



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 :

Electrodéposition de revêtement multicouche

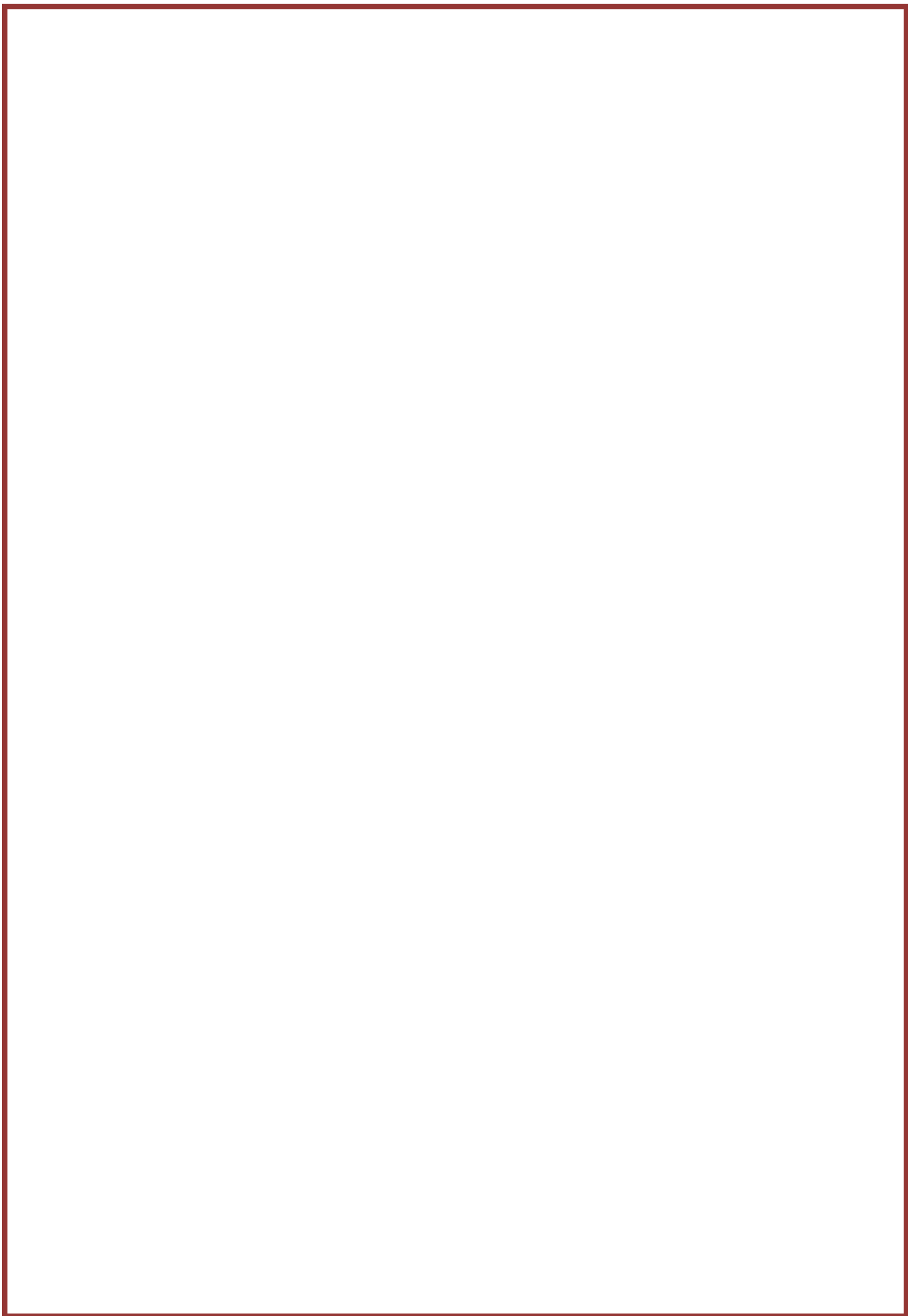
Proposé et dirigé par :

Mm : HANNACHE.

Etudié et présenté par :

OMAR ESCHROUGUI

Année universitaire : 2014/2015



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 **ABDRRAHMANE** et **DILMI NACER**

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.

DEDICACE

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail :

Aux être les plus chers que dieu ma donné « mes chers parents » qui ont toujours été pour moi une source d'affection et d'encouragement et leurs conseils tout au long de ma vie ;

à mes chers frères : Youcef, krimo, Abd elkader et farouk ;

À ma chère sœur Fatiha, Sihem et Assia ;

À mes très chères amies :

Soufiane, Hamide, Aboubake et Nabil ;

À tous la promotion 2^{ème} MASTER SDM .



ملخص :

في المجال الصناعي, يتم استخدام طلاء من الكروم المزخرف, النيكل و النحاس على الحديد عامة, لحماية الهياكل المعدنية من

التآكل و إعطاء منظرا جميلا و كذلك صلابة جيدة, و تكون هذا الطلاء متعدد الطبقات

الغرض من عملنا هو مقاومة التآكل و توصي الودائع: الكروم الزخرفي+النيكل+النحاس, الكروم الزخرفي+النيكل, الكروم الفولاذ الطري A33 الزخرفي+النحاس و الكروم المزخرف وحده, تتجز هذا الطلاء على ركيزة

أظهرت النتائج ما يلي

1-كروم + النيكل + النحاس طلاء طلاء أن أفضل قاوم تآكل الطلاء ثم كروم + النيكل-1

2-إيداع كروم على سطح الركيزة من الصلب والنحاس مطلي والنيكل وعلى سطح الفولاذ المطلي بالنيكل أفضل التصاق وكروم -2. على سطح الفولاذ والنحاس مطلي الالتصاق به الفقراء

لذلك، الطلاءات المضادة للتآكل والتصاق جيدة هي الكروم والنيكل والنحاس، ثم ودائع الكروم والنيكل

Résumé :

Dans le domaine industriel, est utilisée comme un revêtement de chrome fleuri, le nickel et le cuivre pour repasser général, pour protéger les structures métalliques de la corrosion et donner une belle vue, ainsi que la bonne dureté, et ce revêtement a réalisé en multicouche.

Le but de notre travail est la résistance à la corrosion et la caractérisation des Dépôts: chrome décorative + nickel + cuivre, le chrome décorative + nickel, chrome décorative + cuivre et de chrome décorative seul, en réalisé les revêtements sur l'acier doux A33.

Les résultats ont montré ce qui suit:

1-les revêtements Chrome+Nickel+Cuivre la meilleur revêtement qui résisté à la corrosion ensuite le revêtement de Chrome +Nickel.

2- le dépôt de Chrome sur la surface du substrat d'un acier cuivré et nickelé et sur la surface d'un acier nickelé son meilleur adhérence, et le Chrome sur la surface d'un acier cuivré son mauvaise adhérence.

les revêtements anticorrosion et bonne adhérence est Chrome, Nickel, Cuivre, ensuite, les dépôts Chrome et Nickel

Abstract:

In the industrial field, is used as a coating flowery chromium, nickel and copper to iron generally to protect metal structures from corrosion and give good views and good toughness, and this coating has achieved in multilayer .

The aim of our work is the resistance to corrosion and characterization of deposits: decorative + nickel + copper chromium, decorative chromium + nickel + chrome decorative copper and one decorative chrome, the coating performed on mild steel A33.

The results showed the following:

1-Chrome + Nickel + Copper coating the coating that best resisted corrosion coating then Chrome + Nickel.

2- Chrome deposit on the substrate surface of a copper-plated steel and nickel and on the surface of a nickel-plated steel its best adhesion and Chrome on the surface of copper-plated steel its poor adhesion.

Therefore, anti-corrosion coatings and good adhesion is Chrome, Nickel and Copper, then the Chrome and Nickel deposits

Sommaire

Table des matières :

Liste des figures -----	
Liste des tableaux.....	
Introduction	1
Chapitre I : Généralités sur les dépôts électrolyte	
I.1. Généralité sur les dépôts électrolytes.....	3
I.1.1 : INTRODUCTION.....	3
I.1.2 : Principe d'électrodéposition	3
I.1.3 Masse du revêtement et Loi de faraday.....	4
I.1.4. Mécanismes réactionnels de formation des dépôts métalliques.....	5
I.1.4.1. Le transport de masse	5
I.1.4.2. Le transfert de charge	6
I.1.5. Facteurs d'un dépôt électrolytique	6
I.1.5.1. Nature du substrat.....	6
I.1.5.2. Température.....	6
I.1.5.3. Agitation de l'électrolyse.....	6
I.1.5.4. PH du bain.....	6
I.1.5.5. La densité de courant.....	6
I.1.5.6. Nature du bain.....	7
I.2. PREPARATION DE SURFACE.....	7
I.2.1: Introduction	7
I.2.2. États des surfaces à traiter	8
I.2.3. Principales opérations de préparation de surface.....	8
I.2.3.1 Dégraissage	8

I.2.3.1.1 Différents types de dégraissage.....	9
I.2.3.2 Décapage	9
I.2.4. Amélioration de l'aspect de la surface traitée	10

Chapitre II : Généralités sur Le Chromage Décoratif Le Cuivrage Le Nickelage

II. Introduction	12
II.1.Électrodéposition de chrome.....	12
II.1.1 propriétés de chrome.....	12
II.1.1.1 propriétés physiques de chrome.....	12
II.1.1.2 Propriétés électrochimiques	13
II.1.1.3 Propriétés chimiques et mécaniques des dépôts de chrome.....	13
II.1.2 Les différents dépôts de chrome	13
II.1.2.1 Le chromage décoratif.....	13
II.1.2.2 Préparation de surface.....	13
II.1.2.3 Les différents bains de chromage décoratif.....	14
II.1.2.3.1 bain au sulfate : Chromage brillant	14
II.1.2.3.2 Bains fluorés : Chromage brillant.....	14
II.1.2.4 Microfissuration et microporosité.....	15
II.1.2.5 Domaine d'application de chrome décoratif.....	15
II.1.3 chrome dur.....	15
II.2. Cuivrage.....	16
II.2.1. Caractéristiques physico-chimiques du cuivre.....	16
II.2.1.1 Propriétés physiques.....	16
II.2.1.2. Propriétés électrochimique.....	16
II.2.1.3. propriétés des revêtements de cuivre.....	16

II.2.2. Le différent bain de cuivrage.....	17
II .2.2.1 Bains au sulfate cuivrique.....	17
II.2.2.2 Bains au fluoborate cuivrique.....	18.
II.2.2.3. Bains au cyanure cuivrique.....	18
II.3 Nickelage	19
II.3.1. Introduction.....	19
II.3.2. Caractéristiques physico-chimiques du nickel.....	19
II.3.2.1 Propriétés physiques.....	19
II.3.2.2 Propriétés chimiques et électrochimiques.....	19
II.3.3 Principes généraux	20
II.3.4 Les différents bains de nickelage.....	20
II.3.4.1. Bains au sulfate	20
II.3.4.2. Bain au chlorure:.....	21
II.3.4.3 Bain au sulfamate.....	22

Chapitre III: Procédure expérimentale

II.1: INTRODUCTION.....	25
III.2: les anodes et la cathode (substrat)	25
III.3: Procédure expérimentale.....	25
III.3.1 préparation de surface	25
III. 3 .2 Les revêtements.....	27
III.3.3Les échantillons réalisés	28
III.4. Caractérisation des dépôts.....	29
III.4.1. L'analyse métallographique.....	29
III.4.1. 1 L'enrobage	29
III.4.1.2 Le polissage	32

III.4.1.3 Observation microscopique	32
III.4.2. mesure l'épaisseur.....	32
III.4.3. Essai de micro-dureté.....	32
III -4.4 Essai de corrosion.....	33
III-4.5 : Test d'adhérence	35

Chapitre IV résultats et discussion

IV-1 : Introduction :.....	36
IV-2 : caractérisation des dépôts	36
IV-2-1 : Aspect	36
IV -2-2: Mesure des épaisseurs.....	39
IV -3: Métallographie	45
IV-4 résultat essai de corrosion.....	50
IV-4.1 : Les résultats de tests de perte en masse.....	50
IV-4 .2 résultats du teste de potentiodynamique.....	51
IV-5 : microduretés:.....	55
IV-6 Test d'adhérence :.....	56
Conclusion.....	58

Liste des figures

Figure I.1 : Schéma de montage d'une cellule d'électrolyse.....	3
Figure I-2 : Surface d'une pièce non préparée.....	7
Figure I-3: Les étapes de dégraissage.....	8
Figure II.1. microfissures de la couche de chrome.....	14
Figure III:3 Après préparation de surface.....	25
Figure III: 4 Avant préparation de surface.....	25
Figure III:1 polisseuse à la brosse métallique et papiers abrasifs.....	26
Figure III:2 polisseuses de tampon et papiers abrasifs.....	26
Figure III-5 : Enrobeuse STRUERS.....	28
Figure III-6 Polisseuse aux papiers abrasifs	29
Figure III-7 : Polisseuse de finition.....	29
Figure III -8 : Microscope optique utilisé pour l'analyse métallographique.....	30
Figure III-9 : schéma de fonctionnement de micro-dureté.....	31.
Figure III-10 : micro-duremetreé.....	31
Figure III -11 : Potentiostat / Galvanostat EG&G 283.....	32
Figure IV-1 : revêtements (Cu+Ni+Cr) et (Ni+Cr).....	35
Figure IV-2 : revêtements (Cu+Cr)	35
Figure IV-3 : revêtements (Ni).....	36
Figure IV-4 : revêtements (Cu).....	36
Figure IV-5 : revêtements (Cr).....	38
Figure IV-6 : images de mesure des épaisseurs de revêtement (Cu4min+Ni15min+Cr45sec) : a- épaisseur du (Cu), b- épaisseur du (Cu+Ni+Cr), c : épaisseur de chrome.....	39
Figure IV-7 : images de mesure des épaisseurs de revêtement (Ni15min+Cr45sec) : a- épaisseur du (Ni+Cr), b- épaisseur du.....	40

Figure IV-7 : Les images de mesure des épaisseurs de revêtement (Cu 4min+ Cr45sec) par image.....	42
Figure IV-10 : variation de l'épaisseur des revêtements à deux couches(Ni+Cr) et (Cu+Cr).....	43
Figure IV-11 : variation de l'épaisseur des revêtements d'une seule couche (Ni), (Cu) et (Cr).....	43
Figure IV-12 la microstructure de métal de base.....	44
Figure IV-13 Cu 3min+Ni 15min+Cr 45sec	45
Figure IV-13 Cu 5min+Ni 15min+Cr 45sec	45
Figure IV-16 Ni 15min+Cr 45sec.....	46
Figure IV-16 Ni 12min+Cr 45sec.....	46
Figure IV-18 Cu 6min+Cr 45sec.....	47
Figure IV-18 Cu 6min+Cr 45sec.....	47
Figure IV-20 Cr 45sec.....	48
Figure IV-21 Ci 10min.....	49
Figure IV-21 Ni 15min.....	49
Figure IV-23: perte en masse Δ men fonction du temps d'immersion en jours dans une solution de NaCl3.5%l PH3.....	50
Figure IV-24 : courbe de polarisation de revêtement (Cu+Ni+Cr).....	51
Figure IV-24 : courbe de polarisation de revêtement (Ni+Cr).....	51
Figure IV-24 : courbe de polarisation de revêtement (Cr).....	52
Figure IV-28: microdurté Vickers (HV) des revêtements.....	55

Liste des tableaux

Tableau(II.2): propriétés physiques de Chrome.....	17
Tableau(II.3): compositions de bain sulfurique chrome décoratif / chrome dur.....	18
Tableau(II.4): compositions de Bain fluores.....	19
Tableau (II.4) : Principales caractéristiques physique et mécaniques du cuivre	20
Tableau(II.5): compositions de Bain sulfate.....	24
Tableau(II.6): compositions de Bain fluoborate.....	23
Tableau(II.7): propriétés physiques de Nickel	25
Tableau(II.8): Les compositions chimiques de bains de nickelage au sulfate	26
Tableau(II.9): Les compositions chimiques de bains de nickelage au chlorure.....	27
Tableau(II.10): composition de bains sulfamate.....	28
Tableau III.1 analyse chimique de substrat utilisé.....	30
Tableau IV-1 : Les résultats de mesure des épaisseurs des revêtements par microscope optique.....	45
Tableau IV-2 : résultats de mesure des épaisseurs des revêtements par ultrason.....	47
Tableau IV-2 : résultats de rendement.....	49
Tableau IV-3 : Les résultats de perte en masse des revêtements dans solution NaCl 3,5% pH3.....	55
TableauIV-5 Résultats de perte d'épaisseur.....	56
Tableau IV-4 : valeurs mesurées les paramètres	57
Tableau IV-5 : résultats de microdureté.....	59

INTRODUCTION GENERALE

Les traitements de surface réalisés par voie humide représentent aujourd'hui, et depuis des décennies, une grande part du marché des traitements et revêtements de surfaces des matériaux métalliques. Les dépôts électrolytiques font partie de cette catégorie de traitement de surface et sont utilisés dans un grand nombre de domaines industriels

L'électrodéposition consiste à améliorer les propriétés de la surface d'une pièce par dépôt d'un revêtement réalisé en immergeant la pièce dans un bain contenant les ions du métal à déposer, avec application d'un courant électrique. La couche obtenue peut être utilisée afin d'augmenter la dureté, d'assurer la protection contre la corrosion d'améliorer l'aspect pour un usage esthétique et décoratif (brillant...) ou de modifier les propriétés physiques de la surface du métal ou de l'alliage.

Pour protéger la surface de l'acier, plusieurs méthodes protectrices existent, les plus importantes sont l'utilisation des dépôts métalliques comme le zingage le chromage, le nickelage....

Le chromage décoratif est appliqué sur les aciers afin d'obtenir des surfaces les plus brillantes possible, pour des usages décoratifs mais aussi pour protéger l'acier contre la corrosion. La procédure de cette technique est d'appliquer plusieurs couches : deux couches : Ni+Cr ou trois couches Cu+Ni+Cr sur l'acier afin d'obtenir une adhérence, un aspect et une protection optimale

Notre travail a été réalisé à la base centrale logistique (BCL) de Béni Méréd, dans un atelier industriel d'électrodéposition. On s'est particulièrement intéressé au chromage décoratif.

L'objet de ce travail est :

- 1- La réalisation de chromage décoratif suivant la procédure de l'entreprise (triple couches Cu+Ni+Cr) sur un substrat en acier doux
- 2- la réalisation de revêtements à deux couches (combinaison entre le Ni, Cu, Cr) sur le même substrat
- 3- La réalisation de revêtements monocouche : cuivre, nickel et chrome.

Ces dépôts sont obtenus en utilisant un bain de cuivrage cyanuré, suivi d'un bain de nickelage sulfate et enfin un bain de chrome décoratif, avec différentes temps. L'objectif étant la caractérisation et la comparaison des propriétés des différents revêtements

Notre travail comporte trois chapitres :

Le premier chapitre de ce mémoire a été consacré à des généralités sur l'électrodéposition (présentation de la technique; les différentes lois et relations de cette technique ;....). ainsi que les étapes de préparation du surface (dégraissage ; décapage ; polissage ;....), étapes nécessaires avant tout dépôt.

Dans le deuxième chapitre on a exposé les différentes conditions du chromage, décoratif, du cuivrage et du nickelage

Dans le troisième chapitre une étude expérimentale a été menée pour la réalisation et la caractérisation des revêtements électrolytiques multicouches et monocouche

Dans le quatrième chapitre ont été présentés les résultats ainsi qu'une interprétation, et enfin une conclusion

Chapitre I
Généralités sur
les dépôts
électrolytes

I.1. Généralité sur l'électrodéposition

I.1.1 : INTRODUCTION

L'électrodéposition est un procédé de dépôts par voie humide nécessitant le trempage de la pièce à traiter dans un bain contenant le métal à déposer sous forme d'ion, en utilisant une source de courant. La réduction des ions métalliques entraîne la formation du revêtement sur le substrat. Ce revêtement est utilisée afin d'augmenter soit la dureté, d'assurer la protection contre la corrosion ou l'usure, ou d'améliorer les propriétés physiques particulières ou, en fin à usage décoratif : aspect brillant....

I. 1.2 : Principe d'électrodéposition

L'électrodéposition est une technique permettant de réduire les espèces présentes en solution afin de réaliser un dépôt sur un substrat. Le schéma de principe, figure I.I, présente les différents éléments d'un montage expérimental. Pour réaliser une électrodéposition, le substrat est placé à la cathode d'une cellule d'électrolyse qui renferme un électrolyte contenant les ions du métal à déposer, et selon les cas, un sel porteur, un agent tampon, des agents complexants ou des additifs, ...Le générateur permet de faire circuler un courant entre les deux électrodes dont le potentiel diffère de leur potentiel d'équilibre.

L'électrolyte est choisi en fonction du dépôt désiré. La couche obtenue a bien évidemment des caractéristiques précises qui dépendent des différents paramètres du mécanisme électrolytique. [3]

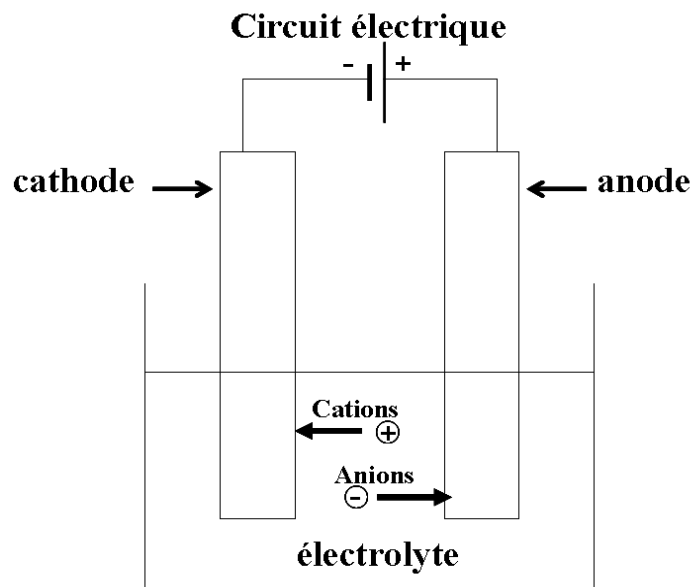


Figure I.1 : Schéma de montage d'une cellule d'électrolyse. [2]

A l'électrode de travail (cathode) se produit la réduction de l'ion métallique suivant la demi-réaction :



L'électrodéposition est souvent accompagnée par la réduction des protons, selon la réaction :



C'est le cas par exemple pour le zinc, le cuivre, le nickel, ... Ce phénomène implique qu'une partie du courant appliqué est consommée par cette réaction.

Les conséquences de ce dégagement de dihydrogène sont la formation de piqûres dans le revêtement, une diminution du rendement cathodique, une augmentation du pH pouvant engendrer la précipitation d'hydroxydes métalliques, une fragilisation du revêtement, un changement des propriétés mécaniques, ...

Sur l'anode, une réaction d'oxydation a lieu, par exemple l'oxydation de l'eau, une autre réaction suivant le milieu ou l'oxydation du métal constituant la contre-électrode. Dans le cas d'une anode en nickel, l'oxydation de cette dernière conduit à la libération d'ions métalliques en solution permettant ainsi d'éviter l'appauvrissement de la solution en cations métalliques au cours du temps

1.1.3 Masse du revêtement et Loi de Faraday

La vitesse de formation du dépôt dépend directement de la densité de courant qui traverse la cellule qui est fonction de la surtension. La masse théorique m_{th} d'un revêtement est calculé à l'aide de la Loi de Faraday, La relation utilisée est alors :

$$m_{th} = \frac{1}{F} \times \frac{M}{n} \times I \times t$$

Avec

$$m = \rho \cdot s \cdot e,$$

ρ : masse volumique

s : surface du substrat,

e (cm) : épaisseur du revêtement,

F : constante de Faraday (96500 C/mole)

n : valence du métal.

I : courant d'électrolyse.

t : temps d'électrolyse.

M : masse molaire

l'épaisseur (e) du dépôt est donnée par la formule suivante:

$$e = \frac{1}{F} \times \frac{M}{n\rho} \times \frac{I}{S} \times t$$

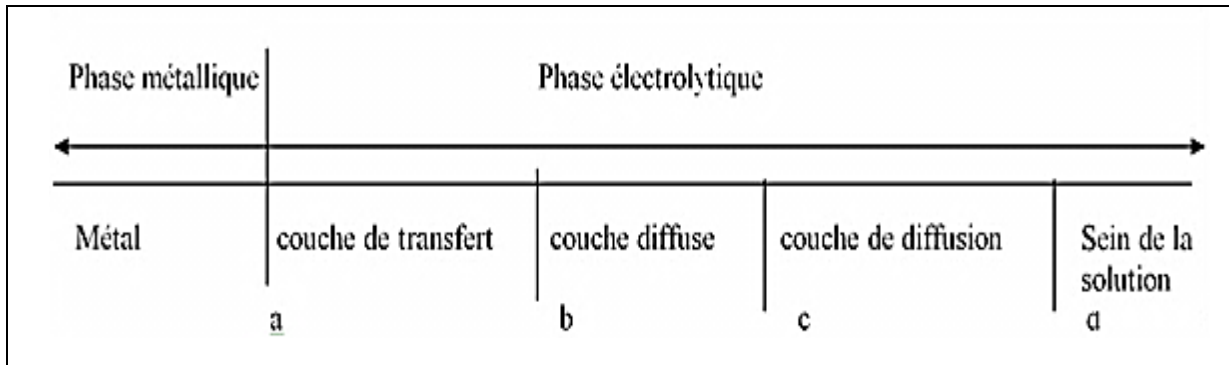
Le rendement faradique r , du aux réactions parasites est calculé par la relation :

$$r = m_{\text{exp}}/m_{\text{th}} \quad \text{avec } m_{\text{exp}} : \text{ masse du dépôt}$$

m_{th} : masse théorique donnée par la loi de Faraday

1.2. Mécanismes réactionnels de formation des dépôts métalliques

La région interphase métal solution peut se représenter selon le schéma de la figure



Dans la zone ac ou la double couche, se produisent les phénomènes d'électrode et dans la zone cd les phénomènes de diffusion.

- zone ab : couche de transfert, couche d'adsorption dans laquelle les électrons du métal participent dans la réaction d'électrodes;

- zone bc : couche diffuse : portion de solution électrolytique dans laquelle, en présence de courant, la composition est différente de celle de la phase II ; les gradients de potentiels électrique et chimique étant légèrement plus faibles que dans la couche diffuse bc.

- zone cd : couche diffusion; portion de solution électrolytique dans laquelle les gradients de potentiels électrique et chimique étant légèrement plus faibles que dans la couche diffuse bc, et la densité de charge étant en tout point pratiquement négligeable ou nulle.

Lors d'un dépôt électrolytique, on distingue

- le transport de masse : l'apport de l'ion hydraté du sein de la solution jusqu'à l'électrode;
- le transport de charges et l'intégration au réseau cristallin. [1]

I .1.2.1. Le transport de masse [1]

Le transport de masse se fait par trois modes:

Migration :

C'est le déplacement des particules chargées sous l'influence d'une différence de potentiel, appliquée entre deux électrodes

convection;

elle peut être forcée, par agitation (mécanique, thermique...), ou naturelle en raison des différences de densités et de température qui engendrent le mouvement de l'électrolyte le long de l'électrode. [1]

diffusion.

Elle est due aux modifications de concentrations au niveau de l'électrode en raison de passage du courant.

I. 1.2. 2. Le transfert de charge

On schématise le mécanisme de transfert de charge à l'interface électrode-solution comme suit :

désolvation de l'ion (perte des molécules d'eau) ———> adsorption de l'ion à la surface de la cathode ———> diffusion vers une imperfection de la surface ———> intégration au réseau cristallin ———> réduction de l'ion ———> germination et croissance des germes

Les premiers ions qui arrivent vont former de germes qui vont croître au fur et à mesure que le temps d'électrolyse augmente

I. 1.3. facteurs d'un dépôt électrolytique

I. 1.3.1. Nature du substrat

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

Dans la préparation de surface du métal à recouvrir, il est important de choisir judicieusement les gammes de traitement, la nature des bains et les conditions opératoires. [1]

I. 1.3.2. Température [1]

Le rôle de l'augmentation de la température de l'électrolyte est :

- Augmentation la vitesse de diffusion des ions et la conductibilité du bain.
- Augmentation de la concentration des métaux.
- Modifier le rendement faradique.
- Augmentation de densités de courant.

I. 1.3.3. Agitation de l'électrolyse

Au cours de l'électrolyse, la concentration de l'électrolyte au niveau de la cathode diminue. Il est nécessaire de maintenir une certaine agitation pour uniformiser les concentrations afin d'obtenir un dépôt continu et régulier. En outre, cela facilite la diffusion des ions [1]

I. 1.3.4. PH du bain

Le PH du bain joue un rôle important lors d'électrodéposition des métaux. Il conditionne la nature et la stabilité des combinaisons chimiques entre les ions métalliques et d'autres ions d'où son actions sur les cinétiques de réduction des métaux. [9]

I. 1.3.5. La densité de courant

La densité du courant donnée par la loi :

$$J = I/S.$$

- I : l'intensité de courant en (ampère), A.
- J : densité de courant en (A/dm²).
- S : la surface de l'échantillon à revêtir (dm²).

La densité du courant agit sur les cinétiques de réduction des métaux soit directement, en fixant le potentiel dynamique, soit indirectement, par contrôle des phénomènes de diffusion. En augmentant la densité de courant, un effet favorable peut être constaté au début : la vitesse de formation des germes augmente sans que la vitesse de croissance de ceux-ci soit modifiée. En effet, par une accélération de l'électrolyse, Ceci conduit à une augmentation de la finesse des grains des revêtements. [10]

I. 1.3.6. Nature du bain

Afin de recevoir des dépôts très cohérents et qui adhèrent bien au métal, on utilise un bain de bonne conductivité et d'une satisfaisante stabilité, dans l'objectif de reproductibilité, est nécessaire. Les sels principaux fournissent des ions métalliques pour la déposition. L'expérience a montré que des bains qui contiennent une concentration élevée des ions métalliques conduisent à une meilleure qualité du dépôt, tandis qu'une diminution de celle-ci donne des dépôts incohérents.. Une faible concentration de ses ions conduisent à une mauvaise répartition des lignes de courant. On ajoute souvent un sel conducteur qui a le même anion que le sel métallique (ex : KCl - si on a ZnCl₂) pour augmenter la conductibilité et donc diminuer la résistivité de l'électrolyte. [9]

I. 2. PREPARATION DE SURFACE

I.2.1: Introduction :

La qualité d'un revêtement dépend énormément de la préparation préalable de la surface. De façon générale, le but de la préparation de la surface est l'augmentation de l'adhérence. Pour qu'il y ait adhérence, il faut avoir des liaisons directes entre le substrat et le revêtement, donc il faut éliminer les agents étrangers déposés sur la surface, essentiellement les graisses et produits. Ainsi défini, le groupe des préparations de surfaces est constitué, pour l'essentiel, par les dégraissages, les décapages, les brillantages et les polissages.

Avant tout dépôt de revêtement la surface de la pièce doit être parfaitement propre et apte à recevoir celui-ci. Il est donc nécessaire d'éliminer les 3 grandes catégories de souillures suivant :

- **Les graisses et huiles** : par des opérations de **DEGRAISSAGE**.
- **Les oxydes** : (la rouille et la calamine) par des opérations de **DECAPAGE**

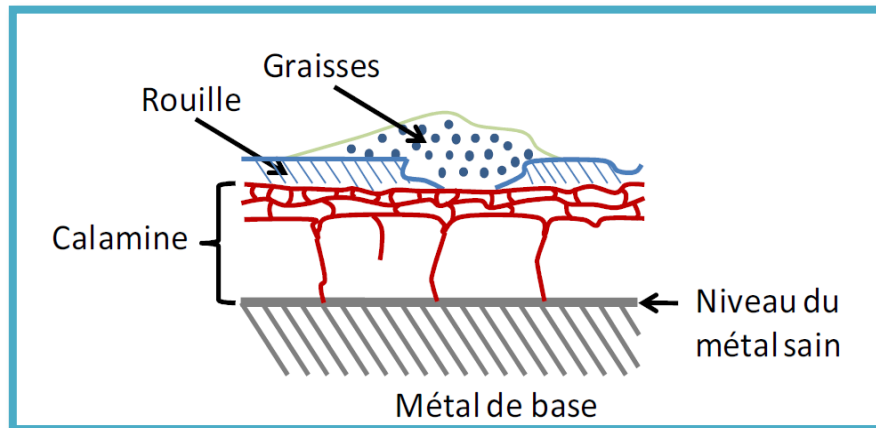


Figure I-1 : Surface d'une pièce non préparée [9].

I.2.3. États des surfaces à traiter :

La surface contient des éléments étrangers sur le métal, dans la « peau » du métal et dans les imperfections de continuité du métal (joints de grains, fissures, porosité, jonctions et assemblage de pièces).

Ces éléments étrangers dépendent de l'origine de la pièce, ce sont :

- des oxydes et des scories de traitement ou d'usage à hautes températures (fonderie, laminage, brasure, reprise après traitement thermique) ;
- des « calamines » et des graisses brûlées (réhabilitation de pièces) ;
- des oxydes « naturels » et des couches de passivation (réhabilitation de pièces, reprise après stockage) ;
- des huiles et des graisses de lubrification ou de protection (usinage, estampage, reprise après stockage) ;
- des produits adsorbés (inhibiteur de corrosion par exemple) ;
- des poussières et des copeaux (polissage, usinage) ;
- des traces d'eau (réhabilitation de pièces) ;
- des sels minéraux (réhabilitation de pièces) ;
- quelquefois des micro-organismes (réhabilitation de pièces) ;
- des gaz dissous ou occlus (fonderie, traitement de surface)

I.2.4. Principales opérations de préparation de surface

I.2.4.1 Dégraissage :

Dans cette opération, on cherche à éliminer les graisses animales, végétales ou minérales ainsi que leurs produits de dégradation et toutes les souillures qu'elles retiennent.

Le dégraissage s'effectue soit par dissolution en milieu de solvants organiques, soit par saponification (donc en milieu alcalin), Le décollement : le mouillant se glisse entre le métal et la graisse, soit par émulsifiassions à l'aide d'un tensioactif. [12]

I.2.4.1.1 Différents types de dégraissage [13]

- **le dégraissage solvant** : faisant appel au pouvoir dissolvant de liquides organiques divers: solvants chlorés, hydrocarbures, dérivés oxygénés ... Souvent utilisé en pré-dégraissage dans le cas de pièces très grasses.
- **le dégraissage en phase aqueuse ou semi-aqueuse** : mettant en œuvre des solutions alcalines, neutres, émulsionnables ... Le dégraissage chimique est associé parfois à un dégraissage électrolytique
- **le dégraissage par voie mécanique** : qui utilise du dioxyde de carbone congelé ou la projection de billes de glace.

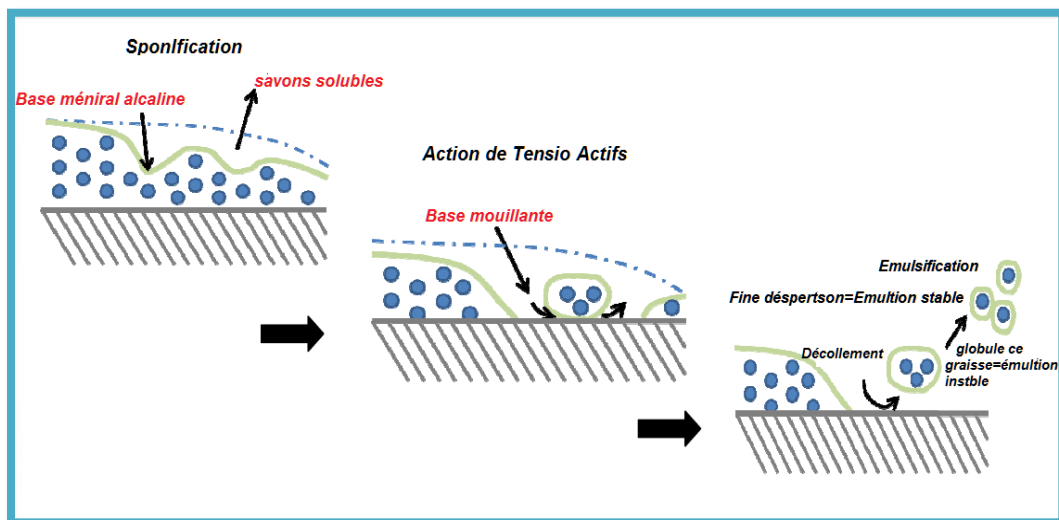


Figure I-2: Les étapes de dégraissage [7].

I.2.4.2 Décapage :

Il s'agit de l'élimination des produits solides adhérents au métal (oxydes, sable de la « peau de fonderie »). Pour le fer et l'acier, le décalaminage élimine les couches d'oxydes anhydres formées à hautes températures, alors que le dérouillage concerne les oxydes hydratés de la corrosion naturelle. Il existe Différents types de décapage :

1. Décapage mécanique

Il est réalisé par divers procédés

- grattage ou piquage à l'aide d'un instrument de percussion;
- brossage à l'aide d'une brosse métallique;
- sablage et microbillage;
- grenailage (projection d'abrasifs);
- meulage (surtout pour supprimer la calamine des pièces de grandes dimensions).

2. Décapage chimique

Il a pour objectif d'éliminer à l'aide des acides (l'acide sulfurique ; l'acide chlorhydrique ; l'acide fluorhydrique, etc.), les couches d'oxydes adhérentes à la surface de la pièce à traiter. L'opération peut se faire à froid, mais elle est accélérée lorsque la température du bain augmente.

3. Décapage thermochimique

Il consiste à traiter les pièces en acier dans un bain des sels fondus. Ce procédé permet une transformation des oxydes superficiels aux d'autres types d'oxydes plus solubles dans une solution acide

4. Décapage ionique

Il s'effectue à l'aide des ions de gaz rares, focalisés sous forme d'un faisceau qui balaie la surface à nettoyer.

I.2.4.2 Amélioration de l'aspect de la surface traitée [14]

1. Le polissage mécanique

On distingue un polissage décoratif qui consiste à donner un aspect agréable à l'œil. Un polissage scientifique qui doit être le plus parfait possible, dans ce cas, que les irrégularités de la surface sont inférieures à $0,01\mu\text{m}$

2. Le polissage électrolytique

L'échantillon à polir est placé en position d'anode dans un électrolyte qui permet une dissolution préférentielle des aspérités de la surface (région où la densité du courant est la plus importante). Ainsi, on obtient assez rapidement une surface plane.

3. Lavage, rinçage, égouttage, séchage

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

Chapitre II
Généralités sur
Le Chromage Décoratif
Le Cuivrage
Le Nickelage

II. Introduction :

Ce chapitre a pour objet de décrire les techniques de chromage décoratif, de cuivrage et de nickelage. Nous allons définir les différents bains et conditions opératoires utilisés et les domaines d'application.

II.1.Électrodéposition de chrome

Le chromage est un procédé de revêtement par électrolyse permettant de déposer du chrome métallique sur les surfaces à traiter pour leur conférer les propriétés de ce métal. Ce traitement bien connu est effectué pour deux applications importantes : le chromage décoratif et le chromage dur, pour lesquelles, la couche déposée ne diffère essentiellement que par son épaisseur. [15]

Tableau1- répartition de l'utilisation du chromage

Tableau 1 – Répartition de l'utilisation du chromage	
Fonction	Pourcentage du total
Anti-usure (frottement, abrasion, érosion).....	53
Anticorrosion (seul ou en bidépôts)	22
Amélioration des caractéristiques de glissement	11
Amélioration de l'aspect	8
Autres (isolation, propriétés optiques)	6

II.1.1 propriétés du chrome

II.1.1.1 propriétés physiques de chrome

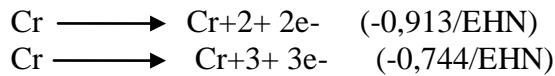
Le chrome est un métal à reflet bleuté qui s'allie par voie thermique avec d'autres métaux tels que le fer, le nickel ou le cobalt permettant d'obtenir des alliages métalliques aux caractéristiques variées.

Tableau(II.2): propriétés physiques de Chrome

Symbole	Cr.
Masse atomique	52,01
Masse volumique :	7,2 g · cm ⁻³
Température de fusion	1 830 °c
Coefficient de dilatation	à (20 °c) 7*10 ⁻⁶ /°C.
Conductivité thermique du dépôt brut	23 W · m ⁻¹ .k ⁻¹
Résistivité du dépôt brut	(30 à 65) *10 ⁻⁸ Ω· m
Cristallisation	cubique centré

II.1.1.2 Propriétés électrochimiques

Le chrome peut se présenter sous plusieurs degrés d'oxydation : Cr+2, Cr+3, Cr+4 et Cr+6, les potentiels normaux sont :



EHN : électrode normale à hydrogène.

Le chrome se passive très facilement en milieu oxydant, par création à la surface d'une couche d'oxydes ou d'hydroxydes insolubles. Cette faculté explique le comportement du chrome qui est à la fois attaquant en milieu acide et/ou réducteur, et qui résiste bien à la corrosion en milieu neutre, basique et/ou oxydant. [15]

II.1.1.3 Propriétés chimiques et mécaniques des dépôts de chrome

Dans le domaine chimique, la résistance des dépôts de chrome est bonne à très bonne à température ambiante dans:

- Les milieux: Acide (par exemple: chromique, nitrique, sulfurique...).
- Les milieux gazeuse (ammoniac, dioxyde de carbone, oxygène, air...etc.
- certains produits (acides de fruit, le lait, le pétrole, les encres, les huiles lourdes)

Dans le domaine mécanique, la caractéristique essentielles est le coefficient de frottement qui est faible, et dépend des conditions de température, nature du lubrifiant, force appliquée... etc. [15]

II.1.2 Les différents dépôts de chrome

II.1.2.1 Le chromage décoratif

C'est un revêtement de chrome de faible épaisseur qui est réalisé pour produire des surfaces d'un aspect aussi brillant que possible, et pour en augmenter la dureté [15]. Le rôle de ce chromage est d'améliorer l'aspect et aussi de protéger contre la corrosion.

II.1.2.2 Préparation de surface

La couche de chrome décoratif étant d'épaisseur très faible, elle va reproduire l'état de surface avant chromage. Il est donc essentiel que la surface avant chromage soit aussi polie que possible. Le chromage décoratif se fait toujours sur une sous-couche dont la nature peut varier selon les caractéristiques que l'on recherche. Généralement, cette sous-couche est du nickel (en couche unique ou bicouche) avec éventuellement une couche de cuivre électrolytique entre le substrat et le nickel. . Le nickel plus épais ductile et non poreux isole le métal de base et le milieu ambiant. Anodique par rapport au chrome, le nickel se corrodera au niveau des fissures ou porosité du dépôt de chrome Il existe un certain nombre de combinaisons possibles pour produire la sous-couche avant chromage, elles dépendent essentiellement de la présence de cuivre ou de la nature du nickel, brillant ou duplex. Le choix de ces sous-couches est fonction principalement de l'utilisation prévue pour les pièces ainsi revêtues. [15]

II.1.2.3 Les différents bains de chromage décoratif

II.1.2.3.1 bain au sulfate : Chromage brillant (électrolytes de chrome trivalent)

Les électrolytes au chrome brillant trivalent sont à base de composés de chrome III, tels que le sulfate ou le chlorure conjointement avec des produits chimiques brevetés. Les ions sulfates sont indispensables pour former une bonne couche ainsi que pour influencer sur la vitesse de la formation du film [16]

Une composition type est la suivante :

Tableau(II.3): compositions de bain sulfurique chrome décoratif

Formule du bain	chrome décoratif
Anhydride chromique CrO_3 (g/l)	300 à 400
Acide sulfurique H_2SO_4 (g/l)	3
Condition d'utilisation	
Température ($^{\circ}\text{C}$)	30 à 40
Densité de courant (A/dm^2)	15 à 20
Rendement (%)	12

II.1.2.3.2 Bains fluorés : Chromage brillant (électrolytes au chrome hexavalent)

En général, ces bains ont comme catalyseur un mélange d'ions sulfates et d'ions fluosilicates. Les catalyseurs fluorures ou fluoborates, bien que donnant d'excellents résultats, sont moins utilisés, pour leur corrosivité.

Le chromage des pièces à revêtir est réalisé au moyen de solutions dans lesquelles le chrome est au degré d'oxydation six. À ce degré d'oxydation, le chrome est toxique et a la réputation d'être cancérigène, ce qui justifie les limitations de l'utilisation du chrome hexavalent. [16]

Tableau(II.4): compositions de Bain fluores

Bain de chromage au fluores	
Paramètre	les conditions
Anhydride chromique CrO_3 (g/L)	250
Sulfate de strontium SrSO_4 (g/L)	2 à 4
Fluosilicate de potassium KSiF_6 (g/L)	4 à 10
Condition d'utilisation	
Température d'utilisation $^{\circ}\text{C}$	50 à 55
Densité de courant (A/dm^2).	30 à 80 A/dm^2 .

II.1.2.4 Microfissuration et microporosité

Le dépôt de chrome présentent en générale des microfissures sur la surface sous forme de réseau uniforme (ou maillage) de fissures. Lors de l'attaque de la surface par corrosion, le nickel en sous couche sera donc attaqué, il est préférable que l'attaque soit répartie de manière uniforme.

Si le nombre de fissures (effectives) est trop important, de trop nombreux sites d'attaque se produiront et la couche de chrome sera enlevée (par détachement) avant que le nickel soit lui-même consommé par la corrosion, si ce nombre de fissures est trop réduit, l'inverse se produira et l'on aura alors une attaque rapide du substrat. [15]

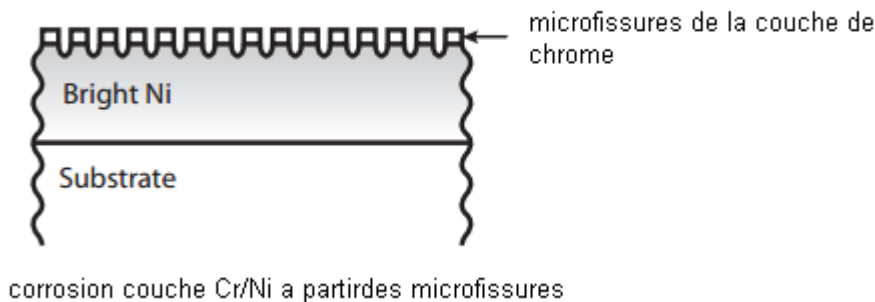


Figure II.1. microfissures de la couche de chrome

II.1.2.5 Domaine d'application de chrome décoratif

Le chromage décoratif apporte passivité dureté superficielle et résistance au ternissement, mais une structure généralement fissurée.

Les applications du chrome décoratif se rencontrent dans de nombreuses industries, et plus particulièrement :

- l'industrie automobile et équipements ;
 - les instruments d'optique, de précision et médicaux ;
 - les mobiliers métalliques ;
 - les articles de sport et les appareillages domestiques, matériel téléphonique et électrique.
- [15]

II.1.3 chrome dur

Il se distingue du précédent par le fait que son épaisseur est plus importante (de quelques micromètres).

Ce revêtement procure au matériau sur lequel il est effectué un bon coefficient de frottement et lui assure de bonnes propriétés de résistance à l'usure et à la corrosion. Il est très visible par exemple sur les vérins des appareillages mécaniques (appareils de levage ou engins de travaux publics...). Ce type de traitement est le revêtement privilégié dans le domaine de la mécanique pour les pièces en rotation ou en translation qui ont à résister à l'usure et à avoir de bonnes qualités de frottement, et pour les domaines où l'adhérence pourrait être un handicap (plasturgie, cylindres de laminoir...). [15]

II.2. Cuivrage

II.2.1. Caractéristiques physico-chimiques du cuivre

II.2.1.1 Propriétés physiques

Les principales caractéristiques physiques du cuivre sont données dans le tableau :

Tableau (II.4) : Principales caractéristiques physique et mécaniques du cuivre

Température de fusion	(°C)	1 083
Masse atomique.....	(u)	63,54
Masse volumique.....	(g/cm ³)	8,9 à 8,95
Coefficient de dilatation.....	(K ⁻¹)	16,5 · 10 ⁻⁶
Conductivité thermique à 273,2 K.....	(W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	403 (428 pour Ag)
Résistivité électrique à 20 °C (1).....	(Ω · cm)	1,72 (1,6 pour Ag)
Résistance à la rupture	(MPa)	220
Limite d'élasticité	(MPa)	50
Allongement	(%)	40
Dureté Vickers	(HV)	60 à 120

II.2.1.2. Propriétés électrochimique

Le cuivre, métal peu oxydable, présente deux degrés d'oxydation possibles : Cu (+1) et Cu (+2). Sa couleur fonce à l'air par oxydation et noircit par sulfuration. L'air sec et l'eau pure sont sans action sur le cuivre. Tout cela confirme le caractère relativement noble de ce métal. Le potentiel standard du couple Cu/Cu⁺⁺ est supérieur à celui de l'hydrogène : + 0,337 V/EHN (Cu/Cu⁺ : + 0,52 V). Le cuivre n'est ainsi pas corrodé par les solutions non complexantes exemptes d'oxydants ; par contre, les solutions acides ou alcalines renfermant des oxydants qui le corrodent. En milieu neutre ou faiblement alcalin et oxydant, le cuivre se passivera par formation superficielle d'oxydes. [17]

II.2.1.3. propriétés des revêtements de cuivre

Les dépôts électrolytiques de cuivre, qu'ils soient brillants ou mats, ont des utilisations décoratives ou techniques. Il est déposé pour lui-même ou comme sous-couche sur alliages avant dépôt de nickel, or, argent, etc. ; le nivellement de la surface par le dépôt de cuivre réduit ainsi le coût de polissage.

L'industrie électronique est une grande utilisatrice des dépôts de cuivre (métallisation des circuits imprimés). Une autre application importante est le dépôt sur matières plastiques cuivre assure la liaison interrassiale métal-résine.

La ductilité du cuivre le rend très favorable comme sous-couche dans les revêtements de nickel + chrome. [17]

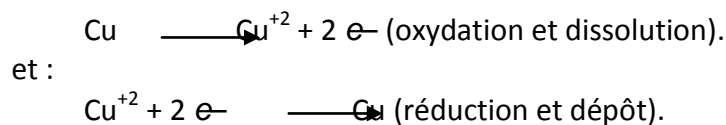
II.2.2. Le différent bain de cuivrage

Le cuivre peut être déposé avec une large gamme d'électrolytes, les principaux étant le sulfate acide, le cyanure, le pyrophosphate et le fluoborate.

II .2.2.1 Bains au sulfate cuivrique

La plus simple des solutions de cuivrage électrolytique est formulée à partir de sulfate de cuivre $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ et d'acide sulfurique H_2SO_4 , la composition des différents bains utilisés industriellement sont donnés dans le tableau II-2

Le cuivre (II) est entièrement ionisé : Cu^{++} . L'acide sulfurique est indispensable pour la qualité du dépôt : il accroît la conductivité de l'électrolyte et réduit les polarisations d'électrodes. Anode et cathode donnent, en effet, lieu à des réactions symétriques : [17]



Tableau(II.5): compositions de Bain sulfate

Type de bain	Semi-brillant	Brillant I	Brillant II
$\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$	248	210	200
H_2SO_4	11	60	30
HCl		0,015	
Thiouré	0,008	0,01	0,04
Dextrine		0,01	
Additifs			0,75

Conditions opératoires :

Température..... 16 à 50 °C ;

Tension..... 1 à 4 V

Densité de courant cathodique. 1 à 5 A/dm² sans agitation ; 10 à 20 A/dm² avec agitation.

II.2.2.2 Bains au fluoborate cuivrique

Le fluoborate de cuivre, $\text{Cu}(\text{BF}_4)_2$ qui est la source des ions cuivriques, est beaucoup plus soluble que le sulfate, permettant une concentration en ion cuivrique de plus du double, et donc une plus haute densité de courant cathodique : jusqu'à 20 à 60 A/dm² l'acide fluoborique a même fonction que l'acide sulfurique. Des exemples de formulations de cuivrage au fluoborate sont donnés dans le tableau. [17]

Tableau(II.6): compositions de Bain fluoborate

Type de bain (1)	bain mort	tonneau	bain à haute concentration
Fluoborate cuivrique Cu(BF ₄) ₂ (g/litre)	225	338	450
Équivalent en Cu ⁺⁺ (g/litre)	60	90	120
Acide fluoborique HBF ₄ (g/litre)	20	25	30
Acide borique H ₃ BO ₃ (g/litre)	15	15	30
pH	0,8 à 1,4	0,5 à 0,7	0,2 à 0,6
Température (°C)	20 à 50	20 à 50	20 à 50
Densité de courant Cathodique (A/dm ²)	7 à 13		13 à 50
Tension (V)	3 à 5	4 à 12	4 à 14
Agitation	Sans, à air ou mécanique		
Rapport surfacique anode/cathode	Environ 1/1		

II.2.2.3. Bains au cyanure cuivrique

Dans les bains de cuivrage cyanurés, le cuivre se trouve sous forme monovalent Cu(+I) alors que, dans les électrolytes acides, le cuivre est à l'état divalent Cu(+II). le cuivre se dépose donc deux fois plus rapidement à partir d'un bain de cuivrage cyanuré que d'un cuivrage acide.

Cependant, les solutions cyanurées ont un rendement cathodique fréquemment inférieur à 100 % et, de plus, fonctionnent à de plus basses densités de courant.

Les bains de cuivrage cyanurés sont essentiellement de trois types

Cuivrage cyanuré ordinaire ou pré-cuivrage à bas rendement ;

Cuivrage cyanuré au sel de seignette, de rendement intermédiaire ;

Cuivrage cyanuré à haute teneur en cuivre et à haut rendement. [17]

II.2.3 Nickelage

II.2.3.1. Introduction

Le nickelage constitue le procédé de revêtement électrolytique le plus répandu tant par les quantités utilisées que par le grand nombre d'applications liées à sa relative facilité de dépôt à des épaisseurs très variables, à ses propriétés mécaniques et à la variété des substrats ainsi couverts. [18]

II.2.3.2. Caractéristiques physico-chimiques du nickel

II.2.3.2.1 Propriétés physiques

Le nickel pur est un métal gris-blanc, brillant, dur. Il est malléable, ductile et magnétique jusqu'à 353 °C environ. [18] Les propriétés du Nickel sont données dans le tableau suivant.

Tableau(II.7): propriétés physiques de Nickel [19]

Symbole	Ni
Masse volumique	8,9 g/cm ³
Température de fusion	1 455 °C
Coefficient de dilatation	13,6 10 ⁻⁶ (°C) ⁻¹ à 20 °C
Conductivité thermique	74 à 95 W · m ⁻¹ · K ⁻¹
Résistivité électrique	6,85 Ω · cm (de 6,8 à 11,5 Pour les dépôts électrolytiques)
Résistance à la rupture	<i>R_m</i> > 350 MPa
Limite d'élasticité	<i>R_e</i> 150 MPa
Structure	cubique faces centrées (a = 0,3524 nm)
Température de Curie	359 °C
Dureté Vickers (Ni électrolytique)	150 à 350 HV

II.2.3.2.2 Propriétés chimiques et électrochimiques

Le nickel sous forme d'ions, se trouve essentiellement au degré d'oxydation + 2. Il peut se présenter au degré + 3 et très exceptionnellement au degré + 4. Le métal, après s'être recouvert d'une couche de passivation d'oxyde, n'est pas oxydable à froid dans l'oxygène. Il résiste bien à la corrosion par l'eau distillée et par l'eau de mer. On peut cependant constater une attaque locale par l'eau de mer stagnante. [18]

II.2.3.3 Principes généraux

Les dépôts de nickel s'effectuent par électrolyse de solutions des sels de nickel (sulfate, chlorure, sulfamate, fluoborate) à pH acide (compris entre 2 et 5), à des températures de l'ordre de 50 à 75 °C, et à des densités de courant variant de 2 à 30 A/dm². Les anodes sont en nickel : leur dissolution assure un apport constant en cations. [20]

II.2.3.4 Les différents bains de nickelage

De nombreux bains ont été mis au point afin d'obtenir des dépôts de nickel répondant aux exigences des applicateurs.

On peut distinguer quatre bains principaux :

- 1-les bains au sulfate de nickel
- 2-les bains au chlorure de nickel,
- 3-les bains au sulfamate de nickel.
- 4-les solutions à base de fluoroborate de nickel.

II.2.3.4.1. Bains au sulfate (bain de Watts)

L'apport en ions nickel s'effectue essentiellement par le sulfate de nickel $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dont la solubilité dans l'eau est élevée (570 g/L à 50 °C). Sa concentration dans les bains est comprise entre 150 et 400 g/L. L'augmentation de la concentration en sel métallique permet d'accroître la densité de courant limite et donc de travailler à des vitesses de déposition plus élevées.

Il est nécessaire d'ajouter au bain des ions chlorures qui favorisent l'attaque anodique, comme le chlorure de nickel NiCl_2 et/ou du chlorure d'ammonium NH_4Cl et/ou du chlorure de sodium NaCl . [18]

Tableau(II.8): Les compositions chimiques de bains de nickelage au sulfate.

Paramètre	watts	Watts semi-brillant	Chlorure Sulfate
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 55 g/l	150 à 225 g/l
Acide borique H_3BO_3	35 à 45 g/l	30 à 45 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 A/dm ²	3 à 5 A/dm ²	2.5 à 15 A/dm ²
PH	3 à 5	1.5 à 2.5	

II.2.3.4.2. Bain au chlorure:

*La conductibilité de ces bains étant plus élevée

*La répartition du dépôt est meilleure

*La tension entre les électrodes est plus faible.

*Les dépôts obtenus ont des contraintes internes élevées et sont fragiles.

Un bain de pré-nickelage, le bain de Wood, peut être utilisé pour déposer une sous-couche sur les aciers inoxydables (épaisseur de l'ordre de 1 à 3 μm),

Tableau(II.9): Les compositions chimiques de bains de nickelage au chlorure.

Paramètre	Tout chlorure	Pré-nickelag chlorure (bains de Wood)
Chlorure de nickel NiCl₂, 6H₂O	280 à 300 g/l	100à250 g/l
Acide borique H₃BO₃	28à30g/l	
Acide chlorhydrique HCl		85à125 cm ³ /l
Température	60 à 65 C	20 à 30C
Densité de courant cathodique	3 à 8 A/dm ²	3 à10 A/dm ²
PH	2 à 2.3	1 à 1.5

II.2.3.4.3 Bain au sulfamate :

Le constituant principal de ce bain est le sulfamate de nickel Ni(NH₂SO₃)₂ .4H₂O qui permettent d'obtenir des concentrations élevées en nickel. Le tableau ...donne la composition de ces bains.

En utilisant ce type de bain, on peut travailler avec des densités de courant cathodique allant jusqu'à 50 A/dm². L'autre avantage de du bain sulfamate est son bon pouvoir couvrant, Des vitesses de déposition nettement supérieures à celles des bains au sulfate. Des contraintes internes résiduelles réduites, ce qui autorise et favorise son utilisation pour réaliser des dépôts de nickel épais. [18]

Tableau(II.10): composition de bains sulfamate.

paramètre	sulfamate
sulfamate de nickel $\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{HO}$	250 à 450 g/l
Chlorure de nickel $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	5 à 30 g/l
Acide borique H_3BO_3	30 à 40 g/l
Température	40 à 60 C
Densité de courant cathodique	5 à 20 A/dm ²
PH	3.5 à 4.5

Chapitre III
Procédure
expérimentale

III.1: INTRODUCTION

Ce travail a été effectué au niveau de la Base Central Logistique (BCL) de Beni Mered, dans un atelier de revêtement par voie électrodéposition.

Nous allons présenter le dispositif expérimental permettant d'effectuer des revêtements par la voie électrolytique. Nous exposerons les méthodes expérimentales utilisées pour la préparation des substrats et les revêtements des substrats par (cuivrage + nickelage + chrome décorative) ainsi que et les différentes techniques d'analyse et contrôle utilisées pour étudier les caractéristiques des revêtements obtenus.

III.2: les anodes et la cathode (substrat)

- **Cathode utilisée (substrat)**

Le substrat utilisé est en acier ordinaire A33 avec les dimensions (94*75*2) mm. L'analyse chimique de cet acier est effectuée par spectrométrie à fluorescence X au niveau de la BCL. Les résultats sont donnés (tableau 1)

Fe	Mn	C	Ni	Sb	P	S	Si
Base	0.267	0.048	0.038	0.020	0.016	0.012	0.010

Tableau III.1 analyse chimique de substrat utilisé

- **les anodes**

Nous avons utilisée les plaques de cuivre pur sur le bain de cuivre, le nickel pur sur le bain de nickelage, et chrome sur le bain de chromage.

III.3: Procédure expérimentale

La préparation de surface ainsi que les dépôts de cuivre, nickel et de chrome décoratif ont été réalisés au niveau de la BCL de Béni Mered, dans un atelier de traitement de surface, et nous avons travaillé selon les conditions de l'entreprise de la base centrale logistique, dans des bains industriels.

III.3.1 préparation de surface

Avant tout traitement de surface, il faut d'abord une préparation de surface pour obtenir un résultat de bonne qualité. La préparation de surface sert à éliminer toute sorte d'impureté existant sur la surface du substrat tel que les huiles, les calamines, les oxydes.....etc. qui peuvent influencer sur la qualité du traitement.



Figure III:3 Après préparation de surface



Figure III: 4 Avant préparation de surface

- **Le dégraissage chimique**

Cette opération consiste à éliminer les graisses et les huiles existant sur la surface de la plaque d'acier. L'immersion des plaques dans une solution L'hydroxyde de sodium (NaOH), pendant 5 minutes à une température (35 à 40) °C suivie d'un rinçage à l'eau.

- **Le décapage**

Cette opération consiste à éliminer tous les oxydes superficiels. Dans notre cas le décapage s'effectue dans une solution d'acide chlorhydrique HCl pendant 15 minutes à une température (35 à 40) °C suivie d'un rinçage à l'eau.

- **Le polissage mécanique**

Le polissage mécanique des substrats est réalisé par une brosse métallique et un papier abrasif.



Figure III:1 polisseuse à la brosse métallique et papiers abrasifs



Figure III:2 polisseuses de tampon

- **Le dégraissage chimique**

Cette opération est consistée à enlevée ce qui reste de l'oxyde sur la surface la plaque d'acier. L'immersion des plaques dans une solution L'hydroxyde de sodium (NaOH), pendant 2 minutes à une température (35 à 40) °C suivie d'un rinçage à l'eau.

- **La neutralisation**

Ce procédé est utilisé dans une solution d'acide sulfurique (H₂SO₄) pour éliminer les hydroxydes qui se sont formés lors des prétraitements alcalins et dont la présence provoquerait des défauts. Les échantillons sont placés dans une solution à une température d'environ (40 à 50) °C suivie d'un rinçage double à l'eau.

III. 3 .2 Les revêtements

Afin de caractériser les dépôts effectués dans las ateliers, nous avons effectué des revêtements multicouches suivants, sur le substrat en acier:

- ✓ cuivre-nickel-chrome pour le chromage décoratif
- ✓ Nickel-chrome décoratif
- ✓ Cuivre-chrome
- ✓ Chrome seul
- ✓ Cuivre seul
- ✓ Nickel seul

- **le cuivrage :**

Le dépôt de cuivre est réalisé à la surface de la pièce en acier après préparation, par électrolyse dans un bain de cuivrage cyanuré.

La composition du bain est :

Cyanure de cuivre (CuCN): 20g/l,

Cyanure de sodium (NaCN): 30g/l

Hydroxyde de sodium (NaOH) 0.8g/l

Les conditions : la température 50 °C, La densité de courant 2 à 3 A/dm² et pH 12.8

- **le nickelage**

Nous avons réalisé deux (2) dépôts de nickel différents :

1- directement à la surface de l'acier

2- sur la surface du substrat d'un acier cuivré

La composition du bain sulfate utilisé est :

Sulfate de nickel (NiSO₄) : 300g/l

Chlorure de nickel (NiCl₂) : 60g/l

Acide borique (H₃BO₃) : 45g/l

Les conditions: température 60°C, La densité de courant (6) A/dm², pH 4 à 5

- **chrome décoratif**

Le dépôt de chrome est réalisé soit :

-directement à la surface de la une pièce en acier,

- sur le revêtement de cuivre

- sur le revêtement de nickel

- sur le revêtement de (cuivre + nickel) par électrolyse dans un bain de chrome décoratif.

La composition du bain:

Anhydride chromique (CrO₃) : 350g/l

Acide sulfurique (H₂SO₄) : 3g/l

Les conditions : la température (40)°C, La densité de courant (12) A/dm², pH 1.5 à 2

III.3.3 Les échantillons réalisés :

Nous avons revêtu dix échantillons:

- Trois échantillons : Pour le premier : trois couches (Une couche de cuivre + une couche de nickel +une couche de chrome) qui est la technique classique utilisée par l'entreprisenous avons changé la durée du cuivre pendant 3 minutes, 4 minutes et 5minutes, le nickel et le chrome décoratif restent le même temps dans les trois échantillons, pour le nickel 15 minutes et le chrome décoratif 45 secondes.
- Deux échantillons : Nous avons utilisé deux couches (Une couche de cuivre + une couche de chrome décoratif), le cuivre pendant 4 et 6 minutes et le chrome décoratif restent la même durée dans les deux échantillons 45 seconde.
- Deux échantillons : Nous avons utilisé deux couches (Une couche de nickel + une couche de chrome décoratif), le nickel pendant 12 et 15 minutes et le chrome décoratif reste la même durée dans les deux échantillons 40 seconde.
- Un échantillon : Nous avons utilisé une couche de chrome décoratif directement sur l'acier pendant 45 secondes.

- Un échantillon : Nous avons utilisé une couche de cuivre directement pendant 10 minutes
- Un échantillon : Nous avons utilisé une couche de nickel directement pendant 15 minutes

III.4. Caractérisation des dépôts

III.4.1. L'analyse métallographique :

III.4.1.1 L'enrobage :

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

- **1-Enrobage à chaud:**

La méthode d'enrobage utilisé pour faciliter la manipulation du polissage, nous avons utilisée la résine thermoplastique, Et en immergeant les échantillons dans une moule de l'apareile. Il est effectué à l'aide d'une presse hydraulique



Figure III-5 : Enrobeuse STRUERS

- **2-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. et s'effectue cette méthodes surtout les couche mince

III.4.1.2 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.

1- Le polissage grossier

Cette opération est réalisée mécaniquement pour éliminer progressivement les rayures et obtenir la surface plane, s'effectue manuellement sur des disques tournants. on utilise papier abrasif en carbure de silicium, dont le grain est de plus en plus fin (220, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200). On utilise l'eau comme lubrifiant pour éviter l'échauffement des échantillons. La (figure III -6) montre la polisseuse disponible au niveau de laboratoire de SDM.



Figure III-6 Polisseuse aux papiers abrasifs

2- Le polissage de finition :

Pour la finition on a utilisé une polisseuse, pour de donner à nos échantillons un effet miroir. On utilise dans une polisseuse de finition avec une poudre d'alumine de taille inférieur au micron ($<1\mu\text{m}$). (La figure III-7) représente la polisseuse de finition utilisée.



Figure III-7 : Polisseuse de finition

III.4.1.3 Observation microscopique :

L'analyse microscopique a été effectuée avec un microscope optique de type ZEISS AXIOVER T40 MAT montré dans la (figure III-8), cette opération après le polissage et l'attaque chimique. Ce dernier permet l'observation des échantillons avec un agrandissement qui varie de 100 à 1000 et qui est équipé d'un appareil photographique pour capture des images de la microstructure.



Figure III -8 : Microscope optique utilisé pour l'analyse métallographique

III.4.2. mesure l'épaisseur

Pour mesurer l'épaisseur de revêtement, il existe plusieurs méthodes, nous avons utilisé deux méthodes, la méthode destructive a été à la métallographie après enrobage et polissage on réalise au niveau de département physique, et la deuxième méthode non destructive basée par ultrason à l'interface de revêtements. à l'aide d'un appareil portable, muni d'un palpeur posé sur le revêtement, on mesure quatre fois pour chaque échantillon

III.4.2. Essai de micro-dureté

Les essais de pénétration sont généralement utilisés pour les revêtements métalliques. Ces essais ont l'avantage d'être plus simple à réaliser et de donner des résultats reproductibles. Réalisés sous très faible charge, les essais de la microdureté permettent de mesurer très localisés environ 100 μm . à l'aide d'un microduremètre, on peut par exemple déterminer la dureté d'une couche de quelques microns d'épaisseur. la mesure de dureté Vickers (HV) se fait avec une pointe pyramidale normalisée à base carrée et d'angle au sommet entre face égal à 136° (Figure III-9). L'empreinte a donc la forme d'un carré et on mesure des deux diagonales (d_1) et (d_2) de l'empreinte la valeur de la dureté Vickers de formule suivante :

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

F est la charge appliquée, d est la moyenne des deux diagonales de l'empreinte

$$d = (d1 + d2) / 2.$$

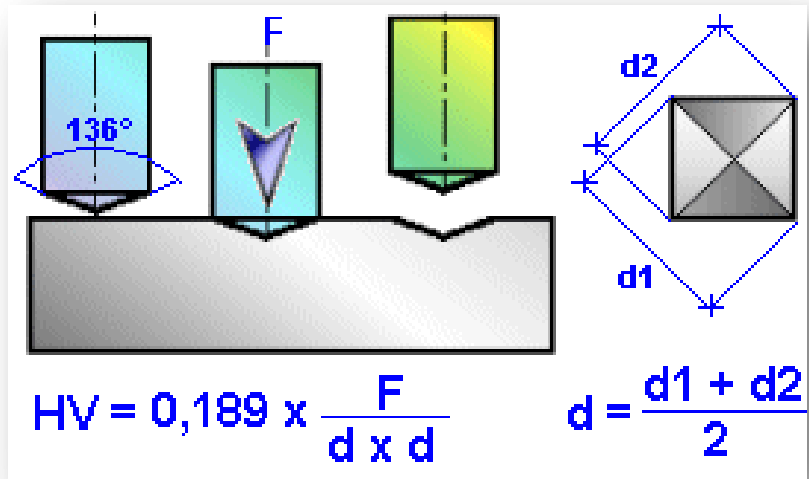


Figure III-9 : schéma de fonctionnement de micro-dureté.



Figure III-10 : micro-duremetreé

III -5 Essai de corrosion :

- **Courbes potentiodynamique :**

Pour tracer les courbes de polarisation, nous avons utilisé un Potentiostat. On applique une différence de potentiel entre l'échantillon (électrode de travail) et une électrode de référence et deux circuits (figure III- 11), un circuit de mesure du potentiel, à très faible courant, On enregistre le courant qui circule entre l'électrode de travail et une électrode auxiliaire (contre électrode) .

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).et on a logiciels spécifiques assurent le pilotage des séquences expérimentales,

- **perte de masse**

Cette méthode consiste à peser les échantillons, ensuite chaque échantillon a été immergé dans une solution NaCl de pH3. La partie nue de chaque échantillon est enrobée (enrobage à froid) pour ne pas être attaquée par le milieu agressif. Cet essai a été fait pendant une durée de 13 jours, les échantillons sont retirés de la solution après chaque jour et rincés avec l'eau distillée et l'acétone puis séchés, Finalement, les échantillons sont pesés et déterminer la masse perdue. La perte de masse est calculée par la relation suivante : $\Delta m/S.t = (m_i - m_f)/S.t$, avec s surface immergée et t le temps

On peut obtenir la perte d'épaisseur annuelle ε , en $\mu\text{m}/\text{an}$ $\varepsilon = \frac{\Delta m.10}{S.t.\rho}$



Figure III -11 : Potentiostat / Galvanostat EG&G 283

III-6 : Test d'adhérence :

Pour contrôler l'adhérence des revêtements, nous avons utilisé test de pliage, on le plier avec une plieuse le revêtement avec un angle inférieure 90° , Ensuite, nous avons essayé de décoller le revêtement par un pointeau tranchant puis on observe la présence des fissures sur le revêtement et le décollement du revêtement

Chapitre IV

résultats et

discussion

IV-1 : Introduction :

Dans ce chapitre on présentera les résultats de la caractérisation des différents revêtements (Cuivre, Nickel et Chrome) élaborée par voie électrochimique, à partir des différents essais : mécaniques, chimiques, électrochimique. Les résultats et interprétations seront présentés en respectant l'ordre suivant :

- Caractérisation de l'aspect et l'homogénéité.
- Caractérisation métallographique
- Caractérisation de l'épaisseur du revêtement par : une coupe métallographique et des mesures à l'aide d'un testeur à ultrasons.
- Mesure de Microdureté.
- tests de corrosion obtenue par :
 - ✓ Courbes potentio-dynamique
 - ✓ perte en masse.

IV-2 : caractérisation des dépôts

IV-2-1 : Aspect

- **chromage décoratif : (Cu+Ni+Cr) et (Ni+Cr)**

Les revêtements (Cu+Ni+Cr) et (Ni+Cr) sont de couleur grise claire brillante et homogène, d'aspect régulier mais rugueux. La figure montre la surface du revêtement avec un grossissement de 100x

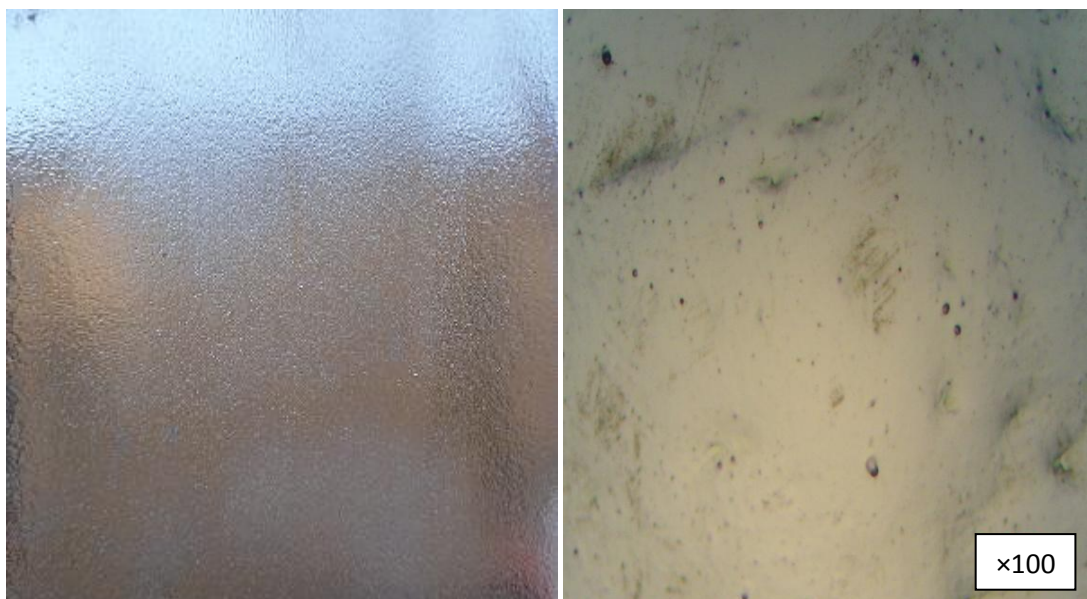


Figure IV-1 : revêtements (Cu+Ni+Cr) et (Ni+Cr)

➤ revêtements (Cu+Cr)

Les revêtements (Cu+Cr) sont de couleur grise claire mais ternes et non homogène dans toute la surface du revêtement, d'aspect rugueux

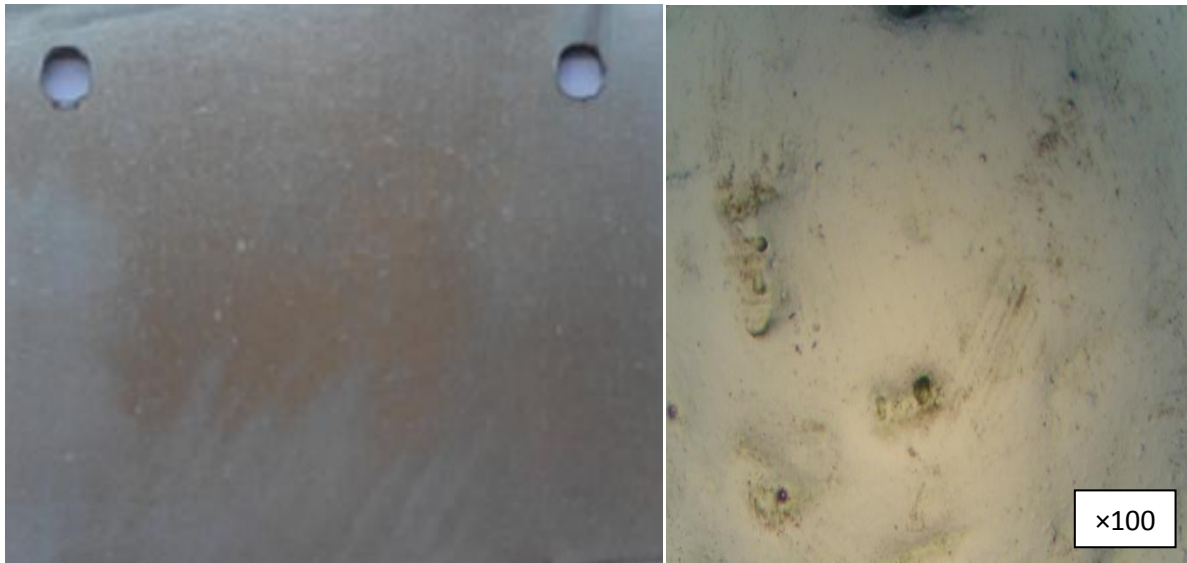


Figure IV-2 : revêtements (Cu+Cr)

➤ Pour le revêtement de nickel

Les revêtements (Ni) sont de couleur grise claire brillante et homogène dans toute la surface de revêtement, d'aspect régulier et rugueux.

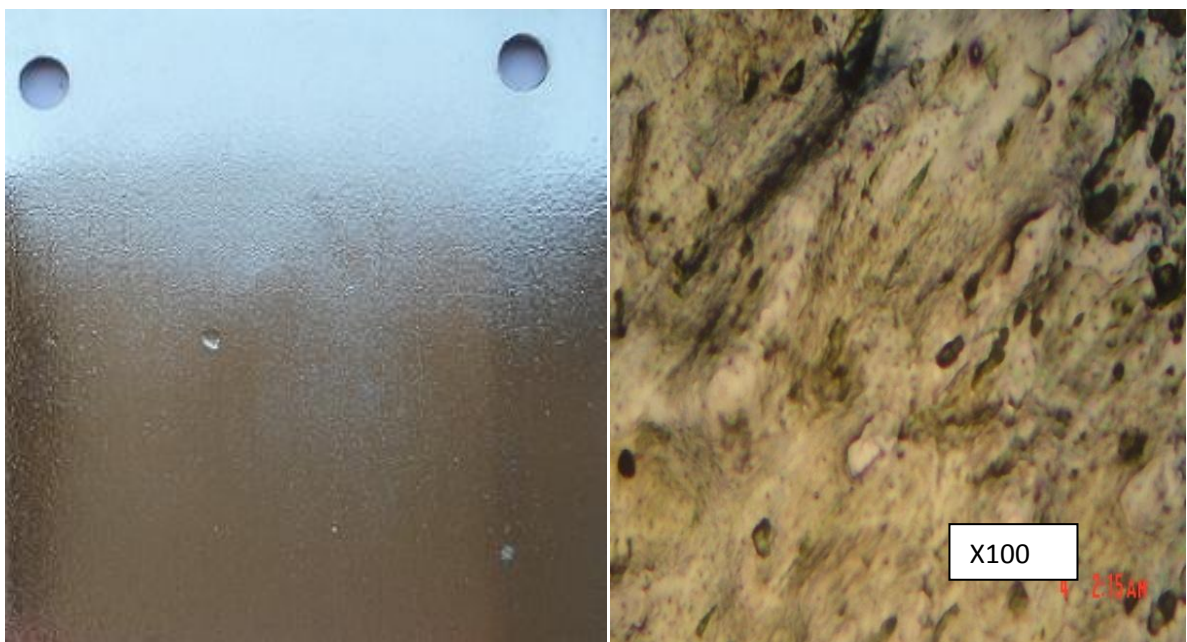


Figure IV-3 : revêtements (Ni)

➤ **Pour le revêtement (Cu)**

Le revêtement de Cu sont de couleur rouge (couleur du cuivre), d'aspect non régulier. on distingue une hétérogénéité de couleur dans tout la surface.

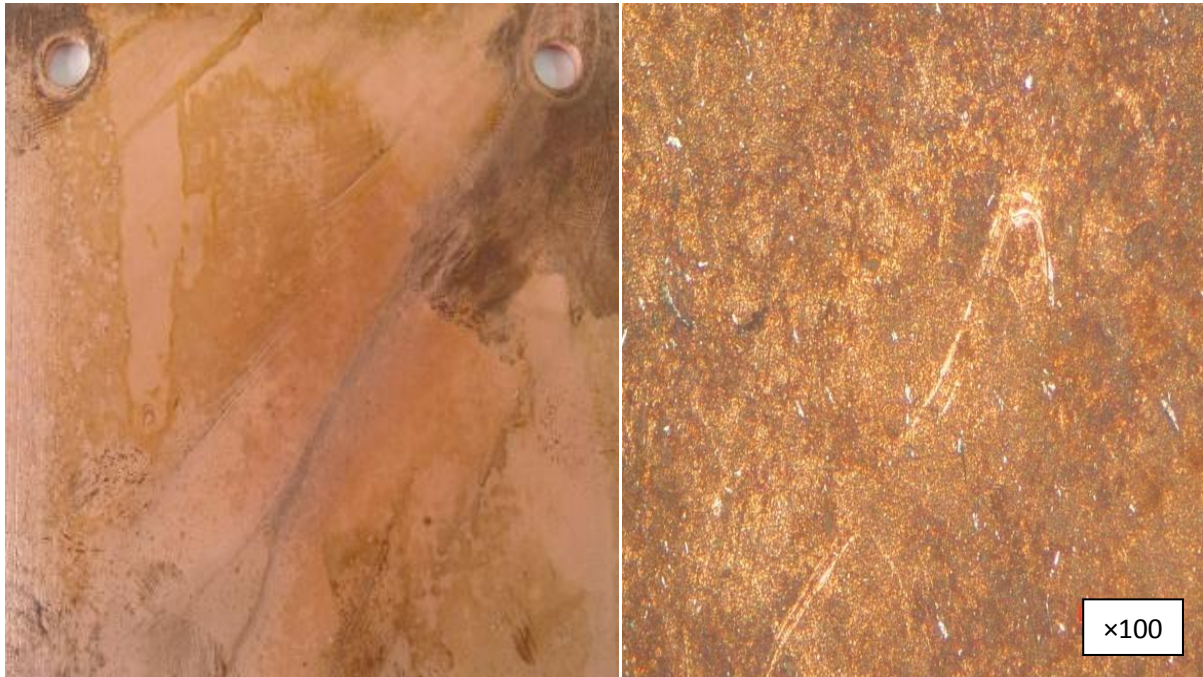


Figure IV-4 : revêtements (Cu)

➤ **Pour le revêtement (Cr)**

Le revêtement de Cr de couleur grise, d'aspect non régulier et non rugueux et on distingue une hétérogénéité de couleur sur toute la surface.

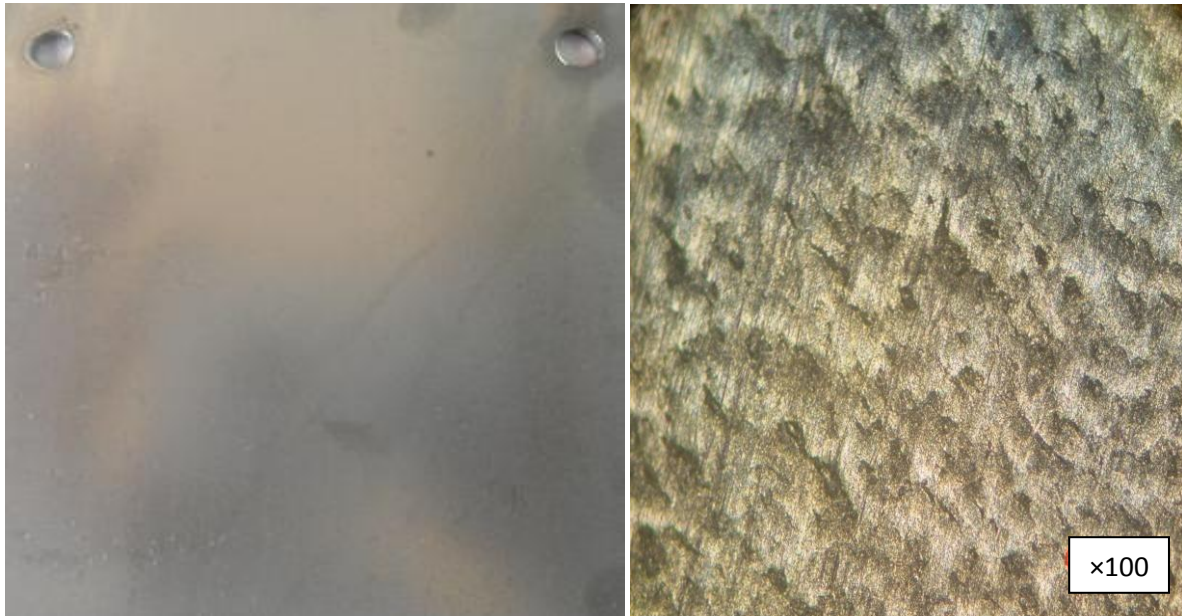


Figure IV-5 : revêtements (Cr)

- **Comparaison des différents revêtements :**

on constate que la plaque qui a reçu les trois couches est la plus brillante, et la plus régulière, suivie du revêtement Cu-Ni

IV -2-2: Mesure des épaisseurs

- **méthode destructive**

Les épaisseurs ont été mesurées à l'aide de la microscopie optique au niveau de la (BCL), et réalisée aussi au niveau de département de physique à l'université Saad Dahlab Blida.

- ✓ **Les résultats au niveau de BCL :**

Les mesures ont été réalisées à l'aide du microscope optique associé aux microduromètre muni d'une échelle micrométrique

Les échantillons réalisée : Les revêtements **(Cu+Ni+Cr)**, Les revêtements **(Ni+Cr)**, Les revêtements **(Cu+Cr)**, on a noté quatre valeurs e1, e2, e3, e4 en (μm), puis on a mesuré leur moyenne présentées dans (le tableau IV-1).

Tableau IV-1 : Les résultats de mesure des épaisseurs des revêtements par microscope optique.

Epaisseur	e1(μm)	e2(μm)	e3(μm)	e4(μm)	e moy(μm)
Echantillons					
Les revêtements (Cu+Ni+Cr)					
Cu3min+Ni15min+Cr45sec	16	17	16	15	16
Cu4min+Ni15min+Cr45sec	15	18	17	16	16,5
Cu5min+Ni15min+Cr45sec	19	20	17	20	19
Les revêtements (Ni+Cr)					
Ni12min+Cr45sec	12	11	12	12	11,75
Ni15min+Cr45sec	15	14	13	14	14
Les revêtements (Cu+Cr)					
Cu 4min+Cr 45sec	2	1	2	2	1,75
Cu 6min+Cr 45sec	3	2	1	4	2,5

✓ **Les résultats au niveau de département physique :**

Après observation au microscope optique des coupes métallographiques, on a pris des photos. Les micrographies des échantillons : (Cu 4min+Ni15min+Cr45sec), (Ni 15min+Cr45sec) et (Cu 4min+Cr) sont Représentés sur les figures (IV-6, IV-7, IV-8). On a mesuré l'épaisseur de chaque couche qui constitue le revêtement, avec un logiciel de traitement d'image associé au microscope

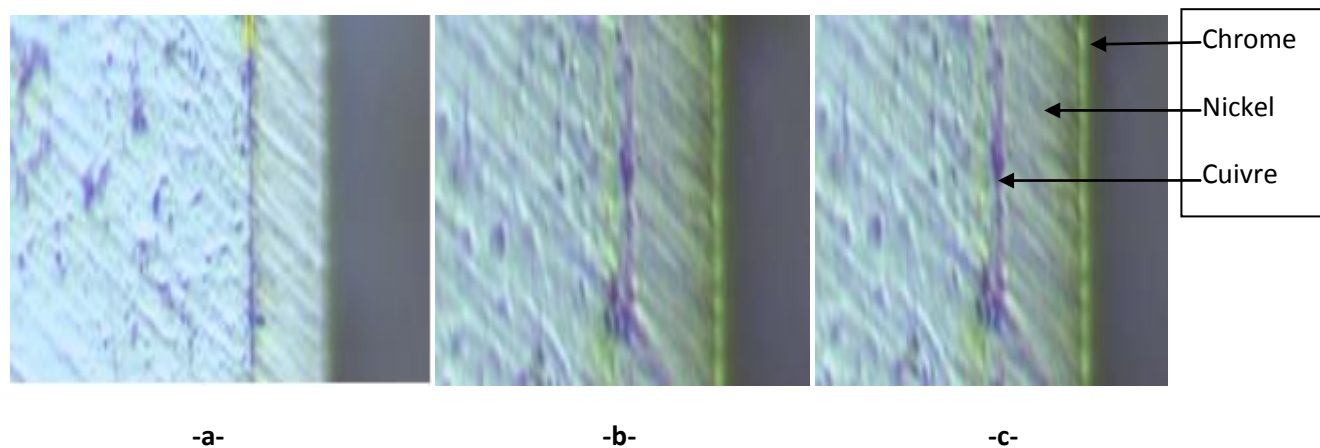


Figure IV-6 : images de mesure des épaisseurs de revêtement (Cu4min+Ni15min+Cr45sec) : a- épaisseur du (Cu), b- épaisseur du (Cu+Ni+Cr), c : épaisseur de chrome

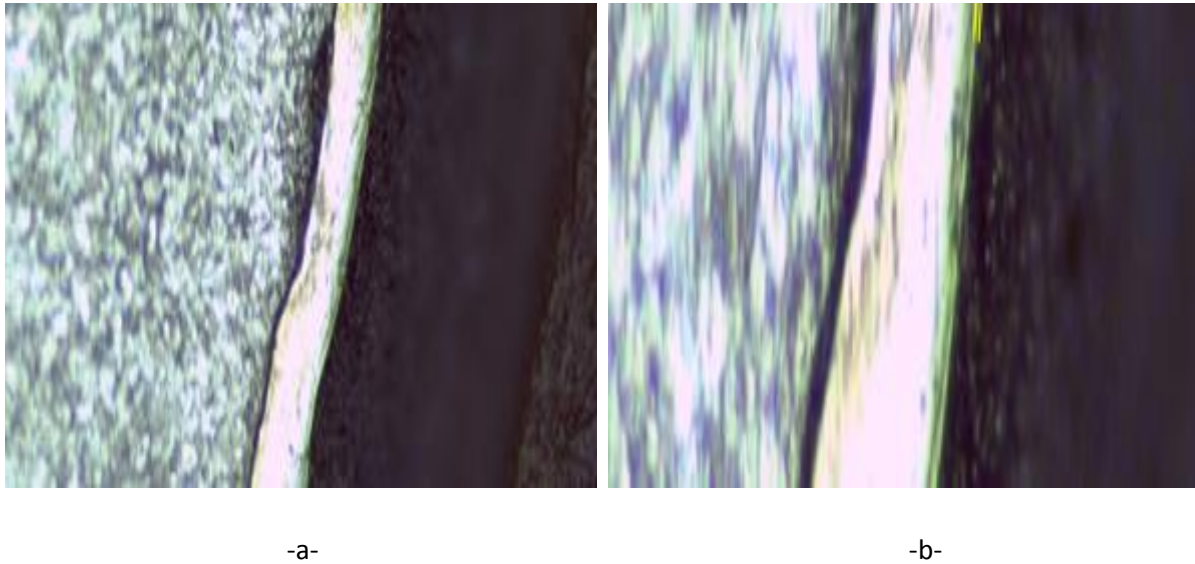


Figure IV-7 : images de mesure des épaisseurs de revêtement (Ni15min+Cr45sec) : a-épaisseur du (Ni+Cr), b- épaisseur du Cr

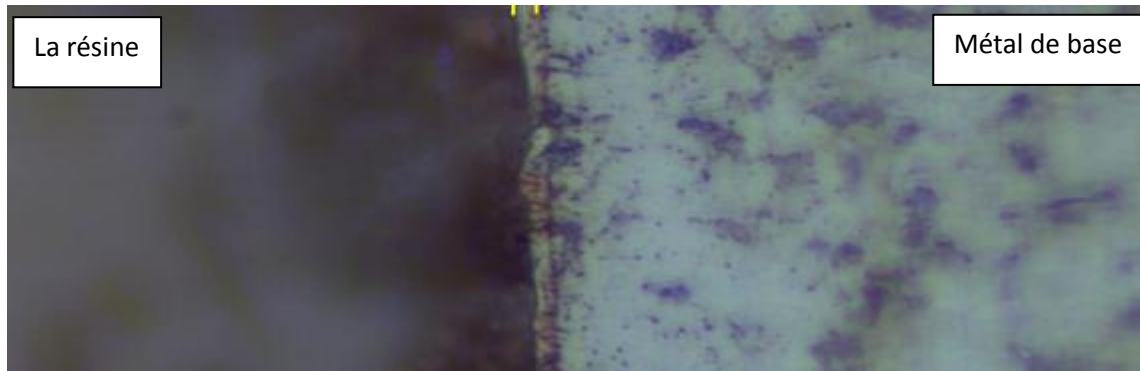


Figure IV-8 : Les images de mesure des épaisseurs de revêtement (Cu 4min+ Cr45sec) par image.

Méthode non destructive

Cette méthode n'a pu être réalisée que sur les revêtements qui ont subi un seul revêtement soit Cu seule, Ni seul, ou chrome seul.

Les épaisseurs ont été mesurées à l'aide d'un mesureur d'épaisseur à ultrasons, en effectuant plusieurs mesures sur la surface revêtue, on a calculé la moyenne quatre valeurs e_1 , e_2 , e_3 , e_4 en (μm), présentées dans (le tableau IV-2)

Tableau IV-2 : résultats de mesure des épaisseurs des revêtements par ultrason.

Epaisseur	$e_1(\mu\text{m})$	$e_2(\mu\text{m})$	$e_3(\mu\text{m})$	$e_4(\mu\text{m})$	$e_{\text{moy}}(\mu\text{m})$
Echantillons					
Le revêtement (Ni)					
Ni 15min	12	9	10	11	10,5
Le revêtement (Cu)					
Cu 10min	4	6	7	5	5,5
Le revêtement (Cr)					
Cr 45sec	2	1	3	1	1,75

Ces résultats sont représentés sur les courbes (figures IV-10-11)

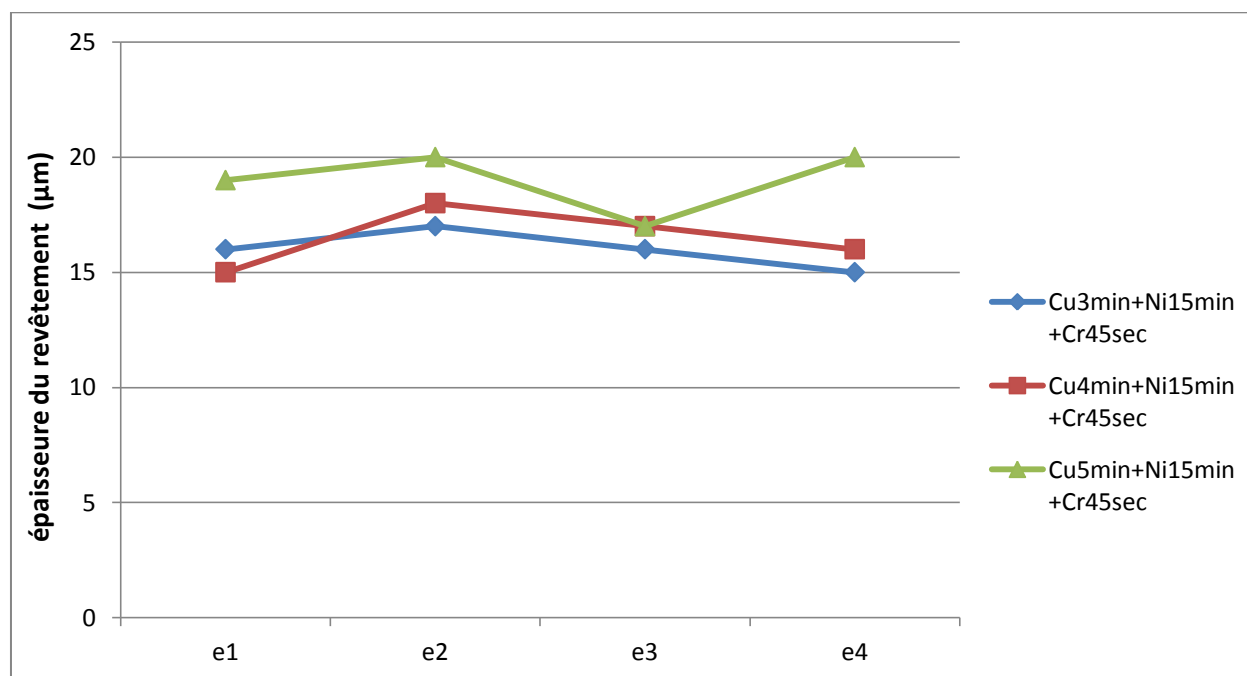


Figure IV-9 : variation de l'épaisseur des revêtements à triple couche (Cu+Ni+Cr)

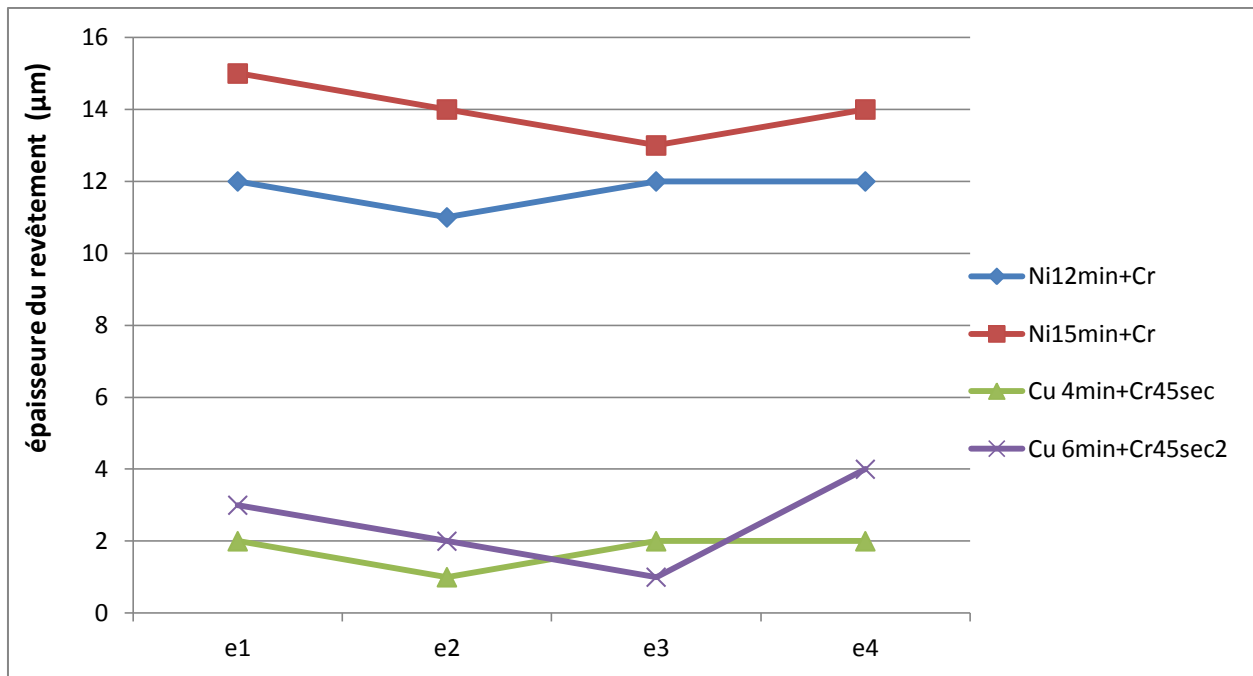


Figure IV-10 : variation de l'épaisseur des revêtements à deux couches(Ni+Cr) et (Cu+Cr).

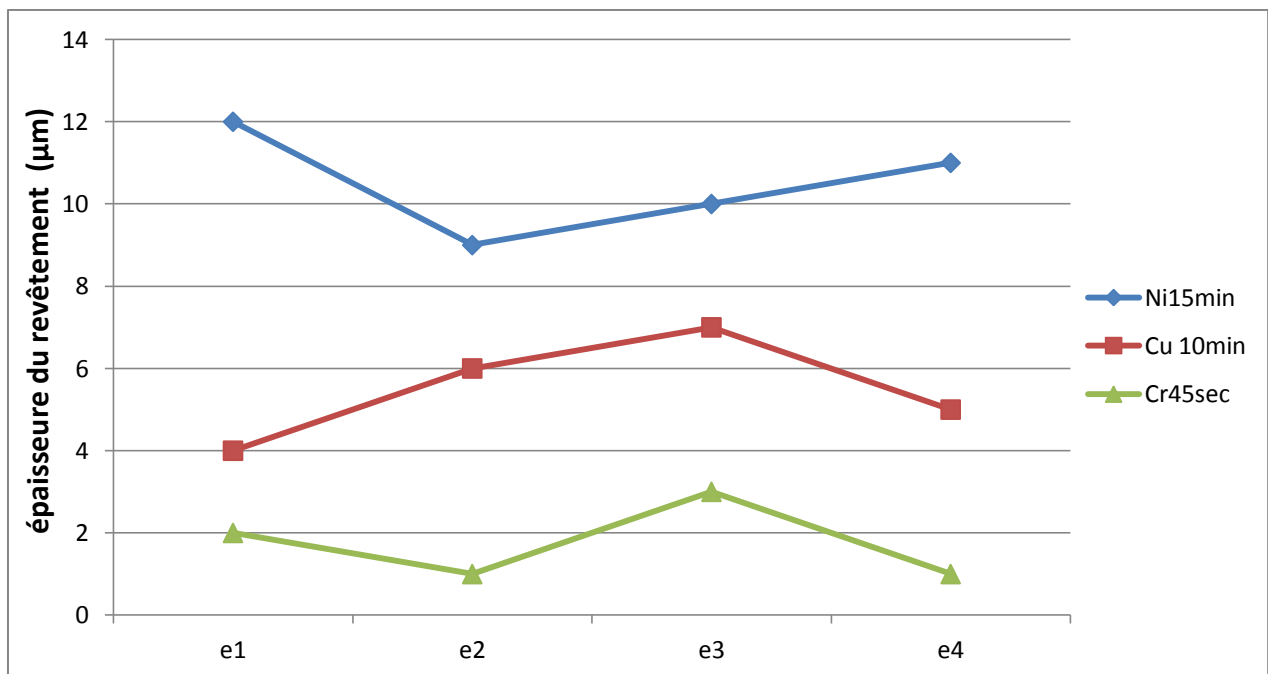


Figure IV-11 : variation de l'épaisseur des revêtements d'une seule couche (Ni), (Cu) et (Cr)

A partir des résultats, nous avons constatés que :

- les épaisseurs des échantillons sont assez régulières.
- L'augmentation de l'épaisseur du revêtement est liée à l'augmentation de la durée du revêtement comme la montre les figures 9, 10 et 11
- La plus grande épaisseur c'est l'échantillon de (Cu 5min+ Ni 15min +Cr 45sec) (19 μm) et la plus faible épaisseur est (Cr 45sec).

- **Calcule du rendement faradique**

Après mesuré les épaisseurs de Cu, Ni et le Cr nous avons calculé le rendement faradique de l'électrodéposition η en utilisant la relation de Faraday :

$$\eta = \frac{\rho \cdot e \cdot s \cdot n \cdot F}{I \cdot t \cdot M}$$

ρ : la masse volumique, e : épaisseur de revêtement, s : surface, n : valence, F : constante de faraday, I: courant, t : temps du dépôt et M : la masse molaire

Après les calcule on a obtenu les résultats suivants :

Tableau IV-2 : résultats de rendement :

	Cuivre	Nickel	Chrome
Rendement(%)	99	52	100

IV -3: Métallographie

✓ Métal de base

Les échantillons ont été observés au microscope métallographique après les opérations d'enrobage et de polissage. L'examen a permis d'obtenir les micrographies des différents échantillons, ainsi que le métal de base qui présente bien une structure ferrito perlitique, comme le montre la Figure IV-12

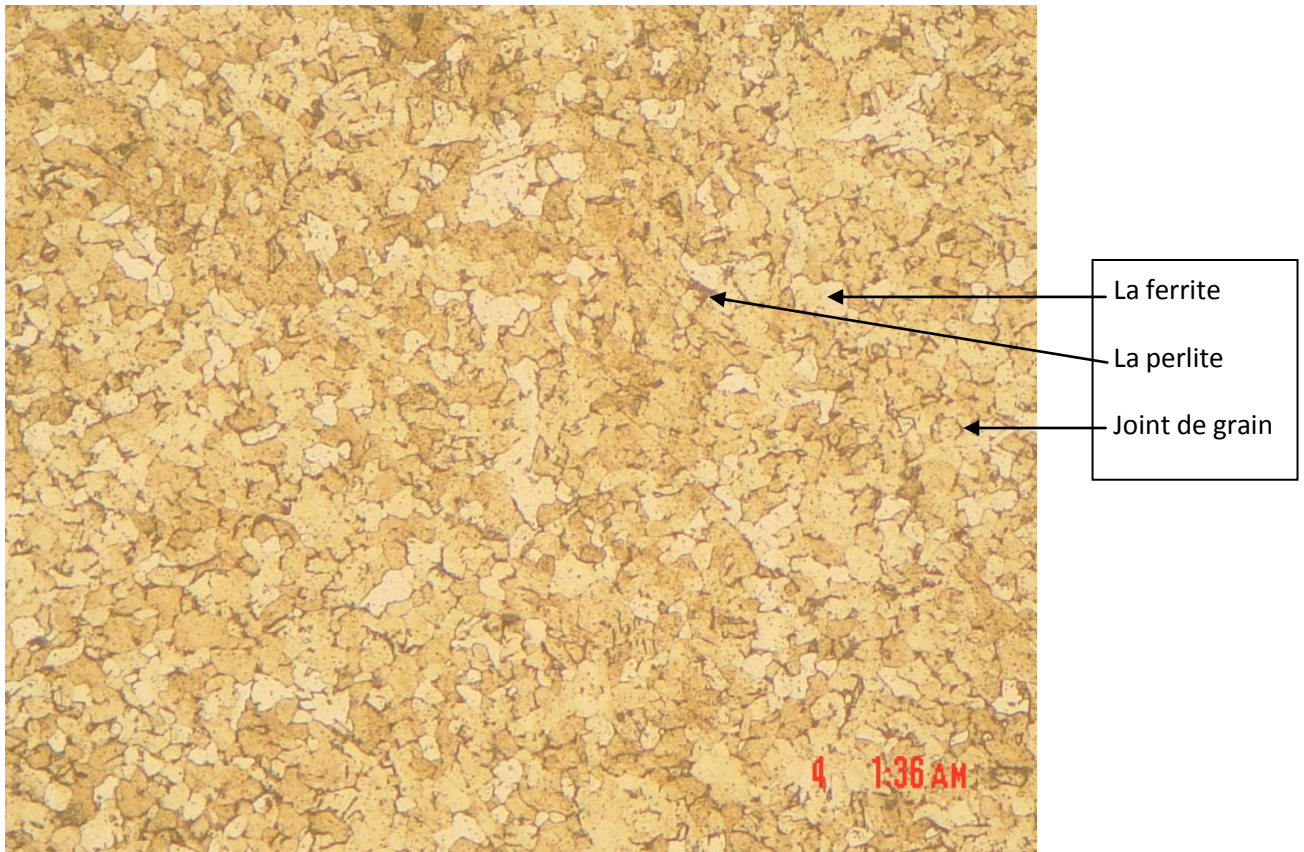


Figure IV-12 la microstructure de métal de base

- revêtements (Cu+Ni+Cr)
 - ✓ Toutes les couches du revêtement (Cu, Ni et Cr) apparaissent avec des couleurs différentes figure IV-13 et 14
 - ✓ La couleur de cuivre rouge, le Nickel jaune clair et le Chrome blanc.
 - ✓ L'épaisseur de la couche du nickel est la plus importante

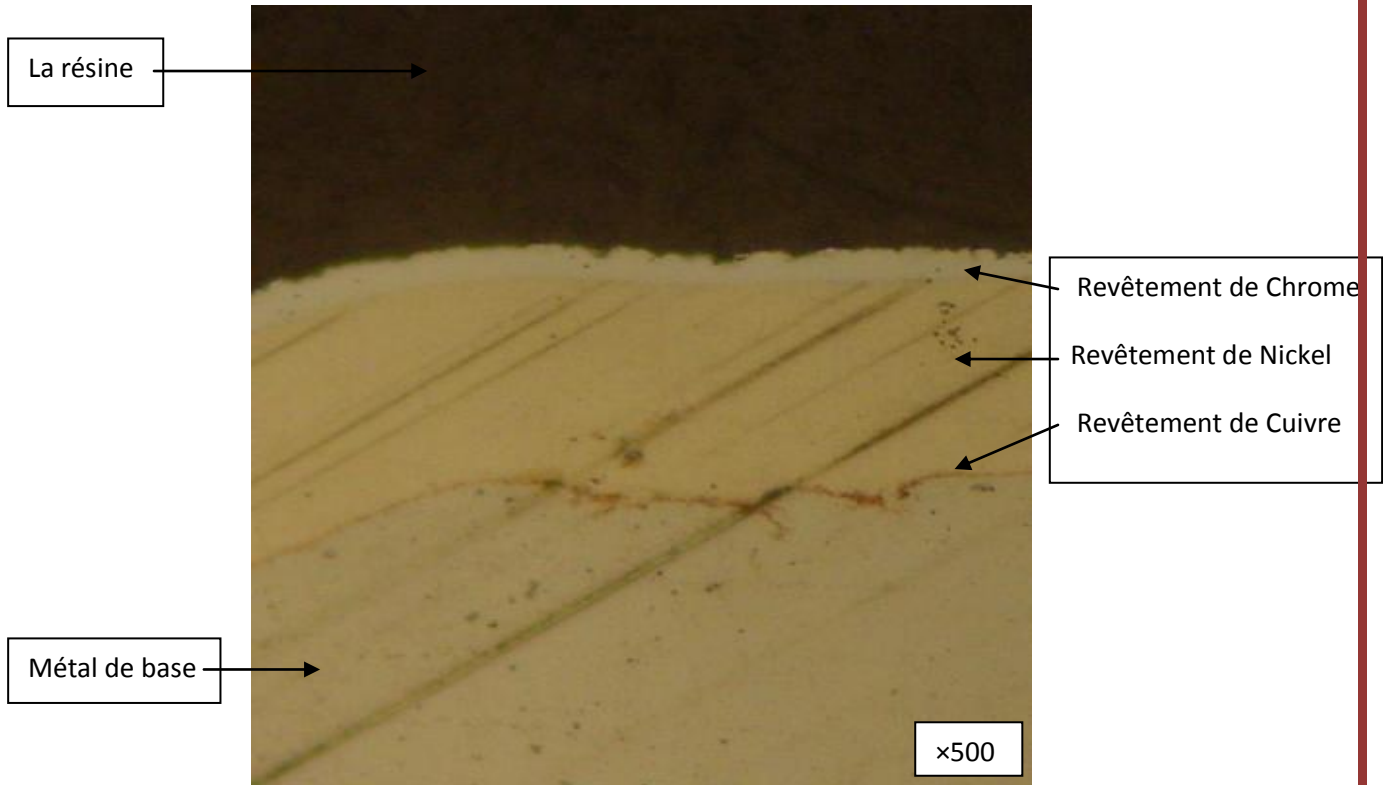


Figure IV-13 Cu 3min+Ni 15min+Cr

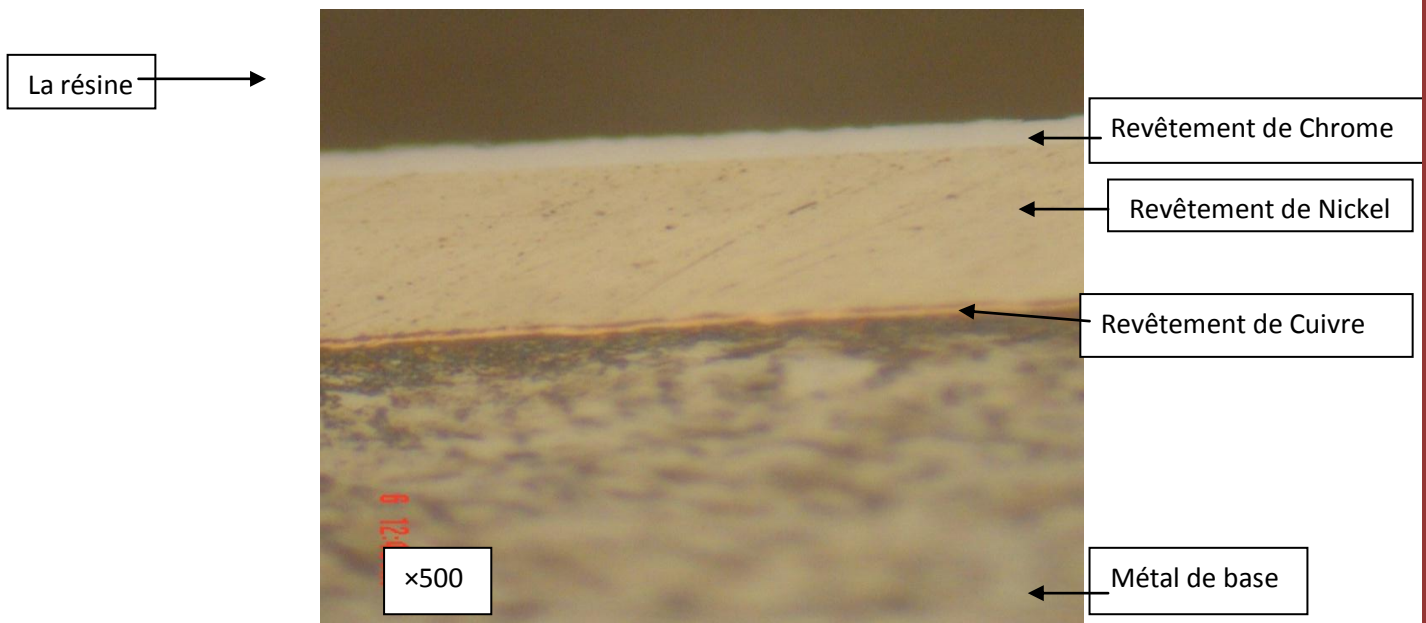


Figure IV-14 Cu 5min+Ni 15min+Cr

➤ revêtements (Ni+Cr)

- ✓ Le revêtement (Ni 15min +Cr 45sec) sont plus homogène et beaucoup plus régulier que le revêtement (Ni 12min +Cr 45 sec).
- ✓ L'épaisseur de Chrome est très faible dans les deux revêtements

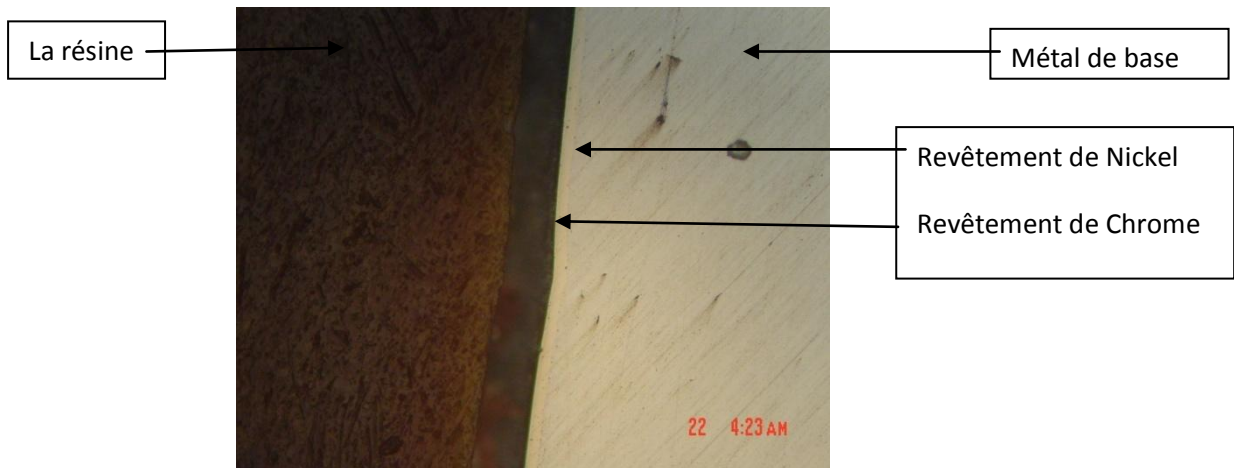


Figure IV-15 Ni 15min+Cr

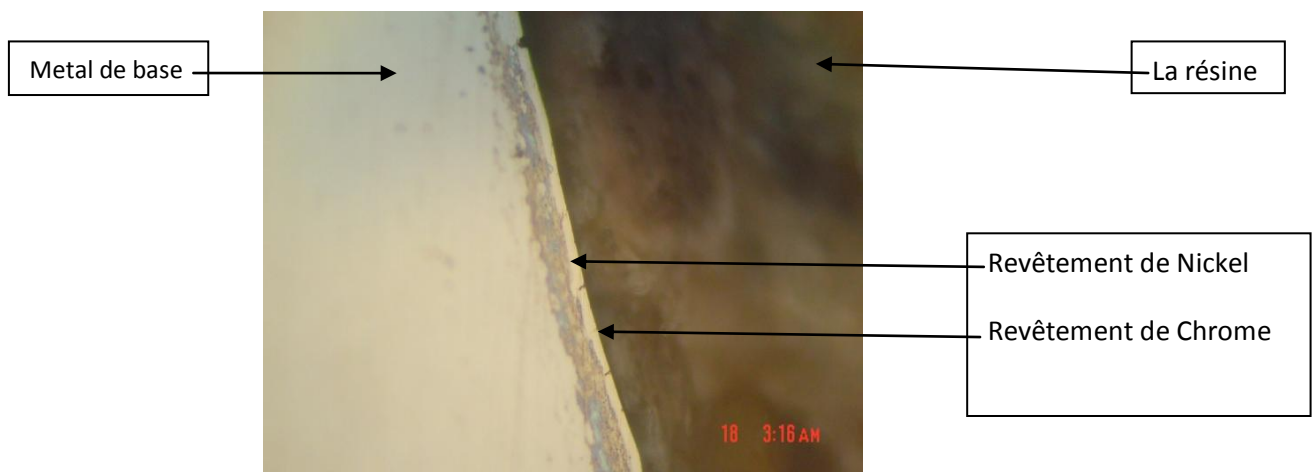


Figure IV-16 Ni 12min+Cr

➤ revêtements (Cu+Cr)

- ✓ L'épaisseur de Cuivre plus grand que le chrome, on constate des manques de chrome sur le revêtement
- ✓ Absence de la couche de chrome dans l'échantillon (Cu 4min + Cr 45 sec)
- ✓ Les revêtements Cr sur Cu ne sont pas homogènes et très réguliers

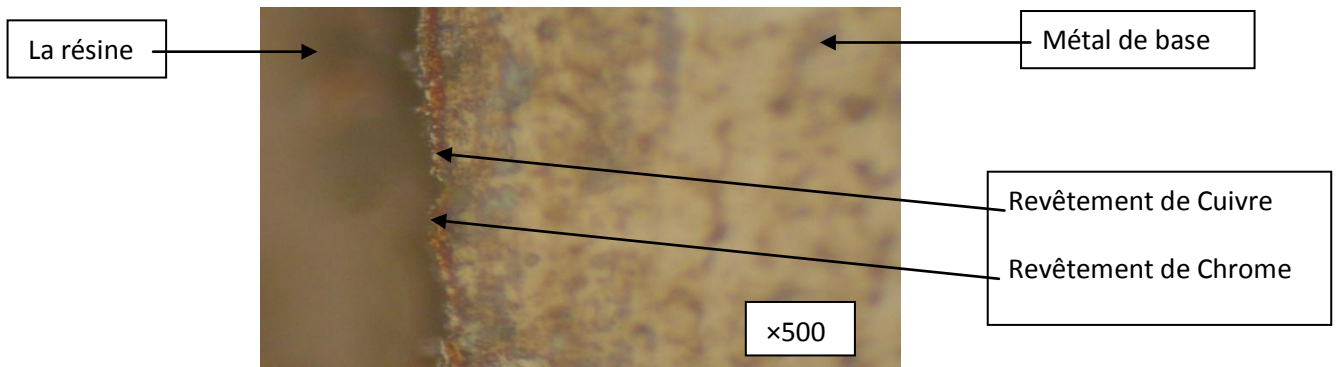


Figure IV-17 Cu 6min+Cr

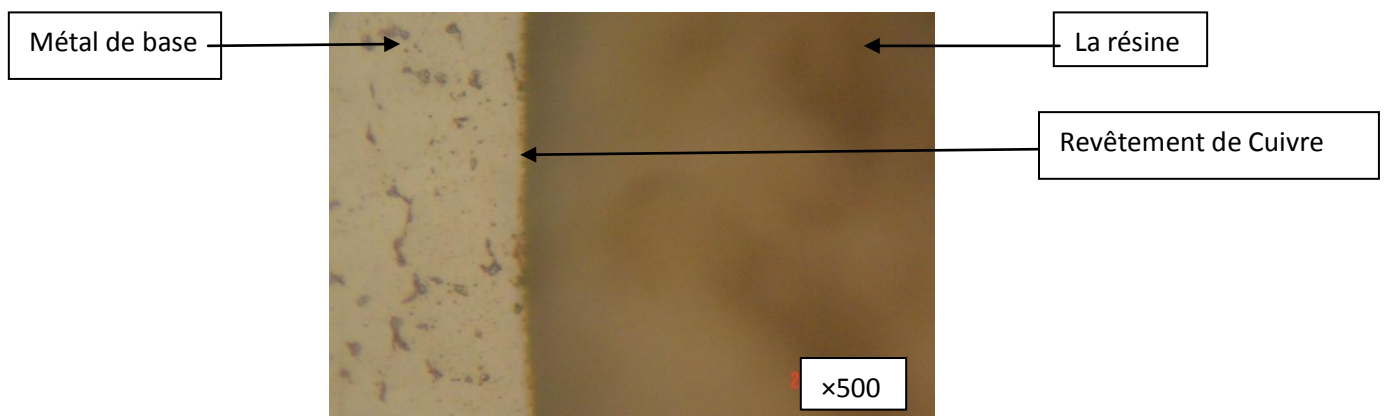


Figure IV-18 Cu 4min+Cr

➤ **revêtement (Cr)**

- ✓ Les revêtements (Cr) de couleur homogène et non régulier
- ✓ Irrégularités aux extrémités du substrat
- ✓ Manque de dépôts en certains points

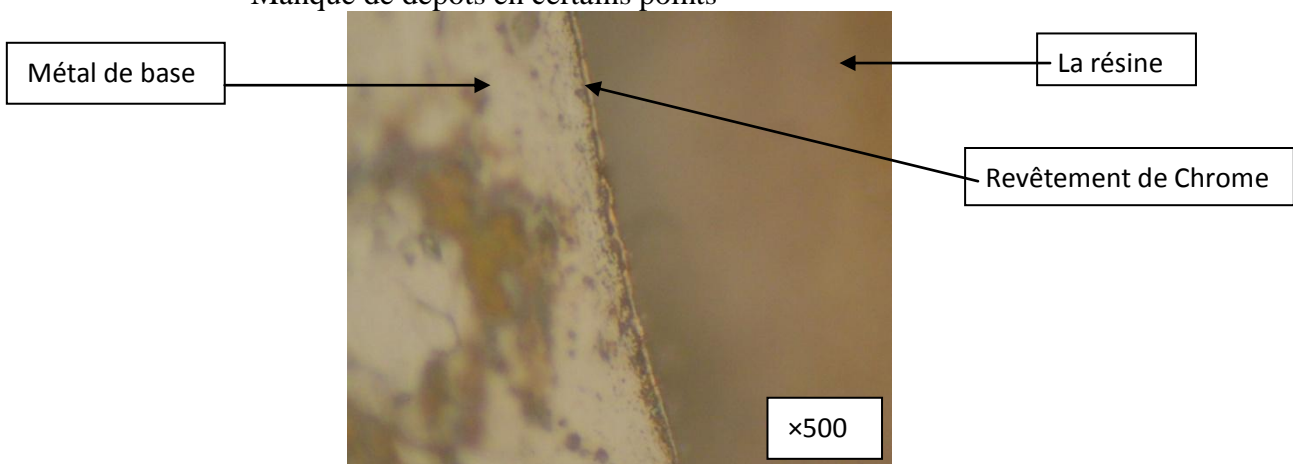


Figure IV-19 Cr

➤ **revêtement (Cu)**

- ✓ couche assez régulière et homogène
- ✓ on remarque que le cuivre rend niveau de surface (la planéité).

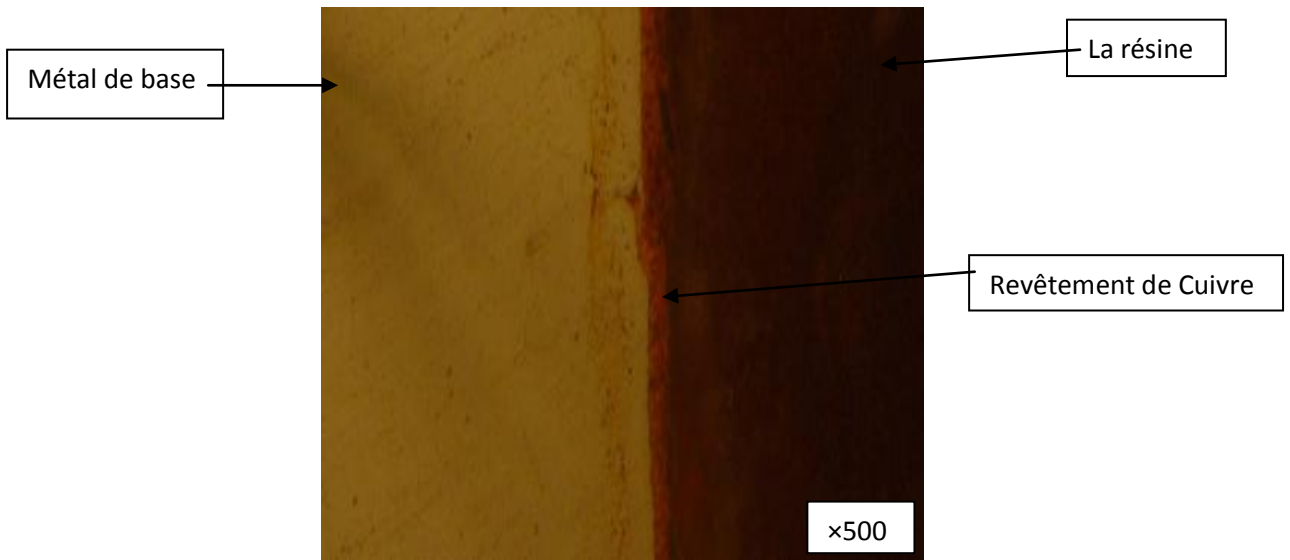


Figure IV-20 Cu 10min

- revêtement (Ni 15min)
 - ✓ La couche de (Nickel 15min) homogène et assez régulier
 - ✓ Irrégularités aux extrémités du substrat

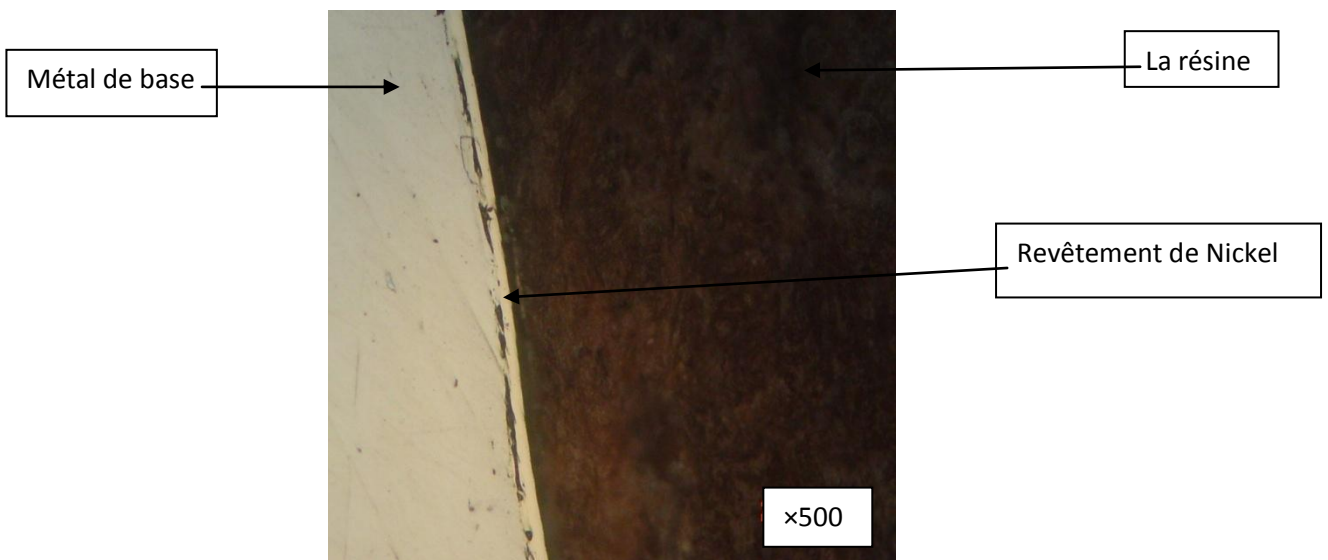


Figure IV-21 Ni 15min

IV-4 Résultats de l'essai de corrosion

IV-4.1 : Résultats de tests de perte en masse :

Les essais de perte de poids des échantillons, de masse initiale m_0 , immergés dans une solution de NaCl 3,5% à pH3, ont été effectués avec des durées de 1jour à 13 jours.

Les résultats de perte en masse par unité de surface $\Delta m/S$ ($\Delta m = m_0 - m_f$) sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau IV-3 : Les résultats de perte en masse des revêtements dans solution NaCl 3,5% pH3

$\Delta m/S [(g/Cm^2) \times 10^{-5}]$								
Temps (Jours)	1	2	3	4	5	6	10	13
Echantillons								
Cu+Ni+Cr	0.619	0.9047	0.9666	1.7692	2.5874	2.1538	2.0555	1.4666
Ni+Cr	1.3333	1.5714	0.5729	0.9090	1.4666	2.875	2.6262	2.8099
Cu+Cr	1.377	1.7777	2.1878	2.3756	3.1250	1.9844	3.4615	3.0476
Cr	1.066	0.5777	0.8888	2.1969	3.1313	3.8383	1.2345	2.6190

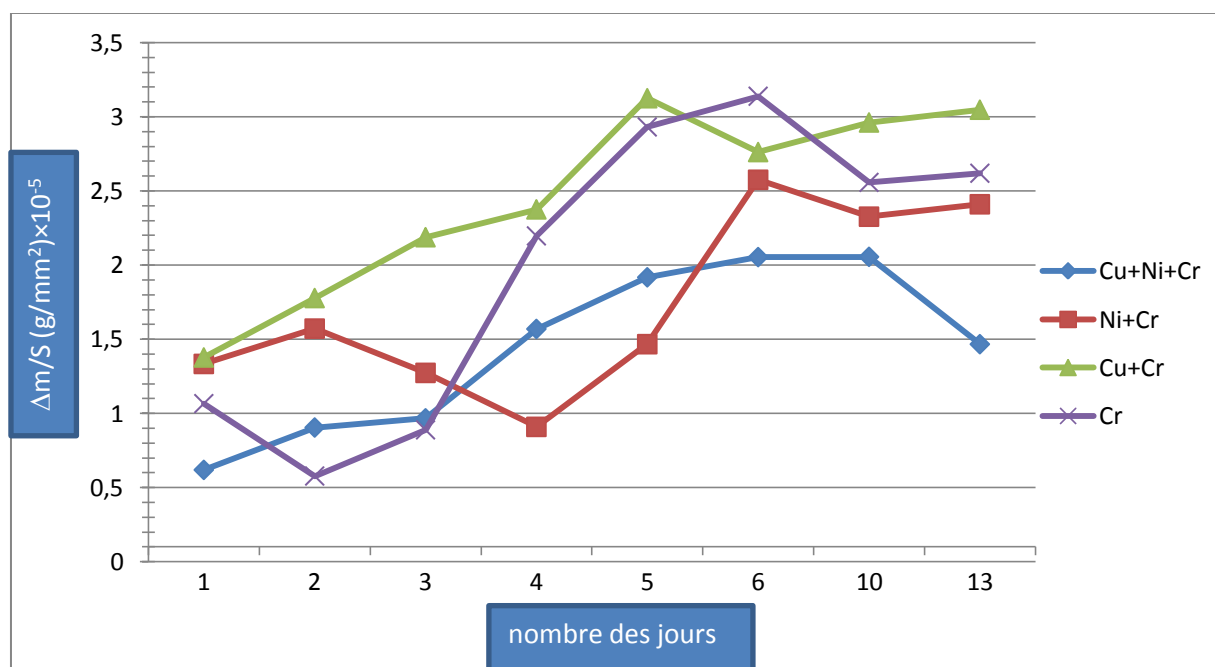


Figure IV-22: perte en masse Δm en fonction du temps d'immersion en jours dans une solution de NaCl3.5% PH3.

- **Interprétation des résultats du teste de perte de masse :**

L'évolution de la perte en masse est irrégulière, au début et à la fin de l'essai, néanmoins on constate que le revêtement Cu+Cr présente la plus grande perte en masse suivie du revêtement Cr seul. Cependant, les revêtements Cu+Ni+Cr et Ni+Cr sont plus résistants et au long terme c'est la triple couche qui est la meilleure

Après 13 jours on peut estimer la perte en masse par jour : $\Delta m/s.t$, sachant que $\Delta m = \rho.e.s$

$e = \Delta m / \rho.s$, la perte d'épaisseur par unité de temps est $\varepsilon = e/t$

La perte d'épaisseur annuelle est $\varepsilon = \frac{\Delta m}{S.t.\rho}$

Calcule la perte d'épaisseur par ans

Tableau IV-5 Résultats de perte d'épaisseur

	Cu+Ni+Cr	Ni+Cr	Cu+Cr	Cr
Perte d'épaisseur ($\mu\text{m}/\text{ans}$)	$5,61.10^{-7}$	$9,232.10^{-7}$	$11,67.10^{-7}$	$10,036.10^{-7}$

IV-4.2 résultats Résultats d'essai de corrosion électrochimique :

Dans notre travail on a testé quatre échantillons, par la méthode de potentiomètre, et nous avons obtenus quatre courbes $i=f(E)$, représentées sur les (figures IV-24-25-26-27), correspondant aux revêtements (Cu+Ni+Cr), (Ni+Cr), (Cu+Cr) et (Cr).

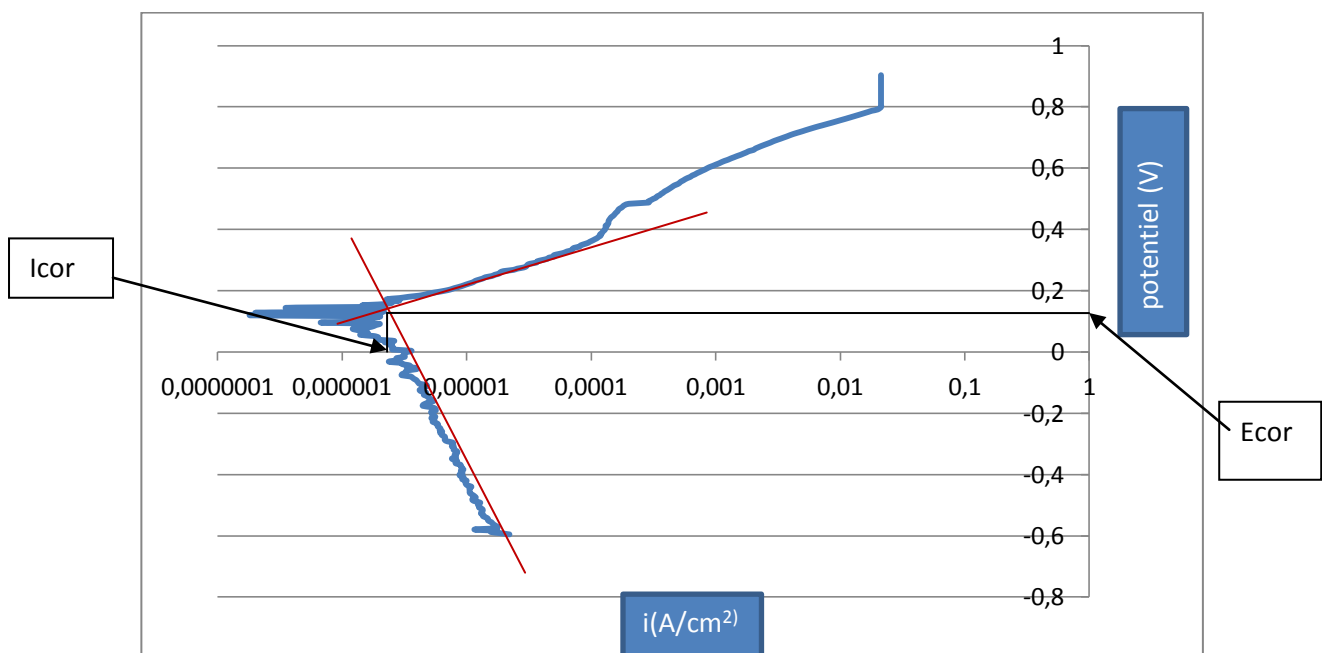


Figure IV-23 : courbe de polarisation de revêtement (Cu+Ni+Cr)

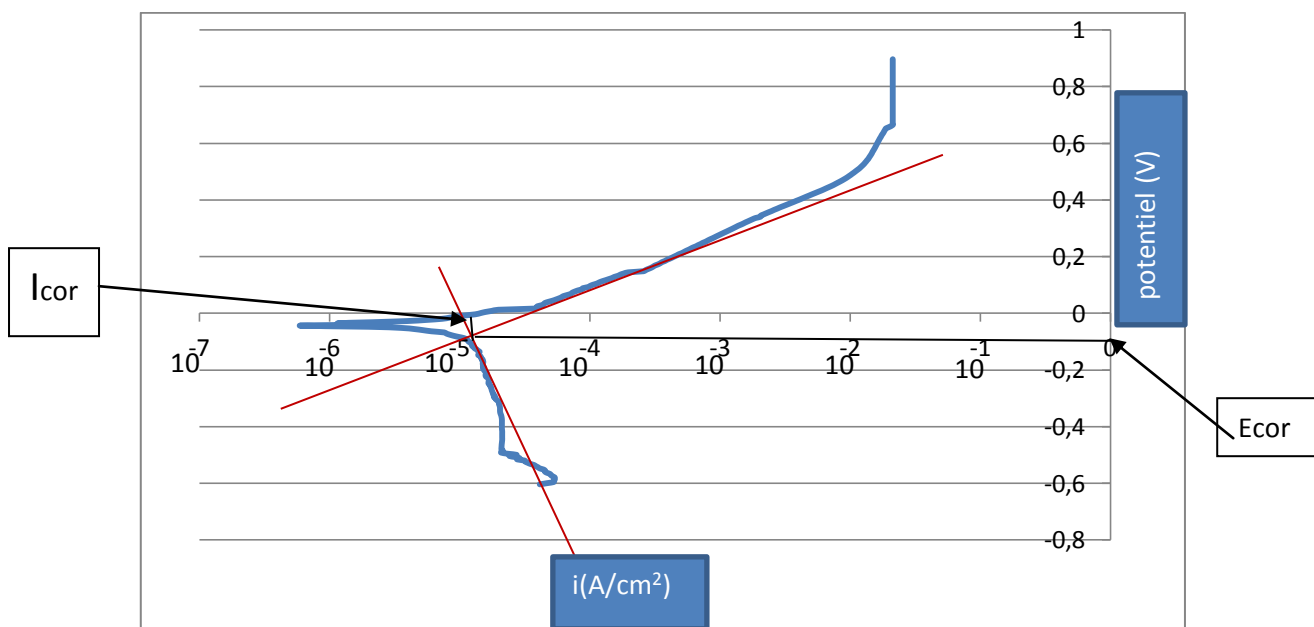


Figure IV-24 : courbe de polarisation de revêtement (Ni+Cr)

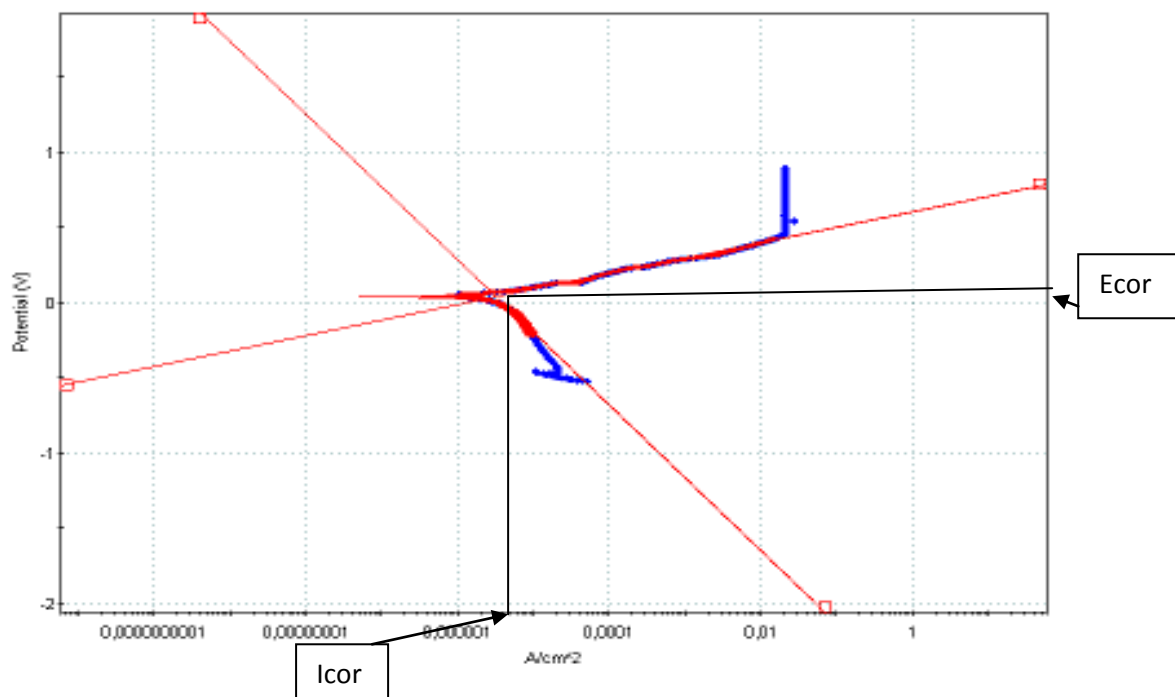


Figure IV-25 : La courbe de polarisation de revêtement (Cu+Cr)

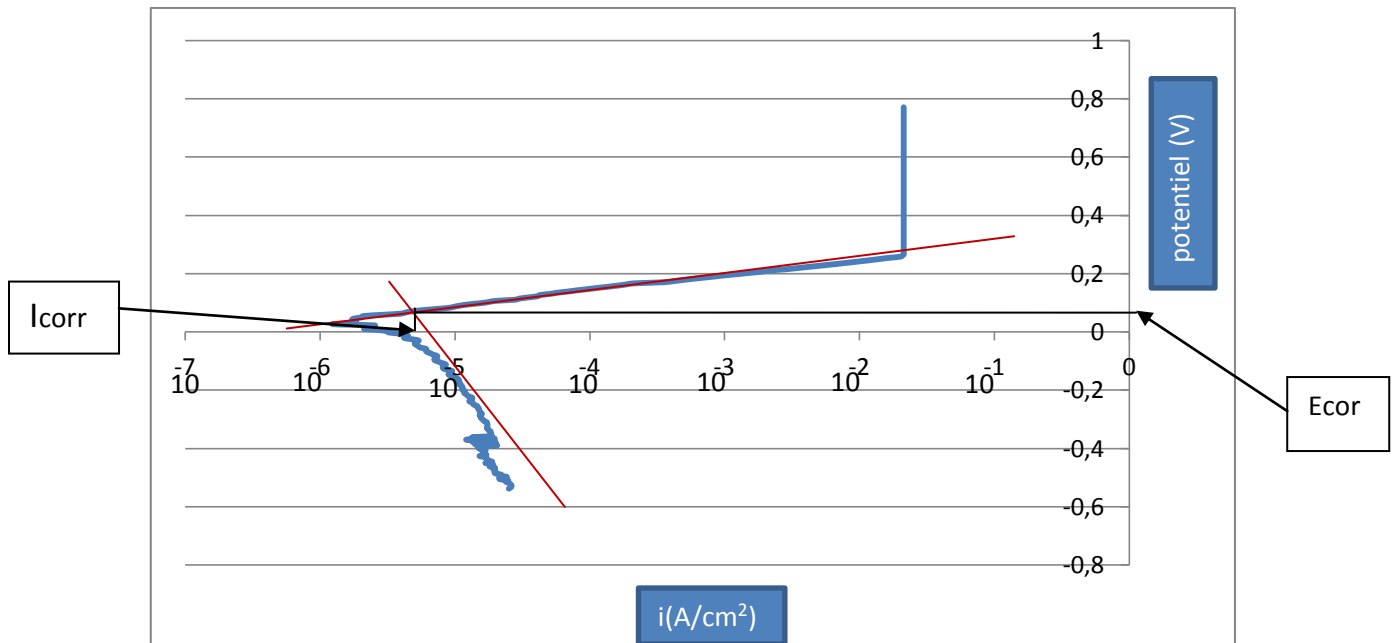


Figure IV-26 : courbe de polarisation de revêtement (Cr)

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

- Le potentiel libre de corrosion E
- Le courant d'échange I_0 (courant de début de corrosion).
- la vitesse de corrosion
- la résistance de passivation

Pour calculer les résistances de polarisation des différents échantillons on utilise l'équation de STERN-GEARY :

$$i_{corr} = \frac{i_{appl}}{2.3\Delta E} \left(\frac{\beta_a \cdot \beta_c}{\beta_a + \beta_c} \right) = \frac{1}{2.3R_p} \left(\frac{\beta_a \cdot \beta_c}{\beta_a + \beta_c} \right)$$

i_{appl} : la densité de courant appliquée, $i_{appl} = i_a - i_c$.

ΔE : la différence en potentiel, $\Delta E = E_{appl} - E_{corr}$.

R_p : la résistance de polarisation.

β_a : pente anodique

β_c : pente cathodique

Pour calculer la vitesse de corrosion entre le milieu corrosif qui est dans notre cas de l'eau de mer et notre revêtement on utilise l'équation de Butler-Volmer :

$$V_{cor} = \frac{M}{R_p \rho} \frac{RT}{(zF)^2}$$

Avec M et ρ : masses molaire et volumique du matériau, et v_{cor} : vitesse de corrosion ($\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$).
Les valeurs mesurées sont données dans le (tableau IV-4)

Tableau IV-6 : valeurs mesurées les paramètres de corrosion

	Cu+Ni+Cr	Ni+Cr	Cu+Cr	Cr
E(V)	0,125	-0,075	0,048	0,05
I_0 (A/cm ²)	$1,076\cdot 10^{-6}$	$1,011\cdot 10^{-5}$	$1,097\cdot 10^{-6}$	$1,142\cdot 10^{-6}$
β_a (V)	0,178643	0.158878	0,102108	0,064282
β_c (V)	0,740665	2,171774	0,485495	0,352954
R_p ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	58157,675	6366, 8111	24167,575	20702,982
V_{corr} (cm/s)	$1,673\cdot 10^{-11}$	$1,528\cdot 10^{-10}$	$4,026\cdot 10^{-11}$	$4,699\cdot 10^{-11}$

➤ **Interprétation des résultats du teste de potentiodynamique :**

Les différents revêtements présentent des différences dans le potentiel et la densité de courant de corrosion en fonction du nombre de couche. En effet on remarque que le revêtement (Cu+Ni+Cr) a le potentiel de corrosion plus positives que les autres (tableau), alors que le revêtement de (Ni+Cr) a un potentiel négatif. En ce qui concerne les revêtements (Cu+Cr) et (Cr) les valeurs sont proches. Selon les résultats le meilleur revêtement anticorrosion est (Cu+Ni+Cr) : $E=0,125\text{V}$ et la vitesse de corrosion la plus faible $V_{\text{corr}} = 1,673\cdot 10^{-11}$ cm/s pour le revêtement Cr+Ni, le résultat n'est pas correct puisque il doit être aussi résistant que les trois couches (Cu+Ni+Cr) [20] nous avons refais deux fois l'essai mais nous avons obtenu le même résultat. La cause est peut être due à des défauts du revêtement

IV-6 : microduretés:

Les résultats de La microdureté des revêtements (Cu+Ni+Cr), (Ni+Cr), (Cu+Cr), (Ni), (Cu) et du substrat sont représenté au (tableau V-5).

On a utilisé une charge de (25g) pour tous les revêtements et substrats, pendant une durée de (20s), on a noté quatre valeurs HV1, HV2, HV3, HV4. Dans la majorité des cas, l'empreinte se situe sur toutes les couches sauf pour le (Ni 15min-Cr)

Tableau IV-7 : résultats de microdureté.

Micro-dureté Echantillons	HV (1)	HV (2)	HV (3)	HV (4)	HV (moy)	la charge appliqué (g)
Substrat	181.1	195.5	200.7	211.7	197.25	25
Les revêtements (Cu+Ni+Cr)						
Cu 3min +Ni 15min +Cr	206.0	143.4	160.4	170.3	170.02	25
Cu 4min +Ni 15min +Cr	176.6	162.3	142.7	193.1	168.67	25
Cu 5min+ Ni 15min+ Cr	128.4	112.5	160.4	148.4	137.42	25
Les revêtements (Ni+Cr)						
Ni 12min +Cr	203.3	214.3	243.4	226.1	221.77	25
Ni 15min+ Cr	311.5	350.5	296.7	327.4	321.52	25
Le revêtement (Ni)						
Ni 15min	160.4	138.4	183.4	176.6	164.7	25
Le revêtement (Cu)						
Cu 10min	90.7	102.6	84.8	114.5	98.15	10

Les valeurs de la dureté ont été présentées sous forme d'histogramme dans la figure IV-28

Nous avons constaté que la microdureté du revêtement (Ni+Cr) est supérieure aux autres : (Cu+Ni+Cr), (Ni) et (Cu).

Les résultats montrent que lorsque l'épaisseur du cuivre augmente, la dureté moyenne du revêtement diminue ce qui est normal, du fait de la faible dureté du cuivre.

Une diminution progressive de la dureté du substrat vers les revêtements est constatée sauf pour les revêtements (Ni+Cr) où la dureté est plus élevée. Sur ces derniers revêtements, on a obtenu quelques valeurs de dureté très élevées (jusqu'à 1000HV) qui peuvent être dues à des défauts (particules, composé,....)

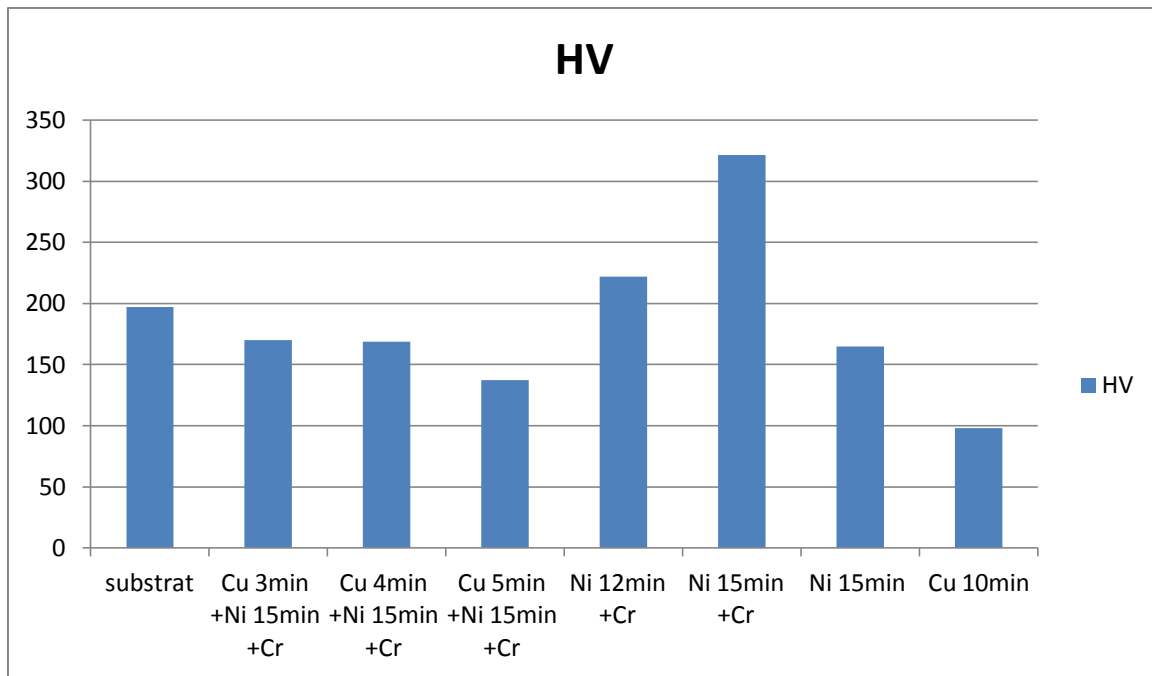


Figure IV-27: microdureté Vickers (HV) des revêtements

IV-7 Test d'adhérence :

Après un test de pliage on a constaté que:

Tous les revêtements qu'on a testé présentent une très bonne adhérence (pas d'écaillages sauf le revêtement (Cu+Cr), ou le Cr a une mauvaise adhérence sur le revêtement de Cu puisque on a constaté une fissuration et avec une pointe on a pu arracher le revêtement

CONCLUSION
GENERALE

Conclusion générale

Le chromage décoratif des aciers est largement utilisé dans l'industrie pour l'aspect brillant des couches de chromes et aussi la protection procurée par ces revêtements contre la corrosion des surfaces d'aciers. Dans cette technique le chrome n'est pas déposé directement sur l'acier, mais nécessite des sous couches généralement bicouche Ni+Cr, ou triple couche Cu+Ni+Cr.

L'objectif de notre travail est la réalisation de multicouche Cu+Ni+Cr, Cu+Cr et Ni+Cr, ainsi que des revêtements monocouche, de chrome, cuivre et Nickel sur substrat en acier doux, puis la caractérisation et la comparaison des revêtements obtenus.

La caractérisation des dépôts obtenus a été étudiée: l'adhérence par l'essai de pliage, la dureté par la microdureté Vickers, la tenue à la corrosion par l'essai de la masse perdue et les tests potentiodynamique. Les épaisseurs sont mesurées par deux techniques : destructive et non destructive

Les résultats de ce travail démontrent que :

1-Les épaisseurs des revêtements augmentent, en général, quand la durée expérimental augmente.

2- le nickel permet d'avoir une planéité du substrat (revêtement très régulier) en plus de son rôle de protection sacrificielle.

3-Augmentation de la dureté avec l'augmentation du temps du dépôt de nickel, par contre si l'épaisseur de la couche de cuivre augmente la dureté du revêtement diminue.

4-Le revêtement de cuivre permet d'augmenter la ductilité du revêtement il possède en plus un effet nivellement

5-Les tests de corrosion ont montré que le revêtement triple couche (Cu+Ni+Cr) a le meilleur comportement face à la corrosion par rapport aux autres revêtements. Par contre le mauvais comportement du Ni+Cr (courbes potentiodynamiques) peut être due à des défauts sur le revêtement. En effet nous avons obtenu des points très durs (1000HV) sur la couche de nickel par les mesures de microdureté

6-l'essai de pliage a permis de conclure que les revêtements Cu+Ni+Cr, Ni+Cr ont une très bonne adhérence que les autres. Ce qui montre que la couche de (Cr) a la plus grande adhérence sur le dépôt de (Ni), et une faible adhérence sur le dépôt de (Cu)

7- pour l'aspect, le chrome déposé sur du Nickel est le plus brillant

On peut conclure que les conditions opératoires industriellement utilisées sont choisies afin d'obtenir un meilleur aspect, une meilleure protection contre la corrosion une dureté suffisante avec une bonne ductilité du revêtement.

Référence bibliographiques :

- [1] L. Lacourcelle, Revêtements métalliques par voie électrolytique « Introduction », technique de l'ingénieur 10-1973, pp M 1591.
- [2] A. Godon « Relations Structure/Composition/Propriétés de revêtements électrodéposés de nickel de taille de grain nanométrique », thèse Doctorat de l'Université de La Rochelle, 03 décembre 2010.
- [3] M. Mouzdalifa « Effet du pH sur la résistance à la corrosion des couches de nickel électrodéposés » thèse de master Université Med Khider Biskra, 2014
- [4] B. Badreddine « DEPOT PAR ELECTRODEPOSITION ET CARACTERISATION DE MATERIAUX DESTINES A LA FABRICATION DE CELLULES PHOTOVOLTAÏQUES A BASE DE COUCHES MINCES » thèse magister de l'université farhet abas setif.
- [5] E. CHassaing « Alliages Electrodeposés », technique de l'ingénieur 10-2006, pp M1620
- [6] C. Rochaix, Electrochimie, "Thermodynamique-cinétique", Nathan.
- [8] R. Levy, M. Saurat, Contrôle des revêtements en production industrie, technique de L'ingénieur 4-1989, pp M 1680.
- [9] B. Abderrahmane « Réalisation et caractérisation de revêtement d'alliage Cu-Ni par électrodéposition » Thèse de master UNIVERSITE DE BLIDA 2013/2014
- [10] F. ALOW ENHEIM, Modern electroplating, JHON WILY (London) (1963).
- [11] Thèse Élaboration et Caractérisation des Revêtements de Nickel Déposés Par Voie Electrochimique. Université Mohamed Khider Biskra 2013
- [12] Jacques DERUELLE. Préparation de surface (technique de l'ingénieur) M1435
- [13] Martine WERY « Dégraissage » technique de l'ingénieur M1450
- [14] R. Tournier, « Polissage Mécanique », Technique de l'ingénieur, M1495; 2000.
- [15] Patrick BENABEN « chromage », technique de L'ingénieur, 1997, M1615
- [16] « traitement de surface des aciers » aide mémoire
- [17] Yves BADÉ « cuivrage » » technique de l'ingénieur, M1605, 1982
- [18] Y. Bade, Revêtement Métalliques par la voie Electrolytique « Nickelage », technique de L'ingénieur, 4-1989, M 1610.
- [19] Patrick BENABEN « Nickelage électrolytique - Mise en œuvre » », technique de L'ingénieur, 2002, M 1611

[20] Patrick BENABEN, « Nickelage électrolytique. Caractéristiques», technique de L'ingénieur, 2002, M 1610.