teneur en aluminium dans le bain et du poids de revêtement sur la teneur en aluminium dans le revêtement pour la Ligne II. Ces courbes semblent se poursuivre asymptotiquement vers les teneurs d'aluminium dans le bain et commencer probablement à des teneurs en aluminium qui sont celles contenues dans la couche inhibitrice, comme proposée par DUBOIS[de Cockerill Sambre S.A. communication personnelle, 6/6/92] (figure II.3.5.3.2). Cette différence de pente peut facilement être attribuée au temps d'immersion (par exemple, les différences de vitesses entre les lignes), à l'état de surface de la bande, au nombre d'échantillons à faible épaisseur de revêtement (plus forte est le poids de zinc, plus faible sont les variations de teneur en aluminium), aux méthodes d'analyses, à la température de galvanisation, etc.

Figure II.3.5.3.1b. %Al dans le revêtement en fonction d'Al da le bain et le poids du revêtement - Ligne II.



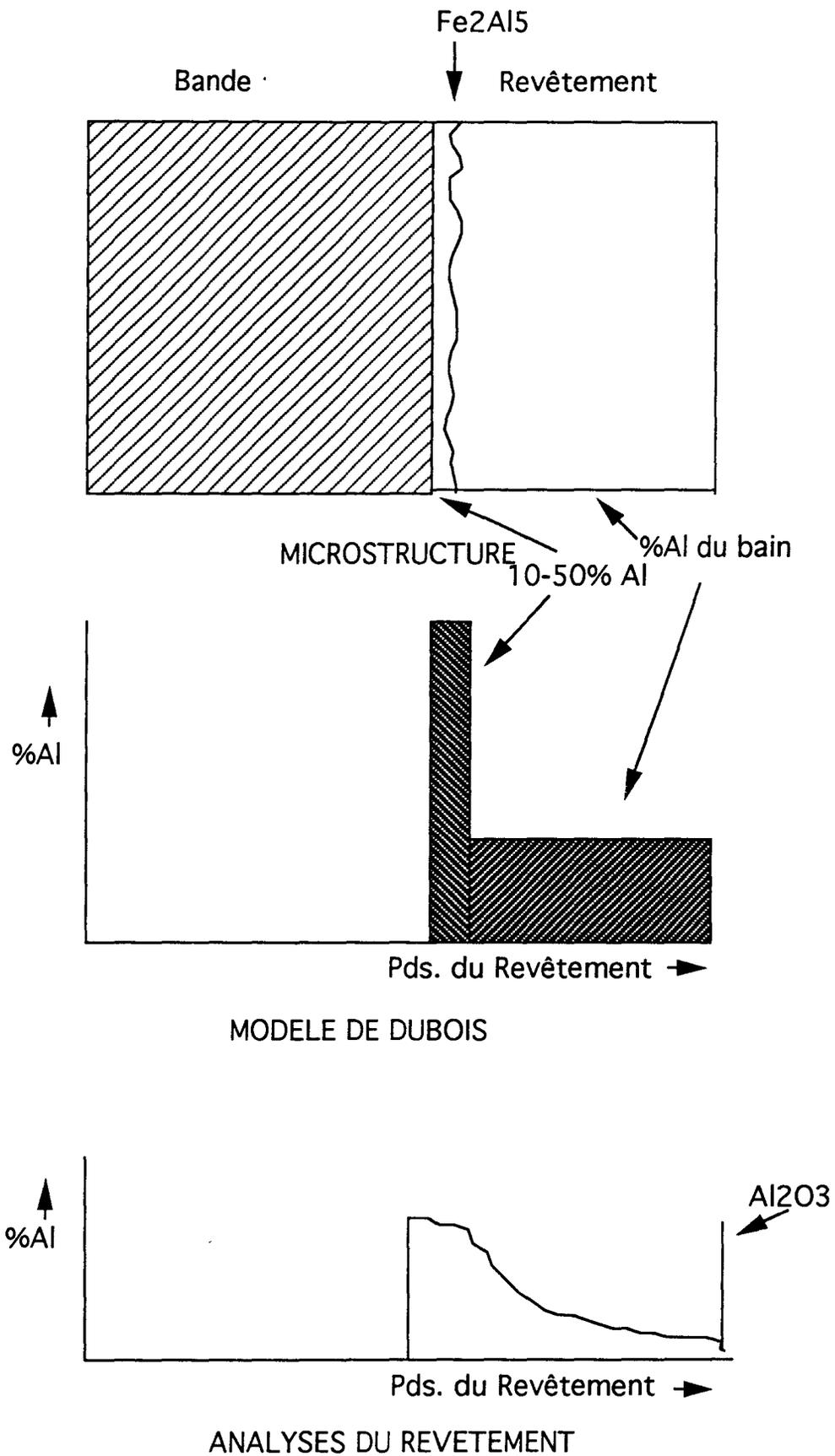


Figure II.3.5.3.2. Schéma des analyses du revêtement comparé à la microstructure et au modèle de Dubois.

ANNEXE 5

Méthodes d'analyse

1. Temperature Testing: This was performed with regular and differential thermocouples. It was necessary to remove dross if it obstructed access to the sites earmarked for measurement. Thermocouples were of different shapes to permit access to the interior of the snout, the finishing chamber, etc. In sections where it was impossible to see the location of the thermocouple point (namely inside the snout), all locations were set relative to the bath surface detectable by severe temperature drop-off on leaving bath. Temperature was measured using two thermocouples concurrently calibrating off of each other where possible as well as by differential thermocouple of a meter between measuring points. All thermocouples were calibrated against the production line thermocouple accurate to $< 1^{\circ}\text{C}$. The only doubts remaining are at the surface of the bath inside the finishing chamber, at the surface inside the premelt feed tube (both were limited to just below the surface by equipment obstruction); and the exact distances within the snout which was only certain to the nearest 2 cm.

2. Dross Sample Acquisition: Although fancy apparatus are used, the best results are obtained using a small ladle preheated in the bath and careful recovery at the appropriate time and place. Poor sampling technique is readily visible by clues such as premature surface skin breaks, etc. Sometimes, the wait for the correct sampling time is a year, as for samples from within the snout which require a full maintenance line stop.

3. Scanning Electron Microscope (SEM) Procedure for Dross Composition: Standard SEM sample preparation techniques were required, then EDS measurements were taken on at least 5 separate dross samples in each case, the mean and standard deviation being subsequently calculated from the raw values.

4. Dross Dissolution Experiments: A piece of iron was soaked in each of a series of crucibles of liquid Zn-0.5Al for different times and temperatures. The sample from the photo was held for over ten hours at 650°C , until all the soluble Al was completely depleted.

5. Chemical Testing for Aluminum in Coating: This is basically a weigh-strip-weigh method. A 7cmx7cm square (restricted by the 8cm dissolving receptacle) was cut from the strip and varied along width and other parameters to assure a representative sampling. The stripping step used a 50% HCL solution with a Hexamethylene inhibitor - tetramined to 3.5g/l to prevent attack of the strip. Then, 10ml of K_2CO_3 is added to assist ionization. The composition of the coating is then analyzed using the Perkin-Elmer method described below.

6. Chemical Testing for Bath Aluminum: Ladle samples of the bath are acquired and drillings from the center of the sample are dissolved in an HCL solution. Then, 10ml of K_2CO_3 is added to assist ionization. The samples are then tested using a standard Perkin-Elmer 2280 and the associated techniques. Laboratory round-robin and other techniques confirm this method

to be accurate to better than $\pm 0.01\%Al$. All Al values in the experiments were measured against Fe values to check for dross interference.

7. Surface Aluminum Test Method-Production: Standard ladle sample were taken to obtain premelt and bath chemistries during the experiment. Sites with heavy dross build-up (namely the premelt feed site) were cleaned as much as possible, since it was impossible to completely clean the site while premelt fed in. Then, using disks with handles, surface specimens were taken. The principle is simple. The stainless steel disks 9.5cm in diameter by 3 cm thick at ambient temperatures placed on the surface of the bath freeze instantaneously a disk of bath zinc. A problem arose pulling the disk out of the bath because it did not stick to the disk. Instead, used spatula fashioned, the disks pulled out surface specimens successfully. It was possible to see the ~ 0.5 mm thick sample being taken, so that the technique was relatively easy to use. Provided not too many samples were taken by one disk, the samples could be easily removed from the disks, and the disks reused. The samples were then tested using the same Perkin-Elmer testing system described above.

8. Surface Aluminum Test Method-Laboratory: Two silicate tubes 10 mm dia. were filled respectively with solid pieces of zinc with different Al contents depending on the desired final content, dross particles being avoided as much as possible. Any oxide skins that might form were pierced and stirred only once at initial melting and then the tubes were maintained at temperature for various durations and quenched to fix the structure. Samples for chemical testing were taken at various depths. The temperature distribution was monitored with thermocouples at various heights, and though not always perfectly constant, the surface of the samples were never hotter than the middle.

LES BILANS MATIERE

A partir des mesures et des techniques décrits plus haut, le manque de certaines informations critiques nous a conduit à procéder à des bilans. Ceux-ci permettent de trouver par déduction ce qui manquait ainsi que de montrer l'évolution du procédé. Les questions auxquelles les bilans pouvaient répondre étaient nombreuses. Quelques exemples en sont :

- 1) Combien de mattes sont fabriquées?
- 2) Combien de mattes sont emmenées par la tôle?
- 3) Quel est la répartition de l'aluminium (dans les mattes, dans le bain, etc.) sur la ligne?
- 4) Quelle quantité de fer est fournie au bain par la tôle?

Plusieurs réponses à ces questions ont été tentées avec succès, mais il n'est pas important de tout détailler ici. Cependant, certains bilans principaux méritent d'être mentionnés parce qu'ils montrent l'évolution du procédé grâce aux modifications venant de cette étude. Dans l'exemple plus bas, nous allons répondre aux premières deux questions (la quantité de mattes produites et celles emmenées par la tôle) avant et après des améliorations du contrôle de la conductivité des bains de dégraissage (§II.4.3).

Il faut souligner que ces bilans ne sont pas souvent faciles à réaliser du fait des fluctuations habituelles intervenant sur une ligne de production. C'est pour cela que cette étude a choisi une période de deux semaines afin d'éliminer les fluctuations les plus perturbatrices. Celles-ci sont plus notamment les entretiens (trop de pertes lors des nettoyages de l'équipement et la réalimentation de la bande par exemple) et les différences entre les galvaniseurs (deux semaines permet une sorte de moyenne des performances de ceux-ci). Il faut néanmoins se rendre compte que maints problèmes peuvent se manifester durant deux semaines: l'appareil de mesure se casse, des informations se perdent, etc., qui peuvent aussi fausser les résultats. Les bilans sont donc une solution faite d'autres. Les résultats obtenus sont utiles pour indiquer des tendances et des valeurs relatives, mais il existe maintes possibilités de variations ou d'erreurs non-maîtrisées. Par conséquent, on ne devrait jamais considérer un bilan comme étant une preuve définitive.

Enfin, le principe d'un bilan est relativement simple. Il faut connaître ce qui entre et ce qui sort du système, mais il faut bien le définir. La section II.5.1 décrira le bilan de zinc et d'aluminium pour démontrer l'efficacité de la Ligne A pour définir un paramètre de la production des mattes en général, et la partie de celles-ci entraînée par la bande. Ensuite, celui-ci est comparé à un bilan plus récent afin de montrer l'évolution du procédé.

Quelques essais

A titre d'exemple, le premier bilan matière a servi de montrer son utilité et de donner *a priori* un point de référence à comparer à l'indice de qualité. La première étape est naturellement de définir les entrées et les sorties du système.

Les entrées pour le zinc

lingots de zinc,

hauteur dans la cuve (qu'on vérifie d'être constante au bout de 2 semaines à l'aide d'une règle liée à un "flotteur")

Les sorties pour le zinc

zinc sur la tôle,

zinc dans les plateaux de nettoyage du bain

Les entrées pour l'aluminium

aluminium dans les lingots

aluminium dans la cuve

Les sorties pour l'aluminium

aluminium sur la tôle

aluminium dans les plateaux

Cela nous permet de calculer les bilans suivants:

BILAN 1

lingots introduits: 114000 kg

teneur aluminium dans les lingots: 0,52 %

zinc emporté par la tôle: 106273 kg

teneur moyenne en aluminium dans la cuve de travail: 0,165 %

zinc + mattes retirées (plateaux): 2358 kg

aluminium sorti dans revêtement (§II.3.5.3): 407,59 kg

ZINC:

zinc introduit - zinc retiré: 5369kg soit l'écart: 4,71 %

ALUMINIUM:

aluminium introduit: 592,8 kg

aluminium retiré sous forme de mattes (par déduction): 185,21 kg
ce dernier transformé en poids de mattes (supposant 20% Zn massique dans les mattes,
mais tout l'aluminium est converti en mattes - voir §III.1.3) : 463,02 kg
soit: 19,64 % du poids des plateaux

Sachant que les analyses précitées (§II.3.2.1) ont donné environ 10% de mattes dans les plateaux, il est maintenant possible de supposer que les mattes retirées par la bande font la différence. Ceci a conduit à définir un facteur de comparaison pour l'indice de qualité. Celui-ci est à minimiser, mais, bien sûr, n'est pas une valeur exacte puisque la quantité de mattes dans les plateaux n'est pas connue avec précision.

En affinant notre technique à l'aide d'automatisation (centrale des mesures §II.3.4) combinée aux améliorations du contrôle de la conductivité des bains de dégraissage (§II.4.3 - exemple 1), le bilan aboutit en le suivant:

BILAN 2

lingots introduits: 119000 kg
teneur en aluminium dans les lingots: 0,526 %
zinc emporté par la tôle: 112943 kg
teneur moyenne en aluminium dans la cuve de travail: 0,16 %
zinc + mattes retirées (plateaux): 2790 kg
aluminium sorti dans revêtement (§II.3.5.3): 447 kg

ZINC:

zinc introduit - zinc retiré: 3267 kg soit précision: 2,75 %

ALUMINIUM:

aluminium introduit: 625,94 kg
aluminium retiré sous forme de mattes: 178,94 kg
ce dernier transformé en poids de mattes (supposant 20% Zn massique dans les mattes,
mais tout l'aluminium est converti en mattes - voir §III.1.3) : 447,35 kg
soit: 16,03 % du poids des plateaux

On voit que celui-ci est nettement plus précis que le précédent (2,75% par rapport à 4,71%) D'ailleurs, il est possible de voir que l'on a éliminé presque la moitié des mattes sur la tôle ($19,64 - 10 = 9,64\%$ à comparer à $16,03 - 10 = 6,03\%$). Celles-ci étaient autrement très difficile d'en tenir compte faute de mesure. Ceci est à comparer à l'indice de qualité durant la même période qui a baissé de 1,65 à 1,50.

Ce bilan sert alors à confirmer la tendance de l'indice de qualité. Nous voulons souligner qu'ils peuvent servir à mesurer autres phénomènes. Un autre nous a permis de repérer une perte d'aluminium dans la cuve de préfusion, par exemple.

ANNEXE 7

Les écailles et d'autres incrustations

Les écailles

Lors de certains arrêts de ligne, la bande se trouve en train de mijoter dans le bain pour une durée importante. Les galvaniseurs la font déplacer toutes les 20 minutes afin d'empêcher une attaque trop conséquente de la tôle. Un revêtement important (0,9 mm) se forme sur celle-ci. L'analyse par diffraction rayons X détermine que la phase créée dans ce revêtement est gamma (figure 7.1).

Les rouleaux

Une croissance importante des mattes se manifeste sur les rouleaux de fond (figure 7.2). Emprisonnée pendant une période de deux semaines, une forte quantité de mattes est en contact très intime est maintenue à température. Cette considération explique facilement selon notre théorie l'explosion de taille de ces mattes.

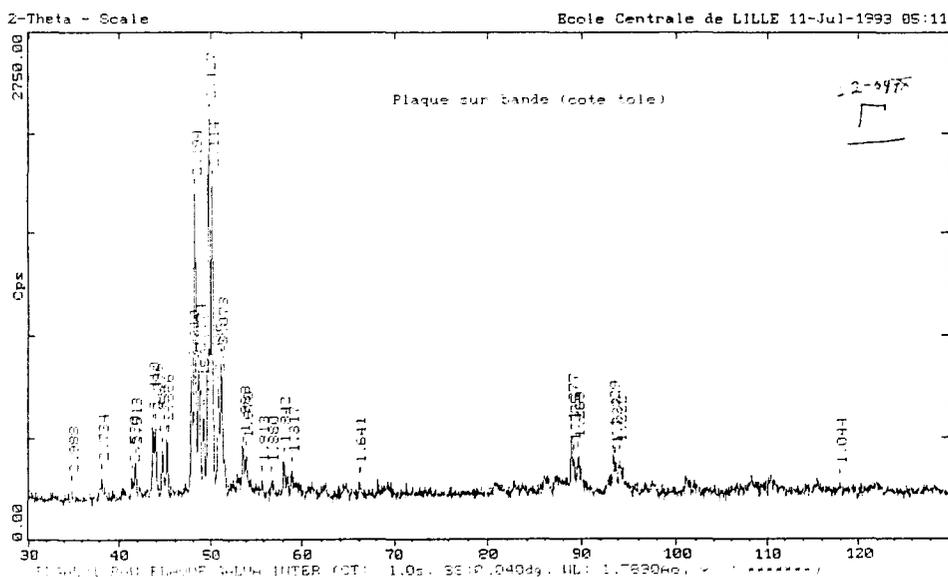


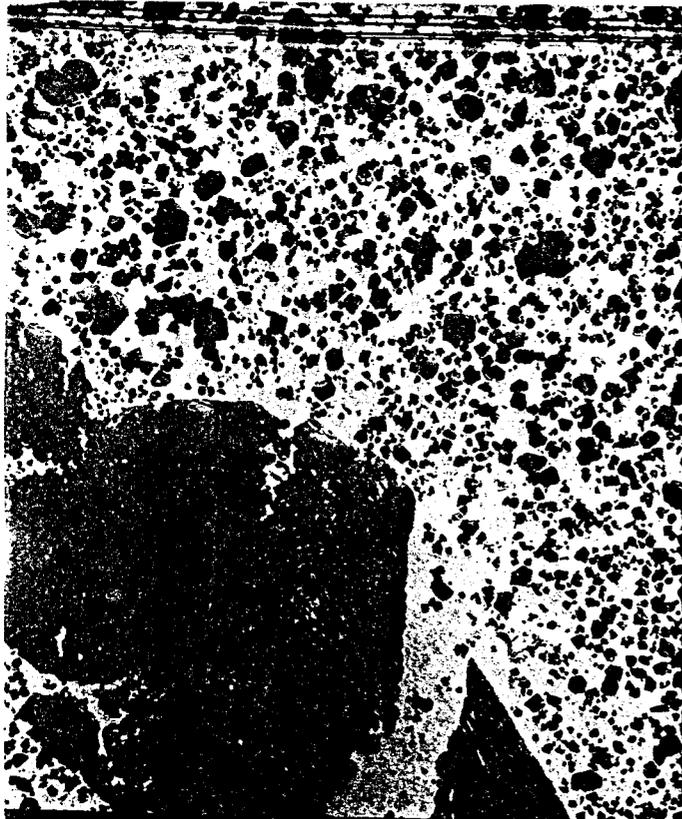
Figure 7.1



310978 15KV X50.0 .60mm

PHOTO N°

COMMENTAIRES



310979 15KV X100 .30mm

PHOTO N°

COMMENTAIRES

Figure 7.2

ANNEXE 8

Le diagramme métastable à très courte durée

Afin de mettre cette idée au point, reprenons d'abord les imperfections des théories actuelles.

- 1) On pense généralement qu'il y a une sursaturation continue en fer des bains de galvanisation par rapport aux diagrammes de phase Fe-Zn-Al existants qui sont stables (ou métastables). Ceux-ci ne sont pas alors satisfaisants pour expliquer les phases présentes en galvanisation en continu.
- 2) Nos résultats mettent en évidence trois microstructures distinctes du revêtement en fonction de temps d'immersion, de la température absolue et de la teneur en aluminium:
i) δ (couche continue) + liquide, ii) Fe_2Al_5 (couche continue) + liquide et iii) la phase D (δ dans les cristaux) + Fe_2Al_5 (intermétallique Fe-Zn-Al riche en aluminium) + liquide.
- 3) Cette dernière microstructure (iii) (celle découverte par KIUSALAAS ET AL) peut coexister (et bien sur celle du milieu aussi) avec des mattes, tandis que la première (i) non.
- 4) Lorsque l'on consomme (figure IV.4.1.9b) l'aluminium, normalement disponible pour faire une couche complète, sous forme de mattes flottantes, on obtient la phase D et non une couche de δ ou une arborescence.

Il est possible que ces réactions subies soient déjà terminées avant de pouvoir appliquer le diagramme métastable de TISSIER. Supposons que l'on construise un nouveau diagramme "à très courte durée" extrapolant les diagrammes de TISSIER pour des temps plus courts, la phase δ serait vraisemblablement plus étendue ainsi que η (le liquide). La phase dzeta serait donc diminuée. Fe_2Al_5 est légèrement plus grand et décalé comme indiqué dans la figure IV.3.2.3. Aux températures plus élevées, la frontière de la zone triphasée est ainsi décalée légèrement vers le haut et tourne légèrement dans le sens des aiguilles d'une montre.

Essayons ce modèle. Le liquide du bain a atteint la solubilité du diagramme stable (1) en étant longtemps en équilibre (Point A sur la figure IV.3.2.4). A ce moment, le liquide se trouve au contact d'une tôle avec laquelle il n'est pas en équilibre stable, créant plutôt des conditions schématisées par le nouveau diagramme à très courte durée (2). Afin de rétablir l'équilibre, le fer de la tôle se dissout, "déplaçant" le point A en A'. Ceci mettrait le point A' dans la zone δ -liquide de notre diagramme, formant alors une couche de δ dans le revêtement. Les conditions changent en fonction du temps "allant" vers le diagramme métastable de TISSIER (3). Au fur et à mesure, les frontières "reculent" vers leurs positions métastables, faisant tomber A' dans la zone triphasée et puis éventuellement

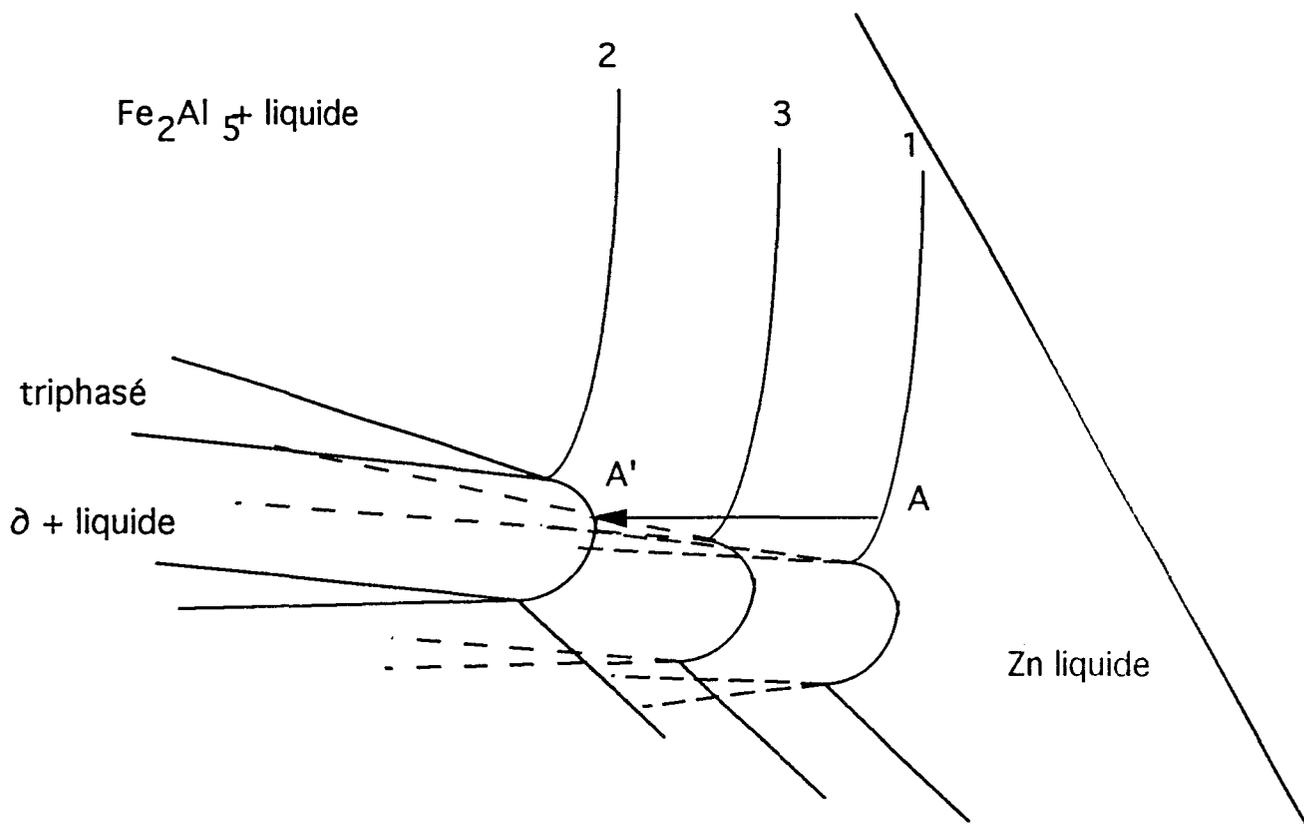


Figure IV.3.2.4. Schéma de la transformation du diagramme (coin riche en zinc) dans des conditions de très courte durée pour le temps d'immersion. Le "déplacement" de la limite de solubilité en fer et en aluminium en fonction du temps. 1=stable, 2=nouvelle étape, 3=métastable [8].

celle de Fe_2Al_5 -liquide pour des durées plus longues encore. Ceci entraîne une dissolution du delta qui n'est plus en équilibre avec le liquide, mais non d'une manière nette. Le système passe par une période d'enrichissement/appauvrissement des éléments qui rendrait le revêtement instable - en train de se dissoudre et de se rétablir ou de précipiter. Ceci se traduit par une fluctuation autour de la zone triphasée, transformant la microstructure en l'étendu très local d'une phase, permettant une autre phase très voisine. Ceci peut exister tout le long de l'interface instable (ie. les petits cristaux).

HORSTMAN et CAMERON ET ORMAY ont également remarqué cette microstructure, et HORSTMAN, lui aussi, l'a nommée triphasée. Cela provoquerait une diffusion de fer de plus en plus importante car la vitesse de dissolution en régime triphasée est rapide. La réaction est linéaire, puisque elle ne forme pas de façon stable un produit de réaction (δ par exemple) qui puisse s'entreposer entre la tôle et le bain. Avec le déplacement dans le temps de la limite de solubilité, on forcerait une sursaturation en fer du liquide.

A plus faible teneur en aluminium dans le bain que sur le point A, le revêtement passe donc du domaine δ -liquide au domaine triphasé. Lors du déplacement du domaine liquide, cela met la zone voisine de la tôle à faible temps d'immersion en équilibre triphasé au lieu de Fe_2Al_5 -liquide (jusqu'à une certaine teneur/durée d'immersion, le "seuil"), où on consomme davantage la bande en Fe_2Al_5 . Le domaine triphasé favorise la dissolution et la formation de mattes, bien au-delà des limites de solubilité de BELISLE ET AL [28]. Lorsque l'on surmonte ce seuil, on obtient un équilibre Fe_2Al_5 -liquide, qui consomme nettement moins d'aluminium sous forme de mattes, et on forme une mince couche continue visible (quoique difficilement) comme montré sur la figure IV.3.1.9c. Elle s'épaissit en toute probabilité en fonction de la teneur en aluminium.

Il est possible par contre que ceci provoquerait l'affaiblissement de l'adhérence du revêtement décrit plus haut (§I.3.2). Une couche continue épaisse d'un intermétallique fragile comme le Fe_2Al_5 peut facilement fissurer, produisant le décollement du revêtement. Et ceci d'autant plus fortement que la couche est importante.

