

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Université SAAD Dahleb de Blida*  
*Faculté de Technologie*  
*Département de Mécanique*  
**MÉMOIRE**

*Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master II en Génie Mécanique*  
*Option : Matériaux et Traitements des surfaces*

**Thème :**

**Etude de revêtements composite obtenus par  
électrodéposition**

**Proposé et dirigé par :**

Mm : HANNACHE.

**Etudié et présenté par :**

Mr : FACI Zoubir

**Année universitaire : 2013/2014**

# *REMERCIEMENTS*

En tout premier lieu, je remercie **DIEU ALLAH** le tout puissant de m'avoir donné le courage et la patience pour faire mon devoir.

J'exprime ma plus profonde reconnaissance et toute ma gratitude tout particulièrement à ma promotrice, **Mme Hannache** .

J'adresse mes remerciements les plus vifs à **Mme Hannache** . Je le remercie pour tout le savoir qu'elle a pu me transmettre au travers de nos nombreux échanges tout au long de ce travail. Enfin, je souhaite mettre l'accent sur ses qualités humaines, sa enthousiasme et sa grande disponibilité qui ont grandement contribué à l'avancement de ce travail, malgré sa planning chargé, le tout dans une parfaite entente. Je suis fier d'avoir été une de vos étudiant.

Mes remerciements s'adressent également à **Pr. BACHA et Mrs : TAMAR et ABDRAHMANE**

Un immense merci et toute ma gratitude à tous les Enseignants du Département Génie mécanique de BLIDA.

Sans oublier les Techniciennes de labos .

Je souhaite exprimer ma reconnaissance envers toutes les personnes qui ont, d'une manière ou d'une autre, participé à la réalisation de ce travail et qui ont fait de cette année, une expérience unique et inoubliable.

*Je dédie ce modeste travail à mes parents pour leur  
soutien indéfectible.*

*Spécialement Khali mohamed et marte khali.*

*A ma chère femme.*

*A Mes frères Mahmah et samir, Et à mes sœurs, ryma  
et nacira et à mes deux sœurs et ses maris ahlem et  
amina, hamza et raouf. Et petit hmade*

*Abdrahime, imane et tayab-karim*

*A tous mes cousins : salim, tohami, djamel.*

*A toute ma famille.*

*A tous mes amis en particulier : Nacira, ahmede el  
kahlouche et karane, youcef, dj, toufike, miki.*

*À tous les étudiants de département de mécanique, et à  
tous les amis sans oublier personne.*

*Zoubir*

## Table des matières

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale.....	1

### Chapitre I : Les Traitements de surfaces

Introduction.....	4
I-1 Notion de traitement de surface.....	4
I-2 But du traitement de surface .....	4
I-3 Description des principaux traitements .....	4
I-3-1 Traitement mécanique et thermique de surface.....	4
I-3-2 Traitement thermique.....	5
I-4 Différents types de traitement thermique.....	5
I-4-1 Traitements par diffusion.....	5
I-4-2 La carburation (cémentation) .....	5
I-4-3 Principaux ciments utilisé.....	5
I-4-4 Etat Les porteurs de carbone Les activateurs.....	6
I-4-5 La nitruration .....	6
I-4-6 La carbonituration.....	6
I-4-7 La chromisation.....	6
I-5 Revêtement humide.....	6
I-5-1 Revêtement par Immersion dans des métaux fondus.....	7
I-5-1-1 Principe.....	7
I-5-2 Traitements électrolytiques et chimiques.....	7
I-5-3 Revêtement par voie chimique .....	7
I-5-3-1 Principe .....	8
I-5-3-2 La métallisation.....	8
I-5-4 Les revêtements par voie électrolytiques (électrodéposition).....	8
I-5-4-1 Définitions l'électrodéposition Revêtement sèche .....	8
I-5-4-2 Facteurs qui influencent d'un dépôt électrolytique .....	8
I-5-4-3 Principaux dépôts électrolytiques.....	9
I-6 Revêtement par voie sèche .....	9
I-6-1 Revêtement par projection thermique .....	9
I-6-1-1 Principe .....	9
I-6-2 Revêtement par évaporation.....	9
I-6-2-1 Principe.....	9
I-6-3 Revêtement par pulvérisation cathodique.....	10
I-6-3-1 Principe .....	10
I-6-4 Revêtement par dépôt ionique .....	11
I-6-4-1 Principe .....	11

## **Chapitre II : Revêtement composite obtenus par la voie électrolytique (Electrodéposition)**

Définition .....	12
II-1 Différents types de revêtement .....	12
II-1-1 Mécanisme.....	12
II- 1-2 Taux d'incorporation des particules.....	13
II-3 Revêtements de zinc.....	14
II-2-1 Revêtement de Zn pur par la voie électrolytique.....	15
II-2-2 Revêtement de composite (Zn-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) par la voie électrolytique .....	15
II-3 Revêtements de Nickel.....	16
II-3-1 Revêtement de nickel pur par la voie électrolytique.....	16
II-3-2 Les principes du nickelage électrolytique.....	16
II-3-3 Bains d'électrolyse .....	17
II-3-4 Revêtement de nickel-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	17
II-3-5 Influence des paramètres d'électrolyse.....	18
II-3-5-1 Température .....	18
II-3-5-2 PH du bain .....	18
II-3-5-3 Agitation.....	18
II-3-5-4 Concentration dans le bain, taille des particules Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	18

## **Chapitre III : Les méthodes de contrôle des revêtements**

Introduction .....	20
III-1 Examen à l'œil nu .....	20
III-2 Techniques de mesure d'épaisseur .....	20
III-3 Procédés destructifs .....	20
III-3-1 La dissolution.....	20
III-3-2 Coupe micrographique.....	20
III-4 Procédés non destructifs.....	20
III-4-1 Méthodes de mesure par courants de Foucault .....	20
III-4-2 Méthode par ultrasons .....	21
III-5 Intégrité du revêtement .....	21
III-6 Continuité.....	21
III-7 Adhérence du revêtement .....	21
III-8 Mesure de la prise de masse .....	21
III-9 Analyses morphologiques et structurales .....	22
III-10 Analyses topographiques .....	22
III-11 Examens par rayons X .....	22
III-12 Examen de micro-dureté .....	23

## **Chapitre IV : Procédures expérimentales**

Définition.....	25
IV Procédé de revêtement composite par la voie électrolytique (électrodéposition).....	25
IV-1 Schéma descriptive du montage utilisé pour revêtement par la voie électrolytique.....	25
IV-2 Composition des bains et les conditions de l'électrodéposition.....	26
IV-2-1 Revêtements de zinc.....	26
IV-2-2 Calcule des différentes quantités des produits chimiques.....	27
IV-2-3 Revêtements de Nickel.....	27
IV-2-4 Préparation du bain.....	27
IV-3 Nature du substrat.....	28
IV-4 Anodes.....	28
IV-5 Gamme de préparation des surfaces.....	29
IV-6 Mode opératoire.....	29
IV-6-1 Pour les revêtements de Zn pur.....	29
IV-6-2 Pour les revêtements de composite Zn-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	30
IV-6-3 Pour les revêtements de Ni pur.....	30
IV-6-4 Pour les revêtements de composite Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	30
IV-7 Les paramètres de revêtement composite par la voie électrolytique.....	30
IV-7-1 Calcul de l'intensité de courant.....	32
IV-7-2 PH.....	32
IV-7-3 Sécurité de l'opérateur.....	32
IV-8 Pesée.....	32
IV-9 Mesures d'épaisseurs de revêtement.....	33
IV-10 L'analyse métallographique.....	33
IV-10-1 L'enrobage.....	33
IV-10-2 Enrobage à chaud.....	33
IV-10-3 Enrobage à froid.....	33
IV-10-4 Le polissage.....	33
IV-10-5 Le polissage grossier.....	34
IV-10-6 Le polissage de finition.....	34
IV-10-7 Analyse microscopique.....	34
IV-11 Essai de microdureté.....	35
IV-12 Essai de corrosion.....	35
IV-12-1 Courbes potentiodynamique.....	35
IV-12-2 Essais de perte de masse.....	36
IV-12-3 Préparation de la solution HCl.....	36
IV-13 Essai d'abrasion.....	37
IV-14 Essai de rugosité.....	38

## ***Chapitre V: Résultats et discussions***

Définition.....	39
V-1 Exposition de différentes pièces réalisées.....	39
V-2 Caractérisation des échantillons.....	40
V-2-1 Aspect.....	40
V-3 Mesure des épaisseurs.....	42
V-4 Etude métallographique.....	45
V-5 essais de perte de poids.....	48
V-6 Résultats d'essai de corrosion électrochimique.....	50
V-6-1 Interprétation des résultats.....	53
V-7 Résultats des essais de microdureté.....	53
V-8 Essais de rugosité.....	54
V-9 Essais d'abrasion.....	55

### ***Conclusion générale***

Conclusion général.....	57
Référence bibliographie.....	59

## *Liste des tableaux*

### **Chapitre I**

Tableau I-1 : Etat des porteurs de carbone et les activateurs .....	6
---	---

### **Chapitre II**

Tableau II-1 : Les conditions utilisées en pratique dans le zingage électrolytique .....	15
Tableau II-2 : Caractéristiques du nickel pur.....	16
Tableau II-3 : Les compositions des bains les plus utilisés.....	17

### **Chapitre IV**

Tableau IV-1: Composition de Zn et condition d'électrodéposition.....	26
Tableau IV-2 : Composition, densité de courant.....	27
Tableau IV-3 : Composition chimique de l'acier XC38.....	28
Tableau IV-4 : Les paramètres de revêtement par la voie électrolytique.....	30

### **Chapitre V**

Tableau V-1 : Les différents échantillons réalisés.....	40
Tableau V-2 : Les épaisseurs de différents revêtements.....	42
Tableau V-3 : Les résultats de pertes de masses de différents revêtements .....	49
Tableau V-4 : Les valeurs mesurées des trois paramètres E, I <sub>0</sub> et I <sub>pp</sub> .....	53
Tableau V-5 : Les mesures des essais de microdureté Vickers des revêtements (HV).....	54
Tableau V-6 : Résultats de la rugosité de différentes surfaces des revêtements.....	55
Tableau V-7 : Les résultats d'essai d'abrasion en fonction de la charge sur différents revêtements.....	55
Tableau V-8 : Perte en masse en fonction du temps (M=1170g).....	56



## *Liste des figures*

### **Chapitre I**

Figure I-1 : schéma du revêtement par immersion dans des métaux fondus .....	7
Figure I-2 : schéma du revêtement par voie chimique.....	7
Figure I-3 : schéma du bain d'un revêtement électrolytique de cuivre.....	8
Figure I-4 : schéma du revêtement par projection thermique.....	9
Figure I-5 : schéma du revêtement par évaporation.....	10
Figure I-6 : schéma du revêtement par pulvérisation cathodique .....	10
Figure I-7 : schéma du revêtement par dépôt ionique .....	11

### **Chapitre II**

Figure II-1 : Mécanisme de codéposition des particules dans le dépôt métallique.....	13
Figure II-2 : Phénomène d'incorporation des particules.....	14
Figure II-3 : Taux d'incorporation d'un revêtement de Ni-PTFE en fonction de l'agitation de la solution, pour différentes concentrations de PTFE et à une densité de courant de 3 A dm.....	18
Figure II-4 : Effet de la concentration en Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (150nm) dans le bain sur le dépôt.....	19
Figure II-5 : Effet de la taille et le pourcentage des particules d'alumine dans le bain sur le dépôt.....	19

### **Chapitre III**

Figure III-1 : Le système de diffraction par rayons X.....	23
Figure III-2 : Schéma de principe de la mesure de la micro-dureté par la méthode Vickers.....	24
Figure III-3 : Empreinte réalisée sur un revêtement et le métal de base.....	24

### **Chapitre IV**

Figure IV-1 : Installation de l'électrodéposition .....	25
Figure IV-2 : Montage expérimental de l'électrodéposition.....	26
Figure IV-3 : Cuve à ultrason utilisé pour l'agitation des particules Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	27
Figure IV-4 : Echantillon de substrat sans revêtement .....	28
Figure IV-5 : Anode de Ni .....	28
Figure IV-6 : Anode de Zn .....	28
Figure IV-7 : substrat d'aciers XC38 après préparation du surface .....	29
Figure IV-8 : Revêtements de composite Zn-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	31
Figure IV-9 : Revêtement de Ni-pur .....	31
Figure IV-10 : Revêtement de Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	31
Figure IV-11 : Balance électronique de type Analytical .....	32

Figure IV-12: Polisseuse aux papiers abrasifs.....	34
Figure IV-13: Polisseuse de finition.....	34
Figure IV-14 : Microscope optique utilisé pour l'analyse métallographique.....	34
Figure IV-15 : Appareil de microdurté Vickers MH-100.....	35
Figure IV-16 : Cellule de corrosion.....	36
Figure IV-17 : Potentiostat/Galvanostat EG&G 283.....	36
Figure IV-18 : Appareil d'essai d'abrasion.....	37
Figure IV-19 : Caractéristiques de surface rugueuse.....	38
Figure IV-20 : Rugosimètre.....	38

## **Chapitre V**

Figure V-1 : Echantillon de revêtement de Zn-pur (Z-II) mauvaise adhérence .....	41
Figure V-2 : Echantillon de revêtement de Zn-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	41
Figure V-3 : Echantillon de revêtement de Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	41
Figure V-4 : Graphique de mesures d'épaisseurs des revêtements.....	43
Figure V-5 : Graphique de mesures d'épaisseurs des revêtements.....	43
Figure V-6 : Zinc-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	44
Figure V-7 : Zinc pur .....	44
Figure V-8 : La microstructure du substrat (XC38).....	46
Figure V-9 : La microstructure de Zn-pur Z-I.....	46
Figure V-10 : La microstructure de Zn-pur Z-I.....	46
Figure V-11 : La microstructure de Zn-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / Z-VIII .....	47
Figure V-12 : La microstructure de Zn- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / Z-VIII .....	47
Figures V-13 : La microstructure de Ni-pur/N-II .....	47
Figure V-14 : La microstructure de Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /N-V .....	48
Figure V-15 : La microstructure de Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /N-V .....	48
Figure V-16 : Graphique des mesures de corrosion par la perte de masse .....	49
Figure V-17 : Echantillon de Z-II après 1 journée .....	50
Figure V-18 : Echantillon de N-II après 1 journée .....	50
Figure V-19 : La courbe de polarisation de l'échantillon Zn-pur.....	51
Figure V-19 : La courbe de polarisation de l'échantillon Zn-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	51
Figure V-20 : La courbe de polarisation de l'échantillon Ni-pur.....	52
Figure V-21 : La courbe de polarisation de l'échantillon Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	52
Figure V-22 : Graphique de mesures de microdurté Vickers (HV).....	54
Figure V-23 : Echantillons de Z-X après l'essai d'abrasion .....	56
Figure V-24 : Echantillons de N-VI après l'essai d'abrasion.....	56

## ملخص:

الحاجة إلى تحسين الطلاء لتحسين مقاومة التآكل، وقد سمح مركب كهربائي ترسب تطور، من خلال دمج الجزيئات الصلبة، والزنك النيكل هيكل في مثل الألومنيوم أكسيد ( $Al_2O_3$ ) مركب هو الذي الصعب من ومستقرة كيميائيا القابل وغير للاختزال. الغرض من هذه الدراسة نا والزنك والألمنيوم النيكل مركب الودائع توصيف هو على الألومنيوم

ركيزة XC 38 من الودائع هذه على الحصول ويتم. الصلب وكلوريد، الكهربائي الحمامات من ثمين ا وكبريتات.

الحل الصوديوم كلوريد في تآكل توصيف اختبارات طريق عن ذلك ويتم/التقنيات 3.5 الوزن فقدت التي تلك هي المستخدمة والاستقطب. مركب وودائع للتآكل المقاومة وجود عن كشفت عليها الحصول تم التي النتائج.

## Résumé :

Le besoin d'améliorer les revêtements pour une meilleure résistance à la corrosion, a permis le développement des dépôts électrolytiques composites, par l'incorporation de particules solides, dans la structure du nickel et de zinc tel que l'oxyde d'aluminium ( $Al_2O_3$ ) qui est un composé dur, stable chimiquement et irréductible.

L'objet de notre travail est la caractérisation des dépôts composites nickel- alumine, zinc-alumine sur un substrat en acier XC 38. Ces dépôts sont obtenus à partir de deux bains d'électrodéposition, sulfaté et chloruré.

La caractérisation est faite par des tests de corrosion dans une solution de 3,5% NaCl. Les techniques utilisées sont celles de masse perdue et de polarisation.

Les résultats obtenus ont révélé une résistance à la corrosion des dépôts composites.

## Abstract:

The need for improved the coatings with better corrosion resistance has developed the requirement for the use of composite electrodeposits, by embedding solid particles in the structure of nickel, , and zinc such as aluminum oxide ( $Al_2O_3$ ) which is a hard compound, chemically stable and irreducible.

The objective of this work is the characterisation of the composite deposits nickel alumina, zinc alumina on mild steel substrate XC 38. These deposits are obtained from two baths of electrodeposition, sulphated and chlorinated. The characterisation has been carried out by corrosion tests in a 3.5 % NaCl solution. The techniques used are the weight loss and polarisation.

The results have revealed a corrosion resistance of the composite deposits.

*INTRODUCTION*  
*GENERALE*

## Introduction

Dans la plupart des cas, les matériaux ont une durée de vie limitée qui dépend fortement des interactions avec l'environnement. La surface est souvent le site le plus vulnérable à diverses formes d'attaques. Ces attaques qui peuvent être de type mécanique, chimique, électrochimique ou thermique, entraînent la ruine de la fonctionnalité du matériau en dégradant la surface.

Pour la protection contre ces agressions, il existe de nombreuses techniques de traitements de surface par revêtement tels que la projection thermique, l'immersion en bain fondu, la conversion chimique et les procédés électrolytiques. L'électrodéposition des métaux ou alliages sous forme de revêtement de surface représente une technique largement utilisée industriellement, car elle est simple, permet le contrôle de la vitesse du dépôt et de l'épaisseur et économiquement elle est compétitive.

Le zinc et ses alliages sont largement utilisés comme revêtements résistants à la corrosion, en particulier dans l'industrie automobile en raison de la protection cathodique que le zinc offre à l'acier et sa faible vitesse de corrosion.

Le nickelage électrolytique représente une activité industrielle importante et largement supérieure à la consommation des autres types de revêtements électrolytiques de métaux. Les constructeurs automobiles ont tiré de grands avantages de l'emploi du nickel du fait de sa résistance à la corrosion et à l'usure, son pouvoir lubrifiant et la rigoureuse constance d'épaisseur des dépôts.

Des recherches ont permis une amélioration de la résistance à la corrosion et à l'usure des revêtements de métaux, par l'incorporation de nanoparticules inertes de céramiques ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{SiC}$ ,.....) dans la matrice métallique pendant l'électrodéposition pour obtenir une combinaison de propriétés qui tire avantage de chacun d'eux.. Les dépôts composites obtenus sont plus durs, ont une meilleure résistance à l'usure et une meilleure liaison entre les particules et le métal, un contrôle aisé de l'épaisseur de revêtement, une bonne adhérence avec les couches de peinture, la possibilité de déposer métaux et alliages et même l'obtention de produit autolubrifiants (exemple Ni-PTFE).

Dans ce contexte, l'étude présente a comme objectif, la préparation des dépôts Composites de Zn- $\text{Al}_2\text{O}_3$  et de Ni- $\text{Al}_2\text{O}_3$  sur un substrat d'acier XC38, en utilisant un bain de zincage acide et un bain de nickelage acide, dans lesquels ont été introduites en suspension les particules d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  (0,5-0,8 $\mu\text{m}$  de diamètre). Des revêtements de zinc pur et de nickel pur ont été réalisés en parallèle pour permettre une comparaison avec les composites.

Deux types de dépôts de surface composite métal – particule ont été formés par voie électrolytique, pour le premier la matrice est le zinc et pour le second, la matrice est du nickel. L'influence des

Paramètres opératoires : densité de courant, agitation et la concentration de l'alumine sur les caractéristiques du dépôt a été étudié.

Des contrôles des caractéristiques des revêtements ont été effectués en utilisant plusieurs méthodes :

- ✓ Métallographie
- ✓ Mesure des épaisseurs par une technique non destructive
- ✓ Microdureté
- ✓ Essais d'usures et abrasion
- ✓ Essas de corrosion
- ✓ Test de rugosité

Ce mémoire est structuré en 5 parties principales suivies par la conclusion générale, la bibliographie :

### **Chapitre I :**

Il s'agit de faire une revue de la bibliographie générale sur les traitements thermiques et des traitements de surface aux quels ils ont été soumis, le principe, les buts et les différents procédés.

### **Chapitre II :**

Est consacré à l'étude du traitement de surface de revêtement de composite par la voie électrolytique. Ce chapitre à caractère bibliographique décrit tout d'abord les mécanismes de base et les différentes techniques de revêtement, ensuite, les phénomènes essentiels pour avoir un bon revêtement.

### **Chapitre III**

Dans ce chapitre on base sur les méthodes de contrôle des revêtements obtenus par la voie électrolytique

### **Chapitre IV :**

Introduit véritablement ce travail en présentant les différentes techniques expérimentales de traitements de revêtement par la voie électrolytique et de caractérisation utilisées. Il décrit les caractéristiques des anodes utilisées et les différentes produits chimique utilisés dans les bains, les modes de préparation des échantillons utilisés.

### **Chapitre V :**

Fait état des résultats acquis sur la caractérisation des revêtements obtenus par la voie électrolytique et faite l'interprétation.

*CHAPITRE I*  
*Traitements de surfaces*

## **Introduction :**

Les traitements de surface répondent à des besoins réels d'amélioration des performances des matériaux. Leur fonction étant d'améliorer la tenue du matériau vis-à-vis des sollicitations externes, tout en préservant ses propriétés volumiques.

Les agressions dues à l'usure ou à la corrosion sont un problème commun en ingénierie, que la pièce, le dispositif, le système, soient en contact avec des solides, des liquides ou des gaz. En général, l'endommagement causé par l'usure ou la corrosion peut être atténué, voire évité, par la substitution de matériaux plus résistants. Cependant, de tels matériaux ont un coût souvent très élevé.

## **I-1 Notion de traitement de surface :**

La dénomination (traitement de surface) fait référence à toutes les opérations mécaniques, physiques, chimiques ou électrochimiques, qui ont pour résultat de modifier l'aspect ou la structure de la surface des matériaux, en vue de l'adapter à des conditions d'utilisation spécifique

## **I-2 But du traitement de surface :**

Le but d'un traitement de surface pourra donc être très particulier et concerne en toute généralité la résistance à la corrosion (sèche ou électrolytique), la conductibilité, les propriétés optiques, la résistance au frottement ou à l'usure par frottement.

## **I-3 Description des principaux traitements :**

La connaissance des paramètres de base de traitement de surface, permet d'aborder leur description et de les regrouper en une même famille des mises en œuvre mettant en jeu des mécanismes fondamentaux identiques. La classification adoptée est principalement basée sur ces mécanismes. D'autres classifications sont possibles si l'on adopte comme paramètres de similitude, par exemple, le but recherché, la nature du traitement, ou encore le procédé.

### **I-3-1 Traitement mécanique et thermique de surface :**

Ces traitements ont pour objet, soit de préparer la surface pour un traitement postérieur, soit de lui conférer des propriétés mécaniques mieux adaptées que le volume du matériau.

L'écaillage crée dans les zones les plus superficielles une consolidation du matériau, dont la surface est portée en général dans un état de compression : celle-ci présente en principe une plus grande dureté et une plus grande résistance à la fissuration. Dans d'autres cas, l'écaillage superficiel peut induire des transformations structurales. La formation de martensite de déformation à la surface des aciers austénitiques métastables, est un procédé efficace de durcissement.

Dans un grand nombre d'applications (pièces d'usure et de frottement, outils de mise en forme), il est indispensable de réaliser un matériau très ductile dans sa masse et de haute dureté en surface, un simple traitement thermique peut obtenir à un durcissement superficiel suffisant : le chauffage par induction est fréquemment utilisé pour ce type d'utilisation par suite d'un effet pelliculaire que l'on peut parfaitement maîtriser en jouant sur divers paramètres électriques, géométriques ou métallurgiques.

### **I-3-2 Traitement thermique :**

Les traitements thermiques traditionnels font partie d'un processus physique permettant l'amélioration des propriétés des pièces mécaniques et des mécanismes.

Le procédé se résume dans les successions des opérations de chauffage, de maintien et suivi d'un refroidissement approprié conformément aux différents diagrammes d'équilibre et d'analyse thermique.

Ces traitements, pour leur élaboration, exigent certains paramètres et facteurs de faisabilité, parmi lesquels on peut citer la nature du matériau, le pourcentage de carbone, la température de chauffage et la loi du cycle de refroidissement permettant la sélection de telle ou telle structure composite recherchée. Ils conduisent à l'amélioration des caractéristiques et des propriétés



superficielles par changement de structure cristalline ou par changement de composition chimique. L'industrie moderne ne cesse d'utiliser des matériaux nouveaux, de plus en plus diversifiés (Aciers, fontes, céramiques, composites). Le choix des matériaux à outil de coupe et leurs traitements influents fortement sur la durée de vie, sur le coût total et doit être conditionnés par les qualités requises en service.

## **I-4 Différents types de traitement thermique superficiels :**

### **I-4-1 Traitements par diffusion :**

Ces traitements font appels à des réactions du type gaz- métal, liquide- métal ou encore solide- solide. Nous distinguerons, les cas d'applications suivants :

### **I-4-2 La carburation (cémentation) :**

La cémentation a pour but de faire absorber, superficiellement du carbone par l'acier doux de façon à constituer un alliage hétérogène ayant à la surface une teneur en carbone élevée

La carburation superficielle des aciers, appelée (cémentation) .s'effectue en phase  $\gamma$ .

Le procédé le plus ancien consistait à mettre en contacte l'acier avec du graphite ou un carbonate. Plus récemment des procédés de cémentation en atmosphère contrôlée, ( $\text{Co}$ ,  $\text{Co}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{C}_3 \text{H}_8$ ) se sont développés.

La décomposition des hydrocarbures présents à la surface du métal fourni le carbone recherché.

Après traitement de cémentation, l'acier est trempé, ce qui transforme la couche cémentée en martensite de haute résistance mécanique. Les traitements de carburation en phase gazeuses ont été récemment appliqués pour la protection par une couche de carbure, protectrice et très dure pour les métaux réfractaires oxydables.

### **I-4-3 Principaux ciments utilisés :**

Pour la réalisation de l'enrichissement, les ciments utilisés peuvent être ; solide, liquide ou gazeux. Comme le montre le (tableau I-1).

### **I-4-4 Etat Les porteurs de carbone Les activateurs :**

<b>Etat</b>	<b>Les porteurs de carbone</b>	<b>Les activateurs</b>
Cément solide	Le coke Le carbone de bois	Carbonate de baryum
Cément liquide	Le cyanure de sodium	Des sels contenant de chlorures alcalins
Cément gazeux	Gaz de ville Gaz naturel Méthane	Propane

**Tableau I-1 :** Etat des porteurs de carbone et les activateurs

### **I-4-5 La nitruration :**

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

Les avantages et les propriétés des pièces après le traitement de nitruration peuvent être discutés de la façon suivante :

- La dureté des pièces nitrurées est supérieure à celle des pièces trempées.
- La résistance à l'usure par suite de cette dureté s'améliore, la qualité des frottements est améliorée, entraînant une diminution des risques de grippage.
- Les aciers nitrurés sont inoxydables à l'air humide et à l'eau douce.

- La nitruration s'effectuant à température relativement basse, aucune déformation des pièces n'est à craindre.
- La couche nitrurée présente le plus souvent une résistance à la corrosion et à la fatigue.

#### **I-4-6 La carbonitruration :**

Il s'agit d'un traitement mixte qui s'effectue par adjonction d'ammoniac à l'atmosphère de cémentation. Le phénomène principal est la carburation, associée à la nitruration qui intervient pour provoquer un durcissement, ainsi on obtient un complément de protection contre l'usure et la corrosion.

#### **I-4-7 La chromisation :**

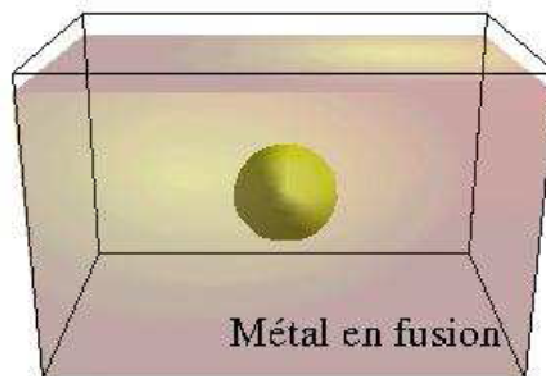
Ce procédé de métallisation est la mise en contact du métal avec une atmosphère d'iodure ou de fluorure de chrome. Celle-ci est régénérée par réaction de l'halogène sur du chrome métallique disposé en granules. Le domaine de travail en température est de l'ordre de (850° à 1100°C). Dans le cas du fer ou d'un acier doux, il se forme une couche de ferrite chargée en chrome de 10 à 100 microns. Compte tenu des faibles vitesses de diffusion du chrome dans l'austénite, presque tout le chrome reste fixé dans cette couche qui, a pour caractéristique d'être inoxydable, ductile et brillante.

### **I-5 Revêtement humide :**

#### **I-5-1 Revêtement par Immersion dans des métaux fondus :**

##### **I-5-1-1 Principe :**

Le substrat est immergé dans le métal d'apport fondu. A la sortie du bain, par refroidissement la pièce métallique est recouverte par un revêtement de nature différente et protecteur. Exemple la galvanisation qui permet de revêtir l'acier par une couche de zinc (alliage fer- zinc)



**Figure I-1 :** schéma du revêtement par Immersion dans des métaux fondus

#### **I-5-2 Traitements électrolytiques et chimiques :**

Ces traitements concernent non seulement des applications pour résister aux frottements et à l'usure, mais également le domaine de résistance à la corrosion.

Les dépôts par électrolyse sont utilisés en raison de leur grande souplesse car on dispose d'une grande variété de paramètres pour modifier la structure et l'épaisseur des revêtements (composition des bains, densités de courant, tension, temps de dépôts).

En, dehors des métaux précieux, de nombreux revêtements métalliques sont effectués par voie électrolytique : Cu, Ni, Zn, Cr, Sn,... etc.

### I-5-3 Revêtement par voie chimique :

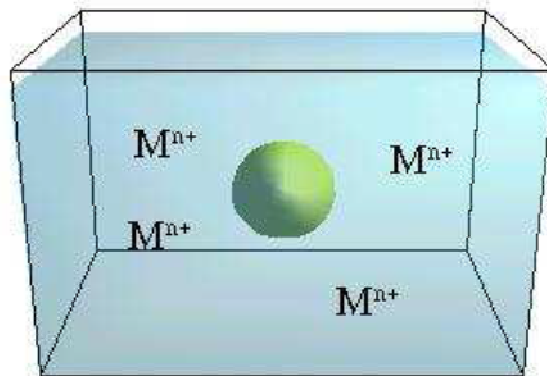


Figure I-2 : schéma du revêtement par voie chimique

#### I-5-3-1 Principe :

La réduction du métal d'apport se fait sans apport de courant (le métal est sous forme ionique). La réduction peut avoir 3 origines possibles :

- ✓ Oxydation du métal de base (double zingage).
- ✓ Oxydation spontanée d'une espèce en solution.
- ✓ Oxydation d'un ion en présence d'un catalyseur.

#### I-5-3-2 La métallisation :

Regroupe l'ensemble des opérations permettant de recouvrir la surface d'un objet, même non métallique par un dépôt métallique, par voie thermique, chimique ou électrolytique.

### I-5-4 Les revêtements par voie électrolytiques (électrodéposition):

#### I-5-4-1 Définitions l'électrodéposition :

C'est l'opération qui consiste à recouvrir une pièce d'un revêtement métallique, déposé par l'action d'un courant électrique. La pièce immergée dans une solution électrolytique contenant des ions métalliques, joue le rôle de cathode d'un circuit électrique, l'anode peut être soluble ou non. Les ions métalliques sont réduits à la cathode en formant un dépôt. Un ou plusieurs métaux peuvent être déposés simultanément. L'ensemble des techniques des dépôts électrolytiques est aujourd'hui désigné par le terme général (galvanoplastie).

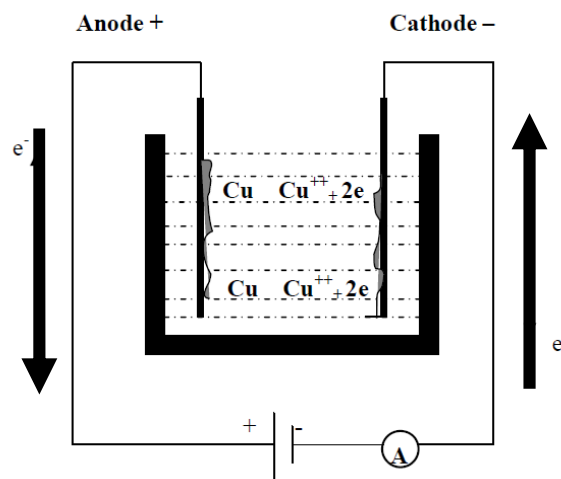


Figure I-3 : schéma du bain d'un revêtement électrolytique de cuivre

La couche obtenue a des caractéristiques précises qui dépendent des différents paramètres de l'électrolytique. Et cela, aussi bien en ce qui concerne sa structure que ses propriétés :

#### **I-5-4-2 Facteurs qui influencent d'un dépôt électrolytique :**

- Conductibilité des électrolytes
- Nature de l'électrolyte.
- Agitation.
- Température.
- Densité de courant.
- PH du bain.
- Concentration du bain.
- Métal sur lequel s'effectue le dépôt.

#### **I-5-4-3 Principaux dépôts électrolytiques :**

Les principales opérations de métallisation des surfaces sont :

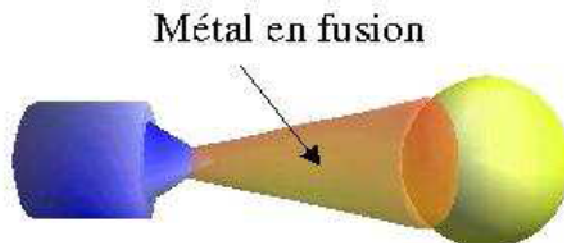
- Cuivrage
- Laitonnage
- Argenture
- Dorure
- Nickelage
- Chromage
- Zincage
- Plombage
- Etamage

### **I-6 Revêtement par voie sèche :**

#### **I-6-1 Revêtement par projection thermique :**

##### **I-6-1-1 Principe :**

Le matériau d'apport est fondu et pulvérisé sur le substrat dans un courant gazeux. ???



**Figure I-4 :** schéma du revêtement par projection thermique

#### **I-6-2 Revêtement par évaporation :**

##### **I-6-2-1 Principe :**

Le matériau d'apport A est évaporé par chauffage sous vide. Le métal s'évapore puis vient se condenser sur le substrat.

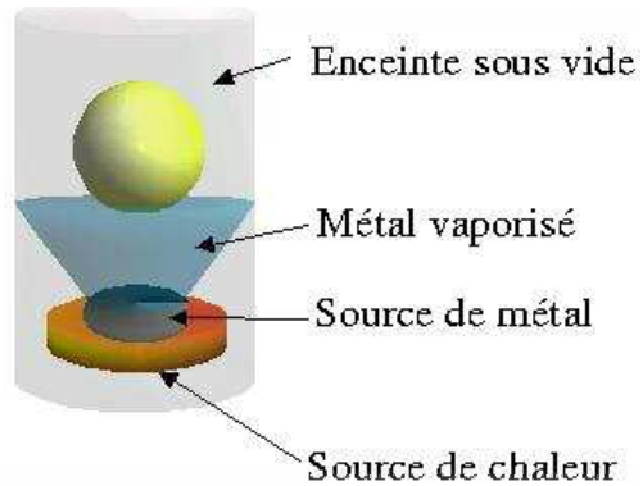


Figure I-5: schéma du revêtement par évaporation

### I-6-3 Revêtement par pulvérisation cathodique :

#### I-6-3-1 Principe :

Le matériau d'apport A est bombardé par un plasma de gaz neutre (argon). (Le plasma est obtenu en chargeant le matériau a un potentiel négatif en haute tension). Le métal vaporisé se condense sur le substrat.

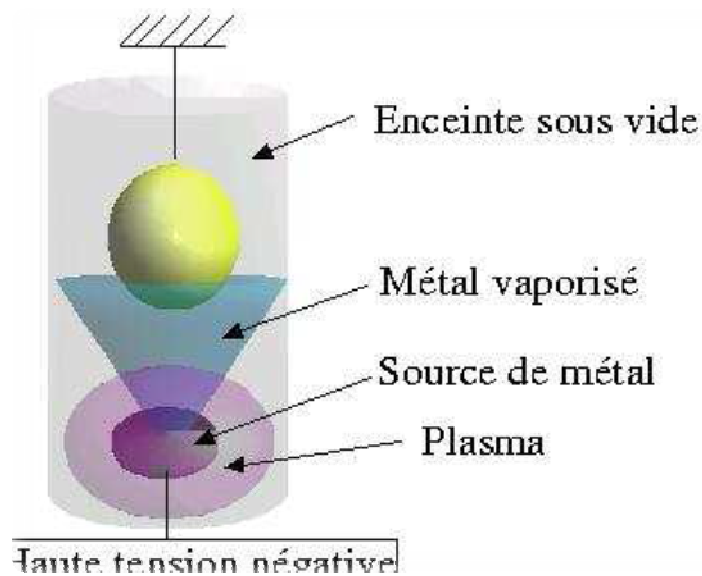


Figure I-6 : schéma du revêtement par pulvérisation cathodique

#### I-6-4 Revêtement par dépôt ionique :

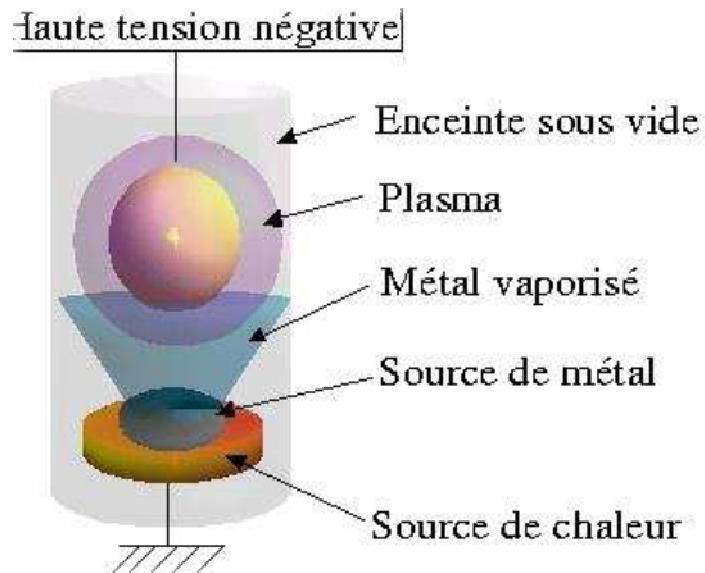


Figure I-7 : schéma du revêtement par dépôt ionique

##### I-6-4-1 Principe :

Le matériau d'apport A est évaporé par chauffage sous vide. Le métal s'évapore puis vient se condenser sur le substrat dans un plasma de gaz neutre argon. (Le plasma est obtenu en chargeant la pièce à un potentiel négatif en haute tension)

# *CHAPITRE II*

## *Revêtements composites obtenus par la voie électrolytique (Electrodéposition)*

### **Définition :**

Dans la plupart des cas, les matériaux ont une durée de vie limitée qui dépend fortement des interactions entre les facteurs externes et les environnements d'exploitation. Il existe des interactions généralement mécaniques entre les composants en contact avec l'autre. Il y a également des réactions chimiques ou électrochimiques avec l'environnement qui, tôt ou tard, entraînent la ruine de la fonctionnalité du matériau en dégradant la surface. Cette dernière est le site le plus vulnérable à diverses formes d'attaques. Ces attaques, qui peut être de type mécanique, chimique, électrochimique ou thermique dans la nature, peuvent être présents individuellement ou en combinaison. Pour la protection de la surface contre ces agressions, il existe de nombreuses techniques de revêtement tels que la projection thermique, la métallisation, la galvanisation, le dépôt en phase vapeur, peinture; afin de maximiser la durée de vie des surfaces de matériaux [1]. Parmi ces procédés de revêtement mentionnés, l'électrodéposition des métaux ou alliages sous forme de revêtement de surface représente une technique largement utilisés

Les matériaux à plusieurs constituants, dits matériaux composites, peuvent être conçus et mis en œuvre pour répondre à certaines exigences. La combinaison au sein de ces multi matériaux de propriétés de même nature ou/et le couplage de propriétés très différentes permettent d'accéder à des niveaux élevés de performance et de grandes complexités de comportement. Des applications sont envisageables dans tous les domaines (industries aéronautiques et aérospatiales...) où l'analyse fonctionnelle des systèmes fait apparaître un grand nombre de fonctions qu'un seul matériau ne peut remplir seul

Parmi les procédés déployées pour produire des composites, la technique d'électrodéposition est une méthode très appropriée. En effet elle permet d'associer deux matériaux différents, en général un métal et une poudre céramique ( $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ , SiC, ...), pour obtenir une combinaison de propriétés qui tire avantage de chacun d'eux.. Les dépôts obtenus sont plus dures, une meilleure liaison entre les particules et le métal, un contrôle aisé de l'épaisseur de revêtement, la possibilité de déposer métaux et alliages. Ces revêtements sont anticorrosion, en particulier de Zincage, Nickelage, Argentage, Cuivrage.....etc.

On va baser notre définition sur deux grandes familles de revêtement : Zinc et nickel.

### **II-1 Différents types de revêtement composites:**

Une multitude de systèmes métal-particules a fait l'objet de différentes études. Les matrices métalliques sont très diversifiées. On trouve le nickel, le cuivre, l'argent, l'or, de chrome, l'étain, le zinc, le cadmium, et le plomb qui sont souvent assujettis à la codéposition de particules de différentes natures telles que SiC,  $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$ , Talc,  $MoS_2$ , PTFE ...des revêtements  $ZrO_2$ -Ni, SiC-Ni, Ni-PZT,  $Al_2O_3$ -Ni, Ni-diamant ;  $Al_2O_3$ -Cu, Zn- $Al_2O_3$  ont été produit avec succès . Notons à titre d'exemple que la tenue à l'usure, l'augmentation de la dureté, l'abaissement du coefficient de frottement, l'augmentation de la tenue à la corrosion, sont les principaux facteurs que l'on a cherché à améliorer au cours de ces différentes études.

#### **II-1-1 Mécanisme :**

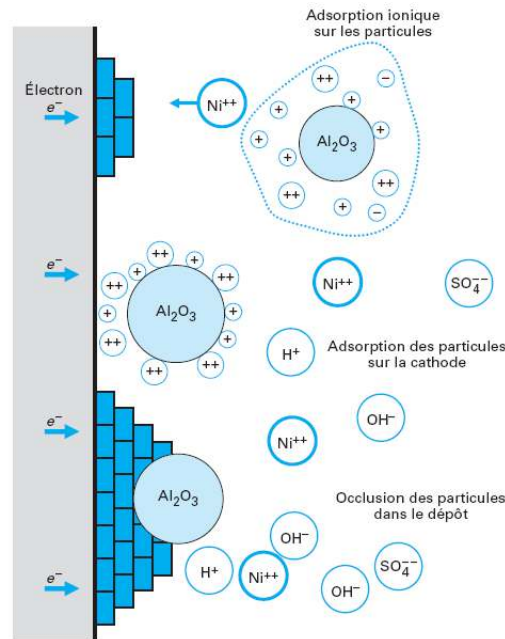
Les chercheurs ont étudié le mécanisme d'électrodéposition des composites, et la plupart des travaux proposent trois mécanismes possibles [1]:

- (i) le mouvement électrophorétique des particules chargées positivement vers la cathode.
- (ii) l'adsorption des particules sur la surface de l'électrode : l'existence d'une force d'attraction qui garde les particules à la cathode assez longtemps afin d'être incorporées par la couche croissante du métal. Cette force peut être de nature électrostatique.
- (iii) l'intégration mécanique de des particules dans la couche : les particules sont transportées à la cathode par l'agitation du bain et sont ensuite incorporées dans le revêtement de manière mécanique par ensevelissement dû au recouvrement de la couche croissante du métal.



Selon le modèle de Celis, Buelens et collaborateurs [2] [3] deux processus jouent un rôle fondamental dans le mécanisme de codéposition (figure II-1) :

- l'adsorption des ions sur les particules : formation d'un nuage ionique électro-actif entourant les particules dès qu'elles sont introduites dans l'électrolyte
- la réduction de ces ions adsorbés à la cathode : sous l'influence de la convection, ces particules ioniques enveloppées sont transportés vers la couche limite hydrodynamique, migrent à travers cette couche et sont transportés par diffusion à la cathode puis réduction du nuage ionique. Les particules sont déposées et incorporées dans la matrice comme les ions métalliques



**Figure II-1** : Mécanisme de codéposition des particules dans le dépôt métallique [2]

### II-1-2 Taux d'incorporation des particules :

La qualité du dépôt composite électrolytique dépend du taux d'incorporation de particules et de leur répartition. De plus, les paramètres habituels de l'électrolyse (PH, densité de courant, température, agitation) ont une influence sur la quantité de particules incorporées

Il existe de nombreux modèles, qui offrent une relation quantitative pour le taux d'incorporation des particules dans la matrice, le modèle le plus courant est représenté par la formule (1)

Soit  $\alpha_v$  le taux d'inclusion exprimé en fraction volumique de particules dans le dépôt,  $\alpha_v$  est relié à la vitesse totale de croissance du dépôt,  $dV/dt$ , par la relation suivante :

$$\frac{dV}{dt} = \frac{M_m J}{n \cdot F \cdot \rho_m \cdot (1 - \alpha_v)} \quad (1)$$

Avec :  $dV/dt$  = Le volume total du revêtement déposé sur 1 cm<sup>2</sup> pendant une seconde est :

$F$  : Constante de Faraday,

$M_m$  : Masse molaire de la matrice métallique,

$n$  : Valence de l'ion,

$\rho_m$  : Masse volumique du métal déposé,

$J$  : Densité de courant cathodique.

$$\frac{dV}{dt} = \frac{dV_m}{dt} + \frac{dV_p}{dt}$$

Avec  $dV_p/dt$ , qui représente La vitesse d'incorporation des particules (où  $V_p$  est le volume de particules contenu dans le dépôt sur une surface de 1 cm<sup>2</sup>)

Alors que Le volume de métal  $V_m$  déposé sur 1 cm<sup>2</sup> d'électrode en une seconde est en accord avec

la loi de Faraday suivante :

$$\frac{dV_m}{dt} = \frac{M_m J}{nF\rho_m}$$

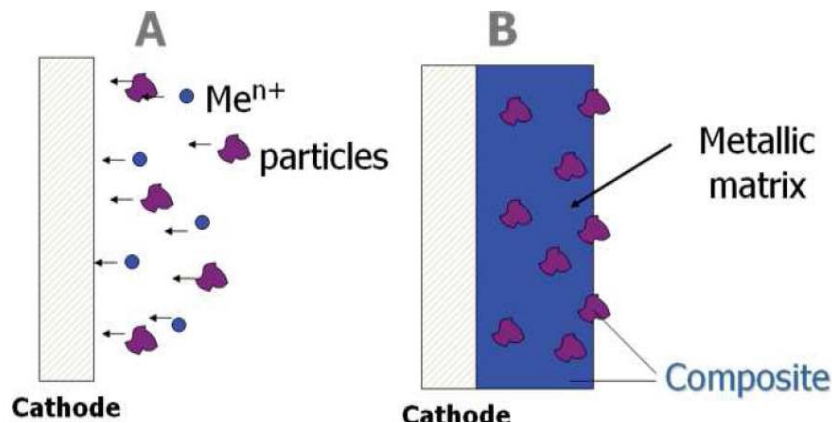


Figure II-2 : Phénomène d'incorporation des particules

## II-2 Revêtements de zinc :

Les alliages de Zinc ont été largement utilisés comme revêtements résistants à la corrosion, en particulier dans l'industrie automobile [11,14] en raison de la protection cathodique qu'il offre à l'acier. Des recherches ont permis une amélioration de leur résistance à la corrosion par l'incorporation de nanoparticules inertes (des céramiques) dans la matrice métallique pendant l'électrodéposition [5], [6]. On obtient ainsi des matériaux composites avec des propriétés supérieures, comme la résistance à la corrosion et à l'usure et une excellente stabilité chimique [15-17]. Des propriétés semi-conductrices, magnétiques et de super-conduction, une bonne adhérence entre la couche de zinc et celle de peinture

### II-2-1 Revêtement de Zn pur par la voie électrolytique :

Le zingage électrolytique est un procédé simple d'utilisation et économiquement compétitif, il offre une protection de type sacrificielle au substrat métallique. Il est réalisé par électrolyse d'une solution aqueuse généralement acidifiée contenant des sels métalliques ( $ZnCl_2$ ,  $ZnSO_4...$ )

La pièce à revêtir est placée à la cathode d'une cellule d'électrolyse dont l'anode est en zinc (électrode soluble). L'électrolyte contient donc des ions de zinc ( $Zn^{2+}$ ). Lorsqu'un courant passe dans le circuit formé par l'anode l'électrolyte et la cathode, le zinc se réduit puis se dépose à la cathode

La température T, la densité de courant j, le temps ainsi que le PH de la solution ont une grande influence sur la qualité et l'épaisseur du dépôt. Les conditions utilisées en pratique sont donné dans le tableau suivant :

Température °C	Densité de courant A/dm <sup>2</sup>	PH
20-30	1-7	4 à 5

Tableau II-1 : Les conditions utilisées en pratique dans le zingage électrolytique

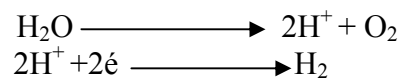
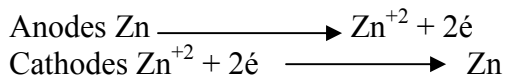
Les électrodes doivent subir une préparation de la surface avant le traitement : dégraissage, rinçage, décapage, rinçage et enfin un séchage.

Ces opérations permettent d'éliminer les graisses et les oxydes à la surface de la pièce.

Au cours de l'électrozincage, il convient de considérer :

- les réactions cathodiques :

Réduction des ions métalliques :



### II-2-2 Revêtement de composite (Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) par la voie électrolytique :

Les nanoparticules d'alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont utilisés dans des composites à matrice métallique pour leur dureté élevée leur résistance à l'usure et leur stabilité chimique. Très peu de travaux ont été réalisés avec une matrice de zinc. Des chercheurs [9] ont publié un travail dans lequel ils font varier la quantité d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5 et 10 g/l). Dans un bain de zingage classique ainsi que la densité de courant (1 à 8A/dm<sup>2</sup>). Les particules d'alumine, de dimension de 150µm, sont mises en suspension dans l'électrolyte par agitation à l'aide d'un agitateur magnétique. Une étude structurale par rayons x montre la présence des nanoparticules dans la matrice de zinc, des images au MEB montrent une adsorption et une distribution homogène des particules. Une caractérisation mécanique par indentation a permis de montrer que l'addition de 5g/l et 10g/l d'alumine améliore la dureté pour  $i = 3\text{A/dm}^2$ .

## II-3 Revêtements de Nickel :

### II-3-1 Revêtement de nickel pur par la voie électrolytique :

Le nickelage électrolytiques réalisés par électrolyse de solutions aqueuses de différents types de sels, représentent une activité industrielle importante et largement supérieure à la consommation des autres types de revêtements électrolytiques tels que le cuivre, le chrome, le zinc.. Les constructeurs automobiles ont tiré de grands avantages de l'emploi du nickel du fait de sa résistance à la corrosion et à l'usure, son pouvoir lubrifiant et la rigoureuse constance d'épaisseur des dépôts. On a ainsi amélioré les performances de différentes pièces en acier ou en aluminium telles que : radiateurs, pistons, roulements du moteur, raccords pour flexibles, engrenages, pièces de carburateur, injecteurs, amortisseurs,

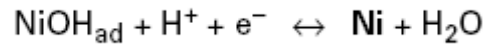
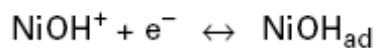
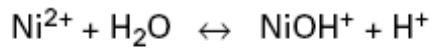
Depuis le développement des bains de nickelage brillant, le nickel est également très utilisé pour des applications de décoration.

Symbole chimique	Ni
Masse volumique	8,89 g/cm <sup>3</sup>
Numéro atomique	28
Masse atomique	58,7
Point de fusion	1452°C
Point d'ébullition	2480°C
Limite d'élasticité	105 MPa
Résistance à la rupture	380 MPa
Allongement	35%
Module d'élasticité	210-214 N/mm <sup>2</sup>
Système cristallin	CFC

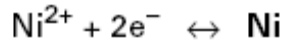
Tableau II-2 : Caractéristiques du nickel pur

### II-3-2 Les principes du nickelage électrolytique :

Le nickelage est réalisé à partir de solutions aqueuses de sels de nickel, en appliquant un courant électrique constant entre une anode en Nickel et une cathode en métal à revêtir. La formation du dépôt est obtenue grâce à la réduction des ions métalliques présents dans la solution suivant les réactions suivantes :



Avec  $\text{NiOH}_{\text{ad}}$  :  $\text{NiOH}$  adsorbé à la cathode  
Globalement, la réaction correspond à :



### II-3-3 Bains d'électrolyse :

L'apport en ions nickel s'effectue essentiellement par le sulfate de nickel  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

En présence de sulfates, les anodes en nickel tendent à se passiver en formant un oxyde de nickel noirâtre qui a tendance à gêner la dissolution du nickel : il est donc nécessaire d'ajouter au bain des ions chlorures qui favorisent l'attaque anodique. Pour cela, on ajoute notamment du chlorure de nickel  $\text{NiCl}_2$  et/ou du chlorure d'ammonium  $\text{NH}_4\text{Cl}$  et/ou du chlorure de sodium  $\text{NaCl}$ . Cette introduction de chlorure a aussi pour effet d'augmenter la conductibilité des bains et le pouvoir de répartition. (Le tableau II-3) donne les compositions des bains les plus utilisés [8]

La composition classique des **bains de Watts** et leurs paramètres de fonctionnement sont précisés dans le (tableau II-3). Comme dans la quasi-totalité des dépôts électrolytiques, une agitation est indispensable pour éviter les hétérogénéités. La densité de courant est de 2 à  $10\text{A}/\text{dm}^2$ , pour fixer le PH, de l'acide borique  $\text{H}_3\text{BO}_3$  est ajouter au bain. Les dépôts obtenus sont mats, les contraintes résiduelles sont faibles et les duretés varient de 100 à 250 HV.

Paramètre	Watts [9]	Watts semi-brillant [5]	Chlorure- sulfate [5]
Sulfate de nickel $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	220 à 280 g/L	200 à 300 g/L	150 à 225 g/L
Chlorure de nickel $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	35 à 65 g/L	30 à 50 g/L	150 à 225 g/L
Acide borique $\text{H}_3\text{BO}_3$	35 à 45 g/L	30 à 40 g/L	30 à 45 g/L
Coumarine		0,4 à 0,6 g/L	
Sel de sodium du sulfate d'alcool laurique		0,2 à 0,5 g/L	
Température	45 à 55 °C	50 à 60 °C	40 à 55 °C
Densité de courant cathodique	2 à 10 $\text{A}/\text{dm}^2$	3 à 5 $\text{A}/\text{dm}^2$	2,5 à 15 $\text{A}/\text{dm}^2$
pH	3 à 5		1,5 à 2,5

**Tableau II-3** : Les compositions des bains les plus utilisés

### II-3-5 Revêtement de nickel- $\text{Al}_2\text{O}_3$ :

Les dépôts composites sont préparés par addition d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  dans l'électrolyte selon une gamme de 0 à 30 g/l. les électrolytes utilisés sont à base de sulfates (bain de watts), et une anode en nickel. Le déroulement de l'électrodéposition est le même que celui du Ni pur.

### II-3-5 Influence des paramètres d'électrolyse [7] :

#### II-3-5-1 Température :

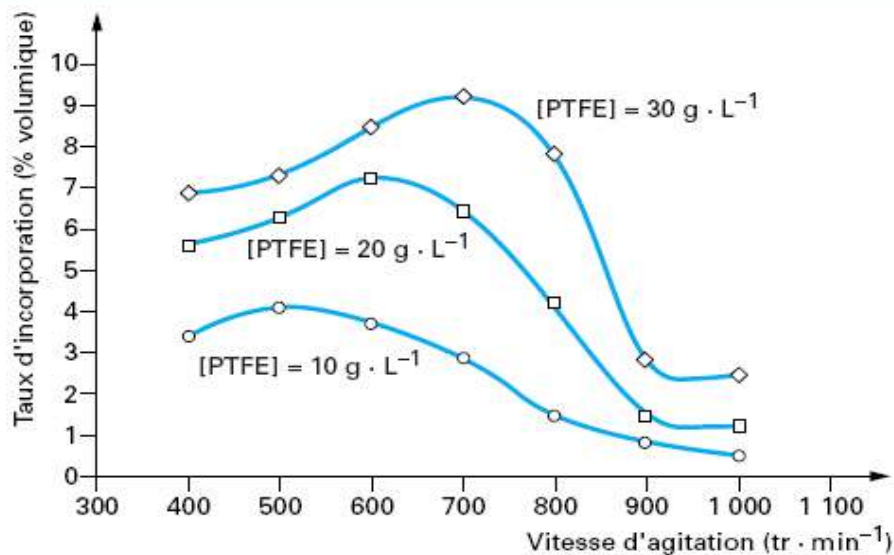
Aucun effet de la température sur le pourcentage des particules incorporées n'a été trouvé par plusieurs études

#### II-3-5-2 PH du bain :

Une forte diminution des particules occluses dans le dépôt au-dessous PH=2 à été constaté par différentes études

#### II-3-5-3 Agitation :

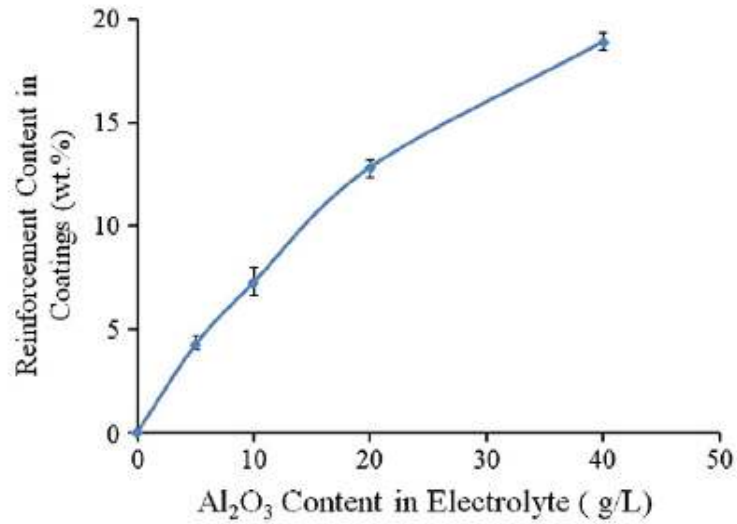
Il est évident que les particules à incorporer doivent arriver à la surface de la cathode et donc être transportées du sein de la solution vers la cathode par agitation. L'augmentation de l'agitation du bain conduit à une plus grande quantité de particules incorporées, sans pour autant l'exagérer ce qui entrainerai à l'effet contraire comme le montre la (figure II-3)



**Figure II-3 :** Taux d'incorporation d'un revêtement de Ni-PTFE en fonction de l'agitation de la solution, pour différentes concentrations de PTFE et à une densité de courant de 3 A dm<sup>-2</sup> [7]

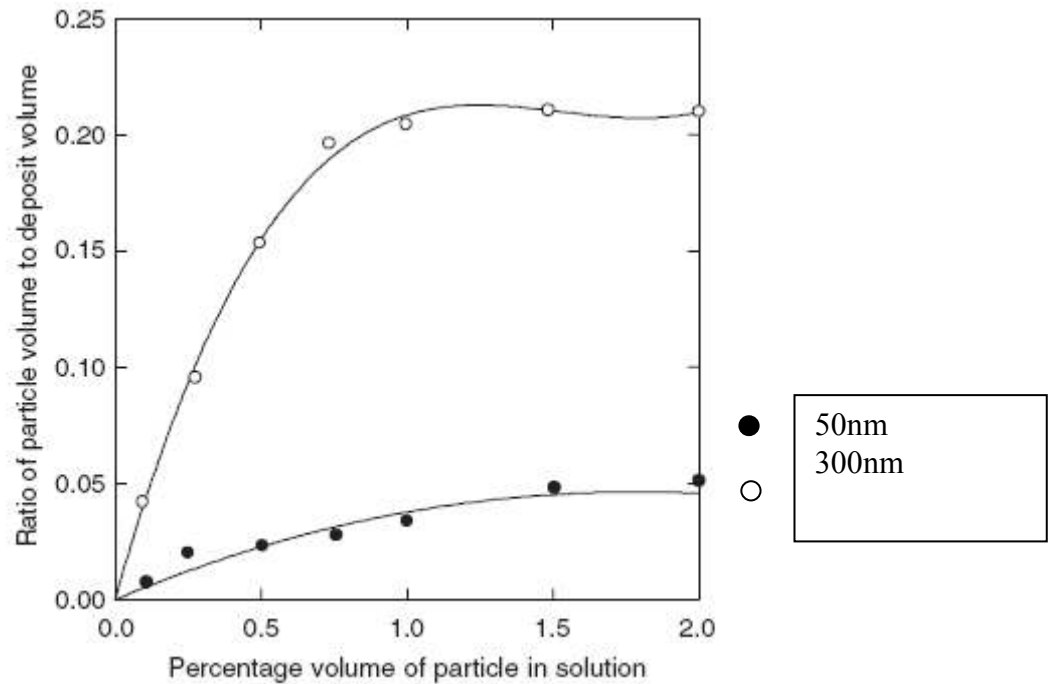
#### II-3-5-4 Concentration dans le bain, taille des particules Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [10] :

Le taux d'incorporation volumique des particules d'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dans une matrice de nickel croît avec l'augmentation de la concentration de particules du bain (figure II-4)



**Figure II-4 :** Effet de la concentration en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (150nm) dans le bain sur le dépôt [10]

Concernant l'effet de la dimension particulaire sur la codéposition, une augmentation du pourcentage des particules incorporées a été enregistrée avec l'augmentation de la dimension particulaire



**Figure II-5 :** Effet de la taille et le pourcentage des particules d'alumine dans le bain sur le dépôt [10]

# *CHAPITRE III*

## *Les méthodes de contrôle des revêtements*

## **Introduction :**

Le contrôle de la qualité et des caractéristiques d'un revêtement est indispensable après électrodéposition. Pour assurer cette opération il existe plusieurs méthodes parmi elle : la mesures d'épaisseurs du dépôt, la microdureté, la métallographie, l'abrasion et d'autre moyens chimique comme les essais de corrosion.

Dans ce qui suit, on va décrire brièvement quelques techniques de caractérisation utilisée pour étudier les revêtements ;

### **III-1 Examen à l'œil nu :**

Cet examen est le plus simple car il se base seulement sur l'apparence du revêtement obtenu, en particulier son aspect sa couleur et son état de surface.

### **III-2 Techniques de mesure d'épaisseur :**

Le contrôle de l'épaisseur est considéré comme l'un des plus important contrôle de qualité ; Les épaisseurs des dépôts électrolytiques comme l'ensemble des revêtements de surface peuvent être mesurés par différentes méthodes destructives ou non destructives: coupe micrographique, dissolution chimique ou anodique avec dosage du métal, méthode par ultrasons magnétique et courants de Foucault,

### **III-3 Procédés destructifs [1] :**

#### **III-3-1 La dissolution**

Le revêtement peut être dissous entièrement par attaque chimique ou électrochimique. On obtient une mesure de l'épaisseur moyenne par la détermination de la perte en masse en utilisant des balances de grandes précisions.

#### **III-3-2 Coupe micrographique :**

L'examen micrographique consiste à observer à l'aide d'un microscope optique une surface plane du métal, soigneusement polie et attaquée à l'aide d'un réactif approprié. Il est nécessaire d'effectuer une coupe perpendiculaire à la surface de la pièce sur laquelle est réalisé le dépôt. L'examen au microscope optique, muni d'une échelle micrométrique permet de mesurer l'épaisseur. Des logiciels sont utilisés pour les mesures précises sur les micrographies.

### **III-4 Procédés non destructifs :**

La plupart des essais non destructifs sont fondé sur la mesure d'une différence de propriété existant entre le métal de base et le revêtement.

#### **III-4-1 Méthodes de mesure par courants de Foucault :**

Le principe est la mesure des courants de Foucault induits à haute fréquence, le métal de base et le revêtement doivent avoir une conductivité électrique différente. Il est possible de mesurer des épaisseurs de  $1\mu\text{m}$  à  $1\text{mm}$ .

#### **III-4-2 Méthode par ultrasons :**

Les mesures s'effectuent à l'aide d'un palpeur qui émet des ondes ultrasonores, ces derniers traversent le revêtement et sont réfléchis à l'interface avec le métal de base. Ces ondes réfléchis retournent vers le palpeur. Les mesures d'épaisseurs de revêtements sont



basées sur l'analyse du signal réfléchi. Il est nécessaire de procéder à un étalonnage rigoureux

### **III-5 Intégrité du revêtement :**

L'intégrité du revêtement peut être caractérisée en termes de continuité et d'adhérence du revêtement sur le métal de base.

### **III-6 Continuité :**

Pour mettre en évidence les discontinuités éventuelles (porosité, fissures, manque de revêtement), on préconise d'utiliser les méthodes coloriscopiques. Une solution est déposée sur la surface du revêtement. A l'endroit du défaut (manque de revêtement), le métal de base apparaît grâce à une modification de couleur des réactifs utilisés.

### **III-7 Adhérence du revêtement :**

La couche déposée doit adhérer au métal de base. Les tests d'adhérence sont multiples et sont basé sur l'application d'une contrainte sur le revêtement

- ✓ . Essai de quadrillage : Le principe consiste à effectuer un quadrillage en réalisant des incisions parallèles et perpendiculaires dans le revêtement à l'aide d'un outil tranchant. Les incisions doivent pénétrer jusqu'au métal de base. Elles doivent être en nombre déterminé et espacées de manière définie en fonction de l'épaisseur du revêtement. Une mauvaise adhérence se traduit par un décollement
- ✓ Essai de pliage : La pièce est pliée avec un angle bien défini, guidé par un mandrin. Le craquage et le décollement du revêtement au niveau du pli sont dus à une adhérence médiocre

### **III-8 Mesure de la prise de masse :**

La mesure de prise de masse est une méthode simple et rapide, qui est utilisée pour estimer l'épaisseur ou plutôt la quantité de matière correspondant aux couches déposées. Afin d'évaluer la prise de masse occasionnée par le dépôt du revêtement, la masse des substrats est mesurée avant et après les opérations de dépôt et séchage. La prise de masse par unité de surface est le quotient de la différence des deux pesées par la surface déposée. La balance utilisée a une précision de l'ordre de 0,1 mg.

### **III-9 Analyses morphologiques et structurales :**

Les examens micrographiques (surface et coupes polies) des revêtements, réalisés par microscopie optique ou électronique à balayage, donnent des indications précieuses sur l'état physique du dépôt (compacité, fissuration éventuelle, régularité, ...). Un examen attentif de l'interface métal électrodéposé-substrat permet d'avoir une bonne approche de l'adhérence du dépôt

### **III-10 Analyses topographiques [2] :**

Aux observations morphologiques sont associés des relevés topographiques effectués avec un profilomètre optique interférométrique 3D en lumière blanche. Grâce à un traitement de l'image et un programme de calcul piloté par un logiciel, il est possible d'extraire du relevé topographique des paramètres géométriques et statistiques caractéristiques de la surface mesurée. Nous nous

intéresserons essentiellement aux paramètres suivants :

- Ra : permet d'apprécier la rugosité moyenne arithmétique
  - Rpv : hauteur maximale entre le creux le plus bas et le pic le plus haut
  - Rsk : somme de l'asymétrie de la courbe de distribution d'amplitude à l'intérieur d'une longueur de base, la portance de la surface mesurée est d'autant plus grande que sa valeur (Rsk) est négative
- Le profilomètre nous permet également de déterminer l'épaisseur des revêtements sous réserve qu'elle soit suffisamment importante pour différencier le dépôt du substrat par la méthode de la mesure de marche.

$$Ra = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l z^2(x) dx}$$

$$Rsk = \frac{1}{Rq^2} \frac{1}{l} \int_0^l z^3(x) dx$$

### III-11 Examens par rayons X

La diffractométrie par rayons X est une méthode d'analyse qui ne peut être appliquée que sur de la matière cristalline (minéraux, métaux, céramiques, produits organiques cristallisés) et non sur de la matière amorphe (liquides, polymères, verres). Les diffractogrammes obtenus par rayons X nous permettent de reconnaître les plans réticulaires et par conséquent la structure cristalline du revêtement

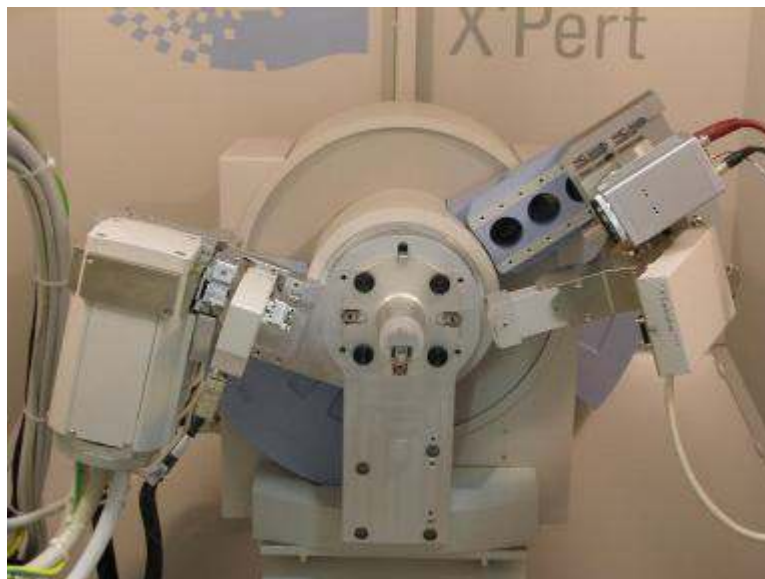


Figure III-1 : Le système de diffraction par rayons X

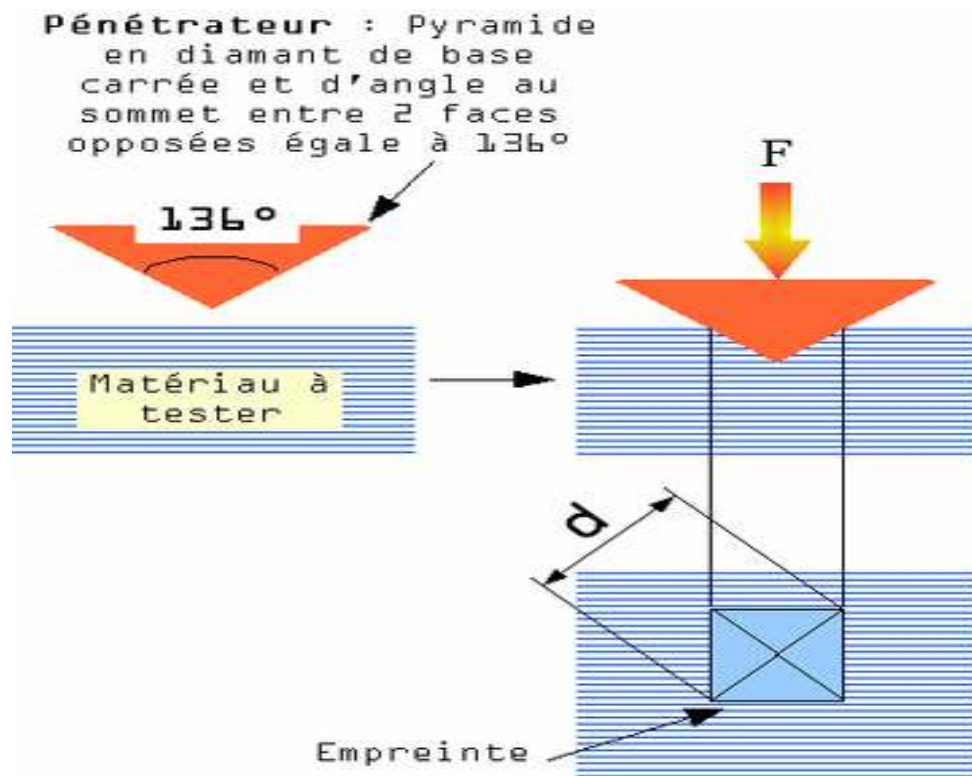
### III-12 Examen de micro-dureté :

Les essais de pénétration sont généralement utilisés pour les revêtements métalliques. Ces essais ont l'avantage d'être plus simples à réaliser et de donner des résultats reproductibles.

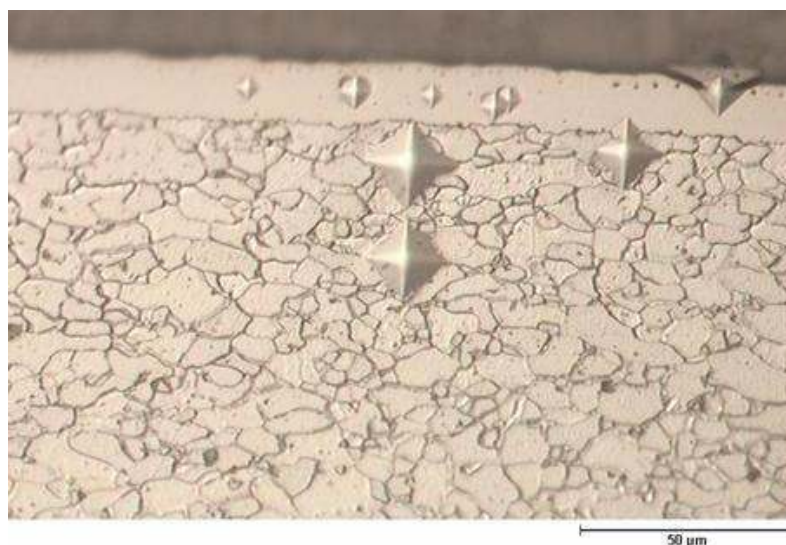
Réalisés sous très faible charge, les essais de microdureté permettent des mesures très localisées (sur environ 100  $\mu\text{m}^2$ ). A l'aide d'un micro-duromètre, on peut par exemple déterminer la dureté d'une phase donnée dans un échantillon polyphasé ou celle d'un échantillon très fragile et mince, et bien sur une couche de plusieurs microns d'épaisseur comme le montre la (figure III-3)

La mesure de dureté Vickers ( $H_v$ ) se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre face égal à  $136^\circ$  (Figure III-2). L'empreinte a donc la forme d'un carré et on mesure les deux diagonales ( $d_1$ ) et ( $d_2$ ) de ce carré à l'aide d'un appareil optique.

On obtient la valeur (d) en effectuant la moyenne de (d1) et (d2). C'est cette valeur (d) qui sera utilisée pour le calcul de la dureté. La force (F) et la durée de l'appui sont également normalisées. Le degré de dureté est ensuite lu sur un abaque.



**Figure III-2** : Schéma de principe de la mesure de la micro-dureté par la méthode Vickers  
Dans la figure qui suit, un exemple d'une empreinte réalisée sur une éprouvette est montré.



**Figure III-3** : Empreinte réalisée sur un revêtement et le métal de base

# *CHAPITRE IV*

## *Chapitre VI*

### *Procédure expérimentale*

## Définition :

Dans ce chapitre, nous allons présenter le dispositif expérimental permettant d'effectuer des revêtements composites par la voie électrolytique. Nous exposerons les méthodes expérimentales utilisées pour la préparation des substrats, ainsi que et les différentes techniques d'analyse et contrôle utilisées pour étudier les caractéristiques des revêtements obtenus.

## IV- Procédé de revêtement composite par la voie électrolytique (électrodéposition) :

L'étude présente a comme objectif, la préparation sur un support d'acier XC38, les revêtements suivants :

- Zinc pur et Composites : Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- Ni pur et composite Ni- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Pour cela, on a utilisé un bain de zincage acide (pour le zinc) et un bain de nickelage acide (pour le nickel) dans lesquels des particules micrométriques d'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ont été introduites en suspension.

### IV-1 Schéma descriptive du montage utilisé pour revêtement par la voie électrolytique :

Le principe de l'électrodéposition consiste à placer une anode et une cathode (acier) dans un électrolyte contenant le métal à déposer sous forme d'ions, ainsi qu'une certaine quantité d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sous forme de poudre. Un courant électrique constant est établi entre l'anode et la cathode en utilisant une alimentation stabilisée.

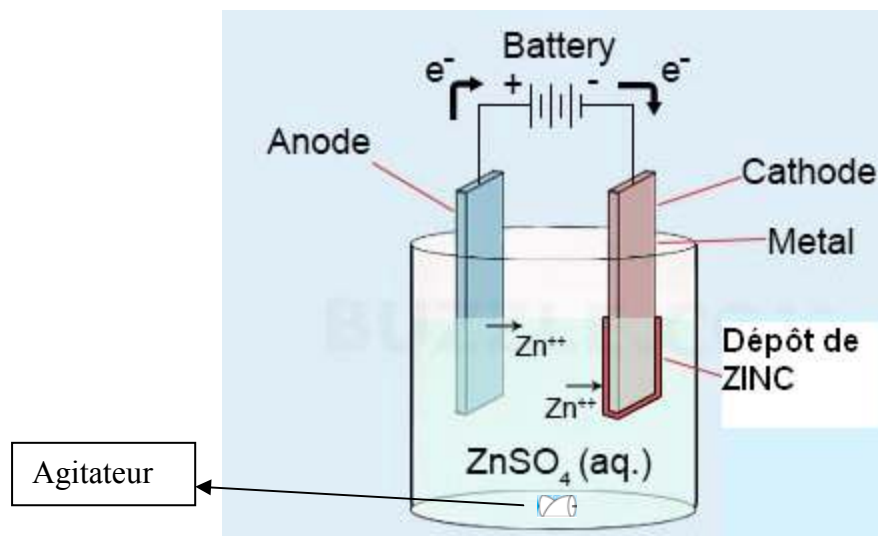


Figure VI-1 : Installation de l'électrodéposition

(La figure V-1) montre l'installation de l'électrodéposition qu'on a montée au niveau du laboratoire de sciences des matériaux au département de Mécanique. L'électrolyte, qui est dans un béc en verre, est constamment agité à l'aide d'un agitateur magnétique avec une vitesse contrôlée. Deux anodes sont placées en face d'une cathode et les trois sont reliées à l'alimentation.



Figure IV-2 : Montage expérimental de l'électrodéposition

## IV-2 Composition des bains et les conditions de l'électrodéposition :

Dans cette étude les bains utilisés sont à base de sels métalliques :  $ZnCl_2$ , pour le zinc et  $NiSO_4$  pour le nickel.

### IV-2-1 Revêtements de Zinc:

- Electrolyte de référence P0 [5]: Utilisé pour le dépôt de zinc pur. La composition de Zn et les conditions d'électrodéposition sont présentés dans le Tableau IV-1.
- Electrolyte désignés par P5 et P10 [5] pour dépôt de zinc- $Al_2O_3$ . La composition en  $Al_2O_3$  ainsi que la densité de courant sont présentés dans le tableau 2 pour chaque code

Composition de bain	Quantités
Chlorure de Zinc $ZnCl_2$	65 g/l
Chlorure d'ammonium $NH_4Cl$	180 g/l
Condition de bain	
Température	25°C (température ambiante)
PH	4.8

Tableau IV-1 : Composition de Zn et condition d'électrodéposition [4]

	$Al_2O_3$ (g/100ml)	I ( $A/dm^2$ )	
P0	0	P0-5	P0-7.6
P5	5	P5-5	P5-10
P10	10	P10-5	P10-10

Tableau IV-2 : Composition, densité de courant [5]

### IV-2-2 Calcule des différentes quantités des produits chimiques :

Pour un bain de Zn de 300(ml), nous avons utilisé :

$ZnCl_2$ : 19.5g,  $NH_4Cl$ : 54g



### IV-2-3 Revêtements de Nickel [3]:

- Pour le dépôt de nickel pur : On réalise le dépôt de nickel à la surface de la une pièce en acier par électrolyse d'une solution de chlorure et de sulfate de nickel. Pour un bain de Ni à haute concentration de 1000 (ml), nous avons utilisé :  
NiSO<sub>4</sub>6H<sub>2</sub>O: 300g, NiCl<sub>2</sub>6H<sub>2</sub>O: 50g, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>: 40g
- Pour le dépôt de nickel-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à la surface de la une pièce en acier par électrolyse d'une solution de chlorure et de sulfate de nickel. Pour un bain de Ni à haute concentration de 1000 (ml), nous avons utilisé :  
NiSO<sub>4</sub>6H<sub>2</sub>O: (300g), NiCl<sub>2</sub>6H<sub>2</sub>O: (50g), H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>: (40g) , Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: (5/10g)

### IV-2-4 Préparation du bain

Une fois les produits pesés, nous ajoutons la quantité d'eau nécessaire, puis on dissous les cristaux par agitation. Pour les bains contenant les particules Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, un brasage est nécessaire afin de mettre en suspension les particules d'alumine. Le bain a été agité environ 1 h en utilisant une cuve à ultrasons puis un agitateur magnétique, afin d'obtenir une solution homogène avant électrodéposition.



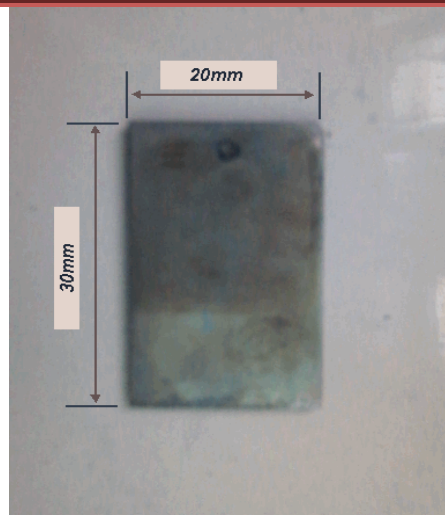
Figure IV-3 : Cuve à ultrason utilisé pour l'agitation des particules Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### IV-3 Nature du substrat :

Le substrat étudié est un acier XC38, de dimensions (30\*20\*1.5). Sa composition chimique est donnée dans le tableau suivant :

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Fe
0.33	0.30	0.40	1.75	0.45	4.0	balance

Tableau IV-3 : Composition chimique de l'acier XC38



**Figure IV-4** : Echantillon de substrat sans revêtement

#### **IV-4 Anodes :**

Pour les deux types de revêtement des anodes solubles sont utilisées.

En ce qui concerne les dépôts de zinc, des anodes, en zinc, ont été élaborés par fusion de zinc pur, puis coulage sur un support en céramique, pour obtenir des plaques de dimensions : (40\*20\*3).

Pour les dépôts en Nickel, les anodes sont des plaques de Nickel de dimensions : (40\*20\*1.5) : leur dissolution assure un apport constant en cations.



**Figure IV-5** : Anode de Ni



**Figure IV-6** : Anode de Zn

#### **IV-5 Gamme de préparation des surfaces [2], [3] :**

La préparation du substrat joue un rôle fondamental sur l'adhérence du revêtement qui conditionne la tenue en service des pièces. Une gamme de préparation identique a donc été adoptée pour tous les substrats quels que soient le type et la forme des éprouvettes afin de ne pas introduire une nouvelle variable.

Cette gamme est la suivante :

- ✓ Polissage des substrats.
- ✓ Nettoyage et dégraissage à l'acétone pendant une minute.
- ✓ Rinçage à l'eau distillée pendant une minute à température ambiante.
- ✓ Immersion dans une solution de décapage d'acide chlorhydrique (50 g/l-1) portée à 50°C pendant une minute.
- ✓ Rinçage à l'eau distillée dans un bain pendant une minute à température ambiante.
- ✓ Séchage.

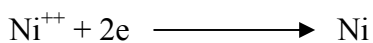
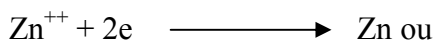




**Figure IV-7** : substrat d'aciers XC38 après préparation du surface

#### **IV-6 Mode opératoire:**

Les pièces sont Immergées dans le b cher contenant le bain, puis reli es   une alimentation stabilis e, la cathode   la borne + ou arrivent les  lectrons charg s n gativement afin d'attirer les cations de Zinc (ou de nickel) pr sents dans le bain. La r action de r duction   lieu sur la cathode ou se forme un d p t:



D' ne fa on simplifi e, nous d crivons la proc dure de d position des rev tements par la par la voie  lectrolytique comme suit :

##### **IV-6-1 Pour les rev tements de Zn pur :**

Pour avoir un rev tement de Zn-pur on a besoin d'un bain pour l' lectrod position qui contient des quantit s (mentionn es dans le tableau IV-4 ci-dessous) de chlorure de Zn et chlorure d'ammonium, et anode de Zn-pur et la substrat, et on va chang  les param tre d' laboration (intensit  de courant et la vitesse d'agitation) pour obtenir diff rents rev tement de Zn-pur

##### **IV-6-2 Pour les rev tements de composite Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> :**

Dans le cas de rev tement de composite Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> m me condition que rev tement de Zn pur sauf on ajoute une quantit  de c ramique Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 5 et 10g/l.

##### **IV-6-3 Pour les rev tements de Ni pur :**

Pour avoir un rev tement de Ni-pur on a besoin d'un bain pour l' lectrod position qui contient des quantit s (mentionn es dans le (tableau IV-4) ci-dessous) de sulfate de Ni, chlorure de Ni et acide borique et une anode de Ni-pur et le substrat, on va chang  les param tres d' laboration (intensit  de courant et la vitesse d'agitation) pour obtenir diff rents rev tement de Ni-pur

##### **IV-6-4 Pour les rev tements de composite Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> :**

Dans le cas de rev tement de composite Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> m me condition que rev tement de Ni pur sauf on ajoute une quantit  de c ramique Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. (5 et 10 g/l)

#### IV-7 Les paramètres de revêtement composite par la voie électrolytique :

	Volume (ml)	Voltage (V)	J (A/dm <sup>2</sup> )	Temps (min)	AL2O3 (g)	Vitesse de rotation (Tr/min)	PH
Zn	300	1.2/2.5	5/10	15/60	0	500/700	4.83
Ni	300	2/4	3/5	60	0	500/700	3.46
Zn- AL2O3	300	1.2/2.5	5/10	20/60	5/10	500/700	4.83
Ni- AL2O3	300	2/4	3/10	30/60	3/5/10	500/700	3.46

Tableau IV-4 : Les paramètres de revêtement par la voie électrolytique

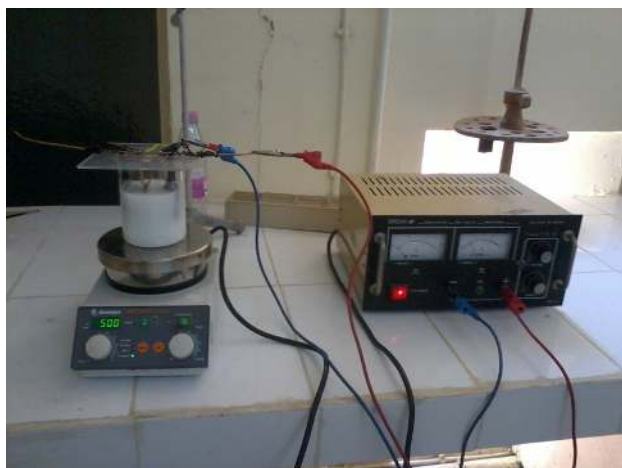


Figure IV-8 : Revêtements de composite Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



Figure IV-9 : Revêtement de Ni-pur



**Figure IV-10** : Revêtement de Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### **IV-7-1 Calcul de l'intensité de courant :**

Un courant constant est imposé au cours de l'électrodéposition, suivant la documentation [ref] [ref] que nous avons consulté, les densités de courant  $J$  utilisées sont en  $A/dm^2$ . Le courant  $i$  est alors :

$$I = J * A, \text{ tel que :}$$

$I$  : l'intensité de courant (A);

$J$ : la densité de courant ( $A/dm^2$ ) ;

$A$  : la surface de la pièce à anodiser ( $dm^2$ ).

#### **IV-7-2 PH:**

L'électrodéposition s'effectue à PH constant en général dans des bains acides. Une mesure du PH avant le début de l'opération est nécessaire.

#### **IV-7-3 Sécurité de l'opérateur :**

Les risques existants dans ce type d'expérience liés au danger de produits chimiques, l'asphyxie, brûlures, danger pour les yeux, nécessitent des précautions, tel que le port de gant, masque et lunettes, ainsi qu'une bonne aération dans le labo.

#### **IV-8 Pesée :**

Pour la pesée de la masse des échantillons, les produits chimiques et les revêtements, on a utilisé une balance électronique de type Analytical Plus (AP), montrée dans la (figure IV-11), cette balance offre des mesures avec une précision de  $10^{-4}$  g.



**Figure IV-11** : Balance électronique de type Analytical

### **IV-9 Mesures d'épaisseurs de revêtement :**

L'épaisseur fait partie des critères essentiels de caractérisation d'un revêtement. Une épaisseur minimum de couche sur une pièce est requise pour garantir des propriétés **physiques, électriques, mécaniques** ou **esthétiques**. Il existe plusieurs méthodes, certaines sont destructives et d'autres non destructives. Dans notre cas nous avons utilisé une méthode destructive qui est la métallographie, et une autre non destructive basée sur la réflexion des ultrasons à l'interface revêtement-métal de base ultrasons. Un petit appareil portatif, muni d'un palpeur, permet de balayer toute la surface de l'échantillon et affiche les valeurs de l'épaisseur en chaque point.

### **IV-10 L'analyse métallographique :**

#### **IV-10-1 L'enrobage :**

Pour simplifier la manipulation d'échantillons lors des différentes étapes : polissage, positionnement sur les platines des microscopes; Un enrobage est nécessaire deux techniques sont utilisées :

#### **IV-10-2 Enrobage à chaud:**

La méthode d'enrobage sous pression la plus courante est celle qui consiste à inclure l'échantillon par compression et chauffage dans une résine de moulage (la Bakelite est un thermodurcissable, ou la résine acrylique qui est thermoplastique). Il est effectué à l'aide d'une presse hydraulique, une enrobeuse permettant une mise sous pression et un chauffage au cours du cycle d'enrobage. Après polymérisation, l'enrobage thermodurcissable peut-être démoulé encore chaud alors que le thermoplastique est mou à cette température et doit-être refroidi sous pression avant.

#### **IV-10-3 Enrobage à froid**

Afin d'éviter toutes transformations structurales, il est recommandé d'utiliser des résines d'enrobage à froid. C'est un procédé de moulage qui consiste à envelopper l'échantillon dans une résine polymère. Cette opération est nécessaire pour faciliter la manipulation surtout des échantillons minces et d'assurer une planéité pendant l'opération de polissage.

L'enrobage à froid se fait dans un moule de résine thermodurcissable.

#### IV-10-4 Le polissage :

Pour avoir des informations sur la microstructure, il faut en général une soigneuse préparation :

Le polissage des échantillons enrobés a pour but d'éliminer les rayures de la surface à observer au microscope en la rendant plane et tel un miroir.

#### IV-10-5 Le polissage grossier :

Cette opération est réalisée mécaniquement par abrasion manuelle sur des disques tournants. Afin d'éliminer progressivement les rayures, on opère sur une série de papiers abrasifs en carbure de silicium, dont le grain est de plus en plus fin (220, 320, 400, 600, par exemple) en croisant soigneusement les stries de polissage quand on passe d'un papier au suivant. Afin d'éviter l'échauffement de l'échantillon, l'opération est réalisée avec une circulation d'eau, qui est en même temps un lubrifiant. La (figure IV-12) montre la polisseuse disponible au niveau de laboratoire de SDM.

#### IV-10-6 Le polissage de finition :

Pour la finition on a utilisé une polisseuse, la section à polir est amenée au contact d'un disque de feutre imbibé d'une suspension abrasive contenant des grains d'alumine de taille inférieure au micron. (La figure IV-13) représente la polisseuse de finition utilisée.



Figure IV-12 : Polisseuse aux papiers abrasifs



Figure IV-13 : Polisseuse de finition

#### IV-10-7 Analyse microscopique :

L'analyse microscopique a été effectuée avec un microscope optique de type ZEISS AXIOVER T40 MAT montré dans la (figure IV-14), ce dernier permet l'observation des échantillons avec un agrandissement qui varie de 100 à 1000 et qui est équipé d'un appareillage photographique, cette analyse permet d'observer et de mesurer l'épaisseur des couches.



Figure IV-14 : Microscope optique utilisé pour l'analyse métallographique

## IV-11 Essai de microdureté :

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

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

Où, F est le niveau de la charge appliquée, d est le diamètre de l'empreinte et d est la moyenne des deux diagonales de l'empreinte ;  $d = (d1 + d2) / 2$ .

Dans notre étude, nous avons effectué des mesures le long du revêtement vers le substrat, en prenant pour chaque échantillon trois (3) valeurs, on par la suite la moyenne. La charge appliquée est de 100gf pendant un temps de 15 secondes, sans choc ou vibration.



Figure IV-15 : Appareil de microdureté Vickers MH-100

## IV-12 Essai de corrosion :

### IV-12-1 Courbes potentiodynamique:

Pour tracer les courbes de polarisation, nous avons utilisé un Potentiostat. Il s'agit là d'un asservissement à trois électrodes et deux circuits (Voir la figure IV-16 & IV-17), un circuit de mesure du potentiel, à très faible courant, et un circuit d'application du courant. Une régulation électronique assure le courant i nécessaire pour obtenir tout potentiel E demandé.

Les courbes de polarisation sont déterminées en appliquant un potentiel entre une électrode de travail et une électrode de référence. Un courant stationnaire s'établit après un certain temps et il est mesuré entre l'électrode de travail et une contre électrode (électrode auxiliaire).





**Figure IV-16** : Cellule de corrosion



**Figure IV-17** : Potentiostat/Galvanostat EG&G 283

Figure 3.9 : Dispositif pour tracer les courbes de polarisation expérimental.

La densité de courant mesurée en fonction du potentiel donne une courbe de polarisation qui renseigne sur la cinétique des réactions d'électrode en jeu. Dans notre cas, nous avons tracé la courbe de Tafel afin de déterminer le potentiel et le courant de corrosion et comparer le comportement des revêtements purs ou alliés dans une solution NaCl à 3.5% qui simule l'eau de mer.

#### **IV-12-2 Essais de perte de masse :**

Nous avons effectué l'essai de perte de poids au niveau du laboratoire de SDM, en utilisant une solution HCl, de molarité à 0,2M pour les revêtements de Ni- pur et les revêtement de composite Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et de molarité de 0.1 M pour les revêtement de Zn-pur et les revêtements de composite Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans le but de mesurer le pouvoir des différents échantillons de résister dans un milieu corrosif. Cet essai a été fait pendant une durée de 72heurs. Après chaque période de 24h nous avons retiré l'échantillon puis nous l'avons nettoyé avec de l'eau courante et l'avons bien séché après nous l'avons pesé et les nouvelles masses ont été reporté dans un tableau.

#### **IV-12-3 Préparation de la solution HCl :**

Pour déterminer le volume de HCl nécessaire pour obtenir une solution de 0,2M, nous avons appliqué la relation suivante :

$$V = (M * Mm) / (d * p)$$

**M** : la molarité, on a pris la valeur M=0,2 ;

**Mm** : la masse molaire de HCl qui égale à 36.47 g/mole ;

**d** : la densité de la solution HCl disponible au labo qui égale à 1.19 ;

**p** : la pureté de la solution HCl qui égale à 37.5%.

le calcul donne un volume de HCl  $V = 16.35 \text{ ml}$  dans un litre de solution, soit  $V = 3.27 \text{ ml}$  pour la préparation d'une solution de 200 (ml). Pour tester le Ni et  $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$

HCl  $V = 3.27 \text{ ml}$  dans une solution de 300 (ml). Pour le Zn-pur et  $\text{Zn-Al}_2\text{O}_3$

#### **IV-13 Essai d'abrasion :**

Pour l'essai d'abrasion on a utilisé une machine d'abrasion fabriqué au niveau de l'atelier mécanique montré sur la (figure IV-18). Cette opération consiste à déterminer l'efficacité de différents revêtements réalisés par la résistance au frottement exercé par un pion



**Figure IV-18 :** Appareil d'essai d'abrasion

La méthode retenue pour la mesure de l'usure dans cet essai est celle par perte de masse. Pour activer le phénomène d'usure, nous avons utilisé un pion sur disque tournant. Le montage ainsi que le dispositif, utilisé lors des essais sont présentés sur la (figure IV-18). L'usure est caractérisée par la perte progressive de matière à sa surface. L'abrasion est provoquée par l'action mécanique (frottement) du pion, soumis à une charge, sur la surface placée sur le disque, tournant à une vitesse constante. L'effet abrasif peut être accentué en jouant sur des paramètres tels que, la charge et le temps. Il s'en suit que l'usure de la surface est une conséquence directe d'un arrondissement de matière engendrée par cette action abrasive. D'une façon générale, le volume d'usure par abrasion est lié à la charge appliquée, au temps et à la distance parcourue.

#### **IV-14 Essai de rugosité :**

La rugosité est une caractéristique de l'état de surface d'un matériau solide ou d'un revêtement.

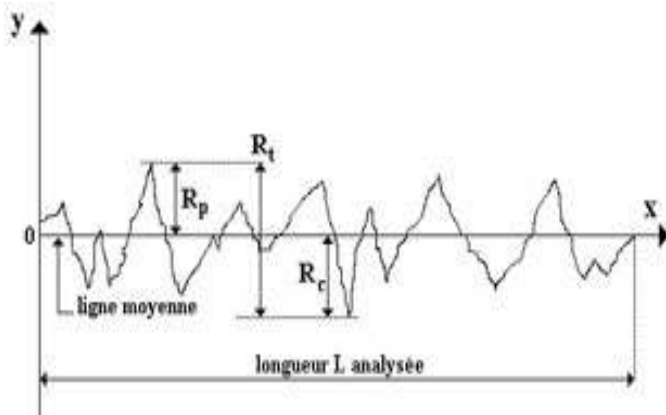
Pour l'essai de rugosité on applique pour voir la qualité de surface des revêtements obtenu à l'aide d'un appareil rugosimètre qui se trouve au niveau de labo de SDM.

Cet appareil permet de calculer l'écart moyen de rugosité appelé ( $R_a$ )

Aussi existe d'autre paramètre à calculer comme ; la moyenne arithmétique de toutes les ordonnées du profil dans une longueur de base, le paramètre ( $R_q$ ) (l'écart quadratique de rugosité)

en est la moyenne quadratique, ( $R_z$ ), (la hauteur moyenne de profil) est la moyenne des amplitudes entre les hauteurs de saillie et les profondeurs de creux, ( $R_p$ ) représente la plus grande hauteur de saillies, ( $R_v$ ) la profondeur maximale des creux,





**Figure IV-19** : Caractéristiques de surface rugueuse



**Figure IV-20** : Rugosimètre

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L Z(x) * dx$$

Avec :

$R_a$  : L'écart moyen de rugosité, est la moyenne arithmétique de toutes les ordonnées du profil dans une longueur de base,

$Z(x)$  : Ordonnées de profil de la rugosité.

$L$  : longueur de surface mesurée.

Les valeurs de  $R_a$  typiques pour les états de surface des métaux sont comprises entre  $0.02 \mu\text{m}$  et  $3.5 \mu\text{m}$ . Plus ce chiffre est petit, meilleur est l'état de surface ( $0.02 \mu\text{m}$  = aspect « miroir »)

*Chapitre V*  
***Résultats et interprétations***

## **Définition :**

Dans le domaine de protection ou traitement de surface, il existe plusieurs méthodes de protection contre la corrosion. On choisit ces méthodes suivant différents facteurs tels que : de nature du substrat, milieu corrosif ainsi le coût de traitement.

L'étude de l'électrodéposition des dépôts métalliques ayant incorporé des particules céramiques est un sujet de grand intérêt. Cet intérêt pour les dépôts composites, métal-céramique, a augmenté en comparaison avec les dépôts de métal pur, à cause de leurs bonnes propriétés mécaniques et tribologiques. Dans ce contexte, la présente étude a comme objectif, la préparation des dépôts composites Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sur un support d'acier XC38,

Après la réalisation de plusieurs revêtements en variant les paramètres d'élaboration comme la vitesse d'agitation, la densité de courant et la quantité de céramique Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, on obtient différents échantillons. Nous avons procédé à plusieurs méthodes de caractérisation : métallographie et mesures d'épaisseurs, abrasion et rugosité, courbes de polarisation et essais de perte de masse, pour contrôler leur efficacité

Dans ce chapitre on présentera les résultats obtenus à partir des différents essais mécaniques, chimiques et physiques. Les commentaires et interprétations seront donnés pour chaque étape.

## **V-1 Exposition de différentes pièces réalisées :**

Dans cette étape, on a réalisés le travail en Trois (03) grands étapes :

La première étape comporte la réalisation de revêtement de Zn pur et revêtements de composites Zn- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> avec différents pourcentage en alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sur un substrat en XC8. Le dépôt de zinc pur à servit de témoin pour fin de comparaison.

Deuxième étape comporte la réalisation de revêtement de Ni pur et revêtements de composites Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Avec différents pourcentage en alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Le premier a servit de témoin pour fin de comparaison.

Dans cette étude nous avons réalisés un grand nombre d'échantillons avec différents paramètres opératoire. On a donc suivi la numérotation représenté sur le (tableau V-1) afin de faciliter le repérage des échantillons réalisés.

Certains paramètres sont maintenus fixes comme :

- Le PH= 4.83 et 3.46 pour tous les revêtements Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> respectivement
- La tension d'électrolyse V= (1.8-2.4) V
- Le temps d'électrodéposition t= 60min
- La température ambiante

Echantillons	Type de revêtement	Bain	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (g/l)	Courant (A/dm <sup>2</sup> )	Agitation (Tr/min)			
Z-I	Dépôt Zn-pur	Zncl <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> cl	0	7.6	500			
Z-II				5	700			
Z-III	Dépôt Zn-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zncl <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> cl+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	10	700			
Z-IV				10	500			
Z-V				5	500			
Z-VI				5	500			
Z-VII				10	500			
Z-VIII				10	700			
Z-IX				10	700			
Z-X				10	700			
N-I				Dépôt Ni-pur	NiSO <sub>4</sub> 6H <sub>2</sub> O+NiCl <sub>2</sub> 6H <sub>2</sub> O+H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	0	3	500
N-II							5	500
N-III	Dépôt Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	NiSO <sub>4</sub> 6H <sub>2</sub> O+NiCl <sub>2</sub> 6H <sub>2</sub> O+H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	3	500			
N-IV				3	700			
N-V				3	700			
N-VI				10	700			

**Tableau V-1** : Les différents échantillons réalisés

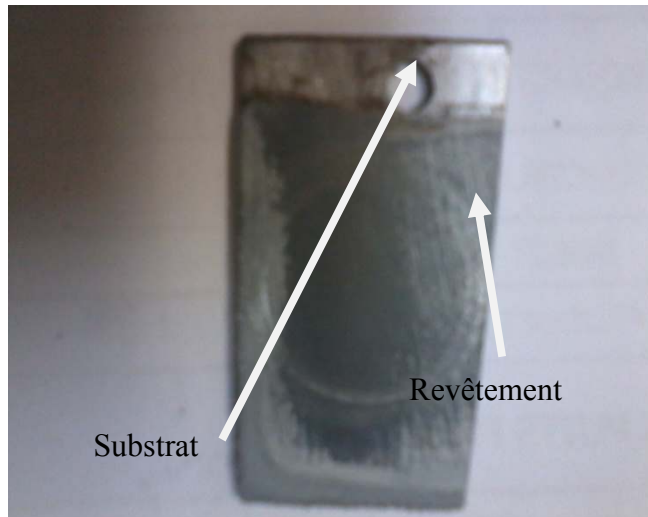
## V-2 Caractérisation des échantillons:

### V-2-1 Aspect :

✓ Dépôts Zn

Les revêtements de zinc pur sont de couleur grise clair, d'aspect régulier mais assez rugueux et on distingue une hétérogénéité de couleur pour certains échantillons. Un des échantillons ne présente pas une bonne adhérence au substrat, comme la montre la figure ci-dessous. Ceci peut être dû à l'effet de l'agitation (700 tr/min) et une mauvaise répartition du courant électrique.

Pour les composite Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on a obtenu des dépôts de couleur grise et homogène comme le montrent les (figures V-1)

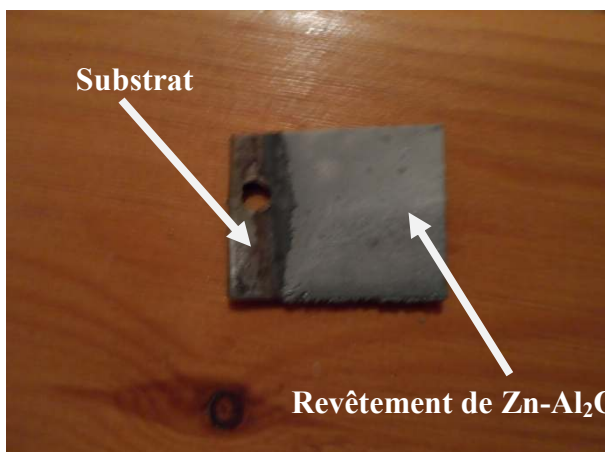


**Figure V-1** : Echantillon de revêtement de Zn-pur (Z-II) mauvaise adhérence

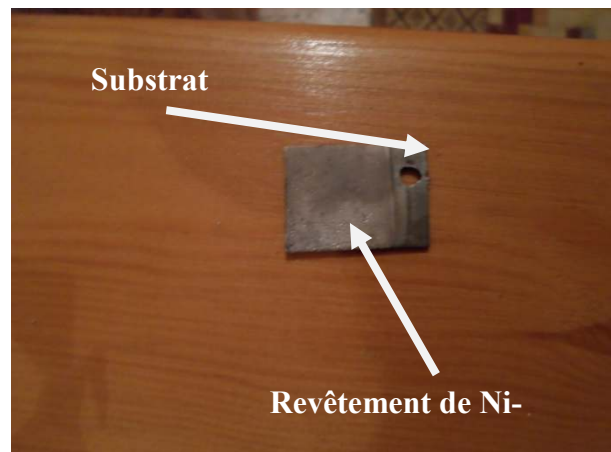
✓ Dépôts Ni

Le dépôt de nickel pur est uniforme, bien adhérent au substrat, de couleur gris-blanc à reflets jaunes, et d'aspect lisse. et régulier

Les revêtements de Ni-  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , de couleur grise, sont homogènes, bien adhérent pour toutes les compositions en alumine, comme le montre la (figure V-2)



**Figure V-2** : Echantillon de revêtement de  
Zn-  $\text{Al}_2\text{O}_3$



**Figure V-3** : Echantillon de revêtement de  
Ni- $\text{Al}_2\text{O}_3$

**V-3 Mesure des épaisseurs :**

Les épaisseurs ont été mesurées à l'aide d'un appareil à ultrasons, en effectuant un balayage du palpeur sur toute la surface revêtue, on a noté quatre valeurs  $e_1, e_2, e_3, e_4$  en ( $\mu\text{m}$ ), présentées dans le (tableau V-2),

Echantillon	$e_1$ ( $\mu\text{m}$ )	$e_2$ ( $\mu\text{m}$ )	$e_3$ ( $\mu\text{m}$ )	$e_4$ ( $\mu\text{m}$ )	Epaisseurs moyenne ( $\mu\text{m}$ )
Z-I	16	17	19	42	23.5
Z-III	130	42	197	-	123
Z-IV	107	210	65	-	127.33
Z-V	502	57	63	446	267
Z-VI	46	53	59	50	52
Z-VII	269	186	144	258	214.25
Z-VIII	69	90	70	76	76.25
Z-IX	273	287	284	303	286.75
N-I	8	11	14	12	11.25
N-II	28	20	25	23	24
N-III	20	24	32	37	28.25
N-IV	24	17	23	21	21.25
N-V	58	64	60	65	61.75

Tableau V-2 : Les épaisseurs de différents revêtements

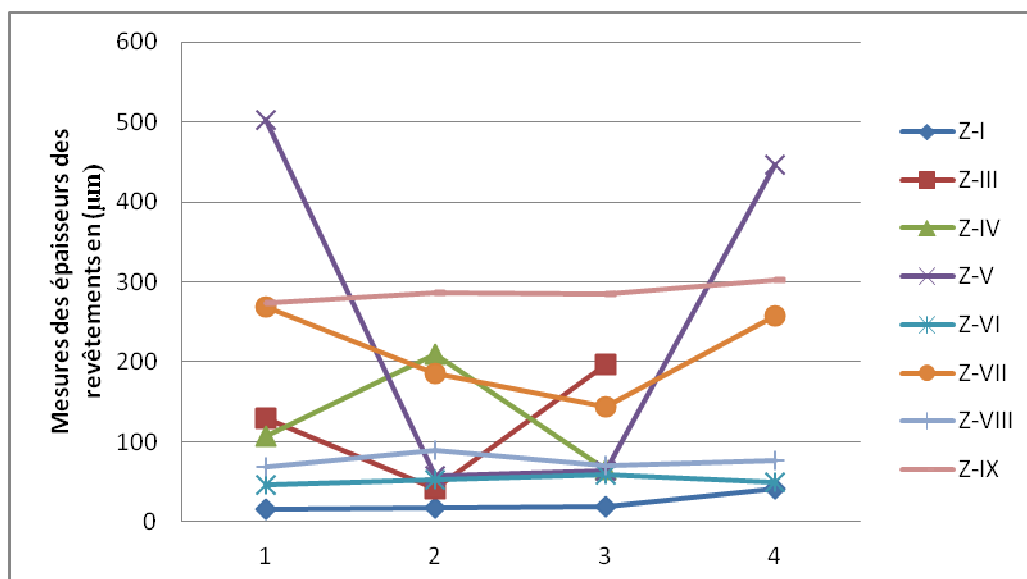
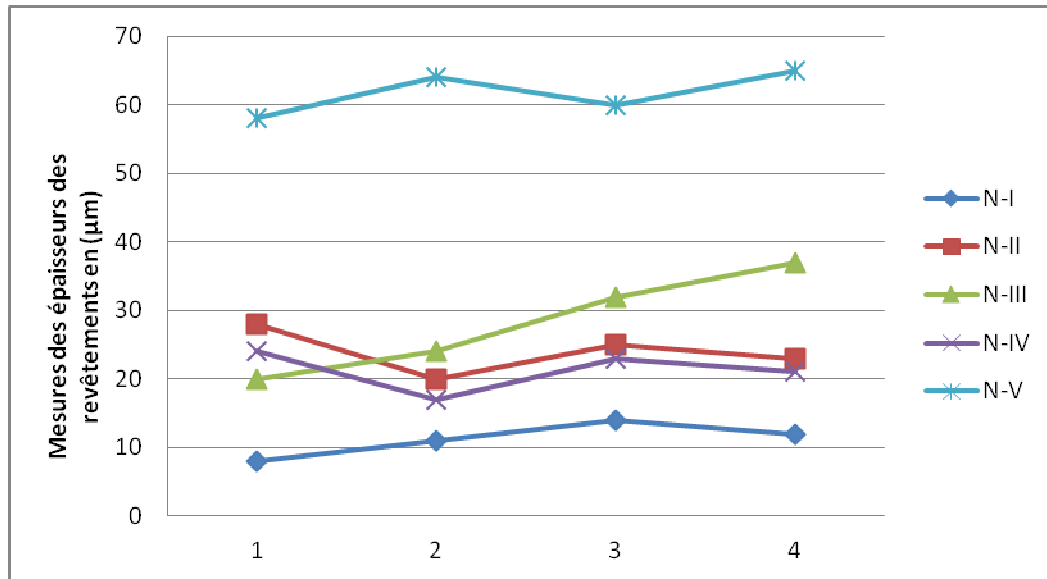


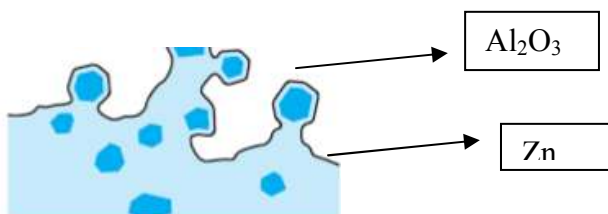
Figure V-4: Graphique de mesures d'épaisseurs des revêtements de Zn-pur et Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



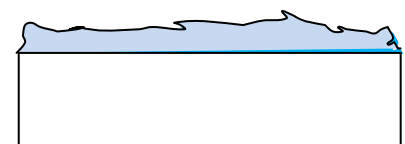
**Figure V-5:** Graphique de mesures d'épaisseurs des revêtements de Ni-pur et Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

✓ Revêtement de zinc

D'après les résultats mentionnés sur le tableau ci-dessus on remarque que les épaisseurs du zinc pur (Z-I) sont assez homogènes contrairement aux revêtements composites Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surtout pour les échantillons Z-III, Z-IV, Z-IX et Z-VII qui présentent une grande dispersion des résultats. On peut donc dire que la présence de particules de céramique Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> donne des épaisseurs irrégulières comme schématisé sur la (figure V-4)



**Figure V-6 :** Zinc-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



**Figure V-7 :** Zinc pur

Par contre les échantillons composites Z-VI, Z-VIII, Z-IX et Z-X sont plus homogènes sur toute la surface. En comparant les conditions d'élaboration, on constate que pour des conditions identiques : (Z-VIII avec Z-IV et le Z-IX avec Z-VII), le revêtement qui a la plus grande agitation est plus régulier.

Du point de vue régularité de l'épaisseur du dépôt, l'échantillon (Z-VI) est le meilleur, il correspond aux conditions opératoires suivantes :

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = 5 \text{ (g/l)}$$

$$I = 5 \text{ A/dm}^2$$

$$V = 500 \text{ (tr/min)}$$

$$v = 1 \text{ V}$$

T = 21.5 °C

t = 20 min

PH = 4,83

✓ Revêtements de nickel

(Le tableau V-2) montre une faible dispersion des résultats, (Ni-I et Ni-II), due à une régularité de l'épaisseur.

Concernant les revêtements Ni- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, on remarque que les épaisseurs sont plus régulières par rapport aux composites de zinc. En comparant les conditions opératoires de différents échantillons, on remarque que quand toutes les conditions sont constantes, l'agitation élevée donne des revêtements plus réguliers. Exemple :

❖ le Ni-III ( 5g/l Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, i=3A/dm<sup>2</sup>, agitation= 500tr/min) Δe=17μm

❖ le Ni-V (5g/l Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, i=3A/dm<sup>2</sup>, agitation= 700tr/min) Δe=7μm, donc c'est le plus régulier

Donc on peut conclure que l'agitation élevée (700tr/min), entraîne une meilleure répartition du dépôt sur la surface du substrat

Le meilleur revêtement (le plus régulier) qu'on a obtenu pour le Ni pur est l'échantillon (N-I) de caractéristiques suivantes:

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0 (g/l)

I = 5 A/dm<sup>2</sup>

V = 500 (tr/min)

v = 4.5 v

T = 32 °C

t = 60 min

PH = 3.46

#### **V-4 Etude métallographique :**

Après une préparation métallographique des échantillons enrobés suivant la section transversale, les échantillons ont été observés au microscope optique. L'examen a permis d'obtenir les micrographies des différents échantillons représentées ci-dessous, ainsi que le métal de base qui présente bien une structure ferrito perlitique (figure V-7).

On constate Pour le zinc pur :

- ✓ couche assez régulière et homogène
- ✓ Irrégularités aux extrémités du revêtement



Pour le Zn-  $\text{Al}_2\text{O}_3$  :

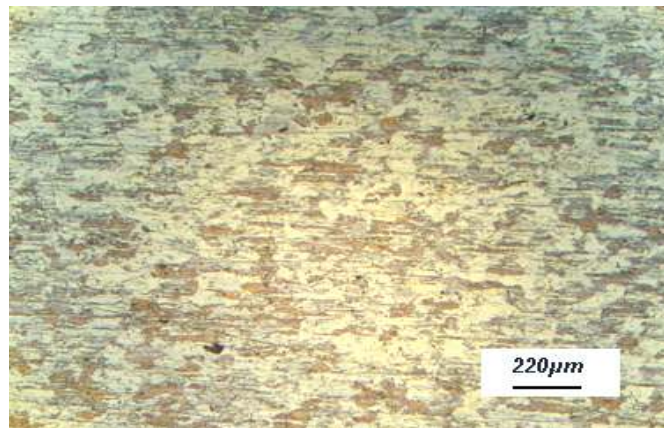
- ✓ Une hétérogénéité à l'intérieure du revêtement due à la présence des particules d'alumine incluse dans le revêtement (points noirs)
- ✓ Un revêtement assez irrégulier et bien adhérent (uniquement pour certains échantillons)

Pour le nickel pur :

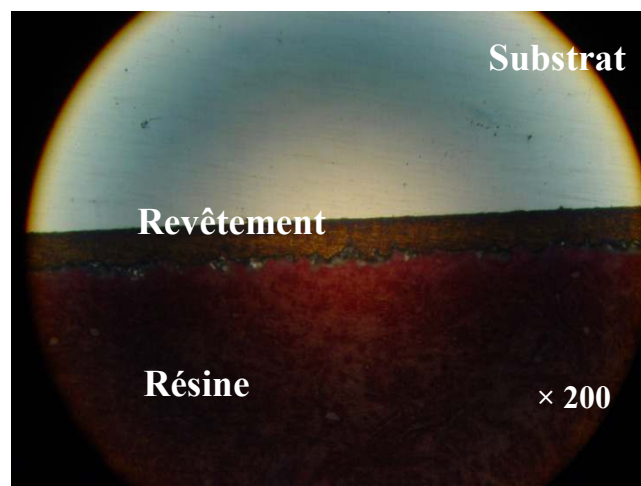
- ✓ Épaisseur uniforme
- ✓ Aspect clair et homogène montrant l'existence d'une seule phase (Ni)

Pour le Ni- $\text{Al}_2\text{O}_3$

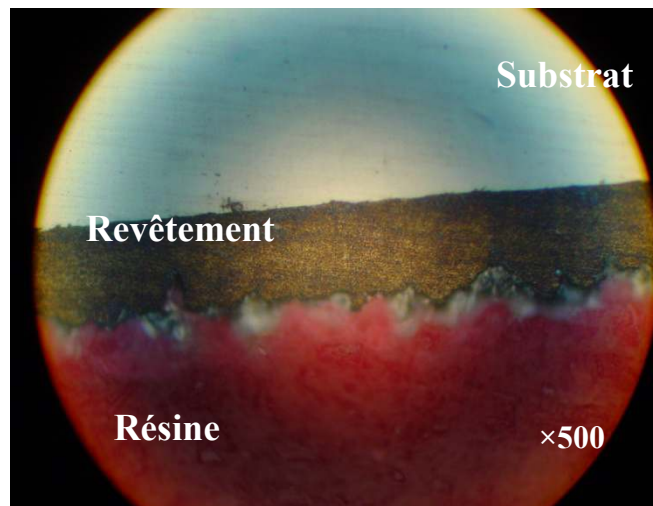
- ✓ Aspect du revêtement clair avec des points noirs prouvant la présence de deux phases : particules  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et nickel
- ✓ Différentes dimension des particules dues à l'inclusion d'amas de différentes tailles
- ✓ Epaisseur régulière



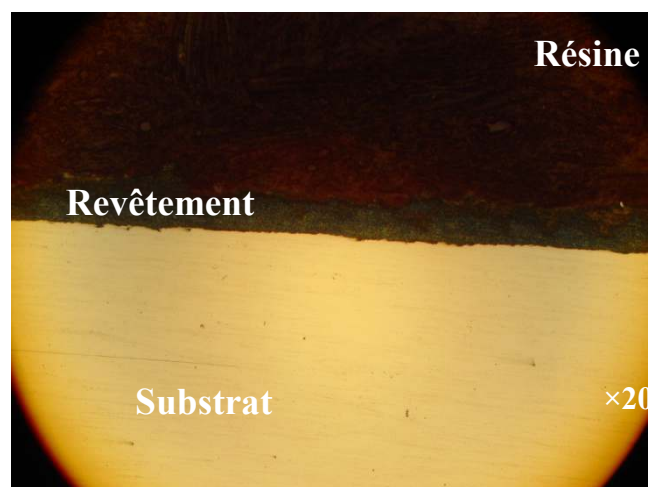
**Figure V-8** : La microstructure du substrat (XC38)



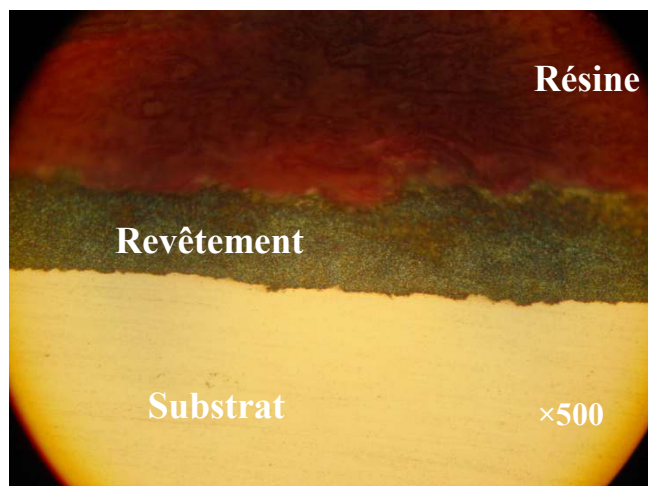
**Figure V-9** : La microstructure de Zn-pur Z-I



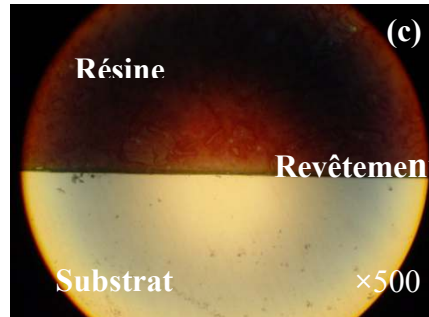
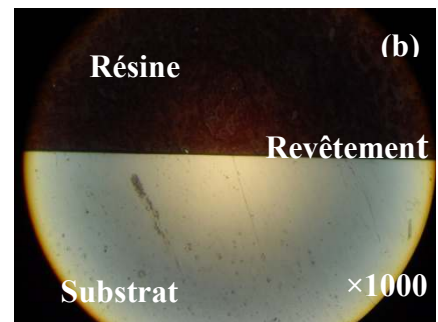
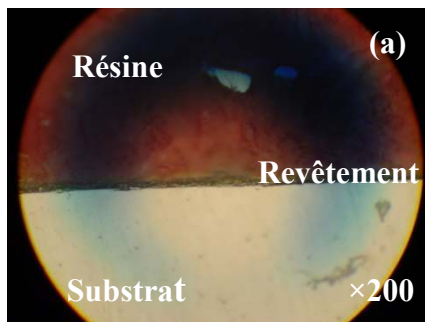
**Figure V-10** : La microstructure de Zn-pur Z-I



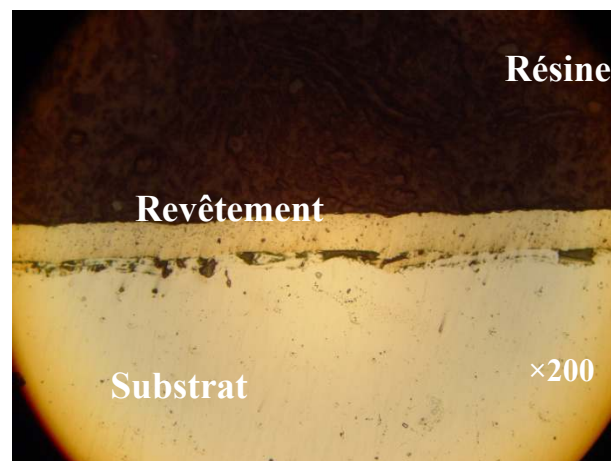
**Figure V-11** : La microstructure de Zn-  $\text{Al}_2\text{O}_3$ / Z-VIII



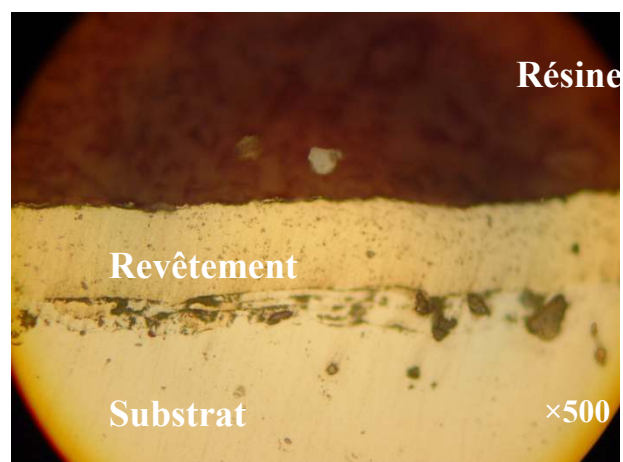
**Figure V-12** : La microstructure de Zn-  $\text{Al}_2\text{O}_3$ / Z-VIII



**Figures V-13 :** a), b), c), La microstructure de Ni-pur/N-II



**Figure V-14 :** La microstructure de Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/N-V



**Figure V-15 :** La microstructure de Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/N-V

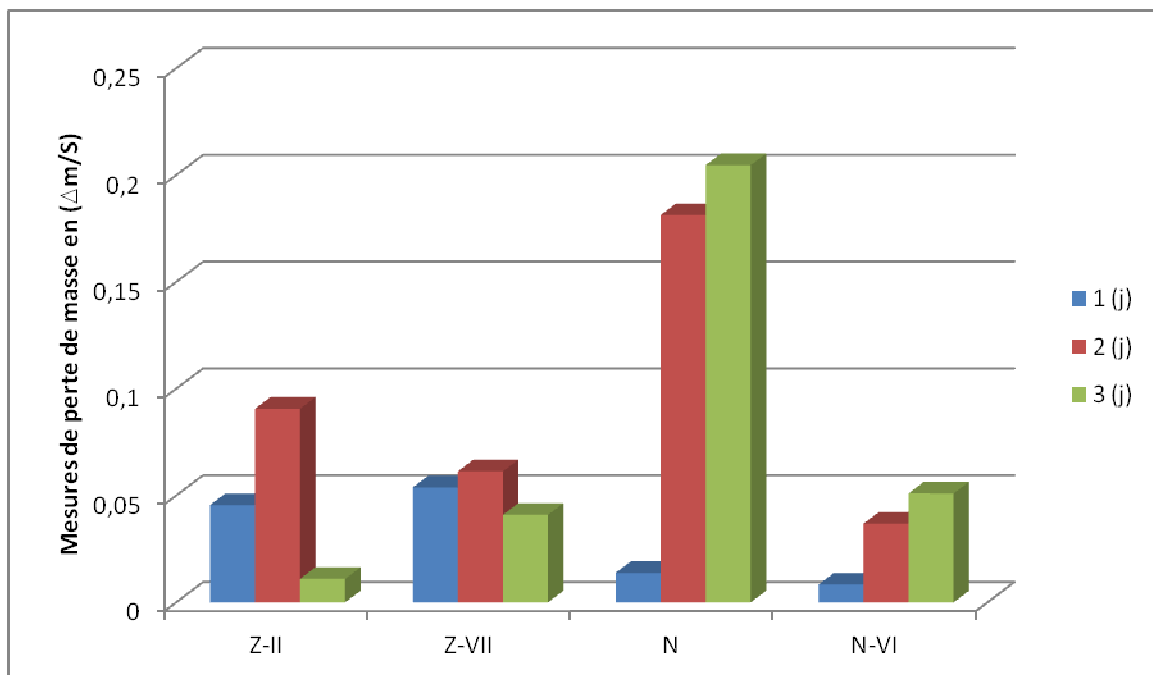
Les micrographies montrent bien la présence de particules dispersées dans les revêtements composites, ainsi que leur répartition d'une façon homogène. (Figure V-14)

### V-5 essais de perte de poids :

(Le tableau V-3)- ci-dessous représente la perte de poids des échantillons, de masse initiale  $m_0$ , immergés dans une solution de HCl à 0,2M pour les revêtements de Ni-pur et Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, et une solution de .01M pour les revêtements de Zn-pur et Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Après un, deux et trois (03) jours on sort les échantillons puis on les pèse (masse final m) La perte en masse représente  $\Delta m = m_0 - m$ . (La figure V-15) montre la comparaison entre la valeur de  $\Delta m/s$ , des différents revêtements avec s surface des échantillons.

Temps (Jours)	$\Delta m/s$ (g/cm <sup>2</sup> )		
	1(j)	2 (j)	3 (j)
Echantillons			
ZII	0.04555	0.09067	0.01101
Z-VII	0.05383	0.06136	0.04098
N	0.01383	0.1813	0.2047
N-VI	0.0083	0.03686	0.051

**Tableau V-3** : Les résultats de pertes de masses de différents revêtements



**Figure V-16** : Graphique des mesures de corrosion par la perte de masse  
Les images ci-dessous montrant l'effet de corrosion par perte de masse après 24H.



**Figure V-17** : Echantillon de Z-II après 1 journée

**Figure V-18** : Echantillon de N-II après 1 journée

On constate que :

La corrosion du revêtement de Zn pur est plus élevée que celle du revêtement de composite Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, à partir de 2<sup>ème</sup> journée.

De même, pour le revêtement de Ni pur et le revêtement Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la courbe montre bien une faible perte en masse pour le Ni- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

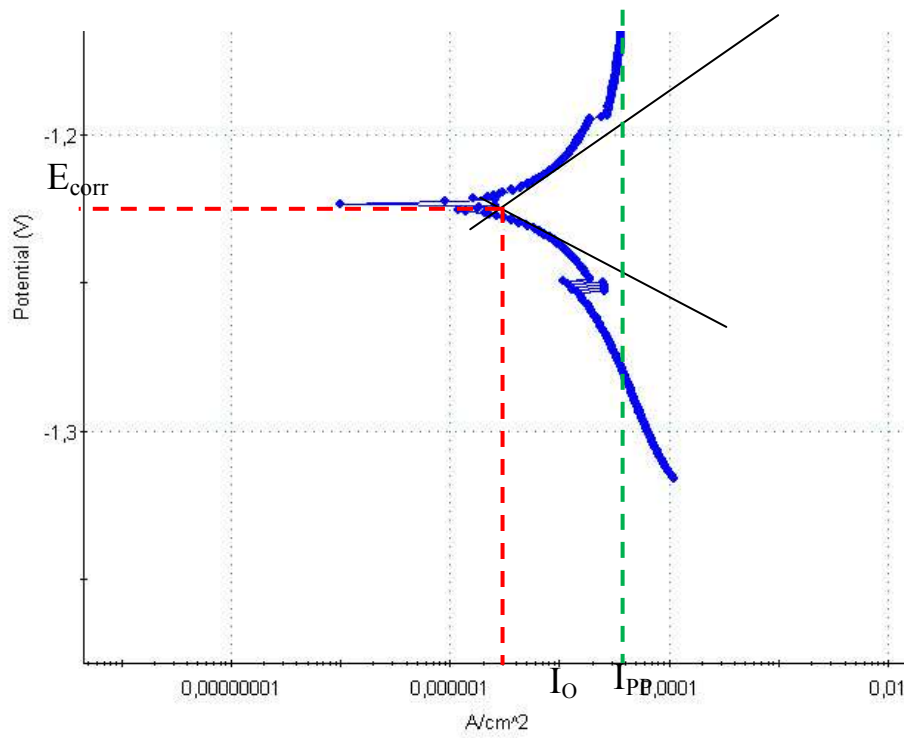
Les particules de céramique Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> permettent donc d'augmenter la résistance à la corrosion dans un milieu agressif.

#### **V-6 Résultats d'essai de corrosion électrochimique :**

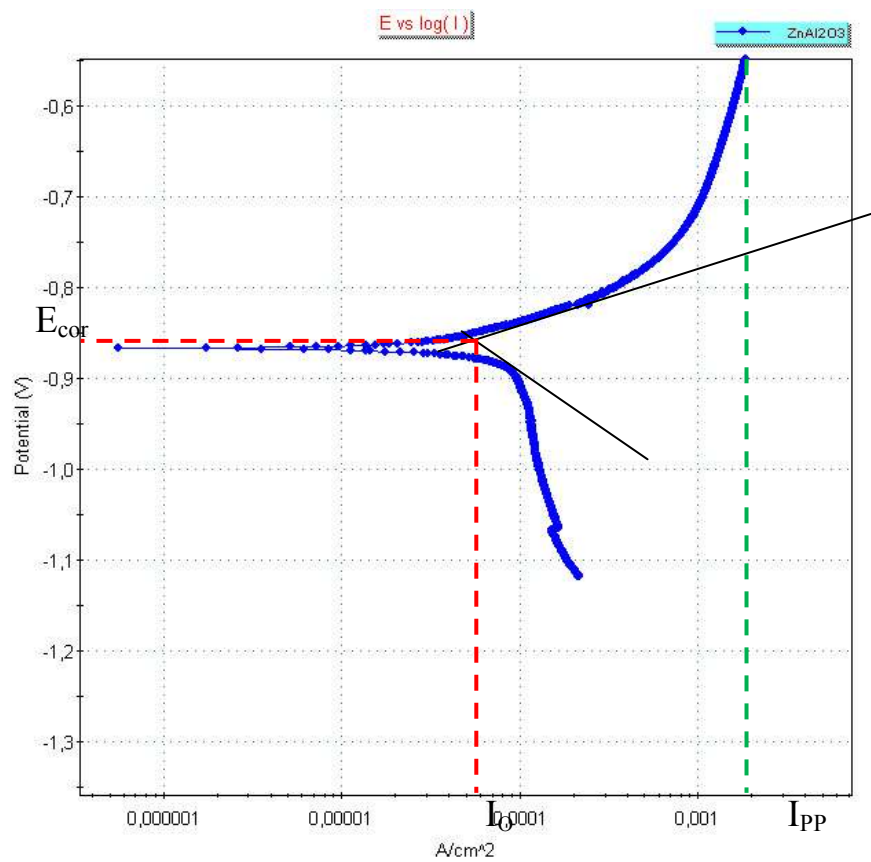
La méthode potentiodynamique a été utilisée. Les courbes de polarisation sont déterminées en appliquant un potentiel, E, entre une électrode de travail et une électrode de référence, par l'intermédiaire d'un potentiostat. Après un certain temps un courant stationnaire, i, s'établit et il est mesuré entre l'électrode de travail et une contre électrode (électrode auxiliaire).

Les électrodes de travail ou échantillon sont immergées à leur potentiel d'abandon jusqu'à l'obtention d'un état stationnaire ou quasi-stationnaire. En général le balayage en potentiel s'effectue depuis les potentiels cathodiques (plus négatifs que le potentiel de corrosion) vers les potentiels anodiques.

(Les figures V-18) : suivante représente la courbe de polarisation,  $i=f(E)$  de l'échantillon les revêtements Zn et Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et les (figures V-19) pour les revêtements de Ni et Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

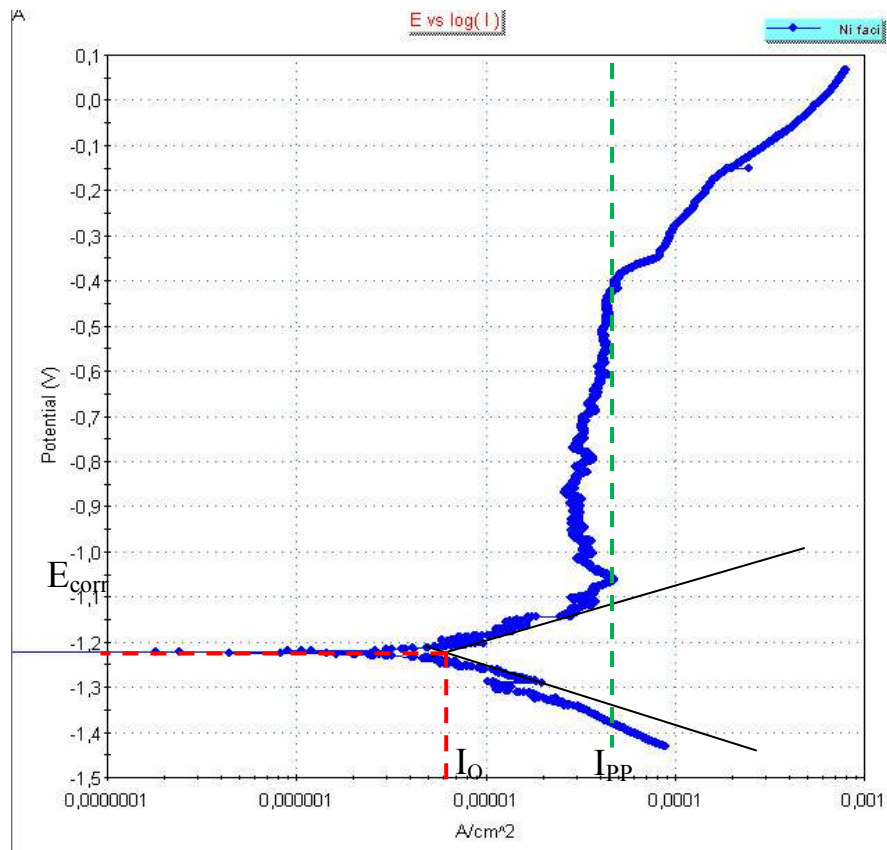


**Figure V-19** : La courbe de polarisation de l'échantillon Zn-pur

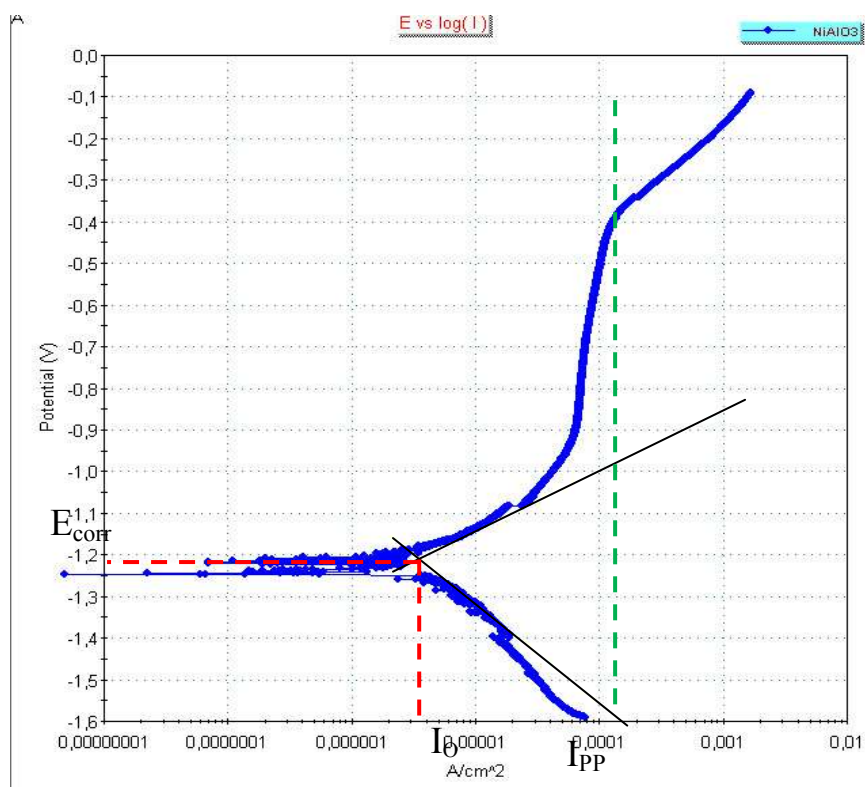


**Figure V-20** : La courbe de polarisation de l'échantillon Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>





**Figure V-21** : La courbe de polarisation de l'échantillon Ni-pur



**Figure V-22** : La courbe de polarisation de l'échantillon Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

D'après les courbes obtenues à partir de ces essais, on peut constater qu'il y a trois paramètres importants à relever pour caractériser le comportement des surfaces à la corrosion.

- Le potentielle libre de corrosion E
- Le courant d'échange  $I_0$  (courant de début de corrosion).
- le courant de passivation  $I_{pp}$

Les valeurs mesurées sont données dans le (tableau V-4)

	Zn-I (pur)	Zn-VIII	Ni-II (Ni pur)	Ni-V
E(v)	-1,25	-0,87	-1,23	-1,205
$I_0$ (A/cm <sup>2</sup> )	$3.10^{-6}$	$5,9.10^{-5}$	$6,2.10^{-6}$	$3,5.10^{-6}$
$I_{pp}$ (A/cm <sup>2</sup> )	$3,8.10^{-5}$	$1,9.10^{-3}$	$3,2.10^{-5}$	$7,6.10^{-5}$

**Tableau V-4 :** Les valeurs mesurées des trois paramètres E,  $I_0$  et  $I_{pp}$

### V-6-1 Interprétation des résultats :

On ne constate que notre revêtement de composite Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à une meilleure résistance à la corrosion ( $E=0,87V$ ) par rapport au zinc pur. C'est dû à la présence des particules de céramique Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> qui améliore la résistance à la corrosion au revêtement.

Et pour le revêtement de composite de Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, il n'y a pas une grande amélioration concernant la résistance contre corrosion.

Et d'autre part :

#### Comparaison du Zinc pur avec Zinc-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

- ✓ le potentiel de corrosion du composite est plus positif que celui du zinc pur
- ✓ Présence de passivation pour tous les échantillons
- ✓ Pas d'amélioration du courant de corrosion, il est même plus important Zinc-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### Comparaison du nickel pur avec Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

- ✓ Toutes les courbes présentent une passivation
- ✓ le potentiel et le courant de corrosion sont identiques pour les deux revêtements

On peut dire que dans nos conditions de travail, et pour les échantillons testés, nous n'avons pas constaté une amélioration de la résistance à la corrosion

### V-7 Résultats des essais de microdureté :

La microdureté Vickers des revêtements de Zn pur et Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni pur et Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, et du substrat sont représenté au (tableau V-5) afin de comparer les résultats

On à utilisé une charge de (200g) pour les substrats et (50g) pour les revêtements pendant une durée de (15s), trois mesures ont été prise pour chaque échantillon

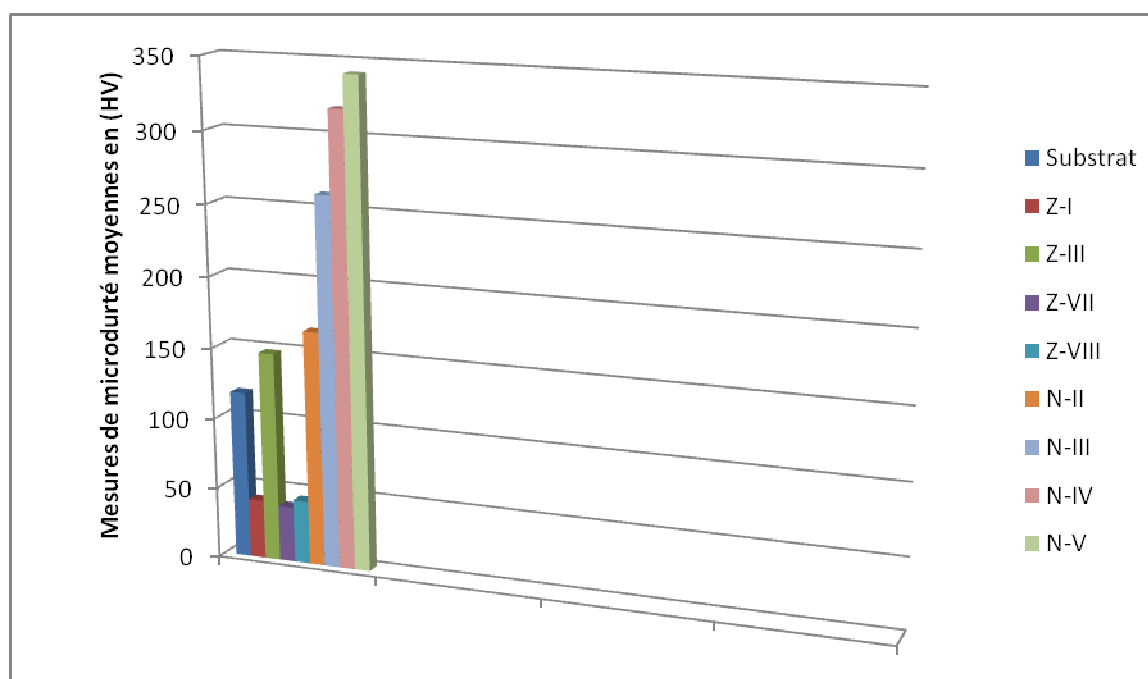
En comparant les résultats on constate :

- ✓ Pour les revêtements de zinc, La dureté a été améliorée uniquement pour le ZIII, correspondant à 5g/l Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et 10 A/dm<sup>2</sup>, avec une vitesse d'agitation de 700 (tr/min).
- ✓ Pour les revêtements de nickel, on remarque que l'alumine augmente la dureté et plus particulièrement pour le N-IV et N-V, correspondant à 5 et 10(g/l) d'alumine et 3 A/dm<sup>2</sup> avec une vitesse d'agitation de 700 (tr/min).



	1 (HV)	2 (HV)	3 (HV)	Moy (HV)
Substrats	115.1	118.2	120.3	117.86
Z-I	38.5	42.3	43.5	41.43
Z-III	152.1	149.6	141.5	147.73
Z-VII	38.6	39.1	39.7	39.13
Z-VIII	43.8	48.6	41.4	44.6
N-II	132.7	173.8	191.0	165.83
N-III	256.6	248.7	276.2	260.5
N-IV	306.1	330.5	318.6	318.4
N-V	346.9	344.0	334.3	341.73

**Tableau V-5** : Les mesures des essais de microdurté Vickers des revêtements (HV)



**Figure V-23** : Graphique de mesures de microdurté Vickers (HV)

### V-8 Essais de rugosité :

L'essai de rugosité permet de mesurer l'état et la qualité de la surface du revêtement, qui est important en pratique. Les mesures de rugosité ont été effectuées au moyen d'un rugosimètre muni d'un palpeur et à affichage digital, La longueur de mesure et de l'ordre de 20 mm. Nous avons mesuré la rugosité  $R_a$  (en trois points), en fonction des différents paramètres d'électrodéposition, afin voir l'influence des céramiques  $Al_2O_3$ .

	1 ( $\mu m$ )	2 ( $\mu m$ )	3 ( $\mu m$ )	Moy ( $\mu m$ )
Z-I	3.69	4.43	5.05	4.39
Z-VI	1.06	2.02	1.05	1.37
Z-VIII	1.23	1.15	1.07	1.15
N-I	1.21	1.44	1.11	1.25
N-III	2.73	4.11	6.19	4.34

**Tableau V-6** : Résultats de la rugosité de différentes surfaces des revêtements

Les résultats obtenus sont les suivants

-Le revêtement de Zn-pur est plus rugueux que les revêtements de Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, en effet on remarque que chaque fois qu'on ajoute la quantité de céramique Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, l'état de surface devient plus fin.

-Par contre dans le cas de revêtement de Ni-pur, la surface est plus lisse que le revêtement de Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> puisque R<sub>a</sub> pour le Ni est de 1.21µm alors que pour le revêtement composite R<sub>a</sub>=2.73µm

### V-9 Essais d'abrasion :

La méthode retenue pour la mesure de l'usure dans cet essai est celle par perte de masse .ce qui correspond à l'usure par abrasion cet essai permet de vérifier l'adhérence et la réaction du revêtement quand il subit des frottements avec d'autre corps.

Dans un premier temps, nous avons fais varier la charge : 454, 674, 956, 1921 et 2141g, alors que les autres paramètres sont fixés:

-Vitesse de rotation = 100 tr/min

-Temps d'essai = 3 min

Après l'essai d'abrasion, on remarque que le revêtement se détache d'une façon très rapide après le 3<sup>ème</sup> essai, (Tableau V-7) Pour cette raison nous avons effectué d'autres essais en maintenant la charge constante 1170g, et nous avons fais varier le temps, avec la même vitesse de rotation

	454 (g)	674 (g)	956 (g)	1921 (g)	2141 (g)
Z-II	0.0268	0.0191	0.0032	0	0
N-I	0.0002	0.0001	0.0004	0	0

**Tableau V-7** : Les résultats d'essai d'abrasion en fonction de la charge sur différents revêtements

Les résultats obtenus sont représentés sur le (tableau V-8)

	30 (s)	60 (s)	90 (s)	120 (s)	150 (s)
Z-X	0.0081	0.0086	0.0094	0	0
N-V	0.0023	0.0007	0.0019	0.0023	0

**Tableau V-8** : Perte en masse en fonction du temps (M=1170g)

On a aussi l'image d'échantillons après l'essai d'abrasion



**Figure V-24** : Echantillons de Z-X après  
après  
l'essai d'abrasion



**Figure V-25** : Echantillons de N-VI  
l'essai d'abrasion

Cet essai permet de conclure que les revêtements de  $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$  sont plus résistants à l'abrasion que les revêtements de  $\text{Zn-Al}_2\text{O}_3$ . La résistance à l'abrasion entre le métal pur et le composite n'a pas pu être comparé par manque d'échantillons.

*CONCLUSION  
GENERALE*

## Conclusion

L'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ou alumine, produit stable, est un oxyde protecteur qui est ajouté aux bains d'électrodéposition, sous forme de particules nanométrique. L'incorporation des nanoparticules dans la matrice métallique pendant l'électrodéposition permet d'obtenir un revêtement composite métal- $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Une amélioration des propriétés est apportée au revêtement par ces particules

Cette étude porte sur la réalisation et la caractérisation des dépôts de zinc pur et de nickel pur ainsi que des composites du type Zn- $\text{Al}_2\text{O}_3$  et Ni- $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Les procédures de dépôt composites ont été examinées en particulier par modification de: la concentration des particules dans l'électrolyte, de la densité de courant ainsi que la vitesse d'agitation

Cette étude a mis en évidence les aspects suivants :

- ❖ Les particules d'alumine ont bien été incorporées dans les revêtements de zinc ou de nickel, mis en évidence par les micrographies
- ❖ Les épaisseurs des revêtements augmentent, en général, quand la concentration en alumine augmente
- ❖ La vitesse de l'agitation a un effet sur la régularité du revêtement la vitesse de 700tr/min est préférable à 500tr/min
- ❖ La densité de courant favorise le dépôt et son augmentation entraîne des dépôts épais
- ❖ La dureté des composite est plus élevée pour les revêtements Ni- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , alors que pour le zinc il n'y a pratiquement pas d'amélioration
- ❖ Globalement la perte en masse dans un milieu acide est plus faible pour les composites, ceci est plus remarquable pour le nickel
- ❖ Les courbes de polarisation ont montré une amélioration du potentiel de corrosion pour le Zn- $\text{Al}_2\text{O}_3$  uniquement. Aucune amélioration n'a été constatée pour le nickel

Ce travail nous a permis de pratiquer l'électrodéposition de métaux et de composites et de caractériser les revêtements par différents techniques. Pour les essais d'abrasion, vu le manque d'échantillons nous n'avons pas pu comparer la résistance à l'abrasion entre les métaux pur et des composites. Comme perspectives on propose d'améliorer le dispositif expérimental et notamment le mode d'agitation des particules dans le bain, ainsi que l'évacuation des vapeurs dégagées au cours de l'électrodéposition

*REFERENCES*  
*BIBLIOGRAPHIQUES*

## Références bibliographiques :

### Chapitre I

[1]: DJERIBAA ABDEL DJALIL, Thèse, INFLUENCE DES TRAITEMENTS DE SURFACE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES. UNIVERSITE MENTOURI CONSTANTINE (2007)

### Chapitre II

[1] : Techniques de l'Ingénieur. Dépôts composites par électrolyse m1622, par Patrice BERÇOT

[2]: BUELENS (C.), CELIS (J.P.) et ROOS (J.R.). –Electrochemical aspects of the codeposition of gold and copper with inert particles, Journal of Applied Electrochemistry, 13, p. 541(1983).

[3] : CELIS (J.P.). – Thèse, Leuven, Katholic University de Leuven (1976).

[4] : BUELENS (C.). – Thèse, Leuven (1984).

[5] : Adriana Ana-Maria VLASA- these, UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ, BESANÇON, France (2011)

[6]: Nicolae A., Raducan, Mechanical Engineering and Research Institute, Stancu R., sos.Oltenitei 103, Bucharest, Romania, September 01-05, 2008

[ 8 ] : Techniques de l'Ingénieur m1611 Nickelage électrolytique - Mise en oeuvre

[7] : Techniques de l'Ingénieur m1623 Dépôts composites par électrolyse - Paramètres et applications

[29] : PENA MUNOZ (E.), Thèses. – Élaboration de revêtements composites : Ni-PTFE. Influence des courants pulsés sur certaines propriétés mécaniques des dépôts. Besançon (1997).

[10]: Tushar Borkar, Sandip P. Harimkar Effect of électrodéposition conditions and reinforcement content on microstructure and tribological properties of nickel composite coatings School of Mechanical and Aerospace Engineering, Oklahoma State University, Stillwater, OK, 74078, United States

[9]: O. Sancakoglu a, O. Culha a, M. Toparli a,†, B. Agaday b, E. Celik- Co-deposited Zn-submicron sized Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings: Production, characterization and micromechanical properties

Dokuz Eylul University, Engineering Faculty, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Buca, 35160 Izmir, Turkey

### Chapitre III

[1]: HAMADA ABLA, Thèse, RESISTANCE A LA CORROSION DES REVETEMENTS COMPOSITES NICKEL-ALUMINE DANS UN MILIEU AGRESSIF. UNIVERSITE DE BATNA (2009)

[2]: Marie-Line Zani- MESURES 758 - OCTOBRE 2003

### Chapitre IV

[1]: E. BELTOWSKA-LEHMAN\_, A. GÓRAL\_, P. INDYKA\_  
ELECTRODEPOSITION AND CHARACTERIZATION OF Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NANOCOMPOSITE COATINGS, METALLURGY AND MATERIALS

[2] : Jacques DERUELLE ; M1435 préparation de surface (technique de l'ingénieur).

[3] : Martine WÉRY ; M1456 décapage chimique des surface métallique (technique de l'ingénieur).

[4]: Characteristics of electro-co-deposited Ni–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano-particle reinforced metal matrix composite (MMC) coatings.

[5]: Electrodeposition de composite Zn-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (technique d'ingénieur).