

## Etude et caractérisation d'une tôle d'acier émaillée

S. Mendil<sup>(1)</sup>, S. Amirouche<sup>(2)</sup>, H. Messaoudi<sup>(1)</sup>, M. Hadjazi<sup>(1)</sup>, S. Azem<sup>(1)</sup>,

<sup>(1)</sup>Département de Génie Mécanique, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Hasnaoua  
BP17, 15000. Algérie,

<sup>(2)</sup>Centre de recherche scientifique et technique en analyses physico-chimique (CRAPC),  
BP384, Zone Industrielle Bou-Ismaïl RP42004, 42004 Bou-Ismaïl, Tipaza, Algérie,

[smendil@yahoo.fr](mailto:smendil@yahoo.fr)

[Amirouche.saifi@crapc.dz](mailto:Amirouche.saifi@crapc.dz)

### Résumé

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'émaillage d'une tôle d'acier décarburée, et à sa caractérisation par Microscopie optique, Microscopie électronique à Balayage (MEB) et résistance au choc d'un point de vue mécanique. L'opération d'émaillage s'est réalisée à une température de cuisson de l'ordre de 830°C sous air. Les résultats obtenus ont montré la formation de différentes couches d'émail à savoir une couche d'autonettoyant, une couche de masse et une couche de couverte qui s'adhèrent sur la surface de la tôle d'acier, grâce à des liaisons chimiques, comportant ainsi des bulles d'hydrogènes emprisonnées à l'intérieure de la couche d'émail.

**Mots-clefs :** Emaillage, acier décarburé, bulles d'hydrogène, Microscopie Electronique à Balayage (MEB).

## 1. Introduction

Les traitements et revêtements de surface constituent actuellement un des moyens essentiels pour améliorer les propriétés fonctionnelles des métaux, notamment la résistance à l'oxydation et à la corrosion, la tenue à la fatigue, la résistance au frottement et à l'usure [1], sans oublier la couleur et l'aspect esthétique. [2]

Parmi ces revêtements, l'émaillage sur des tôles d'aciers qui consiste à déposer sur une surface d'acier de qualité adéquate et préalablement préparée une ou plusieurs couches d'email, l'email qui est un mélange de matières non organiques naturelles de la famille des verres, et de fondants ,coloré avec divers oxydes métalliques.

L'opération d'émaillage comprend généralement plusieurs étapes, préparation de la surface et préparation de la barbotine d'email, application de l'email sur la surface, séchage et enfin cuisson à haute température.

Aujourd'hui, l'opération d'émaillage sur acier est devenue un procédé de haute technologie nécessitant l'utilisation de produits de base très sophistiqué associé à des moyens de mise en œuvre élaborés. L'acier émaillé est donc un matériau répondant aux critères de la modernité : longévité, esthétique et hygiène [3].

## 3. Résultats et discussion

### 3.1. Analyse par Microscopie Optique

## 2. Procédure expérimentales

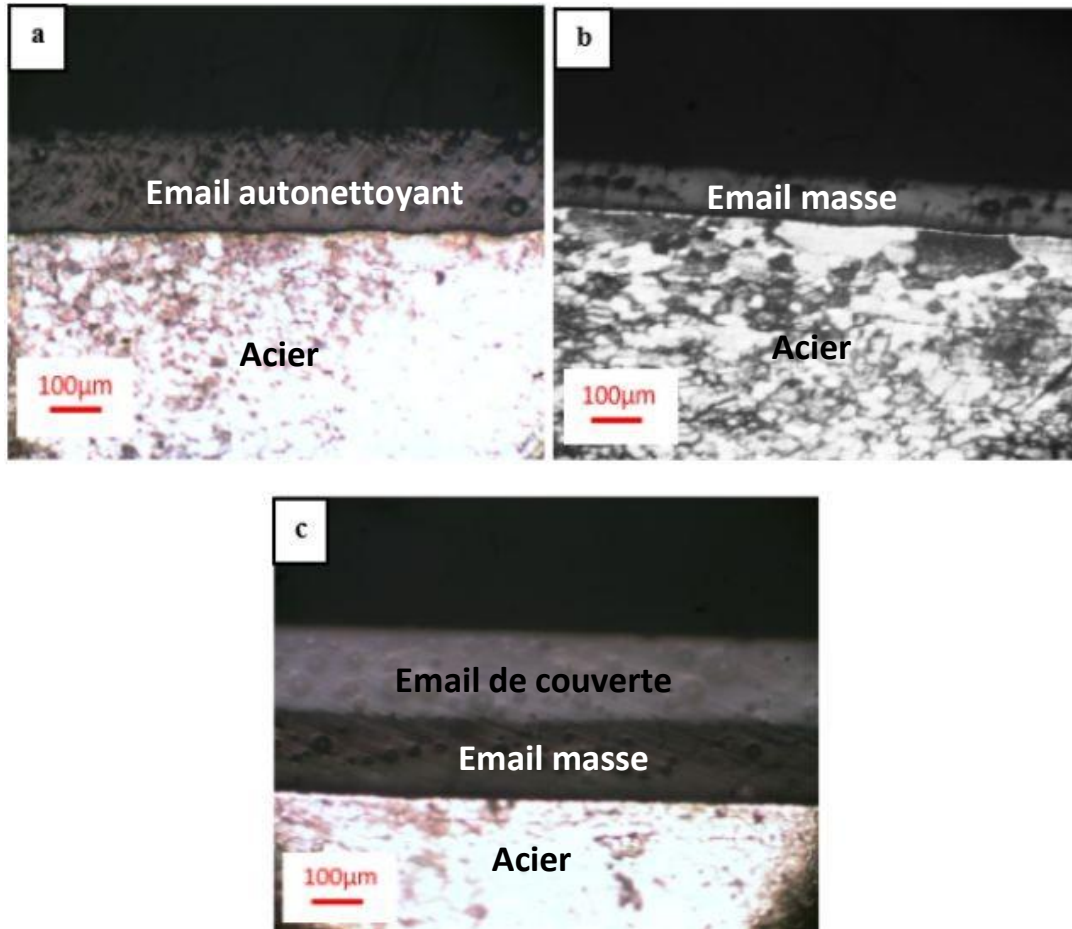
Dans ce travail, on a utilisé des tôles d'aciers décarburés émaillables de nuances **NF EN 10209 DC04 EK,m**, et de la poudre pour émaillage électrostatique. Avant émaillage, les tôles d'aciers ont subi au préalable un traitement de surface, soit un dégraissage, un décapage et un rinçage, suivi d'un séchage.

Après la préparation de surface, les pièces sont suspendues sur la chaîne en traversant une chambre qui contient des pistolets électrostatiques.

Un champ électrique est formé entre la buse et la pièce à émailler. Les particules d'email propulsées en dehors des pistolets par un flux d'air qui est chargé négativement (négative par rapport au générateur), migrent vers la pièce qu'est chargé positivement, après il y'aura un dépôt d'email sur la pièce. Et le surpoids de l'email conduit la poudre sur mailler a tomber. Ensuite les pièces sont destinées vers un four de cuisson. L'opération d'émaillage dépend de l'usage de la pièce : soit de l'email masse ou bien de l'email de couverte.

Une fois que les pièces sont émaillées, on procède à leur découpage, polissage, attaque chimique puis à leur caractérisation par microscopie optique, électronique et tester l'adhérence entre le métal et la couche d'email formée.

L'analyse par Microscope optique des tôles d'aciers émaillées nous a permis d'obtenir les différentes micrographies présentées ci-dessous,



**Figure.1.** Micrographies optiques des tôles d'aciers émaillées. (a) autonettoyant, (b) masse et (c) couverte.

Suivant les micrographies obtenues, on peut distinguer :

La couche d'acier,

Les couches d'email, à savoir :

- 📌 L'email autonettoyant
- 📌 L'email masse
- 📌 L'email de couverture

Ces couches d'email sont accompagnées par des bulles d'hydrogènes de différents diamètres. Elles sont réparties à travers toute la surface des couches d'email autonettoyant, masse et couverte.

D'après la bibliographie, une couche réactive à l'interface acier / email se forme, ce qui n'est pas le cas dans nos résultats, cela est dû probablement au temps de chauffage insuffisant de l'email.

La formation de ces différentes couches d'email est réalisée suite à un mécanisme de réactions d'oxydation et de diffusion des éléments contenus dans l'email et l'acier. Ce mécanisme se résume comme suit :

**En premier lieu : Oxydation du fer :**

En premier lieu, à environ 500°C à 550°C, il se produit une oxydation du fer à



En outre, l'hydrogène atomique provenant de l'humidité H<sub>2</sub>O diffuse dans l'acier et remplit les pièges présents dans l'acier. Cette solubilité de H<sub>2</sub> dans la ferrite augmente avec la température.

**En deuxième lieu : Fusion de l'émail et formation d'une couche semi perméable de l'émail**

Durant cette étape, entre 550 °C et 830 °C, l'émail passe à l'état liquide en formant une couche semi perméable ce qui conduit à la diminution des échanges gazeux avec l'atmosphère du four. Cette dernière provoque le piégeage d'hydrogène à l'interface métal/émail, ce qui conduit à la formation des bulles d'hydrogène qu'on qualifie de défauts appelé Coups d'Ongles.

**En troisième lieu : Adhérence de l'émail**

Dans cette étape, qui se déroule autour de 830 °C, une réaction d'adhérence se produit par réduction et précipitation des oxydes métalliques qui favorise l'adhérence à l'interface acier/émail. Cette adhérence est aussi favorisée par la rugosité de l'acier.

l'interface émail / acier provoquée par l'humidité et l'oxygène de l'atmosphère du four, par leur pénétration dans l'émail poreux suivant la réaction :

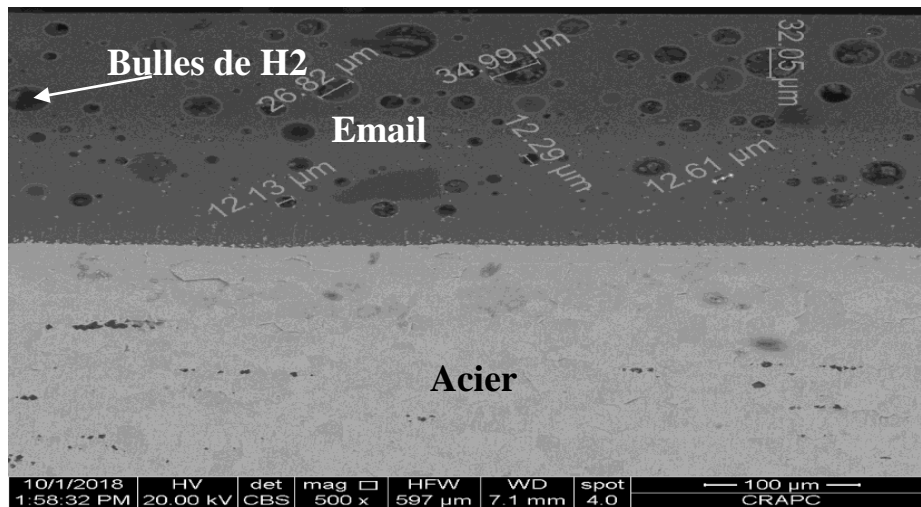
**En quatrième étape : Refroidissement et solidification de l'émail**

Dans cette dernière étape, un refroidissement de l'émail se produit. Il s'agit d'une solidification complète de l'émail, ce qui implique un arrêt total d'échanges gazeux et des réactions chimiques à l'interface acier/émail.

C'est durant cette étape de refroidissement que la solubilité de l'hydrogène (H<sub>2</sub>) dans la ferrite diminue, ce qui implique une sursaturation d'hydrogène dans l'acier, et qui ainsi provoque une accumulation de contraintes de compression dans l'émail, qui peut arriver à provoquer des éclats d'émail (déformations de la pièce).

**3.2. Analyse par Microscopie Electronique à Balayage**

L'analyse par MEB en mode électrons rétrodiffusés de la tôle d'acier émaillée de cuivre est représentée sur la figure qui suit :



**Figure.2.**Micrographie MEB au mode électrons rétrodiffusés de l'émail couvert montrant les bulles d'hydrogène dans la couche d'émail.

Suivant cette micrographie, on constate :

### 1. Deux couches avec deux contrastes différents :

Une couche avec un contraste clair, elle semble très brillante par rapport à son enrichissement en éléments lourds. Cette couche correspond à la phase de fer.

Une couche sombre moins brillante par rapport à celle du fer, cela laisse penser que cette couche est composée d'éléments légers. Il est impératif de signaler que cette couche sombre se subdivise en deux sous-couches, à savoir une sous-couche de masse et une autre de couverture. Ceci n'a pas pu être observé dans l'analyse par MEB en électrons rétrodiffusés. Et comme l'électron rétrodiffusé se base sur le contraste d'image en fonction de la composition chimique des éléments, les deux sous-couches possèdent probablement la même composition en éléments chimiques vu qu'elles sont apparues avec le même contraste.

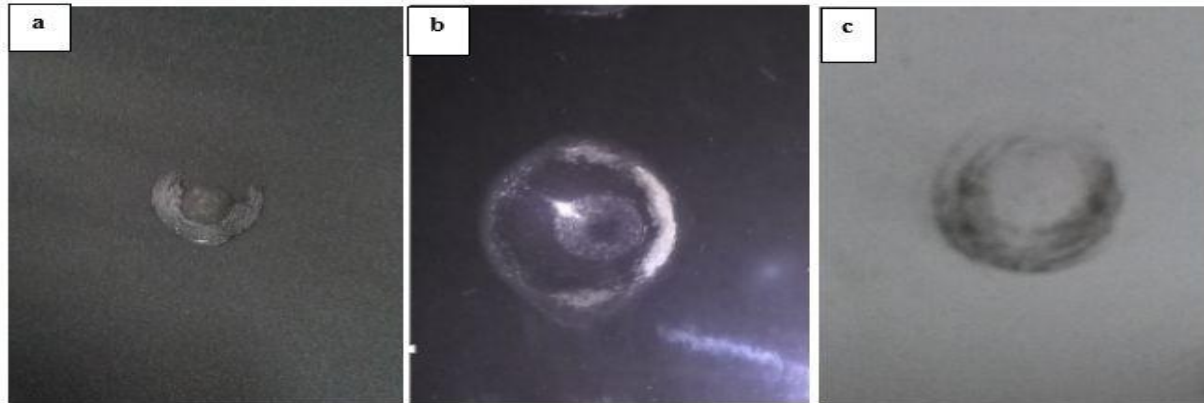
### 2. Des bulles d'hydrogène au niveau de la couche d'émail :

On constate une accumulation de bulles d'hydrogène qui se trouvent dispersées d'une manière homogène sur toute la surface de l'émail avec différents diamètres. Elles se trouvent beaucoup plus concentrées au niveau de l'extrémité de l'émail toute en essayant de se dégager au cours du refroidissement ; mais elles restent emprisonnées à ce niveau-là. Les interactions entre l'hydrogène et l'acier peuvent conduire à la formation de sautes d'émail appelées **coups d'ongle**. La mesure du diamètre des bulles d'hydrogène ont été effectuées par Microscopie Electronique à balayage. Elles sont d'un diamètre variable et hétérogène allant de 12.13µm à 34.99 µm, avec une moyenne de 21.82µm à l'échelle de 100µm.

### 3.3. Mesure d'adhérence

Après l'essai de choc sur les trois tôles émaillées, on a pu récupérer les différentes

empreintes de l'essai présentées en **figure.3.**



**Figure.3.** Empreintes de teste d'adhérence réalisé après l'impact. (a) émail masse. (b) émail autonettoyant et (c) émail de couverture.

En comparant l'aspect de l'impact réalisé sur les tôles émaillées aux images de référence, on peut conclure que les niveaux d'adhérence dans les figure (a) et (b) est de la **classe 2** qui correspond à une très bonne adhérence, la surface d'impact est presque complètement recouverte avec de l'émail fracturé avec quelques petits traces du substrat visibles. La figure (c) est de la **classe 3**, elle correspond à une bonne adhérence, la surface d'impact est encore recouverte avec de l'émail fracturé, mais des zones importants du substrat sont visibles.

### 4. Conclusion

L'opération d'émaillage est conçue pour obtenir un revêtement sur la surface des tôles d'aciers décarburées dans le but de les protéger contre les agressions extérieur

à savoir l'oxydation et la corrosion, voir même le côté esthétique.

Ces tôles d'aciers émaillées comprennent deux couches différentes après leur analyse microstructurale optique qu'elle soit ou électronique. Une couche d'acier et une autre couche d'émail. Cette dernière semble saturée de bulles d'hydrogène qui se trouvent emprisonnées et piégées à l'intérieur au cours du refroidissement des tôles d'émail. Ceci qui crée des contraintes de compression interne et provoque par la suite des éclats et des sautes d'émail.

Des tests d'adhérence ont été réalisés sur les surfaces des aciers émaillés. Les résultats ont montré que les niveaux d'adhérence sont bons et de meilleur classe.

## 5. Références bibliographiques

[1] : Afnor, Produits sidérurgique, Aciers pour construction, Recueil de normes françaises, 1988.

[2] : Madeleine Durand-Charre : la microstructure des aciers et des fontes, Genèse et interprétation, SIRPE éditeur, Paris(2003)

[3] : William D. Callister, Jr, Science et génie des matériaux, MODULO, Canada 2001.

[4] : Mir, métallographie et traitements thermiques des métaux, 3ième édition 1982.

[5] : Colombier : les aciers à outils et leur traitement thermique(1971), pyc-édition, Paris.

[6] : J.P. Bailon, JU-M-Dorlot, Des Matériaux, presses internationales polytechniques, 2007.

[7] : Hache André : corrosion des métaux.

[8] : H. Hamadache ; Concepts Fondamentaux de la Mécanique Des Matériaux, éditions de l'université de Badji Mokhtar, 2007.

[9] : Muriel Hantcherli, pour obtenir le grade de Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 15 Avril 2010.

[10] : J. Campbell : Solidification structure castings second édition(2003), pages 117-177.

[11] : Taotsungshun, C.M. Wan, J.G. Byrne: A study of workhardening in austenitic Fe---Mn-C and Fe-Mn-Al-C

alloys. ActaMetallurgicaetMaterialia: 40 (12), 3407-3412(1992).

[12] : CH.Harkati(1998), Thèse de magistère, Université de Constantine.

[13] : Traitement de surface controlab 1985.

[14] : Etude des traitements de surface et technique de mesure du revêtement 1996.