



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature de la Vie
Sciences de la matière

MÉMOIRE DE MASTER

Sciences de la matière
Chimie
Chimie des matériaux

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :
ZAHANI NESRINE

Le : mercredi 26 juin 2019

ELABORATION ET CARCTERISATION DES REVETEMENTS METALLIQUE PAR VOIX CHIMIQUE

Jury :

Mme. Ouassaf Mebarka	MCB	Université de Biskra	Président
Mme. FERHATI SAMIHA	MCB	Université de Biskra	Rapporteur
Mme. Necira Zelikha	MCB	Université de Biskra	Examineur

Remerciements

Remerciements

*JE remercie ALLAH qui m'a donnée la force pour
Pouvoir terminer ce mémoire.*

*JE remercie sincèrement toutes les personnes qui m'ont
Aidé à la réalisation de ce mémoire*

Plus particulièrement :

Ma promotrice l'encadreur FARHATI SAMIHA pour avoir suivi et

Dirigé mon travail, nous avons apprécié sa patience

Son encouragement et ces conseils.

Et de notre, pour cela nous l'assurons de notre sincère

Gratitude profond respect.

Nous avons également une dette de reconnaissance en

Vers tous les professeurs qui nous ont suivis durant

Notre cycle d'étude.

Dédicace

Je dédie ce travail à ma mère SAMIA et mon père MOURAD pour Ses encouragements et Ses prières tout au long de mes études et nous plantent l'amour de science.

Je la dédie à mes frères Mohamed LAMINE ; EL ARBI et mes sœurs SALSABIL, MARAM, et je les remercie pour leurs encouragements et leurs aides ainsi que toute ma grande famille.

A tous mes amis SELMA, KENZA, AMIRA, AMINA.

LISTE DES TABLEAUX

III.1.1 : Produits chimique.....	27
III.1.2 : Le tableau suivant donne la composition chimique du substrat utilisé.....	28
Tableau IV .1 : valeurs des épaisseurs et des microduretés en fonction de la température et du temps de traitement	40

LISTE DE Figure

Figure I.1. Importance respective des revêtements et des traitements de surface dans le marché international	5
Figure I.2. Schéma de principe de l'évaporation sou vide	8
Figure I.3. Schéma de principe de la pulvérisation cathodique.....	9
Figure .I.4 .schéma de principe du procédé par arcs[.....	10
Figure I.5. Schéma de principe de la pulvérisation par faisceau d'ions	10
Figure I.6. Schéma de principe de a la CVD thermique	12
Figure I.7. Schéma de principe de la PECVD.....	14
Figure I.8. Schéma de principe de la déposition par projection thermique.....	15
Figure I.9. principe revêtement par voie chimique.....	16
Figure III.1 : étapes de préparation de surface du substrat.....	29
Figure III.2: Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage	31
Figure III 3 : Schéma de montage de microscope optique	32
Figure III .4 : Famille de plans cristallins en condition de Bragge.....	33
Figure III.5 : principe d'une diffraction à deux cercles.....	34
Figure III.6 : dispositif utilisé pour la mesure de la microdureté.....	35
Figure III.7 :différent variation du potentiel de corrosion.....	36
Figure III.8 : schéma de potentiostat.....	37
Figure IV .1 : Coupe métallographique d'un dépôt de Ni-P, obtenus à 80°C et 60minutes (grossissement200X)	38
Figure IV.2 :Evolution de l'épaisseur des dépôts de nickel chimique	39
Figure IV.3 : Evolution de la microdureté des dépôts de nickel chimique.....	40
Figure IV.4 : Examen superficiel au MEB d'un dépôt Ni-P (80C°,60min).....	41
Figure IV.5 : Examen d'analyse superficielles EDAX d'un dépôt Ni-P (80C°, 60 minutes).....	41
Figure IV.6 : Exemple de courbes $E = f(t)$ illustrant le comportement des dépôts de nickel élaborés à 60min	43
Figure IV.7: Exemple de courbes intensité-potentiel illustrant le comportement..... des dépôts de nickel élaboré60min.	43

Introduction Général	1
----------------------------	---

CHAPITER I Revêtements et traitement de surface

I .1 Introduction.....	3
I.2 traitement de surface	3
I.2.1.1. Traitement par conversion	4
I.2.1.2 Traitement par transformations structurales	4
I.2.1.3 Traitement par diffusion	4
I.2.2.Revêtement métallique.....	5
I.3 Procédés de revêtements métallique	6
I .3.1 Déposition par immersion dans les métaux fondus	6
I.3.2 Déposition sous vide	6
I.3.2.1Techniques PVD	7
-Influence du mode de production de la vapeur	7
-Influence de état électrique du substrat.....	11
-Influence de la nature du milieu	11
I.3 .2 .2. Technique CVD	11
-la CVD thermique	12
-OMCVD (organo- Metallic CVD)	13
-LCVD (CVD Laser).....	13
-PECVD(plasma Enhanced CVD)	13
I.3.3 .Déposition par projection thermique	14
I.3.4.Dépôt par voie électrolytique.....	15
I.3.5 Dépôt par voie chimique	16
I.3.5.1 .Procédé par déplacement	16
I.3 .5.2.Procédé par réduction chimique	17
-Procédés non catalytiques	17
-Procédés catalytiques	17
Conclusion	18

CHAPITER II REVETEMENT CHIMIAQUE DE NICKEL

II.1 INTRODUCTION	19
-------------------------	----

II.2	HISTORIQUE	19
II.3.	FORMULATION DE LA REACTION DE DEPOT	20
II.4.	PRINCIPES DU NICKELAGE CHIMIQUE	21
II.4.1	Les procédés par déplacement	21
II.4.2	Procédés par contact	21
II.4.3	Procédés par réduction chimique	22
II.4.3.1	Nickelage chimique à partir de l'hypophosphite.....	23
II.5	INFLUENCE DES PARAMETER EXPERIMENTAL SUR LES CHIMIQUES	23
II.5 .1	Effet du PH	23
II.5 .2	Effet de température	24
II.5 .3	Effet de la concentration en phosphore du bain.....	24
II.5.4	Influence de la concentration de l'hypophosphite	24
II.5.5	Influence des complexants.....	25
II.6	CARACTERISTIQUE DES Dépôts	25
II.6.1	caractéristique mécaniques	25
II .6.1.2	Dureté	25
II.6.1.3	Adhérence	26
II.6.2	Caractéristiques physiques	26
II.6.2.1	Aspect	26
II.6.2.2	Résistance à la corrosion	26

CHAPITER III RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1.	Dispositifs expérimentaux d'élaboration des dépôts.....	27
III.1.1.	Produits chimique.....	27
III.1.2.	Matériaux	28
III.1.2.1.	Substrat utilisé	28
III .1.3.	Modes opératoires	28
III.1.3.1.	Préparation des échantillons	28
III.1.3.2	Revêtement chimique	29
III .2	caractérisation des revêtements	30

III.2.1 caractérisation métallographique.....	30
A. L'adhérence.....	30
B. Microscopie électronique à balayage(MEP).....	30
C. Microscopie optique (MO).....	31
D. Diffractions des rayons X.....	32
E. La dureté.....	34
III. 3 Caractérisation VIS- à VIS de la Corrosion	35
III.3.1 Suivie du potentiel d'abandon en fonction du temps.....	35
III.3.3. Dispositif expérimental.....	36

CHAPTER IV Résultats expérimentaux et discussion

IV.1. Caractérisation métallographique des revêtement nickel_Phosphore	38
IV.1.1 Epaisseur et adhérence	38
IV.1.2Microdureté.....	39
IV.1.3 Morphologie et composition chimique	40
IV.2 COMPORTEMENT VIS-A-VIS DELA CORROSION	41
CONCLUSION Générale.....	45
Annexes.	

INTRODUCTION GENERALE

Depuis plusieurs années, l'homme était toujours à la recherche de matériaux de qualité, d'un aspect décoratif (aspect présentable vis à vis de la touche, visuel,...) et résistants à la corrosion ; d'où le traitement de surface métallique.

En effet le traitement de surface est une opération chimique intermédiaire dans le processus de production. Cette opération est, généralement, effectuée entre les opérations d'usinage et les opérations de montage. Le traitement de surface consiste à appliquer un dépôt sur les pièces à traiter. Ce procédé permet de modifier sur une surface et avec une faible variation de poids, soit les caractéristiques mécaniques d'un produit (conductibilité, anticorrosion, protection inoxydable,...), soit ses propriétés esthétiques (dépôt d'argent, dorure, chromage, nickelage, cuivrage,...).

La corrosion est un fléau industriel qui jusqu'à nos jours pose de graves problèmes qui ne sont pas complètement résolus, et cause beaucoup de pertes.

L'acier est l'un des matériaux les plus caractéristiques mécaniques et physicochimiques, mais qui malheureusement vu sa grande réactivité avec le milieu extérieur se détériore rapidement par attaque corrosive du milieu s'il n'est pas protégé. Son utilisation est surtout dictée par des raisons économiques.

L'étude des problèmes de corrosion et des techniques de traitement de surface est donc d'une grande importance, en particulier du point de vue économique.

C'est pourquoi une civilisation industrielle doit veiller à ce que les métaux qu'elle utilise ne subissent pas d'agression en agissant soit sur le milieu ambiant, par l'addition d'inhibiteurs adéquats par exemple, soit sur le métal lui-même par méthode de protection électrochimique (protection anodique ou cathodique) ou par application de revêtement (métallique ou non).

Le nickelage chimique a fait l'objet de nombreuses recherches et est actuellement très répandu dans l'industrie, ce procédé fait partie des revêtements métalliques. En effet, les revêtements à base de nickel chimique (notamment Ni-P) présentent des propriétés paramagnétiques, une excellente résistance à l'usure et à la corrosion et d'une dureté importante. De plus, d'un point de vue pratique, il est possible d'obtenir des épaisseurs de dépôt régulières indépendamment de la géométrie et de la complexité de la pièce.

L'intérêt visé par ce travail se résume d'une part, dans l'amélioration de la résistance à la corrosion et les propriétés de surface. Les dépôts de Nickel chimique ont été réalisés dans

une solution contenant l'hypophosphite de sodium comme réducteur, substance très répandue industriellement et qui permet l'incorporation du phosphore dans le dépôt en améliorant certaines propriétés.

Le présent mémoire comporte quatre chapitres. Dans le premier chapitre une revue bibliographique est présentée relative aux phénomènes de traitement de surface et revêtement. Le deuxième chapitre résume les formulations et les caractéristiques des dépôts chimiques de Nickel. La procédure d'élaboration ainsi que les techniques de caractérisation constituent l'objet du troisième chapitre. L'ensemble des résultats obtenus est discuté dans le quatrième chapitre.

Les principaux résultats de ce travail et des perspectives seront présentés dans la conclusion générale.

CHAPTER I

Revêtements et traitement de surface

I.1 Introduction

Un grand nombre de procédés ou gammes de traitement dont l'objectif est de conférer à la surface d'une pièce donnée soit des propriétés physico-chimiques (composition nouvelle, aspect, mouillabilité, adhérence), soit des propriétés mécaniques ou géométriques spécifiques (rugosité, contraintes superficielles, caractéristique tribologique), font l'objet du secteur des revêtements et des traitements de surface (RTS) qui subit depuis deux ou trois décennies, une mutation technologique importante provoquée par de nouvelles exigences techniques et/ou réglementaires, ou par de récents développements industriels :

- ❖ augmentation de la fiabilité et de la durabilité des pièces traitées ;
- ❖ besoins de matériaux nouveaux ou améliorés (aspect, caractéristique physico-chimiques ou mécanique, barrières thermiques, etc.) ;

-apparition de nouveaux procédés liés au développement de la microélectronique ;

-application de nouveaux concepts, à la savoir l'ingénierie de surface et l'hybridation des techniques ;

-application des textes réglementaires, des recommandations et des normes en vigueur.

L'importance de ce secteur résulte non seulement de ses vastes domaines d'application, mais aussi de sa pluridisciplinarité ; celui-ci fait en effet appel à la plupart des domaines scientifiques et technologiques.

Dans ce premier chapitre, nous présenterons les méthodes les plus répandues de revêtements et de traitements de surface en mettant l'accent sur celles des recouvrements métalliques, objet du présent travail.

I.2 Traitement de surface

Trame générale désignant une modification structurale superficielle des surfaces ; la modification de la structure n'étant pas en général homogène suivant l'épaisseur et étant caractérisée par :

-Un effet thermique : traitement thermique de surface ;

-Diffusion d'un métal ou d'un métalloïde : traitement d'apport ;

Formation d'un composé nouveau : traitement de conversion ;

Donc, en plus recouvrement métallique, il est possible de distinguer les traitements par conversion par transformation structurale et ceux par diffusion [1].

I.2.1.1. Traitement par conversion

Ces traitements ne conduisent pas à un revêtement proprement dit, mais à une modification structurale en surface du substrat, Dans ce type de traitement, deux grandes familles peuvent être distinguées :

Les conversions électrochimiques : ces procédés s'appuient sur une opération d'électrolyse permettant d'augmenter une couche d'oxyde (ou d'hydroxyde) parfaitement adhérente. C'est le cas des procédés par anodisation où le métal de base est placé en position d'anode et celui des colorations des aciers inoxydables [2]. Ce dernier procédé, qui est en cours de développement, permet d'obtenir des revêtements d'un bel aspect esthétique pour applications en architecture [3].

Les conversions chimiques : ces procédés sont très utilisés car ils sont rapides, peu coûteux et faciles à mettre en œuvre, à savoir la phosphatation et chromatisation et chromatisation [4].

I.2.1.2 Traitement par transformations structurales

Dans ce type de traitement il n'y a pas de matériau d'apport. Seule la structure métallurgique en surface de la pièce est modifiée soit mécaniquement ; soit thermiquement et à ce titre, les applications sont essentiellement d'ordre mécanique et restent marginales pour leurs applications anticorrosion [5].

I.2.1.3 Traitement par diffusion

Le matériau d'apport (métal ou métalloïde) diffuse dans le substrat, modifie sa composition et forme éventuellement des composés. L'objectif principal de ce type de traitement concerne l'amélioration des propriétés de contact (usure, frottements) et de résistance à la fatigue ou à la corrosion [4].

Le poids financier du secteur revêtements et de traitement de surface, selon le marché international est important dont, comme le montre la présentation sur la figure I.1

deux tiers des dépenses globales sont dédiées aux revêtements et un tiers aux autres traitements [6]

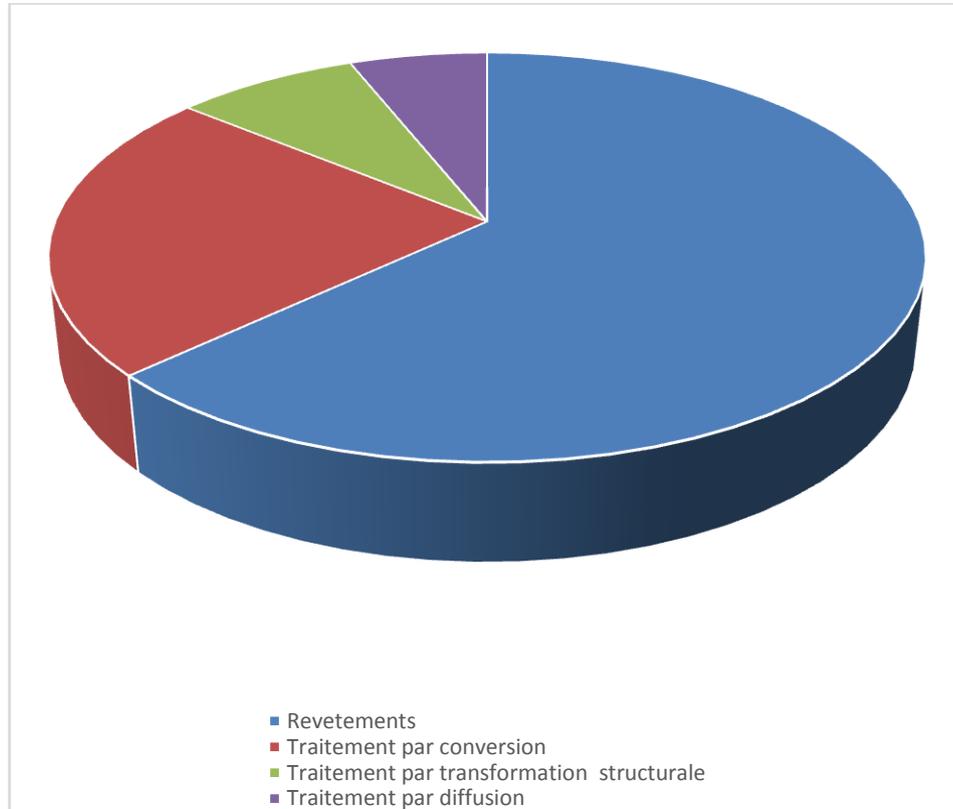


Figure I.1 : Importance respective des revêtements et des traitements de surface dans le Marché international [6].

Nous nous limiterons principalement à la description des procédés de revêtements métalliques, à leurs différents modes et aux intérêts qu'ils présentent les uns par rapport aux autres, en prenant des exemples dans différents domaines d'application.

I.2.2. Revêtement métallique

Terme général désignant toute couche de métal sur une surface obtenue par un procédé recouvrement, tel que la surface du métal d'apport soit assez homogène et les modifications du matériau de base à l'interface négligeable pour que la qualité de la couche soit définie par son épaisseur .

Exemples :

-chromage des pièces métalliques ;

-Etamage des conserves ;

-« plaqué or » en bijouterie,

I.3 Procédés de revêtements métalliques

Compte tenu du nombre et de la diversité des procédés dans le domaine des revêtements et de traitement de surface, toute classification ne peut être que réductrice ou trop simpliste. Il existe en effet plusieurs approches :

-par procédé : électrolytique purement chimique par diffusion ou par projection :

-par fonction : anticorrosion ; dureté, décoration, couche isolantes, barrières thermiques,

Anti-usure ; applications en tribologie, etc.

-par secteur : automobile ; bâtiment ; aéronautique, électronique, etc ;

-par nature du dépôt : métal ou alliage ; mince ; épais ; couche duplex ; composite ; multicouches ; nano-couches, etc ;

-par qualité du revêtement : faible porosité, adhérence, dureté, moindre pollution conductibilité, vitesse de dépôt, épaisseur, ect ;

-par facteur économique : prix du revêtement et de la préparation de surface, durabilité, rapport qualité /prix.

La classification que nous avons adoptée se base sur les méthodes de recouvrement utilisées dont chacune d'elles est caractérisée par un mécanisme spécifique.

I .3.1 Déposition par immersion dans les métaux fondus

Les dépôts par immersion dans les métaux fondus sont appliquée essentiellement sur des surface en fer ou acier .En effet, ils sont susceptibles de s'allier avec le métal de base afin de constituer le dépôt .Cette gamme de procédés occupe une place particulière dans le domaine des dépôts métalliques .Industriellement, leur application touche surtout le domaine de la visserie [1].

I.3.2 Déposition sous vide

Actuellement, les dépôts sous vide sont exploités industriellement pour leurs propriétés :

- mécanique : lubrification, résistance à l'usure, à l'érosion, l'abrasion ,au frottement ;
- optique : réflexion ; transmission, détection de rayonnement ;
- électrique : conduction, isolation ;
- physico-chimiques : barrière de diffusion ; résistance à la corrosion, catalyse, compatibilité ; alimentaire ;
- décoratives ;

Les procédés de dépôts en phase vapeur regroupent différentes techniques. Leur élaboration se fait généralement sous pression réduite d'où le nom sous vide et à des températures moyennement élevées (200 a 500°C environ) [7].

Dans ce mode de recouvrement, deux grandes techniques peuvent être distinguées :les techniques PVD(Physical Vapor Deposition) et les techniques CVD(Chemical Vapor Deposition) [2].

I.3.2.1Techniques PVD

Différentes techniques PVD peuvent être recensées en fonction de la nature des trois composantes suivant :

- *Mode production de la vapeur :*
 - évaporation sous vide ;
 - pulvérisation cathodique ;
 - procédés par arcs ;
 - pulvérisation par faisceau d'ions ;
- *Etat électrique du substrat ;*
- Nature du gaz constituant le milieu.

-Influence du mode de production de la vapeur

Evaporation sous vide : la vaporisation du matériau source (espèce à déposer) peut être obtenue par effet Joule, induction par bombardement ionique ou électronique ou enfin par faisceau laser.

Les dépôts sont réalisés sous vide poussé de façon à conférer une grande pureté aux couches. Plus la pression est basse plus les trajectoires des particules vaporisées seront recouvertes. Le principe de l'évaporation sous vide est donné sur la figure I.2

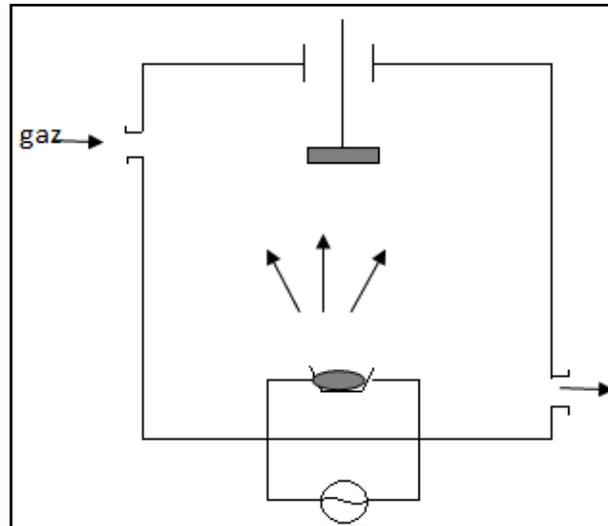


Figure I.2 : Schéma de principe de l'évaporation sous vide [7]

Les principaux points faibles de cette technique peuvent être résumés dans :

- La nécessité d'utiliser une puissance élevée pour mettre en vapeur les composés les plus réfractaires ;
- L'énergie des particules arrachées à la source est relativement faible, ce qui entraîne une adhérence médiocre ;
- Enfin ; l'évaporation et le dépôt d'alliage pourra être perturbé si les différents composés ont des températures de fusion et /ou des pressions de vapeur saturantes très différentes.

Cette technique est très utilisée en optique (filtres, paraboles, de phares), en décoration et pour le revêtement de substrats en feuilles (emballages, condensateurs)[8].

Pulvérisation cathodique : par application d'une tension électrique suffisante entre deux électrodes, l'atmosphère (composée en général d'argon) s'ionise et conduit à la création d'un plasma de décharge luminescent. Les ions présents sont alors accélérés jusqu'à la cathode (la cible ou source du matériau à déposer). La mise en phase vapeur se fait alors suivant un processus purement mécanique, par transfert de l'énergie cinétique des ions aux atomes de la cible qui seront éjectés. La figure I.3 schématise le principe de cette technique.

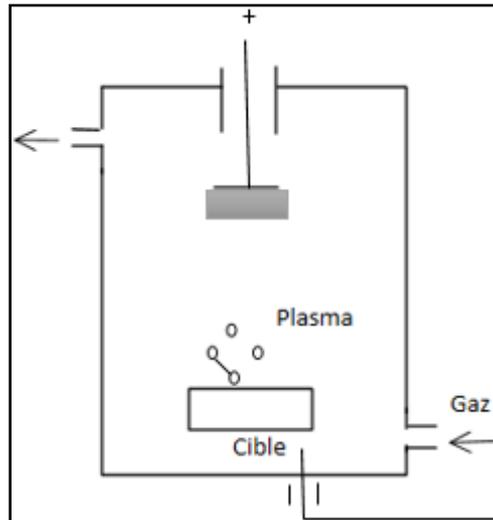


Figure I.3 : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique.

Cette technique a été considérablement améliorée par l'utilisation du procédé magnétron.

Dans ce cas, un champ magnétique se superpose au champ électrique. Le trajet des électrons au voisinage de la cathode est augmenté, ce qui permet un fort taux d'ionisation et donc, un rendement plus élevé de pulvérisation et de dépôt. Le plasma étant confiné près de la cible, la température du substrat sera de plus, moins élevée que dans le cas d'une pulvérisation cathodique classique [7].

A l'origine, cette technique était surtout utilisée pour la micro-électronique, mais grâce à l'apport du procédé magnétron, cette technique est maintenant aussi utilisée pour des applications mécaniques ou électriques [9].

Procédés par arcs : la vapeur métallique est obtenue par l'érosion d'une ou de plusieurs cathodes au moyen d'arcs électriques de très haute intensité. Les atomes éjectés sont en majorité ionisés, puis accélérés vers le(s) substrat(s) [8]. La figure I.4 illustre le schéma de ce principe.

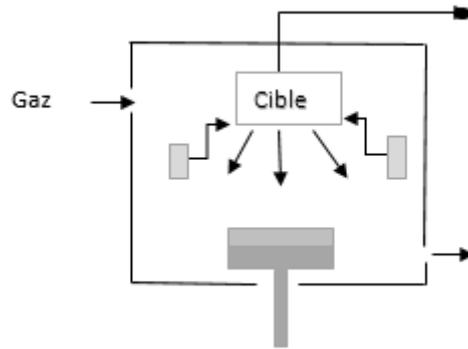


Figure I.4 .schéma de principe du procédé par arcs. [10]

Il n'est inutile de signaler qu'il existe plusieurs variantes de ce procédé : arcs multiples, dépôts ioniques par arc évaporation par arc thermo- ionique, ect.

Ces techniques présentent l'avantage d'une bonne homogénéité des revêtements ainsi que des vitesses de dépôts élevées .Récemment, elles connaissent de nombreuses améliorations et sont de plus en plus utilisées industriellement, enter autres pour le revêtement des outils en acier rapide ou pour les pièces de frottement [7] .

Pulvérisation par faisceau d'ions : la vapeur résulte de l'interaction enter la cible (source) et des ions possédant une forte énergie cinétique .Les ions ne sont pas ici générés autour de la source, mais proviennent d'un canon à ions. Cette technique, un peu plus souple que la précédente, permet l'utilisation d'ions plus énergétiques qu'en pulvérisation cathodique, mais elle est peu utilisée du fait de sa plus grande complexité technologique [10].Son principe est donné sur la figure I.5.

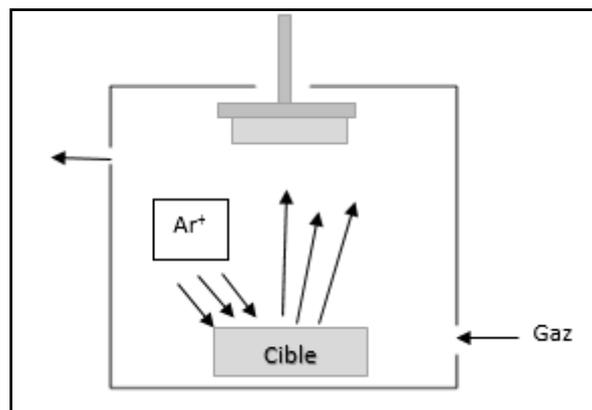


Figure I.5 : Schéma de principe de la pulvérisation par faisceau d'ions [10]

-Influence de l'état électrique du substrat

La polarisation du substrat va permettre, quel que soit la technique de mise en phase vapeur utilisée .d'augmenter la densité relative du dépôt par l'intermédiaire d'un phénomène de pulvérisation des atomes les moins bien accrochés à la surface du dépôt puis redéposition.

Pour la même raison, la cristallisation des dépôts sera grandement améliorée. De plus, si cette décharge est créée avant la mise en phase vapeur du matériau à déposer, les ions argon vont pulvériser directement le substrat, ce qui permet de le débarrasser de ses impuretés de surface (oxydes, vapeur d'eau, etc) et d'améliorer ainsi grandement l'adhérence des dépôts (procédé de nettoyage) [7].

Lorsque l'on couple à polarisation du substrat avec l'évaporation sous vide, on parle de dépôts ioniques (ion plating).

-Influence de la nature du milieu

Les dépôts de composés de types oxyde, carbure, nitrure, etc ; peuvent difficilement être obtenus par les techniques décrites précédemment, car leur évaporation ou pulvérisation conduit à la formation d'une couche généralement sous- stœchiométrique. L'obtention de ces couches est malgré tout possible introduisant dans l'enceinte un gaz réactif (azote, oxygène, méthane, etc) susceptible de se combiner avec les vapeurs de métal ou d'alliage pour former e composé. Cette technique de pulvérisation ou d'évaporation réactive offre un très vaste choix de composés différents, mais entraîne une importante de la vitesse de dépôt [7].

I.3 .2 .2. Technique CVD

Le procédé de dépôt chimique en phase vapeur consiste à mettre un volatil du matériau à déposer en contact soit avec un autre gaz au voisinage de la surface à recouvrir ; soit avec a surface elle –même .Il se provoque alors une ou plusieurs réactions chimiques , donnant ou moins un produit solide .Les autres produits de réaction doivent être gazeux afin d'être éliminés hors du réacteur .Les dépôt se font à pression variable mais il faut systématiquement un apport énergétique pour favorises ces réactions.

Le procédé CVD est un domaine interdisciplinaire ; en effet, il comprend un ensemble de réactions chimiques, un processus thermodynamique et cinétique et un phénomène de

transport .La réaction chimique est au center ces disciplines : détermine la nature et les espèce présente [7].

On peut différencier les technique CVD en fonction du type d'énergie utilisée pour activer la réaction chimique :

-la CVD thermique

Dans ce cas (fuguer I.6), c'est la température du substrat qui fournit l'énergie nécessaire à

l'activation de la réaction de ainsi que la diffusion dans le substrat des atomes apportés

Surface.

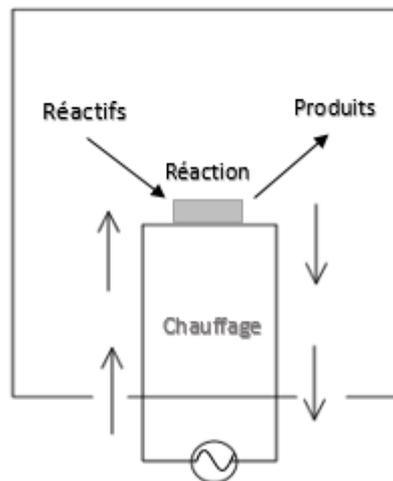


Figure I.6 :Schéma de principe de a la CVD thermique [9]

Cette température peut être obtenue par :

-chauffage directe par passage d'un courant électrique dans le substrat ;

-chauffage par induction haute fréquence : limite le choix du substrat puisque celui-ci doit être conducteur électrique et thermique,

- chauffage par radiation thermique : peut s'appliquer aux substrats mauvais conducteurs électriques l'homogénéité en température de l'enceinte est nettement meilleure que dans la technique précédente, ce qui amène un dépôt plus homogène. Seulement, le rendement diminue très fortement, le dépôt s'effectuant aussi sur les parois du réacteur [9] .

-OMCVD (organo- Metallic CVD)

Les précurseurs utilisés dans cette technique sont des composés organométalliques qui comportent ; dans leur structure, des liaisons caractéristiques des matériaux à déposer.

L'instabilité thermique de ces composés permet d'obtenir leur décomposition et leur réaction à plus basse température. L'autre grande intérêt de cette technique est la grande diversité des précurseurs disponibles. Cependant, des réactions parasites peuvent apparaître, entraînant l'introduction d'impuretés au sein de la couche. De plus, l'intérêt industriel pour cette technique est encore limité du fait du prix de ces précurseurs ainsi que de leur toxicité dans un bon nombre de cas [9].

-LCVD (CVD Laser)

Cette technique consiste à irradier, grâce à faisceau laser continu ou pulsé, soit localement la surface du substrat (auquel la réaction chimique a lieu par simple activation thermique) ; soit la phase vapeur de façon à provoquer l'excitation des molécules et ainsi augmenter la réactivité des espèces gazeuses.

Dans le premier cas, l'élévation de température étant très localisée, on considère que l'on a affaire à un procédé basse température. Cette technique est aussi utilisée pour obtenir des dépôts dans zones très localisées, notamment en micro-électronique. Ce procédé est encore très limité industriellement du fait de son coût.

PECVD (plasma Enhanced CVD)

Dans ce procédé, le plasma, généralement induit par un champ de haute fréquence (micro-onde ou radiofréquence), interagit avec la phase gazeuse pour former des espèces actives chimiquement telles des ions et des radicaux libres (figure I.7). Ces espèces sont produites soit au cœur de la phase gazeuse, soit à la surface du substrat. Ce procédé permet le traitement aux températures de dépôt les plus faibles (de 25 à 400 °C) autorisant alors l'utilisation de tout type de substrat. De plus, les vitesses de dépôts atteintes sont supérieures à celles d'un procédé CVD classique [8].

Cependant, en raison des températures très basses, l'élimination des produits de réaction parasites est difficile et on observe parfois leur incorporation dans les films en croissance. De plus, le bombardement du substrat par des particules énergétiques peut entraîner la création de défauts microstructuraux et de contraintes résiduelles importantes.

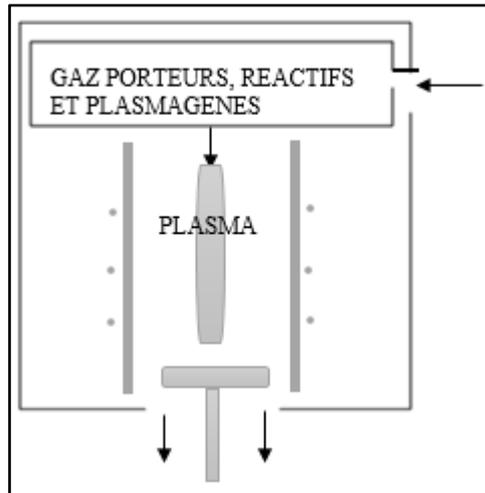


Figure I.7 : Schéma de principe de la PECV

I.3.3 .Déposition par projection thermique

La projection thermique regroupe l'ensemble des procédés dans lesquels un matériau d'apport est fondu ou porté à l'état plastique grâce à une source de chaleur, puis est projeté à l'aide d'un gaz vecteur sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie (figure I.8). La matière à déposer, sous forme de poudre, de fil ou baguette est fondue totalement ou partiellement dans la source de chaleur qui peut être une flamme, un arc électrique ou un plasma. Ces techniques permettent de projeter une grande gamme de matériaux : matériaux et alliages, cermets, céramiques et dans certaines conditions, des polymères. Une différence de 300 degrés entre la température de fusion et celle de décomposition ou d'évaporations du matériau est nécessaire pour que le matériau puisse être projeté dans de bonnes conditions. [1]

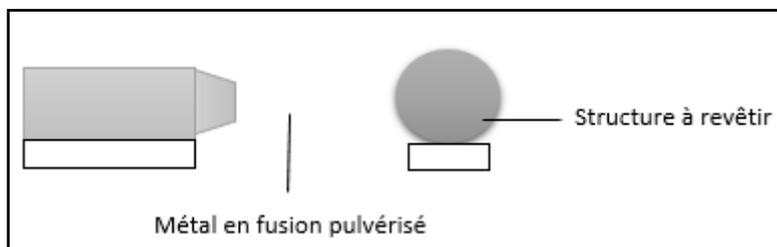


Figure I.8 : Schéma de principe de la déposition par projection thermique [6]

I.3.4. Dépôt par voie électrolytique

Dans certains cas comme la métallisation des isolants, après dépôt chimiques, les pièces sont généralement soumises à un traitement électrolytique afin de renforcer le dépôt métallique. Ce procédé consiste en l'immersion de la structure à revêtir dans une solution contenant les ions du métal à déposer et de faire passer un courant électrique entre cette structure et une autre électrode. Le substrat conducteur d'électricité ou rendu superficiellement conducteur est branché comme cathode dans la cellule d'électrolyse. Le bain contient en plus des ions métallique à réduire : des agents complexants, des agents tampons, des sels inertes et des additifs organiques. Le rendement du procédé dépend des paramètres opératoires à savoir la température, la concentration des différents composés dans le bain, le PH, l'agitation, la nature du métal à déposer et l'intensité du courant. Ces paramètres peuvent être ajustés pour produire, selon le besoin, des dépôts épais ou des films minces [4].

L'électrodéposition permet d'élaborer un large gamme de revêtements métalliques avec :

- un bon contrôle de leurs caractéristiques ;
- un grand pouvoir nivelant ;
- la possibilité de traitement des pièces en vrac.

Cependant, cette technique est limitée par les dimensions du substrat ainsi que par la complexité de sa géométrie. Dans certains cas ce procédé est couteux du point vue consommation d'énergie. Notons enfin, que des hétérogénéités d'épaisseur peuvent résulter de la répartition irrégulière des lignes de courant dans le bain, avec des difficultés de répartition pour les corps creux ou de structures complexes.

Les métaux susceptibles d'être déposés sont nombreux : cadmium, chrome ;cuivre ;nickel ;étain ;zinc, métaux nobles, etc ;Les dépôts d'alliages ou les codépôts sont actuellement en plein essor ; ils permettant d'obtenir de nouveau matériau ou de nouvelles performances, alliant par exemple l'anticorrosion et d'autres propriétés fonctionnelles (aspect, propriétés tribologiques et conductibilité). Dans le cas de revêtements composites ; les particules codéposées dans la matrice métallique peuvent être minérales (oxydes, nitrures ,carbures, sulfures ,etc.) ou organiques (polytétrafluoroéthylène ;capsules de polymères) [11] .

I.3.5 Dépôt par voie chimique

Il est possible grâce à un dépôt chimique ,sous certaines réserves, d’obtenir des revêtements homogènes en épaisseur, même sur des pièces de structures ou de forme très compliquées. Plus besoin d’anodes et plus besoin de source extérieure de courant. Les électrons nécessaires à la réduction des ions métallique sont fournis à l’électrode selon deux processus différents :

- ionisation d’un métal : méthode dite par déplacement ou par contact ;
- oxydation d’une forme réduite en solution : méthode dite par réduction chimique.

La figure I.9schémastise le principe de revêtement par voie chimique.

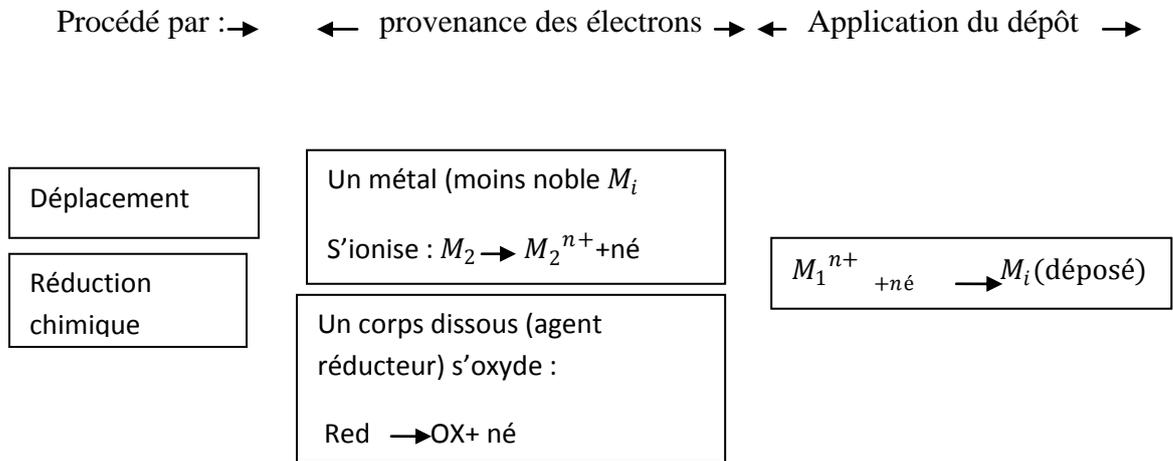


Figure I.9 : Principe revêtement par voie chimique.

I.3.5.1 .Procédé par déplacement

Dans ce type de procédé, l’échange d’électrons se fait au niveau de l’interface métal- solution. En effet, si on immerge un métal M_2 dans une solution contenant des ions M_1^{n+} du métal M_1 à déposer qui est plus noble que M_2 , M_1^{n+} va être réduit à l’état du métal M_1 ; par conséquent M_2 passe en solution sous forme d’ions M_2^{n+} . Il y a arrêt de la réaction lorsque M_1 a totalement recouvert M_2 ; en conséquence ; les épaisseurs obtenues sont très faibles .Les dépôts élaborés par ce procédé ne sont employés souvent que la

préparation de certains substrats afin de favoriser une bonne adhérence des dépôts aux revêtements ultérieurs.

I.3 .5.2.Procédé par réduction chimique

Contrairement au procédé par déplacement, l'agent réducteur se trouve dans la solution elle-même. La réaction peut donc se poursuivre et l'épaisseur devenir importante.

On peut classer deux types de procédés par réduction chimique :

-Procédés non catalytiques

Dans ces procédés les conditions opératoires sont telles que la réduction s'opère brutalement et sur toutes les parois, même celles du récipient ; le métal précipité est fréquemment spongieux. L'exemple le plus connu est celui de l'argenture chimique par immersion des pièces dans un bain de chlorure d'argent, d'ammoniaque et formol [12].

Ces procédés ont comme inconvénients majeurs la courte durée de vie des bains ; ainsi que l'obtention de dépôts de faibles épaisseurs.

-Procédés catalytiques

Sauf accident ou dérèglement du processus, la réduction métallique ne s'opère que sur les surfaces catalytiques immergées : le dépôt étant lui-même catalytique, l'épaisseur croît en fonction du temps.

Les formulations sont telles que la réduction est possible thermodynamiquement, mais ne peut s'effectuer en raison d'une inertie trop grande. La présence d'une surface catalytique permet de rompre cette inertie et à la réaction de s'accomplir [11].

Seuls certains métaux appartenant au huitième groupe de la classification périodique des éléments naturels sont catalyseurs. Citons principalement : le nickel, le cobalt, le fer, le platine ; le palladium et le rhodium.

L'homogénéité de l'épaisseur et un avantage important des dépôts chimiques par rapport aux dépôts électrolytiques. En effet dans le cas du dépôt électrolytique la répartition est irrégulière ; et certains endroits, moins accessibles aux lignes de courant sont les cas, totalement ou partiellement dépourvus de dépôt. Si l'épaisseur est faible ; il existe une forte probabilité pour que la porosité du dépôt atteigne le substrat. Si dans ces conditions le substrat est anodique une corrosion très importante apparaît là où les solutions de continuité assurent la liaison électrochimique entre les interfaces air-dépôt et dépôt substrat : il fonctionne en effet comme anode de petite surface vis-à-vis d'une cathode

de grande surface (situation très favorable pour le développement de la corrosion par pique) [4].

Conclusion

D'après la précédente énumération des procédés de recouvrement, on peut dire que de multiples façons ou de méthodes sont possibles pour appliquer sur la surface d'une pièce donnée un dépôt métallique et que chacune de ces méthodes est plus favorable que les autres pour un type d'application donnée, pour un aspect bien spécifique et pour une qualité précise du matériau d'apport et de substrat.

Le choix de l'une ou l'autre de ces techniques est fondé particulièrement sur la prise en compte des trois points suivants :

- ❖ Le facteur économique ;
- ❖ Les performances opérationnelles ;
- ❖ Les exigences techniques et réglementaires.

Les données technico-économiques, parfois contradictoires, conduisent à un choix souvent limité de solutions, voire la plupart du temps à un compromis peu satisfaisant.

REFERANC E

- [1] Définitions de base en traitements de surface, Fiche RTS, normes NF A 91-010, 2010.
- [2] Dieter LANDOLT, Traité des matériaux, corrosion et chimie de surfaces des métaux, presses polytechniques et univers Romandes, 2007.
- [3] Marc DEGREGZ, Science des matériaux et électrochimie, dossier spécial : les traitements de surface décoratifs. Éditeur Bruno Wattenbergh, 2003.
- [4] G. W. Walter, F. Mansfeld, C. H Tsai , Corro. Sci. 2005.
- [5] Laurent LAMBERTS, Les traitements de surface décoratifs, dossier spécial, 2003.
- [6] Gérard BERANGER et Henri MAZILLE, Revêtements et traitements de surface. Approche technologique. Techniques de l'ingénieur, CNRS Editions, Paris, 2008
- [7] Les techniques PVD, CVD, cours inaugural, Lt-Colonel BOUCHEFFA Youcef, EMP UER de Chimie Appliquée 2010.
- [8] PAUL Cornet, Thin film depositionprocesses, MEMS, 1997.
- [9] Ceramiccoatings, American society of mechanical engineers, ASME Winterannual, 1993.
- [10] Alain Cornet et Jean Paul Deville, Physique et ingénierie des surfaces, 1998.
- [11] MecislasWrzecian, Recueil de formules de galvanoplastie. Ecole Militaire Polytechnique Références bibliographiques

CHAPTER II
REVETEMENT CHIMIQUE DE NICKEL

II.1 Introduction

Le nickelage chimique (revêtements chimique du nickel) a fait l'objet de nombreuses recherches ; il est actuellement très répandu dans l'industrie. En effet, les revêtements à base de nickel chimique (notamment nickel-phosphore) présentent des propriétés paramagnétiques, une excellente résistance à l'usure et à la corrosion et une dureté importante. De plus ; d'un point de vue pratique, il est possible d'obtenir des épaisseurs de dépôt régulières indépendamment de la géométrie et de la complexité de la pièce, contrairement aux dépôts électrolytiques [1].

II.2 Historique

Les premières contributions concernant le dépôt de nickel par voie chimique datent de 1844, quand le français Wurtz obtient un dépôt de nickel à partir d'une solution aqueuse d'hypophosphite et de nickel chauffée à 100°C.

Par la suite, des avancées dans la connaissance des principes du nickelage chimique furent obtenues par des chercheurs comme Auguste Roux qui, en 1916, déposa un brevet sur un procédé de dépôt métallique ou encore A. Brenner et G. Riddell qui découvrirent qu'en partant d'un dépôt électrolytique de nickel, l'ajout d'hypophosphite de soude accroît le rendement d'un courant électrique de 100%. Ils mettent ainsi en évidence le fait que le processus de dépôt peut être amorcé en modifiant la surface des métaux non catalytiques par des dépôts de métaux catalytiques, comme le palladium ou le rhodium. Bien que les essais de laboratoire aient donné des résultats satisfaisants, le procédé n'a pas connu de développement industriel du fait des quantités élevées de bains nécessaires.

C'est seulement en 1952 que la société *American Transportation Corporation* est parvenue, en partant des résultats obtenus par Brenner, à faire du nickelage chimique un procédé industriel connu sous le nom de KANIGEN (KAtalytique Nickel GENeration). Un peu plus tard, en 1958, un autre procédé de dépôt chimique de nickel est mis au point par Dupont De Nemours aux USA et Bayer en Allemagne. Le dépôt consistant en un alliage nickel-bore est obtenu par réaction d'hydrure de bore avec un sel de nickel.

Le grand intérêt porté à ce type de revêtements la dernière décennie est dû à ses applications prometteuses à grande échelle dans les industries mécanique, chimique et électronique.

Les avantages des dépôts chimiques autocatalytiques sont :

-Processus réalisables à de basses températures ;

- Une grande sélectivité ;
- L'auto alignement des particules de façon conformable pour avoir la caractéristique d'un aspect d'ordre ;
- Épaisseurs des dépôts uniformes avec un bon recouvrement des surfaces du substrat ;
- Très bonne résistance à la corrosion ;
- Obtention de propriétés magnétiques et électriques spéciales ;
- La métallisation d'une large gamme de substrats est possible même pour ceux non catalytiques après activation.
- Bain avec une très bonne énergie d'initialisation même dans les petits récipients ;
- Pas de circulation de courant ni de problèmes de contact électrique. [2]

II.3. Formulation de la réaction de dépôt

L'écriture simple des réactions électrochimiques ayant lieu s'établit comme suit :



Les potentiels redox correspondants à ces réactions sont donnés par: [8-9]

$$E_M = E_{M^{n+}/M}^\circ + 2,3 \frac{RT}{nF} \log[(M^{n+})_{Libre}] \quad (3)$$

$$E_{Red} = E_{Red/ox}^\circ + 2,3 \frac{RT}{nF} \log\left[\frac{[Ox]}{[Red]}\right] \quad (4)$$

La réaction de l'eau doit être aussi prise en considération



Le potentiel correspondant s'écrit :

$$E_{Red} = -2,3 \frac{RT}{F} PH \quad (6)$$

La différence entre le potentiel d'oxydation et celui de réduction $\Delta E = |E_M - E_{Red}|$ indique le meilleur choix et la bonne adaptation du réducteur relatifs au métal à déposer. Le potentiel à la surface de la pièce à traiter est appelé potentiel mixte, il est situé entre le potentiel (E_M) et (E_{H_2O}) d'une part et (E_{Red}) d'autre part. Ce potentiel correspond à un équilibre réactionnel, pour lequel, la somme des courants de réduction est égale en valeur absolue au courant d'oxydation du réducteur.

Le potentiel mixte commande la cinétique de la réaction de dépôt. Il est fonction des paramètres opératoires des bains chimiques, les plus importants sont : la concentration de

l'ion métallique, la concentration du réducteur, le pH du bain, la température, et les concentrations des différents aditifs.

II.4. Principes du Nickelage chimique

Le nickelage fait partie des dépôts métalliques réalisés à partir de solutions aqueuses ; ils peuvent être divisés en deux groupes :

1. Les dépôts électroniques pour lesquels intervient une source extérieure de courant et où la formation du dépôt est obtenue est grâce à la réduction des ions métalliques présents dans la solution, à l'aide d'électrons provenant d'une anode



2. Les dépôts chimiques pour lesquels la réduction des ions métalliques est réalisée dans la solution même par réduction électrochimique ou chimique et sans apport de

Courant.

Il existe trois possibilités différentes pour réaliser les dépôts sans courant extérieur.

II.4.1 Les procédés par déplacement

Le principe de ce procédé est basé sur l'échange d'électron entre deux métaux M1 et M2 possédant des potentiels électrochimiques différents, comme par exemple le fer qui est moins noble que le nickel.

Si l'on plonge un morceau de fer dans une solution acidifiée de sel nickel, sa surface libère des électrons qui réduisent les ions métalliques Ni^{2+} de la solution en Ni métal qui va se déposer sur le fer, suivant les deux réactions d'oxydo-réduction :



Dès que le fer est entièrement recouvert de nickel, la réaction s'arrête d'elle-même puisque la différence de potentiel s'annule.

Ces procédés ne donnent que des revêtements très minces, d'épaisseur inférieure au micron.

II.4.2 Procédés par contact

Dans ce cas, en plus de deux métaux M1 et M2, un troisième métal M3, moins noble, donc plus électrochimiquement actif que les deux premiers, appelé métal de contact, peut remplir le

rôle de donneur d'électrons. Le zinc par exemple, qui est très électronégatif comme métal de contact.

Bien que le dépôt obtenu soit légèrement plus épais que dans le premier cas, le grand inconvénient de cette méthode est qu'il se forme également un dépôt sur le métal contact, ce qui provoque l'arrêt de la réaction dès que ce dernier est entièrement recouvert.

II.4. 3 Procédés par réduction chimique

Pour ces dépôts, les électrons nécessaires à la réaction sont fournis par un agent réducteur mélangé à une solution de sel du métal à déposer.

Pour le nickel on distingue trois réducteurs principaux :

- L'hypophosphite de sodium
- Les composés du bore
- L'hydrazine ou les sels d'hydrazine.

Les bains de dépôt chimique du nickel sont des solutions aqueuses constituées de ce qui suit : [3]

- Les sels de nickel : se résument dans les sulfates, les chlorures, les sulfamates les acétates... Ils constituent la source du métal à déposer.
- Les agents réducteurs : les plus connus sont l'hypophosphite de sodium ou de potassium, le borohydrure, les amineboranes, et l'hydrazine.
- Les ligands : jouant le rôle de complexants et d'agents tampon, ils sont rajoutés aux bains pour éviter la précipitation d'hydroxydes de nickel.
- Les stabilisateurs : sont rajoutés au bain à de très petites quantités ; (le l'ordre du ppm) et sont classés en quatre groupes : anions organique dipolaires, composés thiourés organiques, les métaux lourds, et les oxydanions.
- Les exaltants : sont des agents mouillants ou brillanters qui peuvent avoir un effet diminuant les contraintes internes du dépôt, ce sont des alcools, gras et des sulfatamat aromatiques.
- Les régulateurs de PH : pour ajuster le PH du bain qu'il soit acide ou basique.

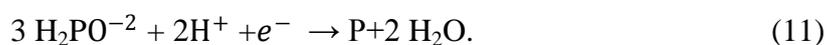
Dans certains dépôts des particules solides non catalytique sont rajoutées aux bains afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques. Dans le cas du nickel il s'agit du PTFE (polyterfluorure- éthylène) des carbures, et du diamant.

II.4.3.1 Nickelage chimique à partir de l'hypophosphite

Les étapes qui conduisent à la formation d'un dépôt de nickel à partir d'hypophosphite est décrite par l'équation bilan suivante:



Cette dernière réaction entraîne une diminution du pH ce qui favorise la formation de phosphore dans le dépôt selon :



Le pH joue un rôle très important dans le processus de nickelage chimique. Lorsque le pH augmente, le dépôt est accéléré, la stabilité du bain diminue ainsi que la teneur en phosphore du dépôt. Ce paramètre est alors réajusté en continu par addition de soude ou d'ammoniaque. La réaction (10) montre aussi que la concentration des ions orthophosphates augmente au cours de la formation du dépôt métallique. Cette augmentation peut entraîner la formation d'un précipité d'orthophosphates de nickel. Pour s'affranchir de cette réaction, des agents complexants du nickel sont ajoutés au milieu réactionnel [4].

II.5 Influence des paramètres expérimental sur les chimiques

Les paramètres qui interviennent dans la procédure de dépôt chimique se résument dans la concentration des différents constituants du bain, la température, le PH et les potentiels rédox.

II.5 .1 Effet du PH

Lors de la réduction des ions nickel en nickel métallique, la concentration en ions H^+ augmente, et donc le pH de la solution diminue. Or, le potentiel $U_{\text{Red/Ox}}$ augmente généralement rapidement lors de la diminution du pH de la solution, ce qui implique une diminution de l'écart $U_{\text{Red/Ox}} - U_{\text{Me/Men}^+}$ et donc une diminution de la vitesse de dépôt. Les bains réduits à l'hypophosphite sont particulièrement sensibles au pH de la solution de dépôt. Pour éviter des variations trop rapides de pH du bain lors des dépôts de nickel chimique, un tampon est généralement utilisé. L'ajustage périodique du pH du bain par ajout d'acide et/ou de base est également fréquemment pratiqué [5].

II.5 .2 Effet de température

La température à une grande influence sur la cinétique des dépôts chimique et à un moindre effet, sur le potentiel mixte qui augmente légèrement avec la température.

Il n'existe pas généralement de dépôts chimiques de nickel en dessous d'une température de 40°C .la vitesse de dépôts augmente avec la température de façon exponentielle .A partir d'une température de 90°C, le bain de nickelage devient instable et il y a réduction du nickel dans la solution, la température optimale est 80°C [6].

II.5 .3 Effet de la concentration en phosphore du bain

Ce paramètre est probablement le plus étudié .Un grand nombre d'auteurs not mis en évidence l'effet d'une augmentation de la concertation en acide phosphoreux sur la teneur en phosphore de l'alliage. Ces auteurs s'accordent de précurseur phosphoreux du bain augmente [7].

II.5.4 Influence de la concentration de l'hypophosphite

En maintenant le PH et les concentrations des constituants du bain constants, il a été trouvé que lorsque la concentration de l'hypophosphite est faible la vitesse de dépôt du nickel en dépend linéairement sur toute la gamme de PH, à des concentrations plus élevées cette vitesse diminue.

Les dépôts de nickel sont blancs et brillants à des concentrations élevées de l'hypophosphite [8] .

Selon la réaction moléculaire pour les dépôts chimique du nickel faut trois molécules d'hypophosphite pour déposer simultanément une molécule du métal, une molécule de phosphate et pour réduire 1.5 molécule d'hydrogène : on définit l'efficacité de l'hypophosphite du point de vue stœchiométrique de la réaction par :

$$\frac{\text{le nombre de moles du métal à déposer} + \left(\frac{3}{2}\right) \text{ nombre de mole de phosphore déposé}}{\text{nombre de moles d'hypophosphite utilisé}}$$

Dans un bain acide 30 à 40 % de l'hypophosphite en utilisé pour réduction du nickel, ce taux augment de façon significative avec PH jusqu'à atteindre 50%

II.5.5 Influence des complexants

Les complexants sont toujours aux bains de dépôt chimiques, ils diminuent le potentiel de réduction du métal selon la réaction :



$$E_{eq} = E_{MLm/M}^0 + \frac{2.3RT}{nF} \log B_m + \frac{2.3RT}{nF} [Mr^{+n}] \quad (13)$$

Où

$E_{MLm/M}^0$ est le potentiel de réduction de la réaction

n : le nombre d'électron mise en jeu

B_m : Constante de stabilité du complexe.

Les complexants ont rôle, dans le bain, d'éviter la précipitation du métal sous forme d'hydroxydes ou sels basiques, ils ont aussi un effet tampon et font croître la durée de vie des bains.

Dans les bains acides, les complexants les plus sont :

- Des hydrocarboxylates : glycolates, lactates, tartrates ...
- Des aminocarboxylates : comme la glycine,
- Des composés aliphatique : acétate, propionate....

Dans les bains basiques les complexants les plus utilisés sont les sels d'ammonium, l'ammoniaque et les pyrophosphates.

La glycine et, l'ammoniaque ont aussi un effet tampon avec l'acide borique. Les citrates sont des complexants forts, leur ajout au bain diminue considérablement la vitesse de réduction.

II.6 Caractéristique des Dépôts

II.6.1 caractéristique mécaniques

II.6.1.2 Dureté

Les dépôts bruts sont structures amorphes. La dureté d'un dépôt nickel – phosphore varie entre 480 et 550 Hv à la sortie du bain. L'examen métallographique révèle la présence de couches alternativement sombres et claires qui correspondent à des concentrations plus ou moins élevée de phosphore. Grâce des traitements thermiques

appropriés, il est possible de faire apparaître des composés qui précipitent finement sous forme de phosphore de Ni_3P Et qui augment la dureté.

Elle peut alors atteindre 1000Hv pour un dépôt nickel_Phosphore, dont la teneur en phosphore est supérieur à 10 %. La précipitation du phosphore en grains fins augmente progressivement avec la température pour se stabiliser vers 400°C ou tout le phosphore est combiné au nickel : la dureté dépend donc de la température, de la durée du traitement thermique et de la composition du dépôt [9].

II.6.1.3 Adhérence

Les dépôts de nickel chimique adhèrent correctement aux surfaces, dès lors que les surfaces soient préalablement préparées. Les résultats sont en tout point comparables à ceux obtenus avec les dépôts électrolytiques du même genre. Ils sont fonction également de la nature du substrat, de son état de surface [10].

II.6.2 Caractéristiques physiques

II.6.2.1 Aspect

Selon le type de bain utilisé, le dépôt peut être mat, semi-brillant ou brillant, l'état de surface initial influence notablement sur le résultat final.

II.6.2.2 Résistance à la corrosion

Le nickel chimique a un comportement satisfaisant en présence de deux des agents atmosphériques et une meilleure résistance que le nickel en présence des acides minéraux non oxydants et en solution aqueuses diluées [11].

REFERENCES

- [1] P.LAVAL, E. FELDER, Caractérisation de l'adhérence des revêtements par indentation normale, matériaux et techniques, volume3, (1993),pp 93_105 .
- [2] G.BENCKMANN, P, GRAU, M.PETZOLD, F.FROEHLICH,A ,représentation of the microhardness distribution and its conséquences for wear prognoses, wear, volume107, Issue3,(1986),pp195- 212 .
- [3] G, UPIT, S.VARCHERNYA, The size effect in the hardness of Crystals, in : the Science of hardness Testing and its resarche applications (Methals park ; okio ; American society for metals), pp274- 290.
- [4] Y. Ben Amor^{1, 2}, I. Frateur¹, P. Mat³ et M. Boualam³, Dépôt chimique de nickel : synthèse bibliographique nickel Electroless plating : a review, *Matériaux & Techniques* c_ EDP Sciences, 2014, page 1 —5
- [5] D. Fatma et M. Djamila, L'effet de pH sur l'électrodéposition d'un dépôt composite Nickel-Cobalt, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKR, Juin 2012.
- [6] P.DAS J.CHIN, plating and surface finishing, vol. 83 ,N°8 ,1996 ?PP.55-61
- [7] A.R.G BRUWN, E, INESON, Expérimental Survey of low- loadhardness testinginstruments-journal of Iron. and Steel Institute, volume169,(1951),pp .376-388.
- [8] L. CADONA et P.CAVALOTTI, Electroless plating I .Electrochimica Metallorum , N°1, Milano1966, pp1-9
- [9] L.LACOURCELLE, dépôt chimique, Les revêtements protecteur dans L'industrie .CAST INTSA. LYNON.1977.PIII
- [10] L.LACOURCELLE, dépôt chimique, Technique de l'ingéniure .PARIS 1995. Ms.P.1565
- [11] M D.AKRETCHE, Elaboration et caractérisation des dépôts bi-couches du nickel Chimique et électrolytique sur acier.

CHAPITER III

Méthodes et techniques expérimentales d'analyses

INTRODUCTION

L'élaboration d'un revêtement métallique quelle que soit sa nature sur un substrat est une manière de séparer ce substrat de son milieu extérieur et de le protéger contre les agressions qui risquent de le détériorer.

Il a été proposé à travers ce travail l'élaboration des dépôts : Nickel_Phosphore, par voie chimique sur des substrats d'acier.

Avant l'opération de nickelage, les échantillons sont soigneusement préparés pour permettre un bon recouvrement et une meilleure adhérence du revêtement. L'élaboration des dépôts a été suivie par une caractérisation métallographique et vis-à-vis la corrosion.

Pour les conditions opératoires (température et temps d'élaboration) sont fixés à (70 et 80C°) pour deux temps (30 et 60min).

III.1. Dispositifs expérimentaux d'élaboration des dépôts

III.1.1. Produits chimiques

Les produits	Formule chimique
Hydroxyde de sodium	NaOH
Carbonate de sodium	(Na ₂ CO ₃)
Méta Silicate de Sodium	(Na ₂ SiO ₃)
Phosphate Trisodique	(Na ₃ PO ₄ , 6H ₂ O)
Acide chlorhydrique	HCl
Acide oxalique	(C ₂ H ₂ O ₄ , 2H ₂ O)
Eaux oxygénée	H ₂ O ₂
Eaux distillée	H ₂ O

Sulfate de nickel	(NiSO ₄ , 6H ₂ O)
Hypophosphite de sodium	(Na H ₂ PO ₂ , 6H ₂ O)
Acétate de sodium	(C ₂ H ₃ NaO ₂)
Tri-citrate de sodium	(C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇)
Acétate de plomb	(Pb (CH ₃ OO) ₂)

III.1.2. Matériaux

III.1.2.1. Substrat utilisé

Comme substrat, nous avons utilisé des plaques rectangulaires de dimensions (5× 1× 0.5 Cm³). Le tableau suivant donne la composition chimique du substrat utilisé (en Pourcentage massique).

Eléments	Fe	C	Si	P	Mn	S	Ni	Cr	Mo	Cu
% massique	98	0.007	0.19	0.01	0.33	0.016	0.02	0.06	0.01	0.07

III .1.3. Modes opératoires

III.1.3.1. Préparation des échantillons

Les revêtements Ni-P ont été élaborés sur les substrats d'acier ayant subi au préalable une préparation de surface spécifique visant à garantir un état de surface reproductible et favorable à une bonne adhésion du revêtement. La préparation consiste en un polissage, dégraissage dans un bain alcalin à température (polissage 20C°pendant 20min et Dégraissage 80 C°) puis d'un décapage dans une solution acide pendant 20 min à une température 35- 35 C° , ces opérations sont toujours suivies à un rinçage avec l'eau distillé.

- **Dégraissage :** le dégraissage a eu lieu à une température de 80C° dans une solution alcane.

Le bain de dégraissage

- ✓ Hydroxyde de sodium (NaOH) 15 g /l
- ✓ Carbonate de sodium (Na₂CO₃) 5 g /l
- ✓ Méta Silicate de Sodium (Na₃SiO₃) 5 g /l

- ✓ Phosphate Trisodique ($\text{Na}_3\text{PO}_4, 6\text{H}_2\text{O}$) 5 g /l
- **Décapage** : cette étape a pour but l'activation et l'élimination des couches d'oxydes de la surface du substrat .Elle est réalisée dans un solution d'acide de chlorhydrique (37%, $d=1.1$) d'une concentration de 0.0816 mol /l pendant 20 min et à une température Variant entre 35 et 45°C.
- **Polissage** : il est destiné à faire disparaître les sillons .Dans le cas présent il a été fait généralement à des surface propres, lisses et d'aspect brillant .Dans le cas présent il été fait chimiquement par l'immersion dans la composition et les conditions suivantes :
 - ✓ Acide oxalique ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4, 2\text{H}_2\text{O}$) 10g /l
 - ✓ Eaux oxygénée 15ml
 - ✓ Eaux distillée 714ml
 - ✓ Température 20C°
 - ✓ Temps 20min

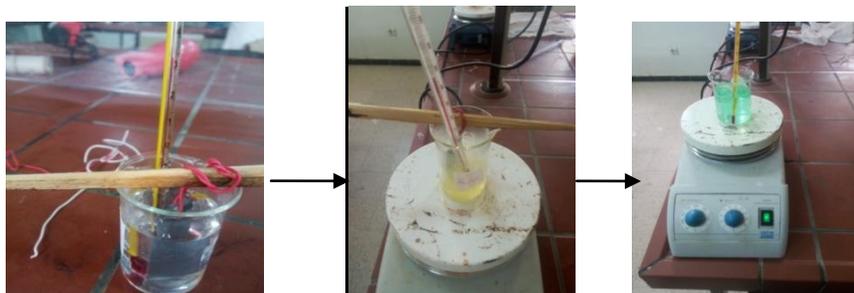
III.1.3.2 Revêtement chimique

Les dépôt chimique ont été réalisés à des température de (70-80 C°) pendant (30-60minutes) .

Avec agitation et dans un bain contenant la composition suivant :

- ✓ Sulfate de nickel ($\text{NiSO}_4, 6\text{H}_2\text{O}$) 10 g/l
- ✓ Hypophosphite de sodium ($\text{Na}_2 \text{H}_2 \text{PO}_2, 6\text{H}_2\text{O}$) 10g /l
- ✓ Acétate de sodium ($\text{C}_2 \text{H}_3\text{NaO}_2$) 10 g/l
- ✓ Tri-citrate de sodium ($\text{C}_6 \text{H}_5 \text{Na}_3\text{O}_7$) 3.5 g/l
- ✓ Acétate de plomb ($\text{Pb} (\text{CH}_3\text{OO})_2$) 0.002 g/l

L'ensemble des étapes de préparation de surface et illustré sur la figure



Dégraissage

Décapage

revêtement chimique

Figure III.1 : Etapes de préparation de surface du substrat

III .2 Caractérisation des revêtements

III.2.1 caractérisation métallographique

A. L'adhérence

La mesure de la qualité l'adhérence des couches Electrodéposés a été effectuée par la méthode du choc thermique. Ces tests de choc thermique pour différentes couches nous amène à conclure que ces revêtements ont une très bon adhérence. [1]

Les tests d'adhérence ont été réalisés par des chocs thermiques. L'échantillon est maintenu à une température de 250C° Pendant une heure, puis subit une trempe dans de l'eau la température ambiante. L'apparition de cloques est un signe de mauvaise adhérence.

B. Microscopie électronique à balayage(MEB)

Un microscope électronique à balayage fournit des informations sous forme d'images lumineuses, résultant de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec un volume microscopique de l'échantillon.

Le MEB se compose :

- D'une colonne optique à électrons.
- D'un circuit de vide
- D'une partie électronique.

La colonne est remarquablement courte, étant donné qu'il n'y a que trois lentilles pour focaliser les électrons en une sonde fine sur l'échantillon. Et qu'il n'y a pas d'autres lentilles sous ce dernier. En revanche, la chambre échantillon est plus grande, du fait que le MEB

N'impose aucune limite au format de l'échantillon, si ce n'est celui de la chambre. La partie électronique contient les circuits de balayage et d'affichage. De surcroît, les blocs d'alimentation des lentilles et de haute tension sont sensiblement moins encombrants L'interaction du faisceau d'électrons et le volume micrométrique de l'échantillon donne naissance d'autres électrons d'énergies différentes, tels que les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés, les rayons X... etc. La collecte des électrons secondaires à l'aide d'un détecteur permet de former une image donnant la topographie du dépôt obtenu.[2]

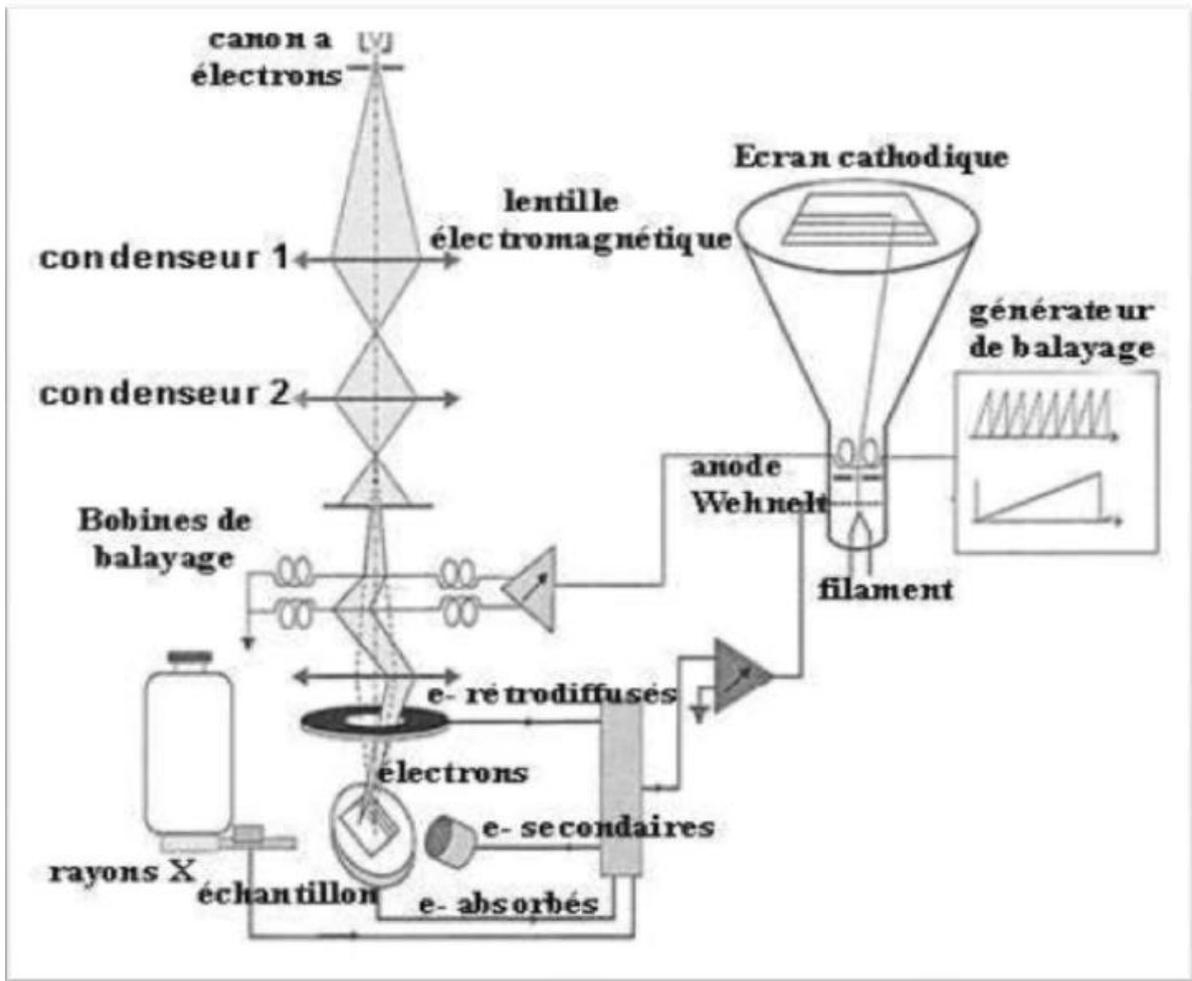


Figure III.2: Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage

Dans notre travail, nous avons utilisé l'appareil de type «JEOL-DAC microscope électronique à balayage ».

C. Microscopie optique (MO)

Les sections polies de matériau sont observées à l'aide d'un microscope optique, équipé du contraste de Normaski, les images sont acquises numériquement. Son intérêt est double, suivant l'agrandissement de l'optique choisi (de 100 à 2000 fois) : d'une part ,l'agencement des renfort et les défauts structuraux (fissures) sont observés d'un faible et moyen grandissement ,d'autre part ,la morphologie et la texture des renforts et des précipités et secondes phases de la matrice sont révélées d'un fort agrandissement .

Les zones potentielles d'études de l'évolution de la corrosion en surface du matériau sont d'abord choisies au microscope optique. Une observation plus fine au microscope

électronique à balayage permet de sélectionner finalement les surfaces à étudier d'après divers paramètres microstructuraux. [1]



Figure III 3 : Schéma de montage de microscope optique

D. Diffractions des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode d'identification des phases cristallines. Elle donne des informations sur la pureté, la cristallinité et la valeur des paramètres cristallographiques.

Le principe d'analyse repose sur la diffraction des rayons X monochromatiques par les plans atomiques des cristaux du matériau étudié. La diffraction aura lieu seulement dans les matériaux cristallisés et lorsque la relation de Bragg est vérifiée :

$$2 d (\text{hkl}) \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

Avec :

d (hkl): Distance interréticulaire du plan cristallographique correspondant, c'est-à-dire distance séparant les plans d'indice (hkl),

θ : Angle d'incidence des rayons X sur la surface du matériau étudié,

n : Ordre de la réfraction,

λ : Longueur d'onde du faisceau de rayons X

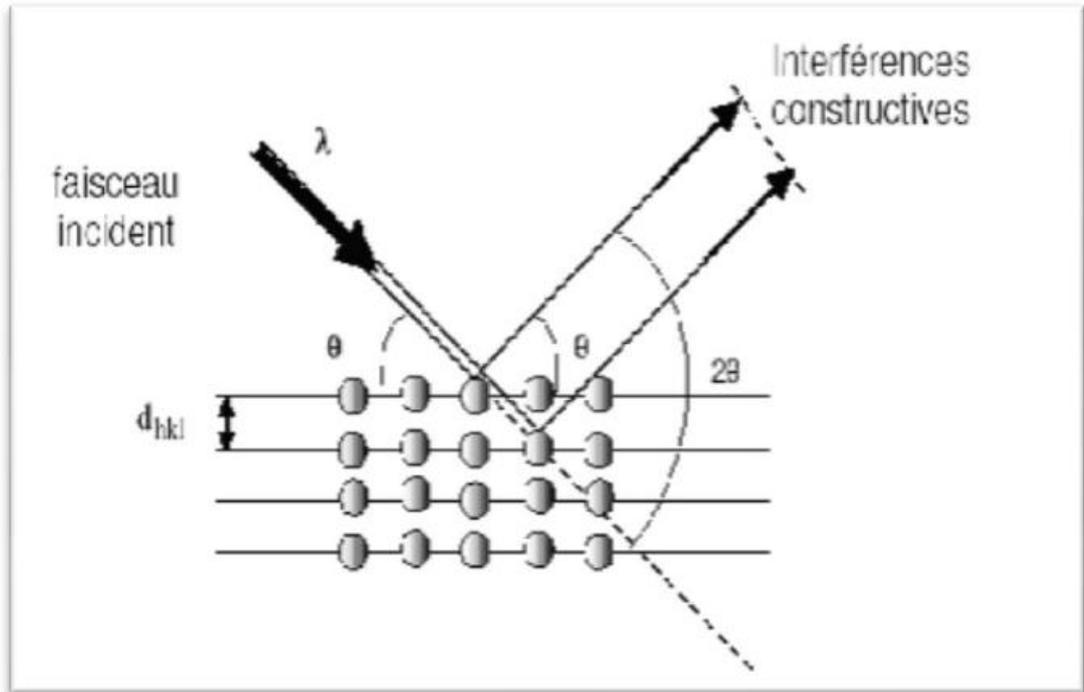


Figure III .4 : Famille de plans cristallins en condition de Bragge

L'ensemble des diagrammes de diffraction a été réalisé sur un Bruker diffractomètre Si (D8 modèle Advance).

Ce diffractomètre est caractérisé par : les rayons X ont été produits à partir d'une source de radiation $\text{CuK}\alpha$ -rayonnement, ayant une longueur d'onde de $1,541838 \text{ \AA}$, avec une tension d'accélération de $V= 40 \text{ kV}$ et un courant de $I= 40 \text{ mA}$. [3]

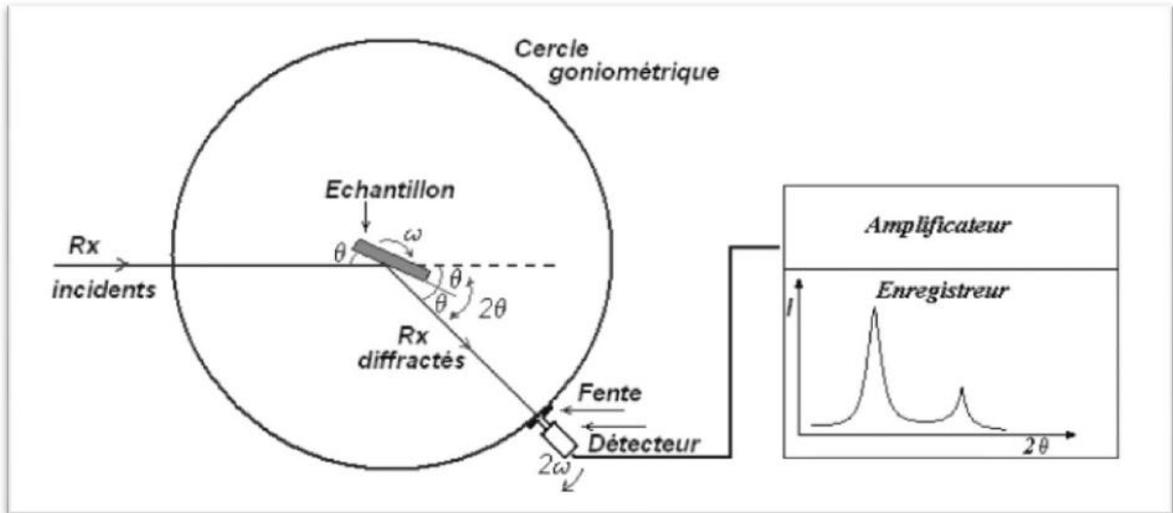


Figure III.5 : principe d'une diffraction à deux cercles

E. La dureté

La détermination de la microdureté a été réalisée suivant les normes NF A 91 118 et ISO 4516 sur un appareil de type «HWDM» relié à un ordinateur muni d'un logiciel de mesure type «C.A.M.S» dont le pénétrateur est du type Vickers. Le dispositif est photographié sur la figure III.5

Les essais de dureté ont été effectués sous une charge de 25 g, l'indice de microdureté est donné par l'expression :

$$H = \frac{\left(2P \sin \frac{x}{2}\right)}{d^2} = \frac{1.854 \cdot P}{d^2}$$

X : l'angle au sommet de la pyramide

P : la charge en grammes

D : la moyenne arithmétique des deux diagonales de l'empreinte en micromètre



Figure III.6 : dispositif utilisé pour la mesure de la microdureté

III. 3 Caractérisation VIS- à -vis de la corrosion

Ain de confirmer notre étude les tetes de corrosion on été effectués en utilisant déférente méthode.

III.3.1 Suivre du potentiel d'abandon en fonction du temps

Avant de se stabilises et d'atteindre une valeur fixe, le potentiel de corrosion d'un matériau plongé dans un solution subit en fonction du temps, différentes variation relatives aux phénomènes interfaciaux qui peuvent avoir lieu. Ces variations peuvent être aussi dues à la fonction de composés insolubles ou au dégagement de gaz. La figure III .6 donne les différentes variations possibles d'évolution des courbes $E=f(t)$.

La courbe (a) montre un potentiel qui augment avec le temps jusqu'à stabilisation ceci traduit la formation d'une couche passive de composés insoluble qui protège le métal, c'es la passivation. la courbe (b) relative à une diminution de potentiel correspond à une attaque corrosive du matériau. La courbe (c) indique une passivation suivie d'une attaque et la courbe '(d) une attaque suivie d'une passivation. [4]

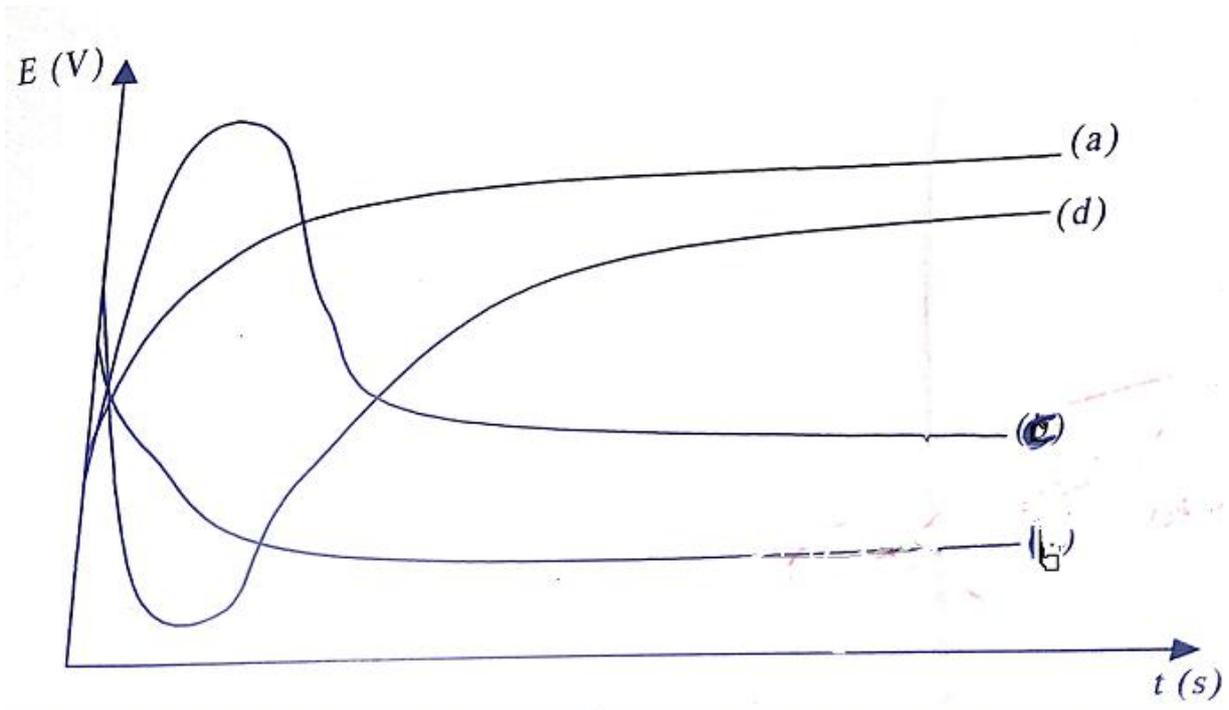


Figure III.7 : différent variation du potentiel de corrosion

III.3.3. Dispositif expérimental

Le montage expérimental utilisé pour l'étude électrochimique est constitué d'un potentiostat_galvanostat de type AMEL 5000 d'un bain thermostaté, constitué d'un bac rempli d'eau distillée, d'une résistance et chauffante et thermomètre de contact permettant de contrôler la température. La cellule de mesure électrochimique utilisée est en verre pyrex, à double paroi permettant la circulation d'un liquide caloporteur assurant ainsi le contrôle de la température de la circulation d'un liquide caloporteur assurant ainsi le contrôle de la température de la solution. Cellule est de forme cylindrique, d'une contenance de 100 ml, dotée d'une :

- Electrode de travail,
- Electrode de référence au calomel saturée

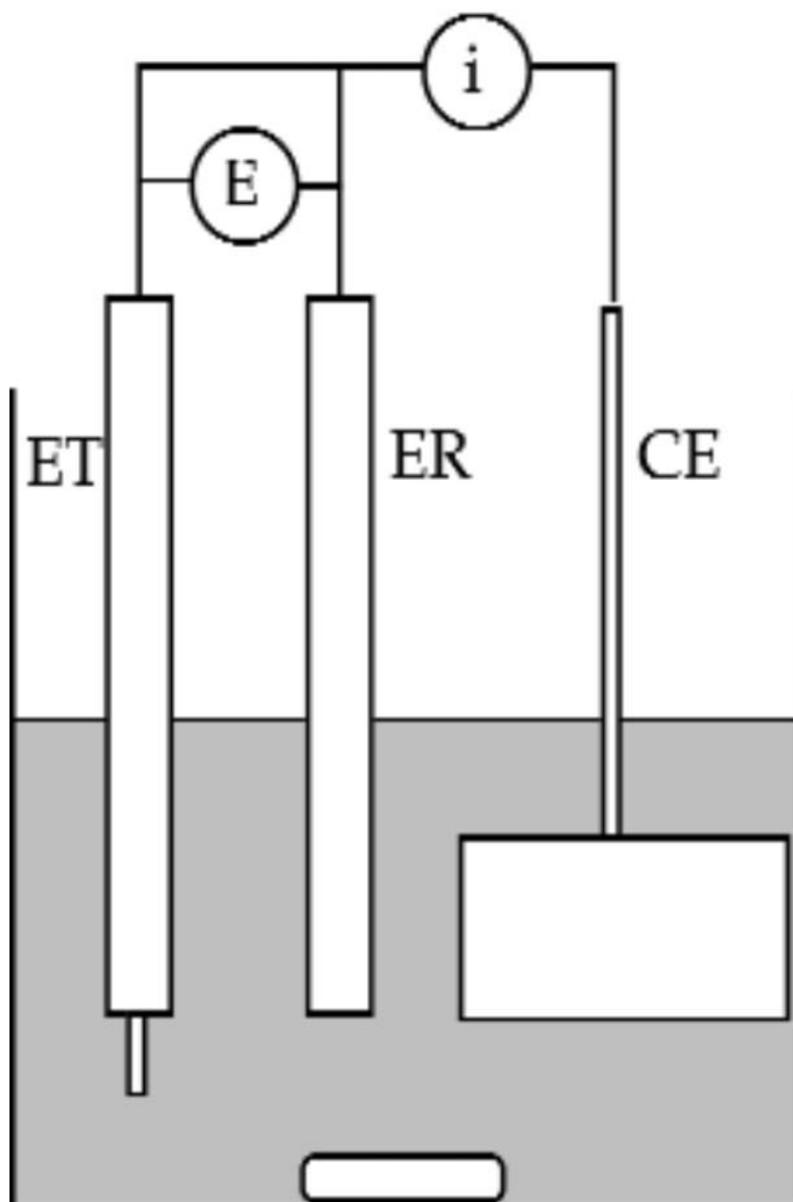


Figure III.8 : schéma de potentiostat

REFERANCE

- [1] B. A. ABDERREZAK. Juin 2015. L'effet de densité électrodéposition dépôt Composite Zinc-Cobalt. *Mémoire* Master, Université Mohamed Khider Biskra.
- [2] Z. Madjeda .Juin 2016. Elaboration et caractérisation des dépôts composite Cu/WC Electrodeposités. *Mémoire* Master, Université Mohamed Khider_Biskra.
- [3] S. Hariech. (2009). « Elaboration et caractérisation des couches minces de Sulfure de cadmium(CdS) préparées par bain chimique (CBD), Thèse magister, université Constantine
- [4] E.GUETTAF .TEMAM . 2015. élaboration et caractérisation des revêtements de Nickel et de ses composites Ni /Mo élaborés par vois électrolytique en présente d'inhibiteur de corrosion, thèse doctorat Université Mohamed Khider_Biskra.

CHAPTER IV

Résultats expérimentaux et discussion

Les résultats obtenus sont seulement fonction de deux paramètres qui sont le temps de traitements et la température du bain.

Expérimentalement et selon la littérature, les dépôts chimiques de Nickel sont réalisables dans l'intervalle de température 40 à 98 C°. Dans le présent travail, deux températures sont choisies : 70 et 80 C° ; pour chacune, deux séries d'expériences ont été effectuées selon le temps de traitements 30 et 60 minutes.

Il a été constaté que la réduction du nickel est très faible en dessous de 70 C°. A partir de 80 C°, le dégagement d'hydrogène est important sur toute la surface de la pièce à traiter.

IV.1 Caractérisation métallographique des revêtements nickel- phosphore

IV.1.1 Epaisseur et adhérence

Les tests au choc thermique pour l'ensemble des dépôts élaborés mettent en évidence une très bonne adhérence. Par le fait, qu'aucun écaillage n'a été observé. Les coupes métallographiques effectuées sur l'ensemble des échantillons montrent une bonne uniformité des revêtements obtenus. Un exemple est illustré par la photographie de la figure IV.1

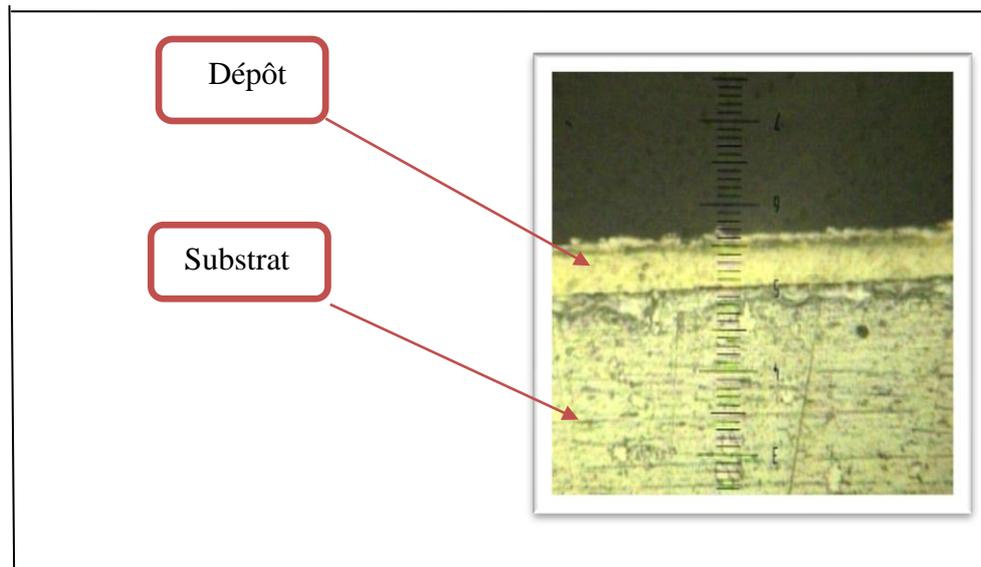


Figure IV .1 : Coupe métallographique d'un dépôt de Ni-P, obtenus à 80°C et 60minutes (grossissement200X).

Les résultats relatifs aux variations de l'épaisseur en fonction du temps et de la température de traitement sont résumés dans l'histogramme de la figure V.2.

Il est à constater que l'épaisseur augmente avec le temps et la température de traitement pour l'ensemble des dépôts réalisés.

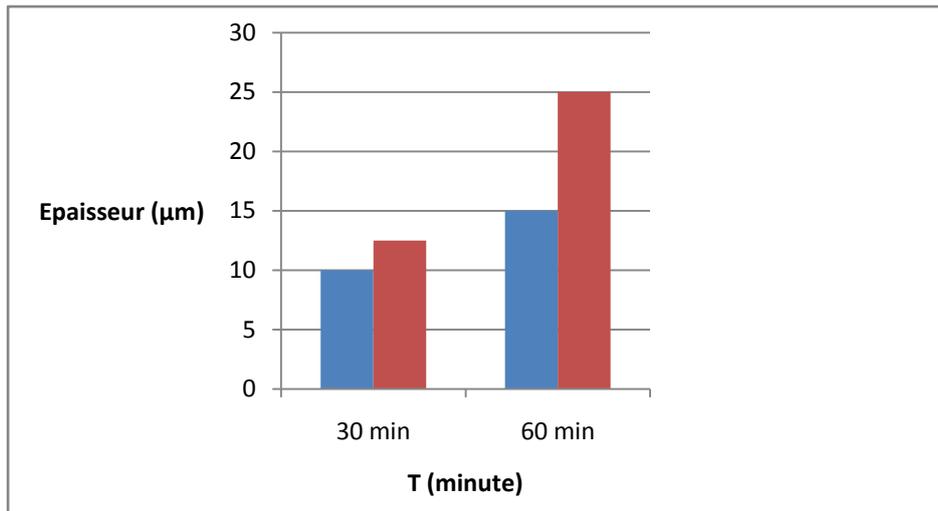


Figure IV.2 : Evolution de l'épaisseur des dépôts de nickel chimique.

Pour la même température, l'augmentation du temps de traitement fait croître la valeur de l'épaisseur du dépôt. Entre 70 et 80°C, l'épaisseur augmente réversiblement pour tous les temps de traitement considérés. Cet aspect fait ressortir l'effet de la température sur la cinétique de réduction. En effet, le maximum en épaisseur est atteint à 80°C à un temps de 60 minutes environ 25μm.

IV.1.2 Microdureté

Les résultats relatifs aux valeurs des microduretés des revêtements de nickel sont résumés par les courbes de la figure IV.3.

Les revêtements élaborés à 80°C présentent des microduretés qui croissent en fonction du temps de traitements. Autrement, plus l'épaisseur augmente plus la microdureté augmente.

Il est à noter que le maximum des microduretés est obtenu pour les dépôts élaborés à 80°C principalement pour un temps de traitement de 60 minutes.

Les valeurs des microduretés correspondantes aux épaisseurs inférieures ou égales à 10 μm n'ont pas pu être relevées du fait que la taille de l'inventeur utilisée dans ce cas se trouve dans les mêmes dimensions.

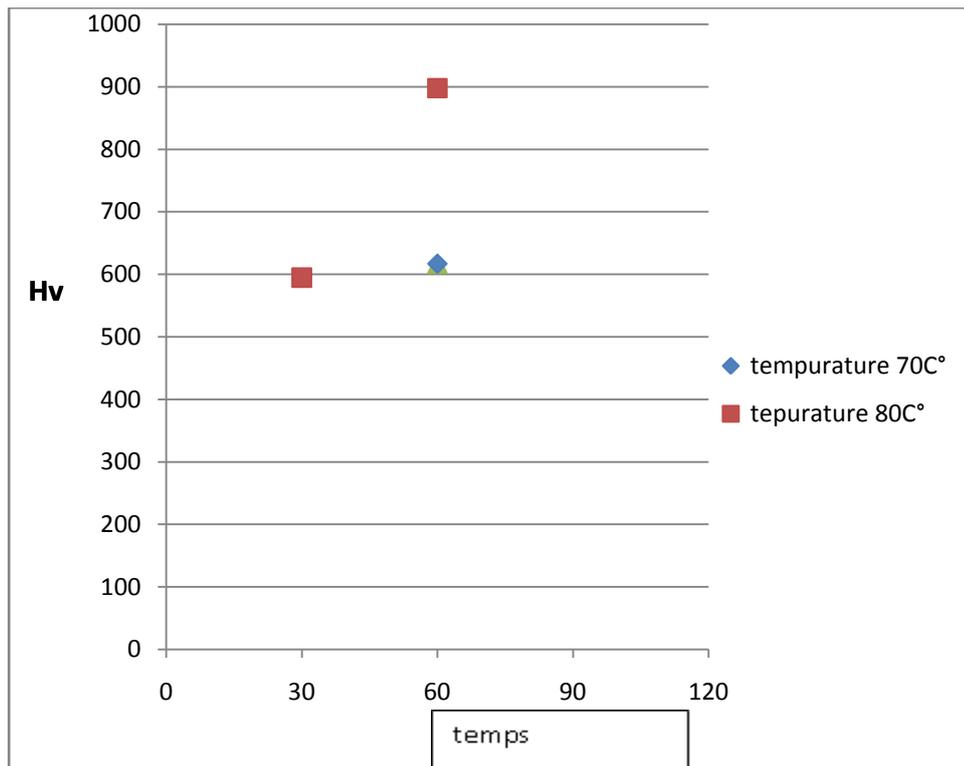


Figure IV.3 : Evolution de la microdureté des dépôts de nickel chimique.

L'ensemble des résultats obtenus en termes d'épaisseurs et de microduretés sont résumés dans le tableau IV.1.

Tableau IV.1 : valeurs des épaisseurs et des microduretés en fonction de La température et du temps de traitement.

Température (°C)	Temps (min)	Epaisseur (µm)	Microdureté (H _v)
70	30	10	-
	60	15	617
80	30	12.5	595
	60	25	898

IV.1.3 Morphologie et composition chimique

Les examens superficiels au microscope électronique à balayage (MEB) confirment l'uniformité du recouvrement de la surface par le nickel pour toutes les températures et les durées de traitement. La surface semble plus lisse et d'une structure plus fine, la présence d'une certaine microporosité reste apparente bien que sa taille soit faible.

Le meilleur aspect est obtenu pour la température de 80 C°, pour laquelle, il est constaté une croissance uniforme du dépôt comme le montre l'exemple de la photographie donné par la figure IV.4.

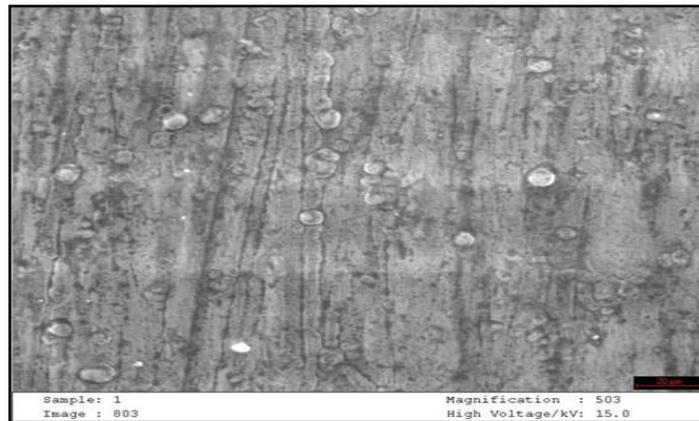


Figure IV.4 : Examen superficiel au MEB d'un dépôt Ni-P (80C°,60min)

Les analyses EDAX effectuées au microscope électronique à balayage, révèlent la présence du phosphore à des quantités importantes, un exemple d'examen est donné par le spectre de la figure IV.5.

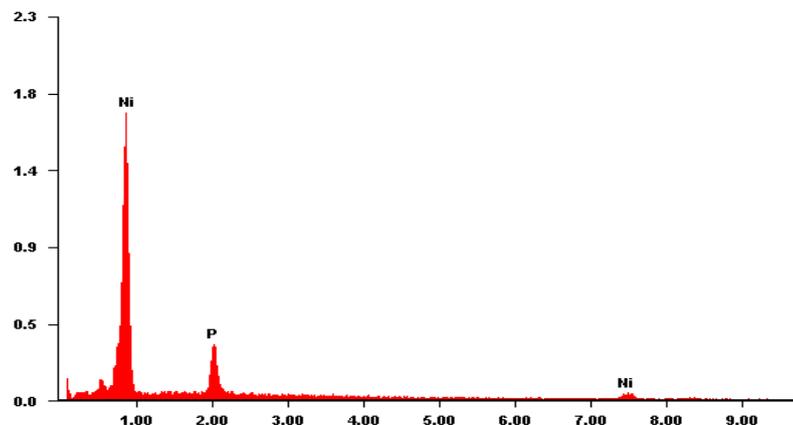


Figure IV.5 : Examen d'analyse superficielles EDAX d'un dépôt Ni-P (80C°, 60 minutes)

IV.2 Comportement Vis-à-vis de la corrosion

L'étude du comportement à la corrosion a été menée dans le milieu NaCl 30 g/l aéré. Les techniques utilisées à cet effet sont le suivi des potentiels d'abandon en fonction du temps ($E=f(t)$) et les tracés des courbes de polarisation ($I = f(E)$), les essais menés dans cette partie permettent d'estimer d'une manière globale la tenue à la corrosion, on se basant surtout sur les densités de courant de corrosion déterminées à partir des courbes intensité-potentiel.

Ces deux expériences ($E=f(t)$) et ($I = f(E)$) ont été faits en fonction du temps et de la température d'élaboration du dépôt Ni-P.

Avant tout, il est important d'exposer les résultats relatifs au comportement de l'acier. Ceci permet de les considérer comme référence dans l'appréciation de la résistance à la corrosion des dépôts testés. Du point de vue potentiel, l'équilibre de l'acier dans la solution de travail, s'établit vers (- 615 mV) par rapport à l'électrode au calomel saturé (ECS), alors que la densité de courant relevée de la courbe $E = f(\log i)$ est de $22 \mu\text{A}/\text{cm}^2$.

Il est à remarquer que les potentiels d'abandon des dépôts chimiques sont situés entre le potentiel de l'acier (- 615 mV) et celui de nickel pur (- 248 mV). Il est clair que l'application d'un dépôt chimique de nickel améliore le comportement de l'acier par l'anoblissement de son potentiel et une forte diminution de la densité de courant de corrosion. Un exemple est donné par les courbes potentiel-temps et intensité-potentiel des figures IV.6, et IV.7. Les courbes obtenues avec les revêtements de nickel sont résumées en annexe 2.

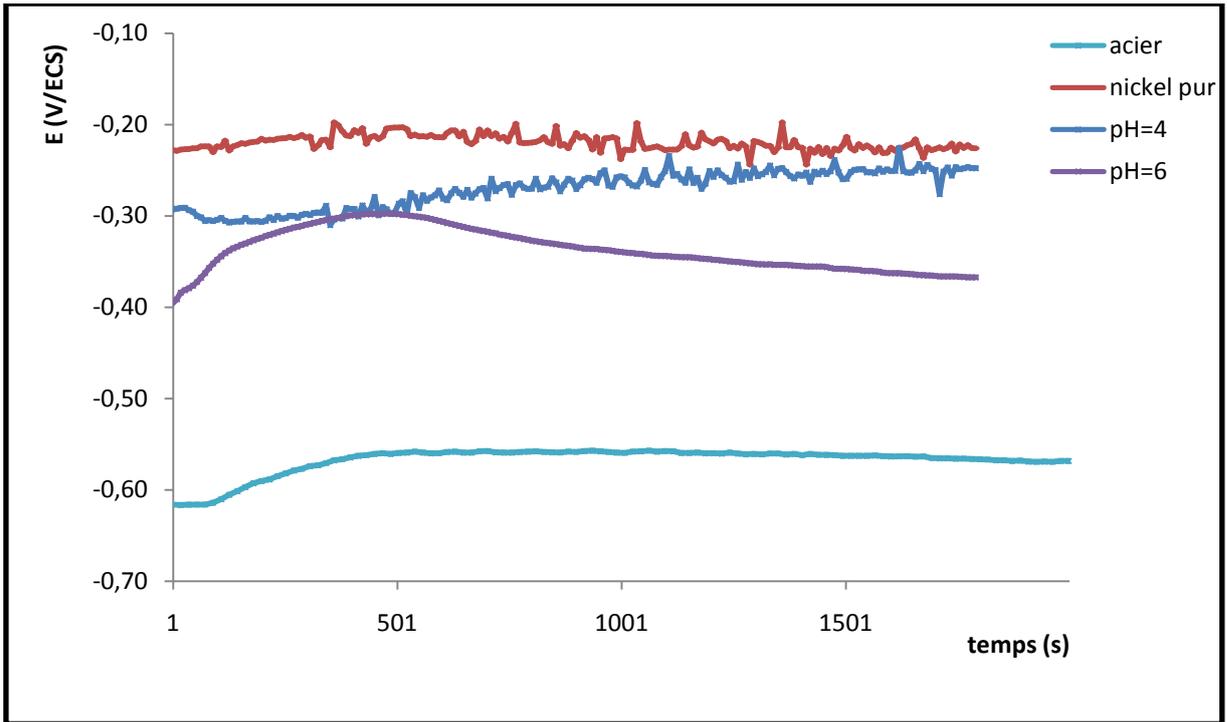


Figure IV.6 : Exemple de courbes $E = f(t)$ illustrant le comportement des dépôts de nickel élaborés à 60min.

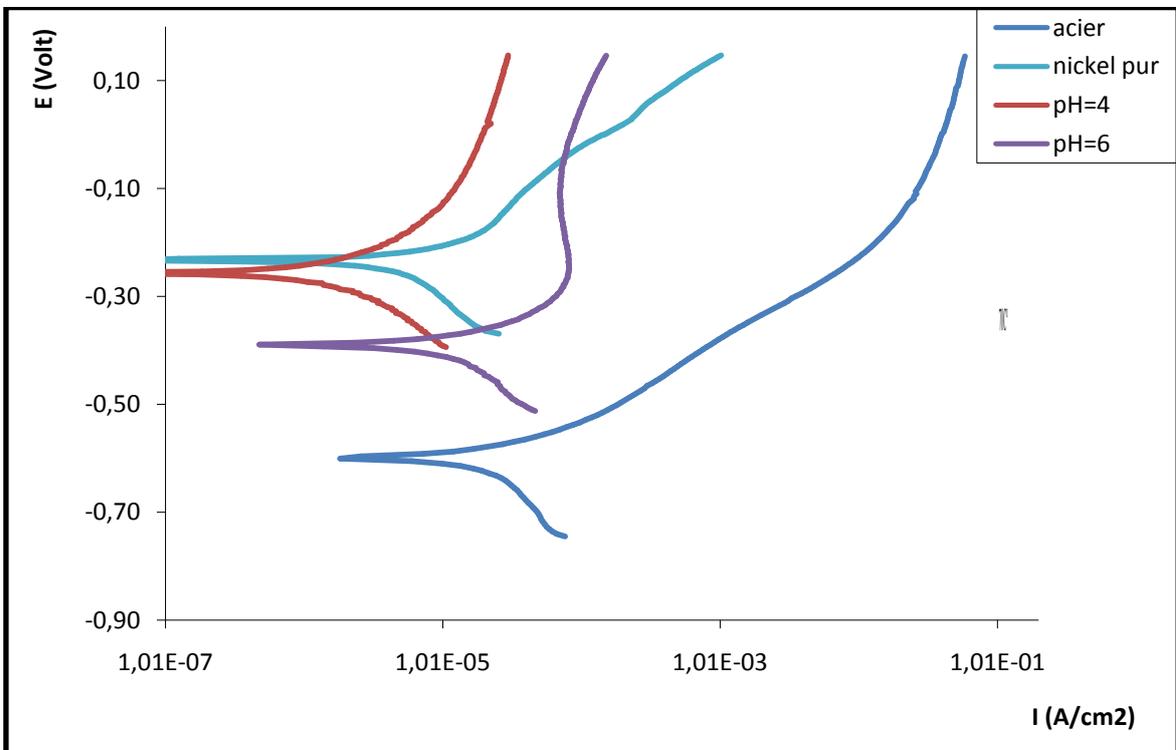


Figure IV.7: Exemple de courbes intensité-potentiel illustrant le comportement des dépôts de nickel élaborés à 60min.

L'analyse de ses résultats, montre que les dépôts de nickel présentent pratiquement des densités de courant de corrosion de même ordre de grandeur ($\leq 1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$), et ce quel que soit la température et le temps d'élaboration. Ceci est probablement dû à l'incorporation du phosphore dans les dépôts.

Les revêtements obtenus à la température de 70C° , sont du point de vu potentiel proche de l'acier lorsque l'épaisseur est $10\mu\text{m}$ ($t = 30 \text{ min}$). Pour la même température, la noblesse diminue légèrement lorsque l'épaisseur augmente (quand le temps augmente), mais les potentiels enregistrés restent loin de celui de l'acier.

En effet, à l'exception des revêtements élaborés à 80C° , qui présentent des potentiels de corrosion proches de celui de nickel pur ($- 256\text{mV}/ \text{ECS}$), avec des densités de courant de corrosion ($i_{\text{corr.}}$) plus faibles ($0.7 \mu\text{A}/\text{cm}^2$).

Conclusion générale

L'ensemble des travaux réalisés et présentés dans ce mémoire vise d'une part la protection de l'acier contre les effets néfastes de la corrosion par déposition chimique de nickel et d'autre part l'étude de comportement électrochimique de ces dépôts contre la résistance à la corrosion.

A cet effet, le procédé pratiqué sans utilisation de source extérieure de courant, et permet la réalisation des dépôts d'alliage Nickel-phosphore par réduction catalytique d'hypophosphite de sodium.

Les paramètres prise en considération dans ce travail sont la température, le temps de traitement et la densité de courant.

Les températures de travail ont été fixées à (70 et 80 C°), et pour chaque température deux durées de traitement sont retenus à savoir (30 et 60 min).

La synthèse de l'ensemble des résultats obtenus permet de dégager les constatations suivantes :

- Les dépôts élaborés sont adhérents et uniformes. Pour une température constante, l'épaisseur augmente avec le temps du traitement ; le maximum atteint de cette grandeur étant de 25 μ m, pour une température de 80C° et après une heure de traitement.
- Les valeurs de la microdureté des dépôts de nickel chimique sont supérieures à celle de l'acier, cette grandeur augmente avec le temps de traitement pour chaque température ; elle marque son maximum de 898Hv à 80°C et pour une durées de 60minute.
- L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) montre que la surface présente une certaine microporosité. L'analyse EDAX donne la présence du phosphore dans les dépôts avec un taux remarquable.
- Du point de vue de corrosion, l'application d'un revêtement de nickel améliore le courant de corrosion de l'acier. Les dépôts de nickel présentent pratiquement la même densité de courant de corrosion quelle que soit la température d'élaboration.

En perspective de ce travail, il serait intéressant de compléter les résultats obtenus dans cette étude par l'incorporation de quelques éléments (tungstène, talc, ...) dans la matrice du nickel, par des essais d'usure et par des expériences relatives à une caractérisation magnétique, sachant que les dépôts de Nickel chimique présentent des propriétés spécifiques intéressantes dans ces domaines.

Etudier l'influence de quelques paramètres sur ce type de revêtements (concentration du phosphore, l'effet du pH du bain, et traitement thermique,etc.)

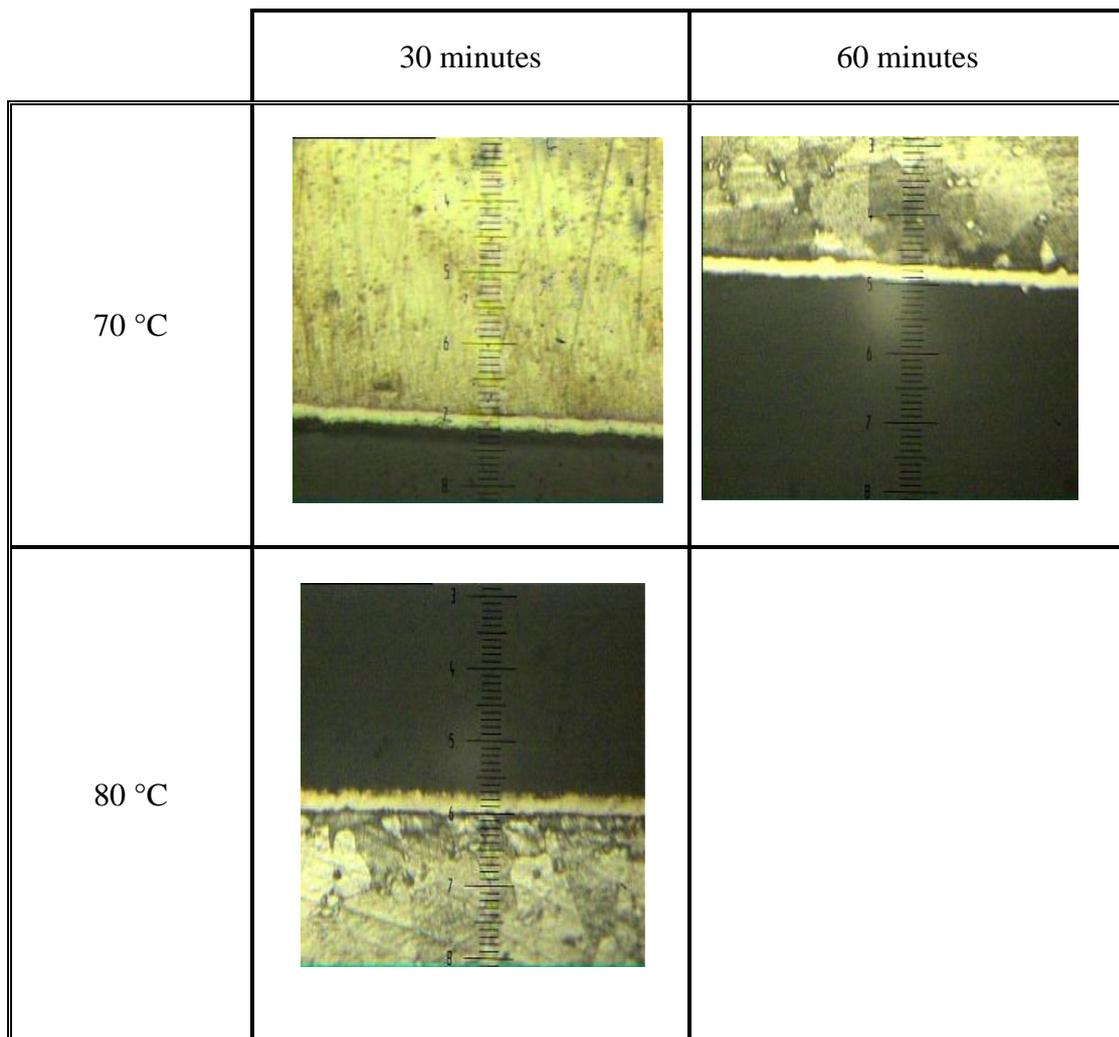


Figure 1 : Coupes métallographiques du dépôt de nickel chimique.

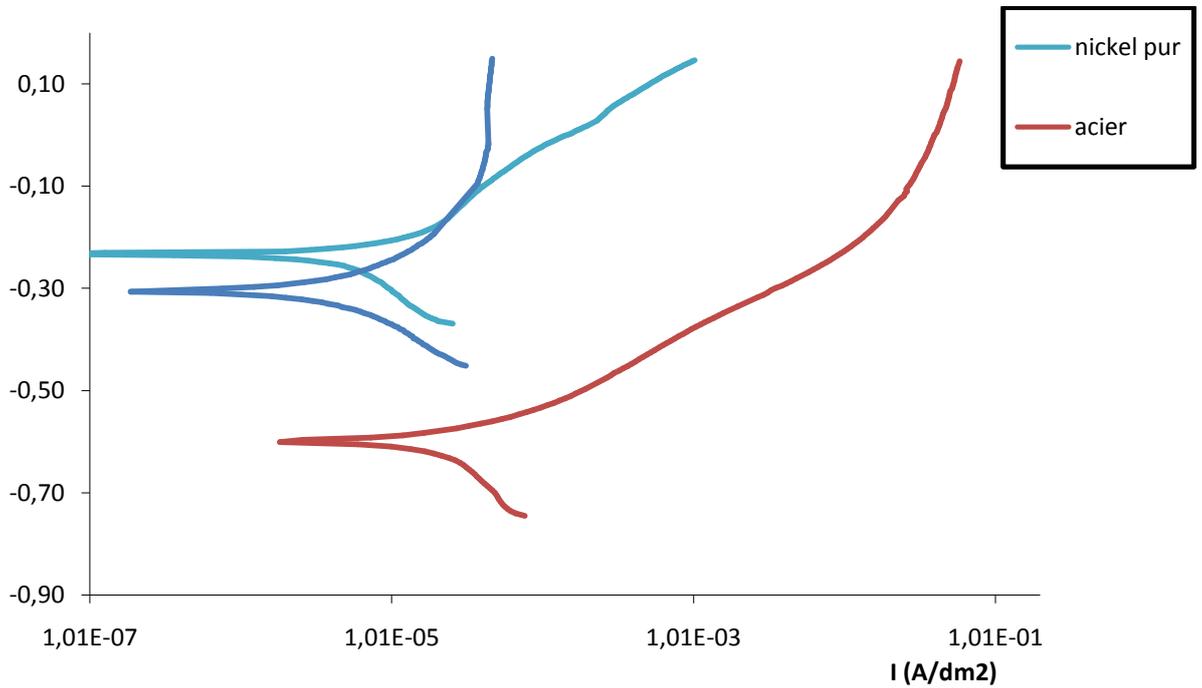


figure1: Courbe intensité-potential relatives aux revêtements de nickel élaboré suracier à 80°C après 30 minute de traitement.

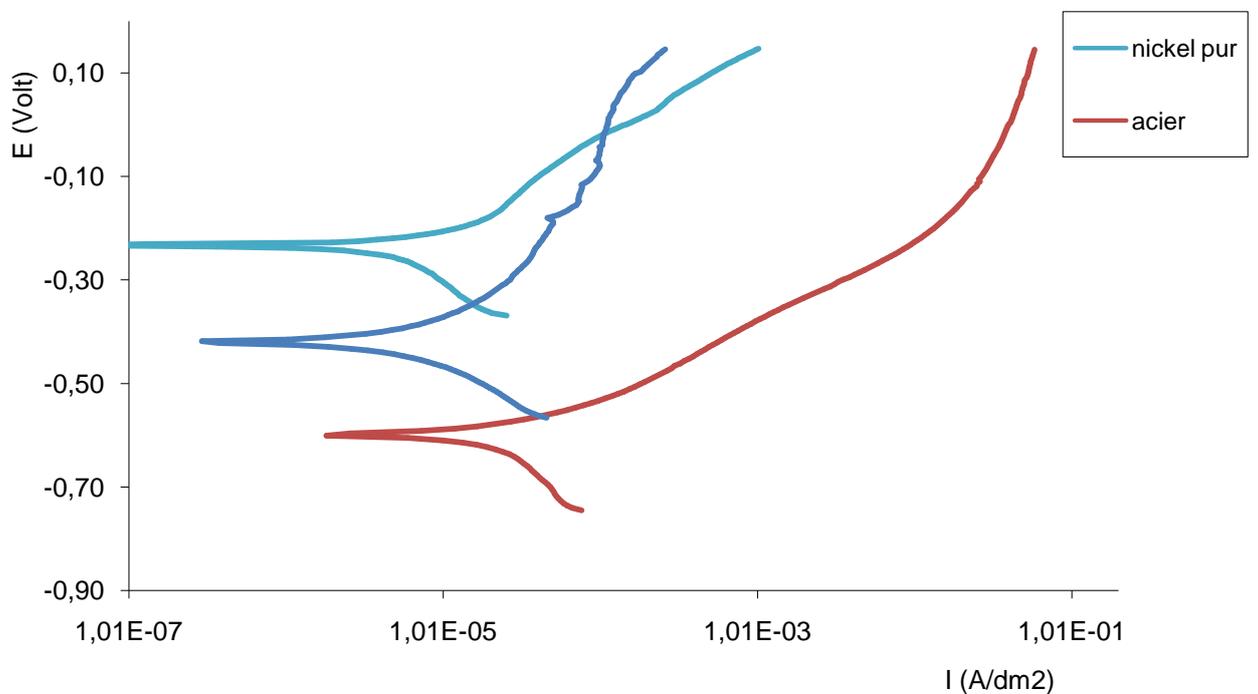


Figure2 : Courbe intensité-potential relatives aux revêtements de nickel élaboré suracier à 70°C après 30 minute de traitement.

Résumé

L'objectif e ce travail étant e des revêtement mono et bi-couches e Nickel sur des substrats d'acier de nuance A33 ; par l'emploi de la technique et électrolytique . Les différentes couches obtenues ont été caractérisées par des examens au microscope optique et électronique à balayage ;et par l'utilisation des techniques électrochimique ;afin de mesurer la résistance à la corrosion en milieu NaCl 30g/l aéré .

Abstract

The aim of this work consists to elaborate mono and layers coating of nickel on Steel A33 by electroless and électrodéposition procedure.The various layers obtained were characterized by Optical microscopy and scanning electronic microscopy an the measure of corrosion resistance in 30g/l NaCL aerated solution.