

## V. I. INTRODUCTION

Plusieurs auteurs [35, 36, 43-45] pensent que la variation des paramètres d'électrolyse (densité de courant, pH du bain, granulométrie des particules, la concentration en particules solide, l'agitation et la température) peut améliorer la qualité du dépôt. Dans la même voie et dans le but de réduire le prix de revient qui tend à occuper la seconde place après la qualité du dépôt, nous avons essayé de trouver les conditions optimales qui satisfont à cet objectif.

### V.1.1 Influence de la densité de courant

Après la réalisation de plusieurs dépôts à des densités de courant variant de 1 à 10 A / dm<sup>2</sup> sur des surfaces fraîchement préparées, nous avons constaté que, les meilleurs résultats ont été obtenus à une densité de courant allant de 1,50 jusqu'à 2 A / dm<sup>2</sup>. Ceci est vérifié par l'analyse de qualité de dépôt du point de vue adhérence, brillance (aspect), épaisseur et tenue à la corrosion. Au-delà de cet intervalle, les dépôts deviennent dendritiques et de mauvaise adhérence. Généralement, le nombre de cristallines augmente avec l'augmentation de la densité de courant.

### V.1.2 Influence de la température

Généralement, l'augmentation de la température abaisse les surtensions et accroît la vitesse de formation des cristaux, ce qui peut se traduire par des dépôts à dendrites. Les électrolyses effectuées, à des températures variant de 30 à 60 °C, sur les substrats montrent que les dépôts deviennent dendritiques et d'une mauvaise adhérence au-delà de 50 °C. Les meilleurs recouvrements sont obtenus dans un intervalle de température allant de 45 à 48 °C selon les critères cités ci-dessus.

## V.2. RESULTATS D'ELECTRODEPOSITION

Tout les dépôts sont effectués aux conditions opératoires :

$T = 48C^{\circ}$ ,  $pH = 3,80$ ,  $t = 60 \text{ min}$ ,  $J = 2A/dm^2$ .

Mode d'agitation : magnétique.

L'électrodéposition du nickel et les couches codéposées en présence d'inhibiteurs organiques sont résumées dans le tableaux suivant :

Tableau (V.1) : Résultats d'électrodéposition.

	$\Delta m_1$	$\Delta m_2$	$\Delta m_3$	$\Delta m_4$	$\Delta m_5$	$\Delta m_6$
Ni pur	0,041	0,042	0,041	0,043	0,046	0,044
Ni+5Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	0,050	0,052	0,051	0,051	0,051	0,053
Ni+10Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	0,054	0,053	0,051	0,053	0,052	0,051
Ni+20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	0,054	0,053	0,055	0,055	0,056	0,056
Ni+30Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	0,057	0,057	0,056	0,055	0,056	0,055
Ni+40Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	0,059	0,058	0,060	0,059	0,085	0,059
Ni+50Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	0,061	0,060	0,062	0,063	0,061	0,060
Ni+30Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Inh I.	0,065	0,064	0,064	0,066	0,065	0,064
Ni+20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Inh II.	0,072	0,073	0,075	0,077	0,075	0,073
Ni+50Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +Inh III.	0,050	0,052	0,053	0,051	0,050	0,052

$\Delta m$  : masse de dépôt.

### V.2.1. Adhérence

Le test de choc thermique pour différentes couches nous amène à conclure que ces revêtements ont une très bonne adhérence.

### V.2.2 Calcul de l'épaisseur

Les figures :(V.1) et (V.2) montrent comment nous avons procédé à la détermination des différents épaisseurs des dépôts.

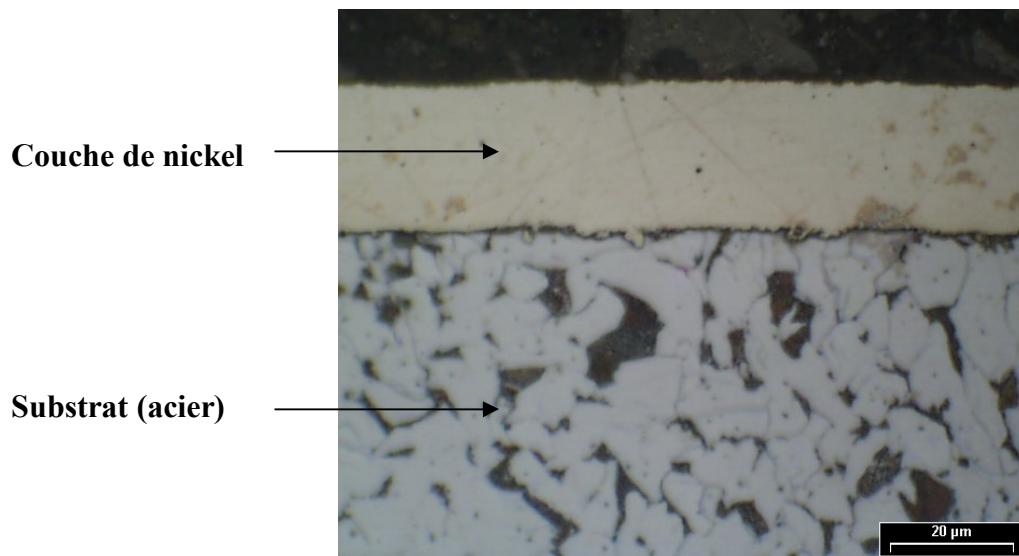


Fig. (V.1) Epaisseur d'un dépôt de nickel pur

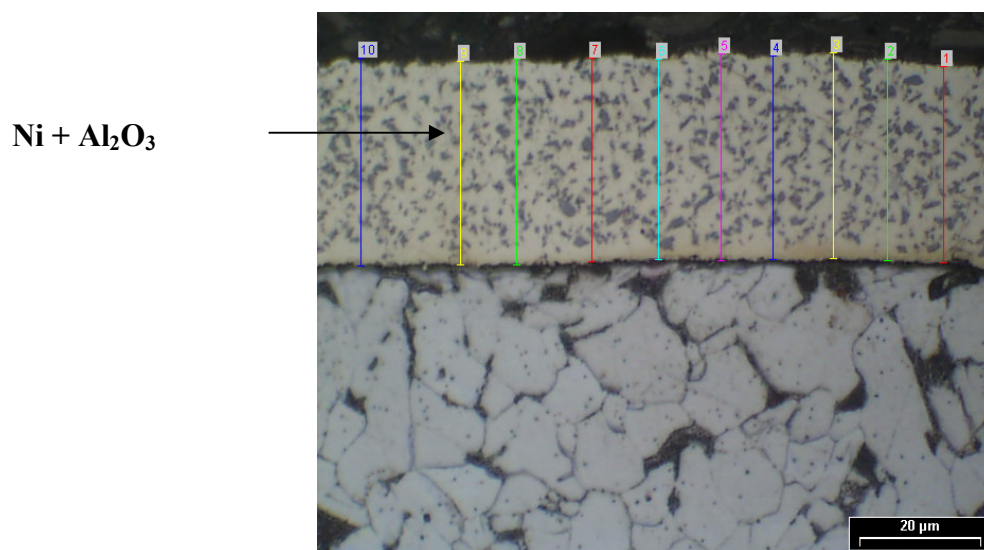


Fig. (V.2) Epaisseur d'un dépôt composite (Ni + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Les valeurs d'épaisseurs des différentes couches électrodéposées sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau (V.2) Epaisseurs des différents dépôts électrodéposés.

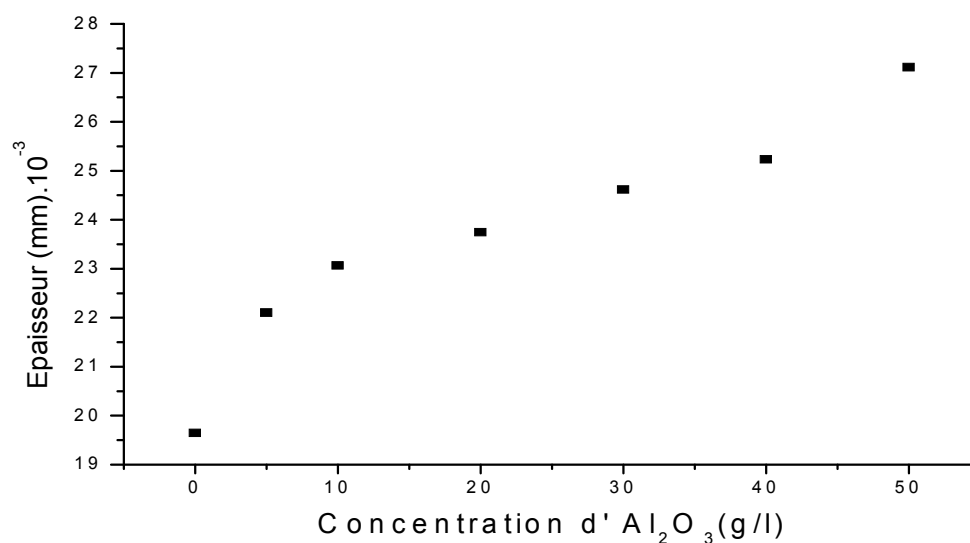
Échantillon	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )
Dépôt du nickel pur	19,64
Dépôt du nickel pur + 5g/l $\text{Al}_2\text{O}_3$	22,10
Dépôt du nickel pur + 10g/l. $\text{Al}_2\text{O}_3$	23,06
Dépôt du nickel pur + 20g/l. $\text{Al}_2\text{O}_3$	23,74
Dépôt du nickel pur + 30g/l. $\text{Al}_2\text{O}_3$	24,61
Dépôt du nickel pur + 40g/l. $\text{Al}_2\text{O}_3$	25,23
Dépôt du nickel pur + 50g/l $\text{Al}_2\text{O}_3$	27,11
Dépôt du nickel pur + 30g/l $\text{Al}_2\text{O}_3$ + Inh I	27,52
Dépôt du nickel pur + 40g/l $\text{Al}_2\text{O}_3$ + Inh II	41,25
Dépôt du nickel pur + 50g/l $\text{Al}_2\text{O}_3$ + Inh III	24,32

Inh I : Saccharinate de sodium.

Inh II : Sodium dodécyle sulfate.

Inh III : Butyne2-diol 1-4.

**La courbe :  $e=f(C_{\text{Al}_2\text{O}_3})$**



**Fig. (V.3) Variation de l'épaisseur en fonction de la concentration de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .**

On constate que l'épaisseur du dépôt augmente avec l'augmentation de la quantité des particules solides ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ajoutées. De plus, l'addition de l'inhibiteur **I** (nivellant) augmente l'épaisseur et donne un dépôt d'une même épaisseur dans n'importe quel point du dépôt. Par contre, l'ajout de l'inhibiteur **II** (chasseur des bulles) permet un accroissement rapide du dépôt et par conséquent une augmentation d'épaisseur. Cela est dû principalement au dégagement des bulles d'hydrogène. Les dépôts obtenus par addition de l'inhibiteur **III** (brillant) diminuent l'épaisseur du dépôt car cet inhibiteur est utilisé pour déposer des particules de faible granulométrie.

### V.2.3. Test de corrosion

#### V.2.3.1 Méthode de la masse perdue

Consommation de matière.

$$K = (m_0 - m_f) / S = \Delta m / S \text{ en } (\text{mg}/\text{cm}^2)$$

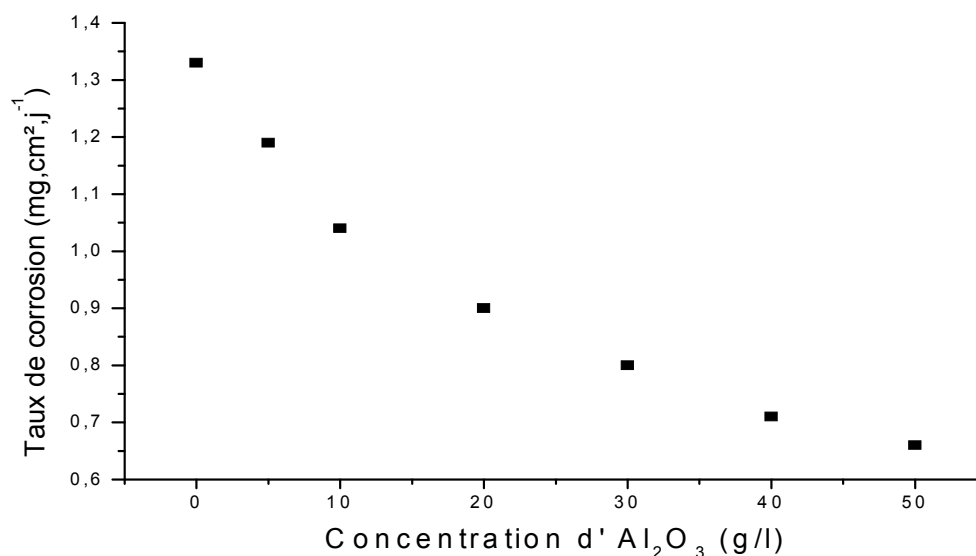
Alors la vitesse de corrosion

$$V = K/t \text{ exprimée en } (\text{mg} / \text{cm}^2 \cdot \text{j}) \quad (\text{V.1})$$

Tableau (V.3) Taux de corrosion des dépôts électrolytiques par la méthode de la masse perdue

Echantillon	h (cm)	$m_0$ (g)	$m_f$ (g)	$\Delta m$ (g)	Taux de corrosion ( $\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{j}^{-1}$ )	S ( $\text{cm}^2$ )
Ni pur	1	2,901	2,873	0,028	1,33	1
Ni+5g/l + $\text{Al}_2\text{O}_3$	1	3,123	3,098	0,025	1,19	1
Ni+10 g/l + $\text{Al}_2\text{O}_3$	1	2,789	2,767	0,022	1,04	1
Ni+20 g/l + $\text{Al}_2\text{O}_3$	1	3,616	3,597	0,019	0,90	1
Ni+30 g/l + $\text{Al}_2\text{O}_3$	1	3,902	3,885	0,017	0,80	1
Ni+40 g/l + $\text{Al}_2\text{O}_3$	1	1,961	1,946	0,015	0,71	1
Ni+50 g/l + $\text{Al}_2\text{O}_3$	1	2,062	2,048	0,014	0,66	1

**La courbe : Taux de corrosion =  $f(C_{Al_2O_3})$**



**Fig. (V.6) Variation du taux de corrosion en fonction de la concentration d'alumine**

Le test de la masse perdue dans le cas de la déposition du nickel pur à partir du bain choisi, montre que la vitesse de corrosion est très faible. Aussi, pour les couches codéposées, ce paramètre reste très faible et diminue avec l'augmentation de la quantité des particules solides ajoutées. Ceci, nous amène à dire que ces couches résistent bien aux phénomènes de corrosion dans l'eau de mer.

### V.2.3.2 Méthode potentiodynamique

Un autre test accéléré de corrosion a été effectué pour les différents échantillons dans un milieu agressif (NaCl 3,5%, eau de mer), à pH= 6,12 et à température ambiante, à l'aide d'un potentiostat de type PGP201 (Cette analyse a été effectuée au Laboratoire du département de mécanique de l'université de Batna). Ce test de corrosion a donné les résultats suivants :

## Courbes de polarisation

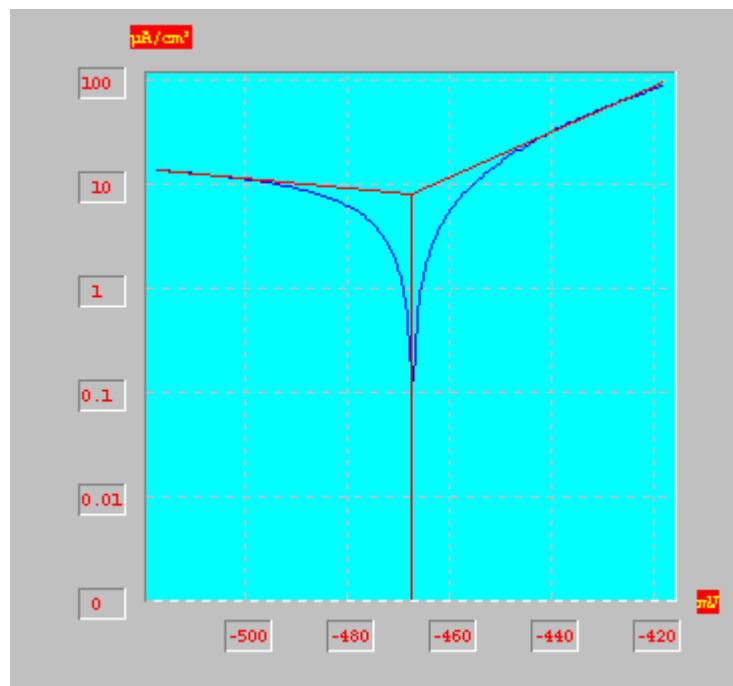


Fig. (V.7.1) Polarisation de l'échantillon d'acier.

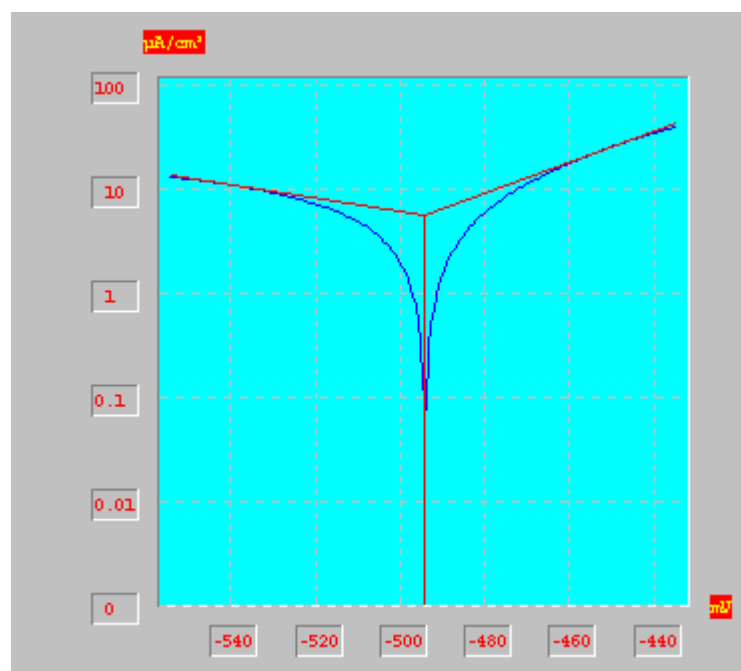
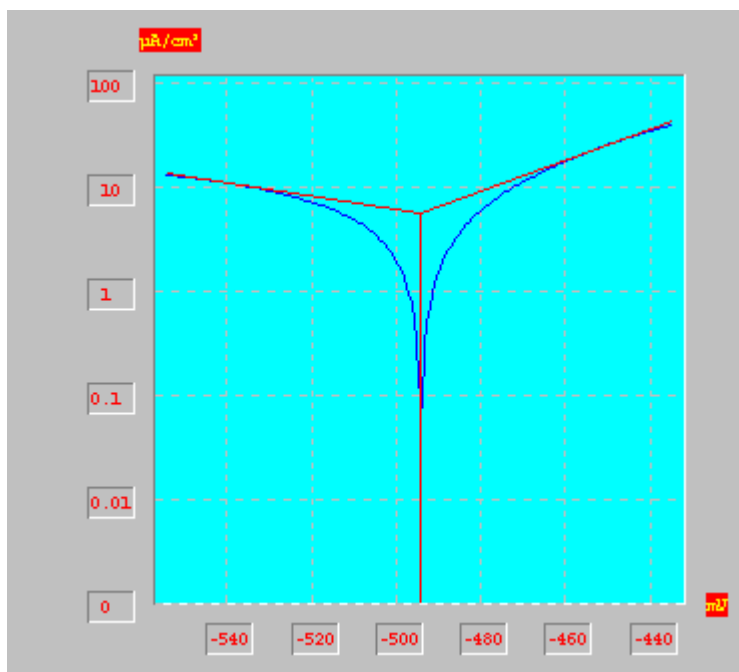
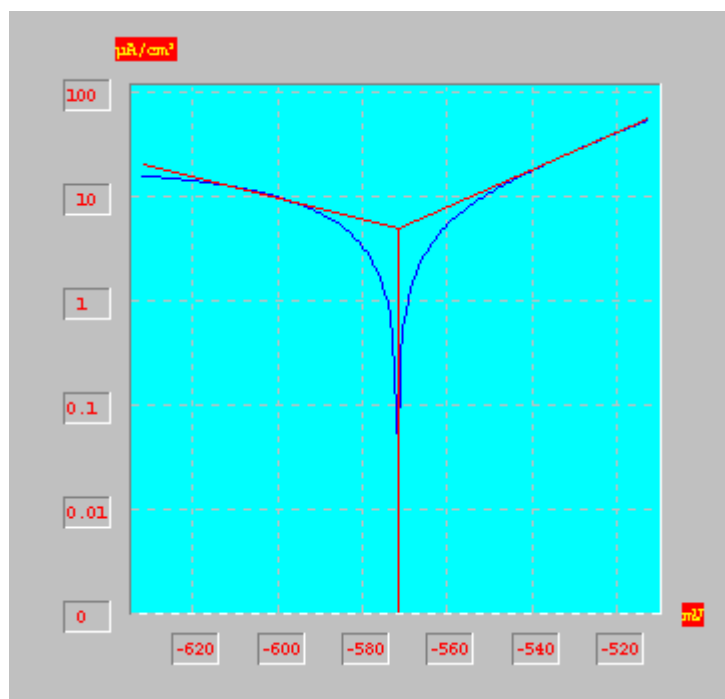


Fig. (V.7.2) Polarisation de l'échantillon d'acier revêtu d'une couche de nickel pur

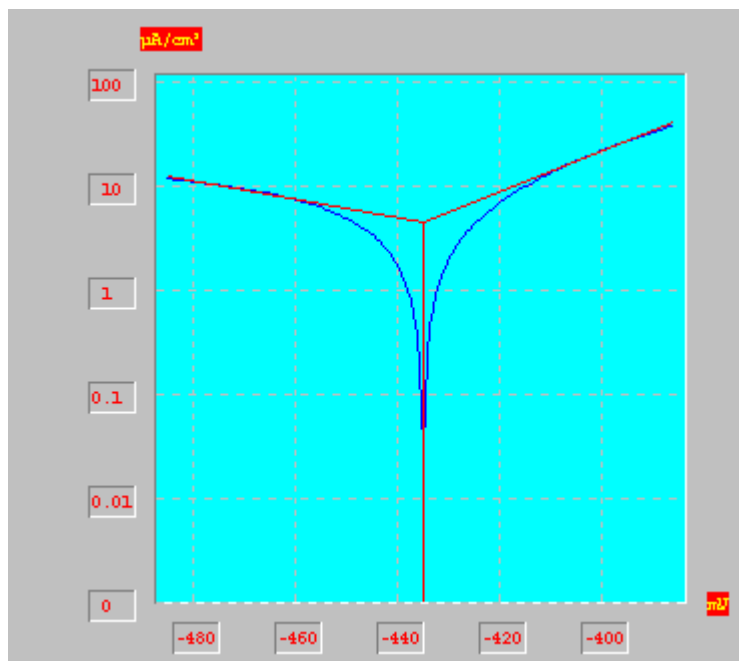


**Fig. (V.7.3) Polarisation de l'échantillon d'acier revêtu d'une couche de Ni + 5 g/l d'alumine.**

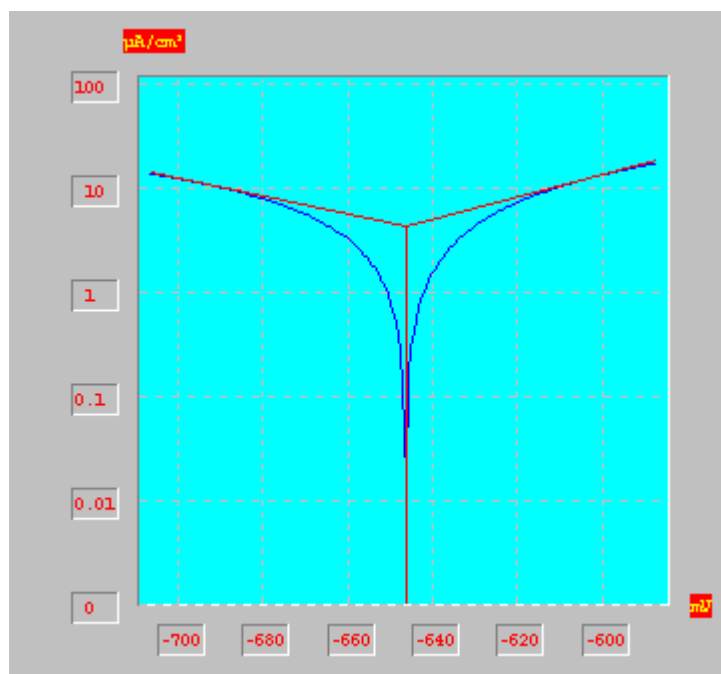


**Fig. (V.7.4) Polarisation de l'échantillon d'acier revêtu d'une couche de Ni + 10 g/l d'alumine**

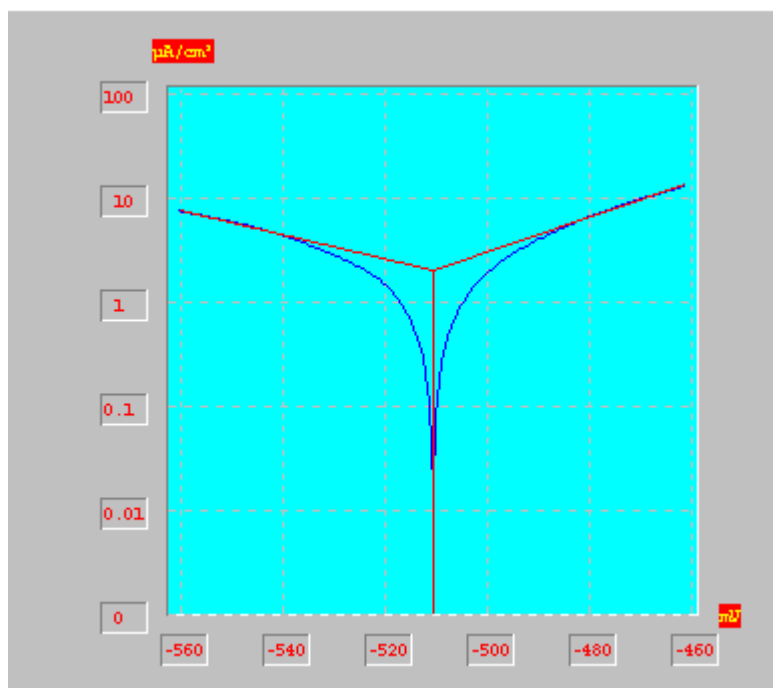




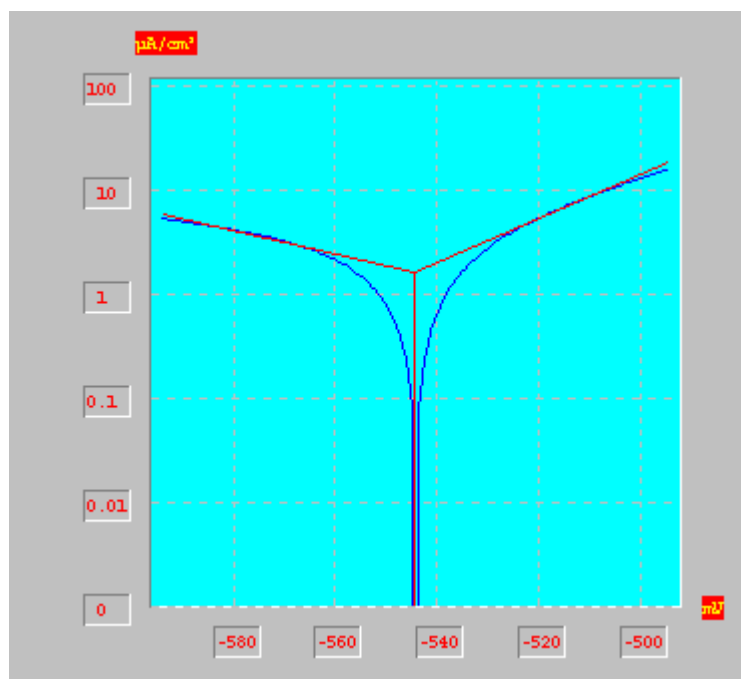
**Fig. (V.7.5) Polarisation de l'échantillon d'acier revêtu d'une couche de Ni + 20 g/l d'alumine**



**Fig. (V.7.7) Polarisation de l'échantillon d'acier revêtu d'une couche de Ni + 30 g/l d'alumine**



**Fig. (V.7.8) Polarisation de l'échantillon d'acier revêtu d'une couche de Ni + 40 g/l d'alumine**



**Fig. (V.7.9) Polarisation de l'échantillon d'acier revêtu d'une couche de Ni + 50 g/l d'alumine**

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant

Tableau (V.4) Taux de corrosion des dépôts électrolytiques par la méthode de potentiodynamique

Echantillon	concentration (g/l)	taux de corrosion (mm/an)
Nickel pur	0	0,085
Ni+5g/l d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	0,068
Ni+10g/l d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10	0,061
Ni+20g/l d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20	0,054
Ni+30g/l d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30	0,051
Ni+40g/l d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	40	0,025
Ni+50g/l d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	50	0,020

Courbe : taux de corrosion = f(C<sub>Al2O3</sub>)

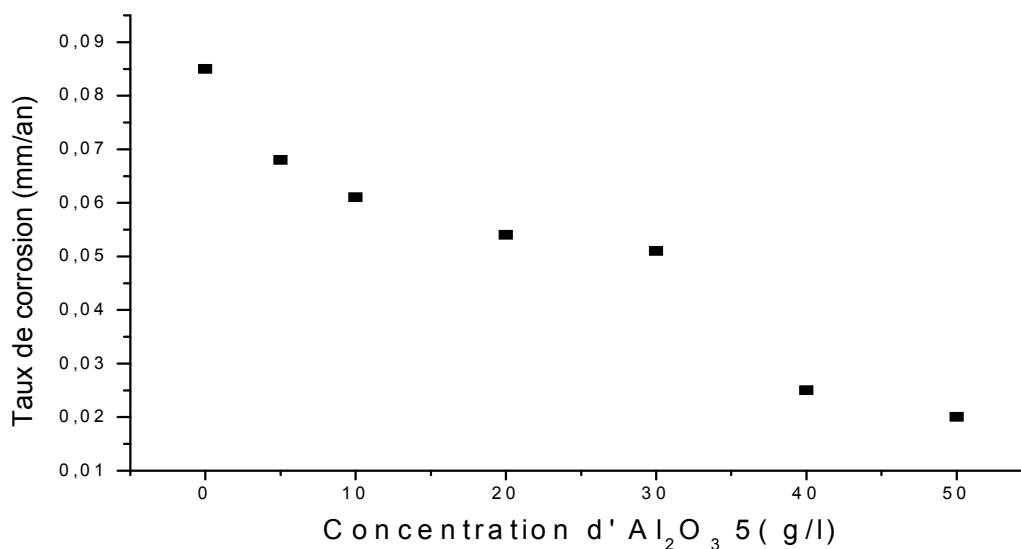


Fig. (V.8) Variation du taux de corrosion en fonction de la concentration d'alumine

Le test de la corrosion accélérée dans le milieu agressif (3,5%, NaCl) montre que la vitesse de corrosion de l'électrode d'acier (substrat) est élevée par rapport à celle des dépôts de nickel électrodéposés, qui résistent mieux à la corrosion. Quant aux cas des couches codéposées, il apparaît une diminution de la vitesse de corrosion, résultant de l'incorporation des particules solides ( $Al_2O_3$ ) dans la matrice métallique et qui possède une bonne tenue à la corrosion dans ce milieu par rapport au nickel pur ce qui est en accord avec la littérature [47].

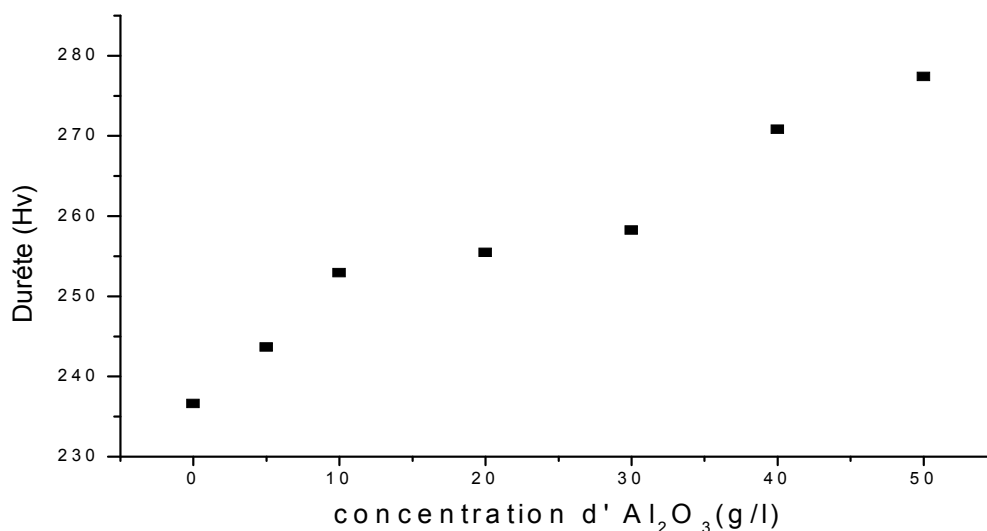
Ces résultats montrent la fiabilité des deux méthodes de test de corrosion.

#### V.2.4 Méthode de la microdureté

Les mesures de contrôle des propriétés mécaniques des couches de nickel électrodéposées, en présence des particules d'  $Al_2O_3$ , sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau (V.5) Valeurs de la microdureté des différents dépôts électrodéposés.

Echantillon	Dureté (HV)
Acier	180,55
Dépôt du nickel pur	236,618
Dépôt du nickel pur + 5g/l $Al_2O_3$	243,67
Dépôt du nickel pur + 10g/l $Al_2O_3$	252,938
Dépôt du nickel pur + 20g/l $Al_2O_3$	255,45
Dépôt du nickel pur + 30g/l $Al_2O_3$	258,23
Dépôt du nickel pur + 40g/l $Al_2O_3$	270,83
Dépôt du nickel pur + 50g/l $Al_2O_3$	277,385
Dépôt du nickel pur + 30g/l $Al_2O_3$ + Inh I	241.31
Dépôt du nickel pur + 40g/l $Al_2O_3$ + Inh II	253.26
Dépôt du nickel pur + 50g/l $Al_2O_3$ + Inh III	444,23

**La courbe HV= f(C<sub>Al2O3</sub>)****Fig. (V.4) Variation de la dureté en fonction de la concentration de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.**

Ces résultats montrent que, les revêtements préparés à partir du bain choisit possèdent une bonne dureté, et l'addition de particules solides (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dans la matrice de nickel augmente la microdureté d'où apparaît la fragilité des revêtements.

Cette augmentation est due essentiellement à l'hétérogénéité du revêtement, et par conséquent améliore les propriétés mécaniques des dépôts.

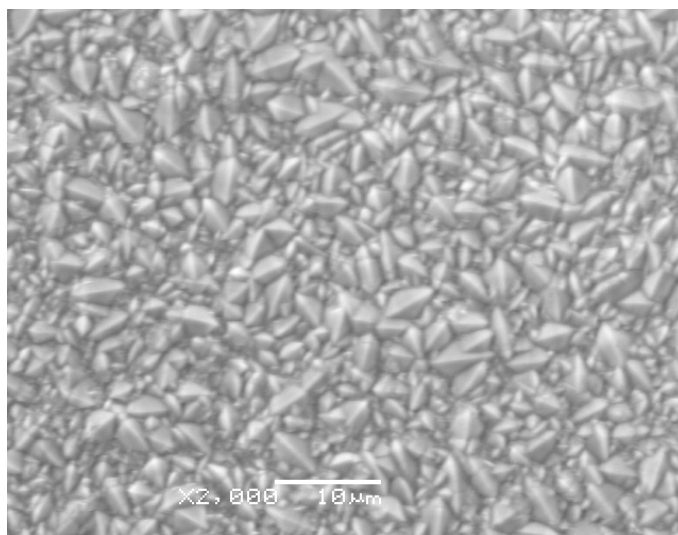
Par contre, l'addition des inhibiteurs de type I et II diminuent légèrement la microdureté, alors que l'addition de l'inhibiteur de type III augmente considérablement la microdureté.

**V.2.5 Morphologie des couches électrodéposées**

L'examen de la morphologie des dépôts électrodéposés, obtenus à partir du bain de chlorure de nickel pour une densité de courant  $J = 2 \text{ A/dm}^2$ , une durée de 60 minutes, a été réalisé à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Les résultats obtenus sont présentés si dessous :

### V.2.5.1 Nickel pur

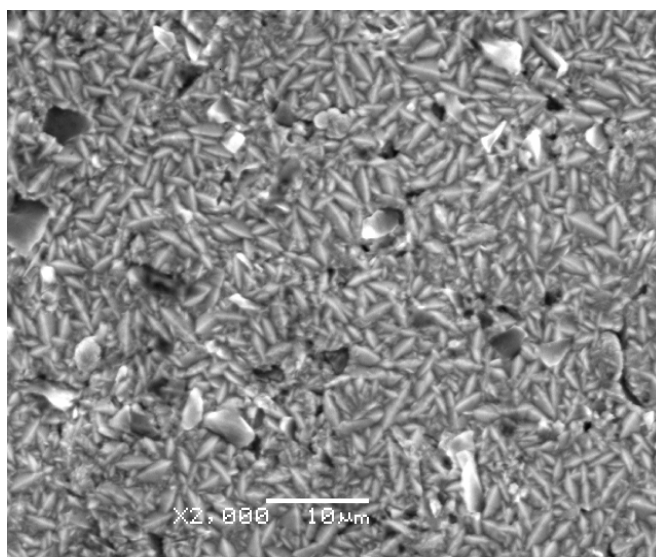
La figure (V.5.1) montre que la structure métallique est de type homogène et compacte, et ne présente pas de dendritiques.



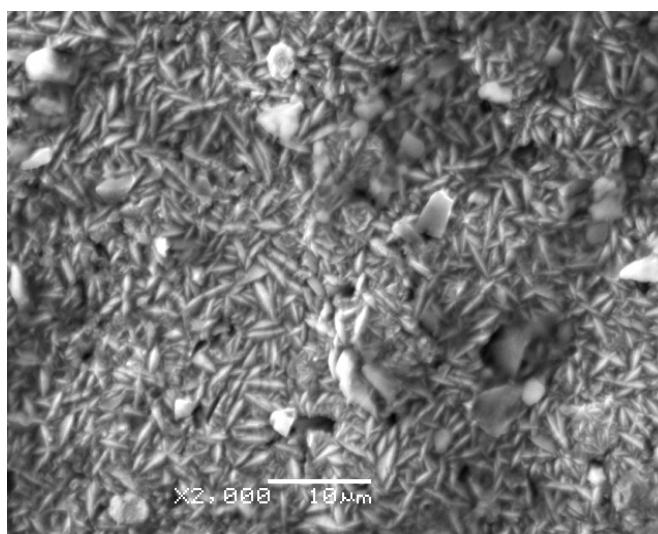
**Fig. (V.5.1) Morphologie d'un dépôt électrolytique de nickel pur.**

### V.2.5.2 Nickel contenant d'alumine

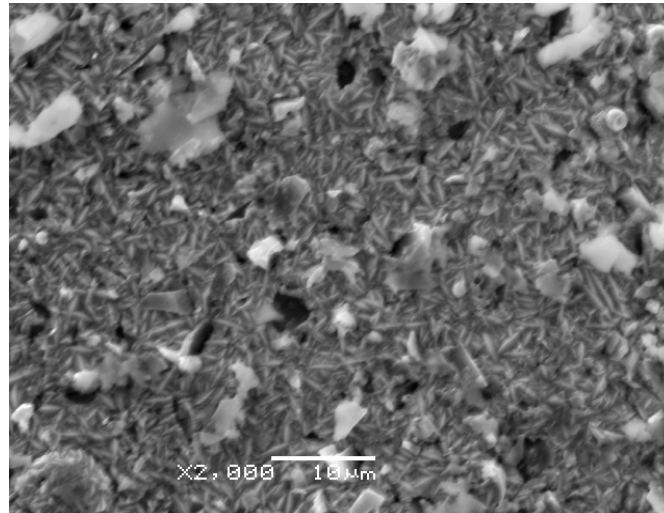
Les figures suivantes montrent que, pour les dépôts obtenus par addition des différentes quantités d'alumine, un haut degré de codéposition est obtenu, et que tout le substrat est recouvert de façon homogène de particules solides incorporées dans la matrice du nickel. De plus, on constate que, l'augmentation de la concentration des particules solides dans notre bain provoque une augmentation des particules solides incorporées dans la matrice métallique.



**Fig. (V.5.2) Morphologie d'un dépôt électrolytique de nickel contenant 10 g/l  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .**



**Fig. (V.5.3) Morphologie d'un dépôt électrolytique de nickel contenant 20 g/l  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .**



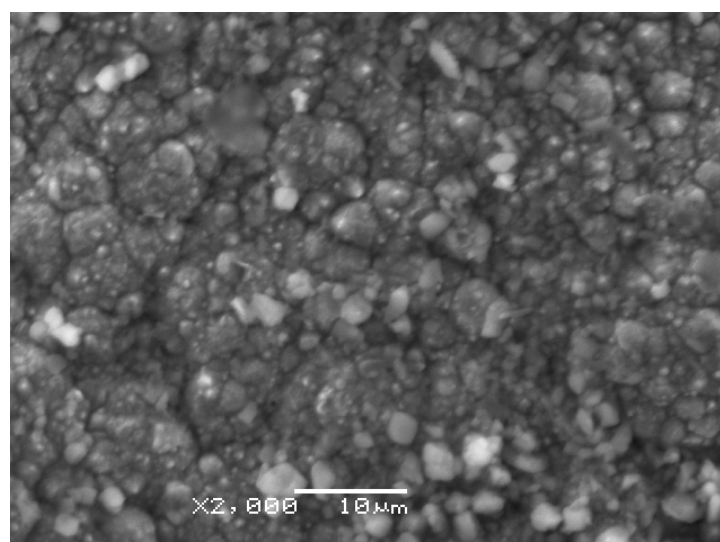
**Fig. (V.5.4) Morphologie d'un dépôt électrolytique de nickel contenant 50 g/l  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .**

### V.2.5.3 Addition des inhibiteurs organiques

Au bain de chlorure de nickel précédent, nous avons ajouté 2.m.mol/l de chaque inhibiteur organique respectivement. L'examen de la morphologie des différents dépôts a montré les résultats suivants :

#### V.2.5.3.1. Addition du saccharinate de sodium (Inh I)

La figure (V.5.5.1) montre que l'addition du saccharinate de sodium rend le dépôt du nickel homogène et de même épaisseur, car il joue le rôle d'un nivelant mais le revêtement présente des faibles fissures qui contiennent probablement des bulles d'hydrogène.

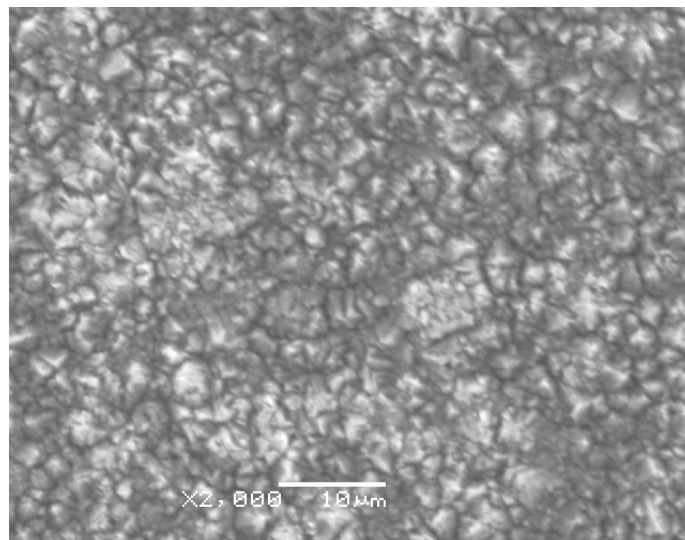


**Fig. (V.5.5.1) Morphologie d'un dépôt électrolytique de nickel contenant de l'inh (I).**



### V.2.5.3.2. Addition du sodium dodecyl- sulfate (Inh II)

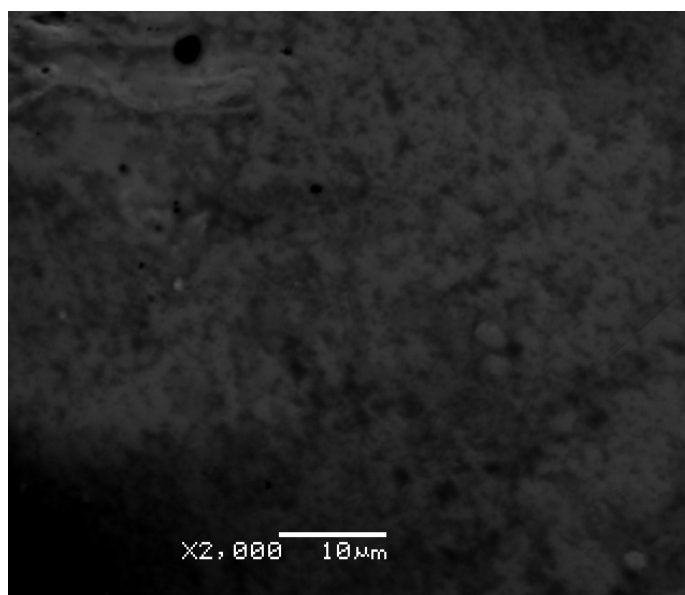
Le dépôt du nickel obtenu par addition de l'inhibiteur du sodium dodécyl-sulfate est homogène et compact et ne présente pas des pores des bulles. Cela est dû essentiellement à l'addition de cet inhibiteur qui facilite le départ des bulles d'hydrogène comme le montre la fig (V.5.5.2).



**Fig. (V.5.5.2) Morphologie d'un dépôt électrolytique de nickel contenant de l'inh (II).**

### V.2.5.3.3 Addition du butyne 2 diol-1-4 (Inhibiteur III)

La figure (V.5.5.3) montre que le dépôt du nickel obtenu est très brillant, cela est dû principalement à l'addition d'un brillanteur.



**Fig. (V.5.5.3) Morphologie d'un dépôt électrolytique de nickel contenant de l'inh (III).**