

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE DE BATNA 2
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THÈSE

Présentée pour l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences

Spécialité : MECANIQUE

Option : SCIENCE DES MATERIAUX

Par

Imane REZGUI

THÈME

Détermination de Paramètres Optimums des Dépôts Composites Ni-Al₂O₃ pour une Amélioration de la Résistance à la Corrosion

Soutenue publiquement le / / 2018 devant le jury:

ABBASSI Ammar	Professeur	Université de Batna 2	Président
MIHI Abdelkader	Professeur	Université de Batna 2	Rapporteur
DJEBAILI Hamid	Professeur	Université de Khenchela	Examineur
CHALA Abdelouahed	Professeur	Université de Biskra	Examineur
BENTEMAM Hachemi	Professeur	Université de Biskra	Examineur
REBIAI Cherif	M.C.A.	Université de Batna 2	Examineur

Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier mon encadreur Pr. A.MIHI d'avoir accepté de diriger ce travail et d'avoir mis à ma disposition tous les moyens qui m'ont permis de mener à terme cette étude et aussi pour ses précieux conseils et ses encouragements.

Je tiens aussi à remercier Pr. A. ABBASSI pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail ainsi que pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant le jury.

Mes remerciements vont également aux: Pr. H. DJEBAILI, Pr. A. CHALA, Pr. H. BENTEMAM et Dr. C. REBIAI pour avoir accepté d'évaluer ce travail et d'en faire partie du jury de soutenance.

Mes remerciements s'adressent également à tous ce qui m'ont aidé et m'ont permis de faire aboutir ce travail, en particulier: Dr. M. NAAOUN pour son soutien durant la réalisation des dépôts et des essais, sans oublier le concours de Dr. BOUZEGHAYA NORA, de Mr. A. Tabchouche chef du département de génie des procédés de l'université Kasdi Merbah de Ouargla et aussi du Pr. Dj. Zerrouki directeur du laboratoire dynamique interaction et réactivités des systèmes, de l'université de Ouargla.

Je tiens également à exprimer ma sincère reconnaissance au Dr. M. Abdelkrim et Mr. A. Gherfi de l'université Kasdi Merbah de Ouargla, ainsi qu'au Pr. G. Brabie de l'université Vasile Alecsandri de Bacau Roumanie pour le grand intérêt qu'ils ont porté à cette recherche.

Enfin, mes remerciements vont tout particulièrement à mon époux Dr. BELLOUFI Abderrahim pour son apport inconditionnel et sans lequel cette thèse n'aurait jamais pu être mené à terme.

Table des Matières

Introduction Générale.....	1
Chapitre I	
Synthèse bibliographique	
I.1 Introduction.....	4
I.2 Dépôts composites	4
I.3 L'électrodéposition	5
I.3.1 Définition du processus de co-dépôtition	5
I.3.2 Mécanismes du processus de co-dépôtition	6
I.4 Dépôts composite à base de Ni	8
I.4.1 Électrodéposition de nickel	9
I.4.2 Propriétés des revêtements composites à base de nickel	9
I.4.3 Revêtements composites Ni-Al ₂ O ₃	13
I.4.4 Applications des revêtements composites Ni-Al ₂ O ₃	15
I.5 Paramètres affectant le processus d'électrodéposition	15
I.5.1 Caractéristiques des particules	16
I.5.2 Température.....	16
I.5.3 Additifs	18
I.5.4 Composition du bain et pH	18
I.5.5 Agitation	21
I.5.6 Concentration en céramique	23
I.5.7 Densité de courant	23
I.5.8 Solvants	25
I.5.9 Champ magnétique	27
I.5.10 Rapport cyclique	27

I.6 Conclusion.....	29
---------------------	----

Chapitre II**Procédure expérimentale**

II.1 Introduction	30
II.2 Description du matériel utilisé	30
II.2.1 Le substrat utilisé	30
II.2.2 Bain électrolytique.....	30
II.2.3 Générateur de courant	31
II.2.4 Cellule électrochimique pour la co-déposition	31
II.2.5 Potentiostat.....	31
II.2.6 Cellule électrochimique pour la polarisation	32
II.2.7 Oxyde d'aluminium	32
II.2.8 Ordinateur	33
II.2.9 Préparation des essais	33
II.3 Les essais d'électrodéposition	34
II.3.1 Préparation des bains	34
II.3.2 Dispositif expérimental	34
II.3.3 Réalisation des dépôts	35
II.4 Techniques de caractérisation des dépôts	38
II.4.1 Tests de corrosion	38
II.4.2 Examens par rayons X	40
II.4.3 Examens par microscopie électronique à balayage (MEB)	41
II.5 Conclusion	41

Chapitre III**Résultats et discussion**

III.1 Introduction	42
III.2 Présentation des résultats des essais	42
III.2.1 Influence de la concertation en Al ₂ O ₃ sur les revêtements Ni- Al ₂ O ₃ ...	47

III.2.2 Influence du courant sur les revêtements Ni- Al ₂ O ₃	52
III.2.3 Influence de la température du bain sur les revêtements Ni- Al ₂ O ₃	58
III.3 Analyse par rayons X	62
III.4 Analyse micrographique	64
III.5 Conclusion	66

Chapitre IV

**Prédiction de la résistance à la corrosion des
revêtements Ni-Al₂O₃**

IV.1 Introduction	67
IV.2 La logique floue	67
IV.2.1 Les sous-ensembles flous	67
IV.2.2 Variable linguistique	69
IV.2.3 Les opérateurs flous	69
IV.2.4 Commande floue	70
IV.3 Étude de l'efficacité de l'approche proposée	71
IV.4 Prédiction du taux de corrosion et de l'épaisseur des revêtements Ni-Al ₂ O ₃	72
IV.4.1 Modélisation floue	73
IV.5 Résultats et discussion	80
IV.5.1 Etude de la précision et de l'erreur du système flou	80
IV.5.2 Comparaison entre les résultats obtenus avec les différents types de fonctions d'appartenance	81
IV.5.3 Présentation des résultats	82
IV.5.4 Représentation schématique des résultats	84
IV.6 Validation des résultats	89
IV.7 Conclusion	91
Conclusion Générale	92
Perspectives	94
Références Bibliographiques	95

Liste des Figures

Chapitre I Synthèse bibliographique

Figure I.1	Dépôt Composite	4
Figure I.2	Schéma du processus d'électrodéposition.....	6
Figure I.3	Répartition des charges lors de l'électrodéposition des particules.....	7
Figure I.4	Mécanismes de co-déposition des particules dans un dépôt de métal...	8
Figure I.5	Valeurs de la microdureté Vickers pour différentes gammes de taille de particules dans un dépôt de nickel.....	10
Figure I.6	Courbes de polarisation de l'acier St14, revêtement avec nickel pur et revêtements composites.....	11
Figure I.7	Courbes de polarisation cathodique des revêtements de nickel pur et de Ni-SiC.....	12
Figure I.8	Taux d'usure du revêtement de nanocomposite Ni-SiC en fonction du pourcentage en poids de nanoparticules de SiC.....	13
Figure I.9	Effet de la densité de courant continu sur la dureté des revêtements composites de nickel-alumine.....	14
Figure I.10	Effet des caractéristiques des particules sur le processus d'électrodéposition.....	16
Figure I.11	Effet de la température du bain sur le pourcentage d'incorporation de particules dans le dépôt composite.....	17
Figure I.12	Potentiel zêta des nanoparticules d'Al ₂ O ₃ dans différents électrolytes en fonction du pH () ■ sulfamate de nickel, ● chlorure de nickel, ▲ acide borique.....	20
Figure I.13	Micrographies électroniques à balayage transversal de revêtements composites de nickel ; (a, b) bain de sulfamate acide ; (c, d) bain de pyrophosphate alcalin.....	21
Figure I.14	Effet de la vitesse d'agitation sur la quantité de CeO ₂ dans le revêtement composite.....	23
Figure I.15	Le pourcentage volumique de particules d'Al ₂ O ₃ co-déposées dans diverses densités de courant.....	24
Figure I.16	Micrographies SEM en coupe transversale de co-dépôts Ni-Al ₂ O ₃ montrant la distribution de particules de Al ₂ O ₃ revêtues avec des densités de courant: (a) 1A/dm ² , (b) 3A/dm ² , (c) 6A/dm ² et(d) 9A/dm ²	25
Figure I.17	Résistance à l'usure en termes de perte de matériau de divers Ni-composites déposés à partir de l'éthanol et du bain de placage Watts...	26
Figure I.18	L'effet du champ magnétique sur l'incorporation des particules.....	27

Figure I.19	L'effet du champ magnétique sur l'incorporation des particules.....	28
Figure I.20	Effet du rapport cyclique sur la teneur en alumine et la micro-dureté des revêtements composites de nickel-alumine électrodéposés.....	28
Figure I.21	Effet du rapport cyclique sur la teneur en alumine des revêtements composites de nickel-alumine électrodéposés.....	29

Chapitre II

Procédure expérimentale

Figure II.1	Générateur de courant utilisé.....	31
Figure II.2	Cellule électrochimique utilisée pour la co-déposition.....	31
Figure II.3	Potentiostat de type PGP201.....	32
Figure II.4	Cellule électrochimique utilisée pour la polarisation.....	32
Figure II.5	Oxyde d'aluminium (Al_2O_3).....	32
Figure II.6	Dimensions des éprouvettes [mm].....	34
Figure II.7	Les éprouvettes polies.....	34
Figure II.8	Dispositif expérimental pour la co-déposition.....	35
Figure II.9	l'éprouvette revêtue en Ni/ Al_2O_3	38
Figure II.10	Caractérisation des revêtements Ni/ Al_2O_3 par la méthode de la masse perdue.....	39
Figure II.11	Caractérisation des revêtements Ni/ Al_2O_3 par la méthode de polarisation.....	40
Figure II.12	Système de diffraction par rayons X.....	41

Chapitre III

Résultats et discussion

Figure III.1	Variation du taux de corrosion en fonction de la température du bain et de la concentration en Al_2O_3 pour $I = 60$ mA.....	45
Figure III.2	Variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 40$ °C.....	45
Figure III.3	Variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la température du bain pour une concentration en Al_2O_3 , $C = 15$ g/l...	46
Figure III.4	Variation du taux de corrosion en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 30$ °C.....	47
Figure III.5	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 30$ °C.....	47
Figure III.6	Variation du taux de corrosion en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 40$ °C.....	48

Figure III.7	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 40^\circ\text{C}$	48
Figure III.8	Variation du taux de corrosion en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 40^\circ\text{C}$	49
Figure III.9	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 40^\circ\text{C}$	49
Figure III.10	Courbes de polarisation des revêtements composites de $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ déposés à différentes concentrations de Al_2O_3 dans une solution de NaCl à 3.5 % (température du bain $T = 40^\circ\text{C}$ et un courant $I = 60\text{mA}$).....	50
Figure III.11	Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 0$ g/l d' Al_2O_3	52
Figure III.12	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 0$ g/l d' Al_2O_3	52
Figure III.13	Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 5$ g/l d' Al_2O_3	53
Figure III.14	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 5$ g/l d' Al_2O_3	53
Figure III.15	Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 10$ g/l d' Al_2O_3	54
Figure III.16	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 10$ g/l d' Al_2O_3	54
Figure III.17	Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 15$ g/l d' Al_2O_3	55
Figure III.18	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 15$ g/l d' Al_2O_3	55
Figure III.19	Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 20$ g/l d' Al_2O_3	56
Figure III.20	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 20$ g/l d' Al_2O_3	56
Figure III.21	Influence du courant sur le taux de corrosion à différentes températures.....	57
Figure III.22	Courbes de polarisation des revêtements composites de $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ déposés à différents courants dans une solution de 3.5 % NaCl (température du bain $T = 40^\circ\text{C}$ et concentration en Al_2O_3 $C = 15$ g/l).....	57
Figure III.23	Variation du taux de corrosion en fonction de la température pour $I = 30$ mA.....	59
Figure III.24	Variation du taux de corrosion en fonction de la température pour $I = 40$ mA.....	59
Figure III.25	Variation du taux de corrosion en fonction de la température pour $I = 50$ mA.....	60

Figure III.26	Variation du taux de corrosion en fonction de la température pour $I = 60$ mA.....	60
Figure III.27	Courbes de polarisation des revêtements composites Ni-Al ₂ O ₃ déposés à différentes Températures dans une solution de 3.5% NaCl (courant $I = 60$ mA et concentration en Al ₂ O ₃ C=15g/l).....	61
Figure III.28	Analyse par diffraction X d'un échantillon revêtu avec le nickel pur.....	62
Figure III.29	Analyse par diffraction X d'un échantillon revêtu dans un bain à 15 g/l d'Al ₂ O ₃	63
Figure III.30	Analyse par diffraction X d'un échantillon revêtu dans un bain à 15 g/l d'Al ₂ O ₃ (illustration des pics d'Al ₂ O ₃).....	64
Figure III.31	Micrographie (par MEB) de la morphologie de surface d'un : a) revêtement de nickel pur ; b) revêtement composite Ni-Al ₂ O ₃	65
Figure III.32	Composition obtenue lors d'une analyse d'un revêtement composite Ni-Al ₂ O ₃	65
Figure III.33	Image en coupe transversale MEB d'un revêtement composite Ni-Al ₂ O ₃	66

Chapitre IV

Prédiction de la résistance à la corrosion des revêtements Ni-Al₂O₃

Figure IV.1	Fonction d'appartenance triangulaire.....	68
Figure IV.2	Fonction d'appartenance trapézoïdale.....	68
Figure IV.3	Fonction d'appartenance pimf.....	69
Figure IV.4	Variables linguistiques.....	69
Figure IV.5	Système flou.....	71
Figure IV.6	Comparaison de la prédiction du modèle de logique floue avec les résultats mesurés par S. Jeyaraj et al.....	72
Figure IV.7	Le système flou utilisé pour prédire le taux de corrosion et l'épaisseur du revêtement Ni-Al ₂ O ₃	73
Figure IV.8	Variables Linguistiques pour la concentration d'Al ₂ O ₃	73
Figure IV.9	Variables linguistiques pour la température.....	74
Figure IV.10	Variables linguistiques pour le courant.....	74
Figure IV.11	Valeurs du taux de corrosion dans l'ensemble des essais.....	74
Figure IV.12	Valeurs de l'épaisseur du revêtement dans l'ensemble des essais.....	75
Figure IV.13	Variables Linguistiques pour le taux de corrosion.....	76
Figure IV.14	Variables Linguistiques pour l'épaisseur du revêtement.....	76
Figure IV.15	Fonctions d'appartenance triangulaire.....	77

Figure IV.16	Fonctions d'appartenance trapézoïdale.....	78
Figure IV.17	Fonctions d'appartenance de type pimf.....	79
Figure IV.18	Variation du taux de corrosion pour les fonctions d'appartenance : trapézoïdale, triangulaire et pimf en fonction du nombre d'essais.....	81
Figure IV.19	Variation de l'épaisseur du revêtement pour les fonctions d'appartenance : trapézoïdale, triangulaire et pimf en fonction du nombre d'essais.....	81
Figure IV.20	Variation du taux de corrosion en fonction de la température du bain et de la concentration en Al_2O_3	85
Figure IV.21	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la température du bain et de la concentration en Al_2O_3	85
Figure IV.22	Variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la concentration en Al_2O_3	86
Figure IV.23	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant et de la concentration en Al_2O_3	87
Figure IV.24	Variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la température du bain.....	88
Figure IV.25	Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant et de la température du bain.....	88
Figure IV.26	Comparaison de la prédiction du modèle de logique floue avec les résultats expérimentaux du taux de corrosion.....	90
Figure IV.27	Comparaison de la prédiction du modèle de logique floue avec les résultats expérimentaux de l'épaisseur du revêtement composite Ni- Al_2O_3	91

Liste des Tableaux

Chapitre II Procédure expérimentale

Tableau II.1	Composition chimique de l'acier A60 en % massique.....	30
Tableau II.2	Caractéristiques mécaniques de l'acier A60.....	30
Tableau II.3	Composition du bain de nickel chloruré.....	30
Tableau II.4	Propriétés physique de l'alumine.....	33
Tableau II.5	Paramètres d'électrodéposition des revêtements Ni/Al ₂ O ₃	36

Chapitre III Résultats et discussion

Tableau III.1	Résultats des essais.....	43
Tableau III.2	Les paramètres électrochimiques déduits du traçage des courbes de Tafel pour différentes concentrations.....	51
Tableau III.3	Les paramètres électrochimiques déduits du traçage des courbes de Tafel pour différents courants.....	58
Tableau III.4	Les paramètres électrochimiques déduits du traçage des courbes de Tafel pour différentes températures.....	62
Tableau III.5	Les pics de nickel dans les deux spectres.....	63

Chapitre IV Prédiction de la résistance à la corrosion des revêtements Ni-Al₂O₃

Tableau IV.1	Opérateurs flous.....	70
Tableau IV.2	Définitions de l'implication floue.....	70
Tableau IV.3	Valeurs minimales et maximales des variables d'entrée et de sortie pour le système flou.....	73
Tableau IV.4	Table d'inférences.....	80
Tableau IV.5	Calcul de l'écart-type pour N=60.....	82
Tableau IV.6	Résultats du système flou.....	82
Tableau IV.7	Validation du modèle flou.....	89

Introduction Générale

Introduction générale

La corrosion est une source importante de problèmes lorsqu'elle est mal maîtrisée. Elle peut conduire à des conséquences très graves, comme par exemple un dysfonctionnement ou même un arrêt des installations de production sur le plan industriel, et aussi des incidents à l'origine de fuites, d'où la pollution de l'air, de l'eau, des sols, etc.

Dans tous les cas, le résultat du phénomène de corrosion se mesure en pertes économiques considérables et parfois même, après accident en perte de vie humaines, d'où l'importance du développement de la recherche sur la protection contre la corrosion [1].

Les revêtements composites à matrice métallique constituent un groupe de revêtements très attirants et en développement rapide qui suscite un grand intérêt, à la fois dans les travaux de recherche et dans les applications industrielles [2]. Au cours des 20 dernières années, l'intérêt pour les revêtements composites à matrice métallique a été relancé en raison de deux facteurs principaux: (a) la nécessité de nouveaux revêtements durs et résistants à l'usure pour remplacer les revêtements de chrome durs et (b) le développement de nouvelles méthodes nano-technologiques pour la production de nanoparticules de carbure ou d'oxydes, dont l'incorporation dans des matrices métalliques pourrait apporter des propriétés complètement différentes aux revêtements composites [3]. Le nickel est souvent utilisé comme matrice pour obtenir des revêtements composites électrochimiques. Une matrice de nickel se caractérise par une grande résistance à la corrosion dans des environnements faiblement acides et alcalins, y compris l'air, ainsi que par une micro-dureté considérable et de bonnes propriétés tribologiques [3]. L'augmentation de la résistance à la corrosion d'un revêtement de nickel peut être obtenue par l'incorporation de particules comme Cr_2O_3 , SiC , Al_2O_3 , CeO_2 et ZrO_2 ...

Parmi les revêtements composites les plus étudiés, on trouve les revêtements composites Ni- Al_2O_3 . En général, les revêtements à matrice de nickel ont été largement étudiés en raison de la résistance élevée, à l'usure et à la corrosion, du nickel et qui peut être encore améliorée par l'introduction de particules dures [3-8].

L'électrodéposition conduit à une codéposition de particules dans la matrice de nickel. Cette technique a été largement utilisée pour produire des revêtements composites à cause de leur simplicité et leur faible coût. Les propriétés des revêtements composites sont strictement liées aux paramètres d'électrodéposition qui influent directement sur l'incorporation de particules dans la matrice métallique, ce qui entraîne généralement un raffinement notable du grain et donc une augmentation de la résistance à la corrosion.

Des techniques conventionnelles [6, 9-10] ont été utilisées pour la détermination de l'effet des paramètres d'élaboration des revêtements Ni-Al₂O₃ sur les caractéristiques du revêtement. Ces techniques sont basées sur la méthode d'électro-codéposition, où les électrodes sont placées verticalement ou horizontalement dans le bain, de telle sorte que les particules dans le bain sont maintenues en suspension par agitation continue.

Ces techniques d'essais sont énormément difficiles et nécessitent beaucoup de temps et de matériel. Les paramètres d'électrodéposition sont choisis de manière non précise. Ainsi, des techniques numériques [7, 11-12] ont été développées pour résoudre ce problème de choix des paramètres de fabrication des revêtements composites Ni-Al₂O₃ et ce pour leur capacité de prédiction et de modélisation des différents phénomènes. Ces techniques sont utilisées lorsque les modèles mathématiques exactes ne sont pas disponibles, ces techniques représentent la meilleure méthode d'analyser les résultats expérimentaux.

L'avancement concernant l'utilisation de ces approches pour la détermination des effets des paramètres d'élaboration des revêtements composites est en retard par rapport aux autres progrès obtenus dans l'industrie. Son utilisation a été limitée à la méthode de surfaces des réponses [12].

Cependant, cette technique présente quelques inconvénients, à savoir : l'incertitude, l'inexactitude et l'approximation.

Il est proposé dans cette thèse d'utiliser l'approche de la logique floue pour étudier l'effet des paramètres d'élaboration sur la résistance à la corrosion des revêtements Ni-Al₂O₃.

Par rapport à d'autres méthodes, l'utilisation de la logique floue est plus simple et ne nécessite pas beaucoup de matériels et de logiciels [13]. Pour le processus d'élaboration des revêtements composites Ni-Al₂O₃, les résultats peuvent être obtenus en effectuant seulement quelques expériences (60 essais dans notre étude). Sur toutes les approches numériques, la logique floue est appropriée pour prédire des paramètres, tel que le taux de corrosion, en utilisant un nombre limité d'essais.

La présente thèse a pour objectif de présenter l'application de la technique de la logique floue pour étudier l'influence des paramètres d'électrodéposition sur la résistance à la corrosion des revêtements composites Ni-Al₂O₃.

Le manuscrit s'articule autour de quatre chapitres :

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique sur les revêtements à base de nickel et leurs propriétés ainsi que les paramètres affectant le processus d'électrodéposition.

Le deuxième chapitre traite la procédure expérimentale et les dispositifs expérimentaux utilisés.

Les différents résultats obtenus à partir des essais réalisés sont présentés et discutés dans le troisième chapitre.

Le quatrième chapitre aborde l'étude sur le comportement d'un revêtement composite Ni-Al₂O₃ vis-à-vis de ses propriétés anticorrosives, ainsi que la formulation et l'implantation d'un modèle pour la prédiction du taux de corrosion et de l'épaisseur des revêtements composites Ni-Al₂O₃,

Enfin, une conclusion générale, sur le travail réalisé, parachève ce manuscrit.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I.1 Introduction

La fabrication des revêtements composites est en développement croissant avec les exigences actuelles de l'innovation, ce qui entraîne une exigence du progrès scientifique dans ce domaine. Dans ce contexte, les revêtements nanocomposites ayant des propriétés anticorrosives sont considérés comme de nouveaux matériaux avec des caractéristiques améliorées.

Dans ce chapitre nous présenterons une synthèse bibliographique sur l'élaboration des revêtements composites à application anticorrosive obtenus par électrodéposition en particulier les revêtements composites à base de nickel. Ces revêtements présentent une résistance à la corrosion et une micro-dureté améliorées remarquables. Aussi, une attention particulière est accordée aux mécanismes d'électro-codéposition des particules métalliques et aux différents paramètres affectant le processus d'électrodéposition.

I.2 Dépôts composites

Un revêtement composite (figure I.1) est un revêtement multi-phase avec une distribution de phase et une géométrie bien contrôlées pour optimiser les propriétés de la phase de la matrice et de la (ou des) phase (s) co-déposée (s) de renforcement. Les revêtements composites ont été utilisés pour obtenir une combinaison de propriétés spécifiques de résistance à la corrosion et à l'usure, d'inhibition de la corrosion et de conductivité électrique, de contrôle tribologique et d'auto-lubrification. Parfois, deux propriétés apparemment opposées sont spécifiées, telles qu'une résistance élevée à la traction et une ductilité élevée. Les applications les plus courantes comprennent le contrôle de la corrosion de diverses structures tels que l'acier, les ponts, les plates-formes en mer, les pipelines souterrains et les équipements d'entraînement mécanique [14].

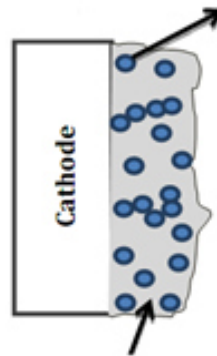


Figure I.1 Dépôt Composite

L'amélioration de propriétés des dépôts composites dépend de la combinaison des particules et de la matrice métallique. Comme avec un dépôt électrolytique classique, la première phase d'un dépôt composite est une matrice de revêtements composites électro-déposés qui peut être sous forme d'un métal pur ou d'un alliage. Une large gamme de composites peut être obtenue en sélectionnant différents types de particules inertes comme les oxydes métalliques, les carbures métalliques ou les composés organiques. La deuxième phase peut être sous forme d'une poudre ou d'une fibre. Il est important que le matériau de la seconde phase soit insoluble dans l'électrolyte à utiliser et qu'il puisse être mouillé.

I.3 L'électrodéposition

L'électrodéposition est une technique de dépôt qui applique des revêtements métalliques, à des surfaces conductrices métalliques ou autres, par des procédés électrochimiques. C'est un excellent moyen de produire un revêtement composite, avec succès, sur des surfaces métalliques [14].

L'électrodéposition est l'une des techniques, la plus technologiquement réalisable et économiquement supérieure, pour la production de composites à matrice métallique. La technique d'électrodéposition est largement utilisée, pour la fabrication de revêtements à matrice métallique, depuis plusieurs décennies [15,16]. Récemment, les méthodes d'électrodéposition ont reçu beaucoup d'attention pour améliorer les propriétés, mécaniques et de corrosion, des revêtements [17, 18].

I.3.1 Définition du processus de co-déposition

La co-déposition (figure I.2) est un processus d'incorporation de fines particules, de composés métalliques, non métalliques ou de polymères, provenant d'un bain électrolytique dans la couche électrolytique pour améliorer les propriétés du matériau telles que la dureté, la résistance à l'usure, la résistance à la corrosion, la résistance à la traction et à la rupture... [15]

Le processus de co-déposition peut être expliqué comme le résultat de l'application d'un potentiel électrique au système électrochimique par une source externe. Dans la cellule électrolytique d'un procédé d'électrodéposition, la cathode est généralement l'électrode de travail, qui sera revêtue pendant la procédure, tandis que l'anode est la contre-électrode. La troisième électrode est l'électrode de référence utilisée pour surveiller le potentiel de l'électrode de travail [19, 20].

Le co-dépôt des particules, dans le dépôt métallique, est gouverné par la dispersion physique des particules dans l'électrolyte et la migration électrophorétique des particules [21].

Les différents types de particules employées dans le processus de co-déposition sont : Ni-SiC, Ni-TiO₂, Ni-Al₂O₃, Cu-Al₂O₃, Cr-C, Zn-Ni, Co-SiC, et Ni-MoS₂ [21, 22].

Le principal avantage de cette technique est la production de revêtements dont l'épaisseur varie de quelques couches jusqu'à 40 µm, est relativement exempte de pores. Par rapport aux procédés plasma (PVD: physical vapor deposition ou CVD: chemical vapor deposition), c'est une technique moins coûteuse qui peut être réalisée à température ambiante, pression normale, avec un taux de dépôt élevé [19, 21, 23]. En outre, elle est économiquement importante du fait que même les revêtements en couche mince produits par électrodéposition peuvent offrir une protection adéquate au substrat, en évitant l'excès de métal électrodéposé [19, 20]. Les revêtements les plus courants produits par ce procédé, sont les revêtements métalliques : nickel, chrome, cuivre, zinc, étain, laiton, argent et cadmium.

La technique d'électrodéposition permet également la réalisation de revêtements composés d'une seconde phase, dispersée dans une matrice métallique, produisant des revêtements composites à matrice métallique. Cette deuxième phase peut être un composé organique ou inorganique ou même une particule métallique en suspension dans la solution [24].

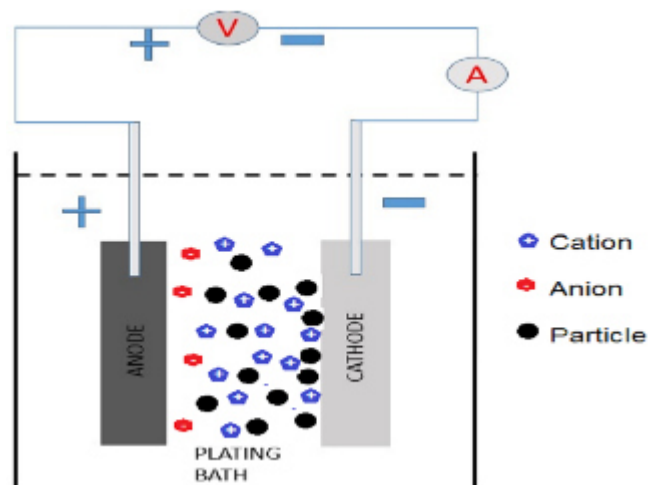


Figure I.2 Schéma du processus d'électrodéposition

I.3.2 Mécanismes du processus de co-déposition

La dispersion physique des particules dans l'électrolyte et la migration électrophorétique des particules sont deux processus communs impliqués dans le co-dépôt de particules dans le dépôt de métal [25]. Il existe deux modèles d'électrodéposition composite développés par Guglielmi et Kurozaki.

Selon le modèle de Guglielmi [26], l'électrodéposition se déroule en deux étapes. Dans la première étape, les particules solides sont entourées d'un nuage d'ions adsorbés et celles-ci sont faiblement adsorbées par les forces de Vander Walls à la surface de la cathode

lorsqu'elles s'approchent de la cathode. Dans la seconde étape, les particules, auparavant faiblement adsorbées, sont alors fortement adsorbées sur la surface de la cathode par la force de Coulomb et par conséquent piégées dans la matrice métallique. L'inconvénient principal de ce modèle est l'absence d'effet de transfert de masse lors du processus d'électrodéposition.

Kurozaki a mis au point un modèle, largement accepté, qui comprend le transport de particules solides de la solution à la surface de la cathode et ce par agitation [27, 28]. Dans ce modèle l'électrodéposition se déroule en trois étapes:

1. les particules uniformément dispersées sont transportées vers la double couche électrique par agitation mécanique,
2. les particules chargées sont transportées à la surface de la cathode par électrophorèse,
3. les particules solides sont adsorbées à la surface de la cathode, en raison de la force de Coulomb entre les particules et les anions adsorbés, et finalement incorporées dans le métal en croissance.

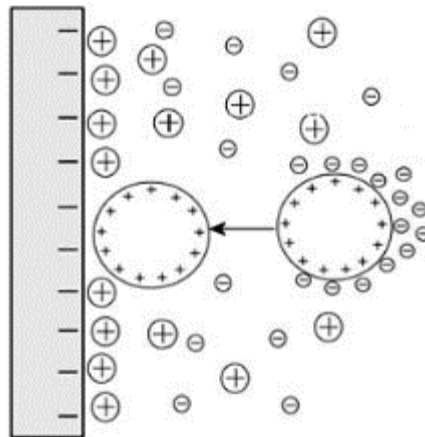


Figure I.3 Répartition des charges lors de l'électrodéposition des particules [29]

L'un des mécanismes communs du processus de co-déposition consiste en cinq étapes consécutives [25] illustrées à la figure I.4. Les régions comprennent: la formation de nuages ioniques autour des particules (électrolyte en vrac, longueur typique en cm), mouvement de convection vers la cathode (couche de convection, longueur typique <1 mm), diffusion à travers une couche limite de concentration (couche de diffusion, dimensions typiques de centaines de μm), double couche électrique (dimensions typiques de nm) suivie par l'adsorption et le piégeage des particules.

Cinq étapes consécutives du mécanisme de co-déposition sont:

1. Formation de nuages ioniques sur les particules
2. Convection vers la cathode

3. Diffusion à travers la couche limite hydrodynamique
4. Diffusion à travers la couche limite de concentration
5. Adsorption à la cathode où les particules sont piégées dans le dépôt de métal.

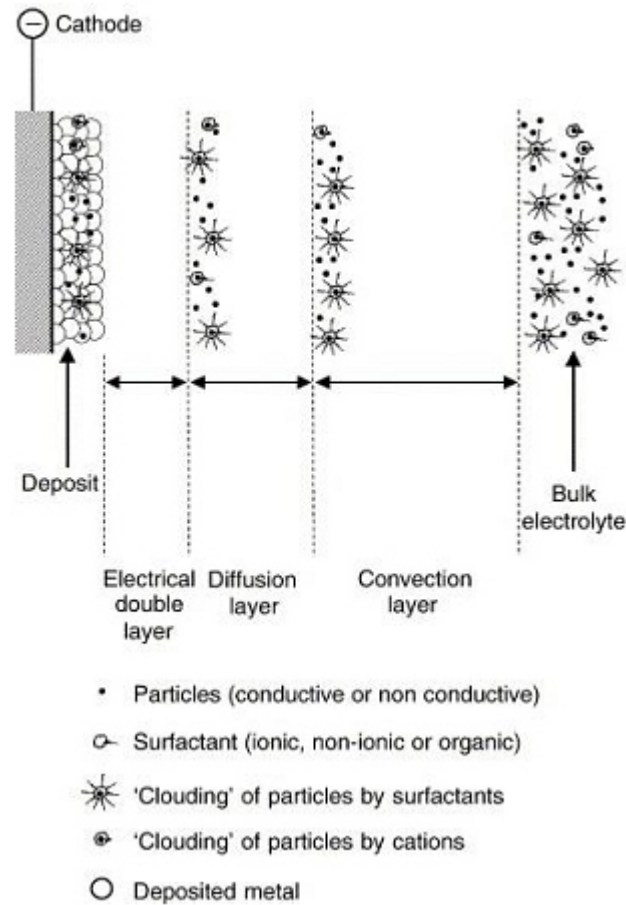


Figure I.4 Mécanismes de co-déposition des particules dans un dépôt de métal [25]

Les particules dispersées dans le bain d'électrolyte sont en mouvement constant. Chaque fois que deux particules s'approchent l'une de l'autre, leur séparation ou agglomération dépend principalement des énergies existantes entre ces particules. Lorsque l'énergie d'attraction est plus grande que l'énergie de répulsion, l'agglomération des particules se produit et lorsque l'énergie de répulsion est supérieure à l'énergie d'attraction, la séparation des particules se produit.

I.4 Dépôts composite à base de Ni

Parmi tous les revêtements composites électro-déposés qui ont été étudiés, le nickel est le métal de base le plus populaire en raison de leur faible coût et de leur haute performance [30, 31].

Les dépôts composites de nickel préparés par électrodéposition se caractérisent par leur haute densité, leur porosité minimale, leur excellente résistance à la corrosion et leur

résistance à l'usure [32], ainsi que leur taille réduite [33]. Pour les dépôts électrolytiques à matrice de nickel, une grande variété de particules ont été utilisées, telles que : les oxydes (TiO_2 , SiO_2 , Al_2O_3 , CeO_2 , ZrO_2 , SnO_2 et Cr_2O_3) [34-40], les carbures (WC , TiC et SiC) [32, 41-47], les nitrures (Si_3N_4 , BN) [48,49], nanotubes de carbone [50], ...

I.4.1 Électrodéposition de nickel

L'électrodéposition du nickel a été décrite en 1837. Bird a électrolysé des solutions de chlorure de nickel ou de sulfate pendant quelques heures et obtenu une croûte de nickel métallique sur une électrode de platine. En 1840, le premier brevet pour le nickelage commercial a été accordé à J. Shore qui a spécifié une solution de nitrate de nickel [31].

L'électrodéposition du nickel est similaire à d'autres procédés d'électrodéposition utilisant des anodes métalliques solubles. Ce procédé nécessite le passage du courant entre deux électrodes qui sont immergées dans une solution aqueuse conductrice de sels de nickel. Le flux de courant provoque la dissolution de l'une des électrodes (l'anode) et le recouvrement de l'autre électrode (la cathode) avec le nickel. Le nickel en solution est présent sous la forme d'ions divalents chargés positivement (Ni^{2+}). Lorsque le courant circule, les ions positifs réagissent avec deux électrons et sont convertis en nickel métallique à la surface de la cathode. L'inverse se produit dans l'anode, où le nickel métallique est dissous pour former des ions chargés positivement divalents qui pénètrent dans la solution. Les ions nickel déchargés à la cathode sont réapprovisionnés par ceux formés à l'anode.

La plupart des solutions commerciales de nickelage sont basées sur le bain de Watts, notamment le sulfate de nickel comme source principale d'ions nickel, le chlorure de nickel qui corrode l'anode et augmente le coefficient de diffusion des ions nickel, permettant ainsi une densité de courant limite plus élevée [51-52].

I.4.2 Propriétés des revêtements composites à base de nickel

Les propriétés mécaniques des matériaux nanocristallins dépendent principalement de la microstructure du matériau, ce qui permet une théorie de la dislocation corrélée avec la résistance et la ductilité de ces matériaux. Les revêtements composites de nickel sont constitués de matrices de nickel contenant des particules de deuxième phase telles que Al_2O_3 , Si_3N_4 , SiC , Cr_2O_3 , WC , diamant, PTFE, graphite ou même des microcapsules contenant des liquides pour améliorer les propriétés mécaniques, tribologiques et les propriétés de résistance à la corrosion des nanocomposites. Ces particules de seconde phase agissent comme une barrière physique au mouvement de dislocation et au glissement des joints de grains résultant en une amélioration significative des propriétés mécaniques des revêtements composites.

a). La dureté

La dureté du matériau est définie comme la résistance d'un matériau à la pénétration, en particulier la déformation permanente, l'indentation ou la rayure [53,54]. Généralement, la dureté est liée à la limite d'élasticité due à la contrainte géométrique résultant de la déformation de [55,56].

L'addition de particules céramiques pour synthétiser des revêtements composites agit comme une barrière au mouvement de dislocation et au glissement des joints de grains, augmentant ainsi la dureté des revêtements composites. L'augmentation de la dureté des revêtements composites est due à l'effet combiné du raffinement des grains et à la dispersion uniforme des nanoparticules. Par conséquent, l'effet des particules renforcées dans les revêtements composites sur la dureté dépend principalement de la teneur en volume ainsi que de la taille et de la distribution de ces particules dans la matrice métallique [38]. La dureté des revêtements composites est principalement influencée par deux aspects:

- la dureté de la matrice métallique qui est déterminée par la microstructure des revêtements,
- la teneur en volume des particules renforcées dans les revêtements composites.

Une comparaison de la microdureté Vickers effectuée par C.T.J. Low et al [25] pour une large gamme de revêtements en composite de nickel est présentée à la Figure I.5. Elle montre clairement une amélioration significative de la dureté des revêtements composites par rapport aux revêtements de nickel pur.

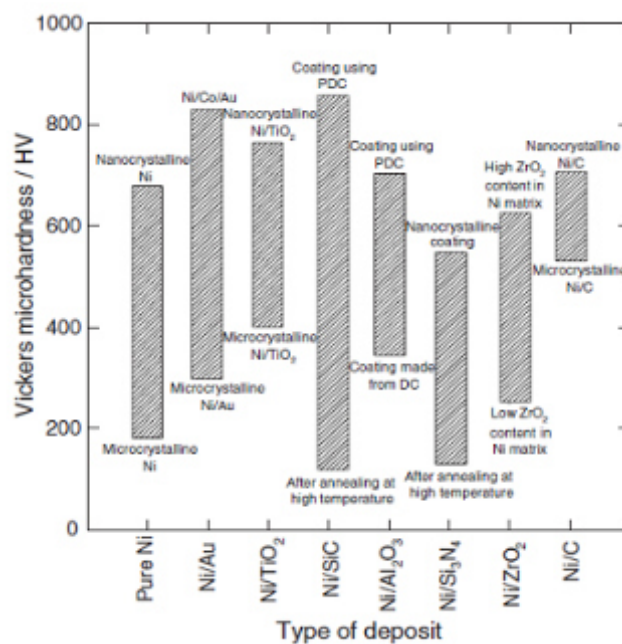


Figure I.5 Valeurs de la microdureté Vickers pour différentes gammes de taille de particules dans un dépôt de nickel [25]

b). Résistance à la corrosion

Les revêtements en composite de nickel ont une meilleure résistance à la corrosion que les revêtements en nickel pur, parce que les particules de deuxième phase renforcées perturbent la croissance régulière des cristaux de nickel et favorisent un nouveau site de nucléation. Cela rend la structure des revêtements composites plus finement cristalline et donc une résistance à la corrosion améliorée des revêtements composites [57, 58].

L'addition de ces particules dans des revêtements composites diminue la densité de courant de corrosion et déplace le potentiel de corrosion des revêtements composites vers une direction plus noble, c'est-à-dire vers une valeur positive.

Amadeh et al [58] ont réalisé des expériences électrochimiques pour analyser le comportement à la corrosion des revêtements composites (Ni-SiC).

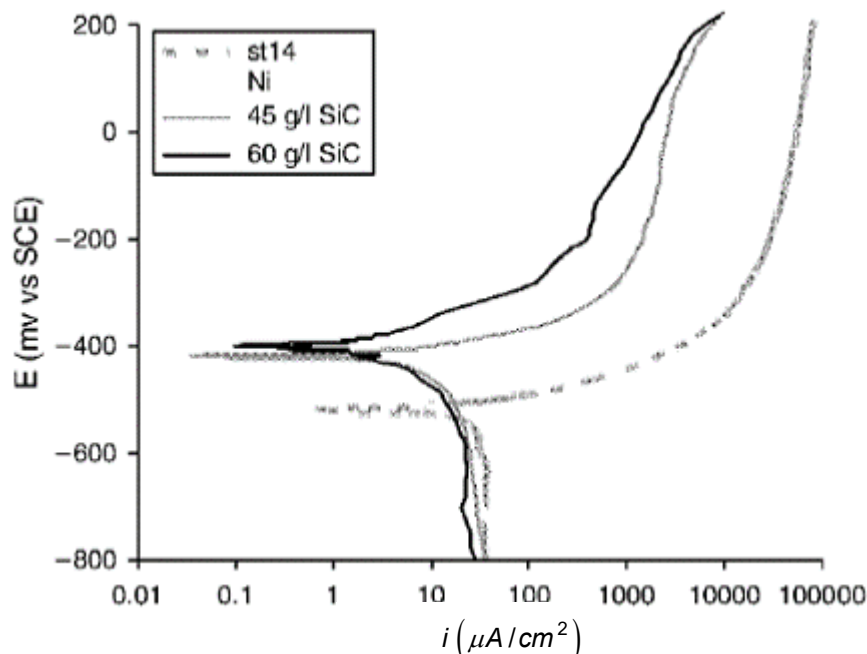


Figure I.6 Courbes de polarisation de l'acier st14, revêtement avec nickel pur et revêtements composites [58]

Ils ont trouvé que la résistance à la corrosion des revêtements composites s'est considérablement améliorée par rapport aux revêtements en nickel pur et au substrat en acier inoxydable.

Ils ont conclu que l'addition de particules de SiC agissent comme des obstacles à l'initiation et au développement de la corrosion des défauts, et remplissent également les fissures, les interstices et les trous micrométriques de la matrice de nickel, résultant en une amélioration significative de la résistance à la corrosion des revêtements composites, comme il est montré dans la figure I.7.

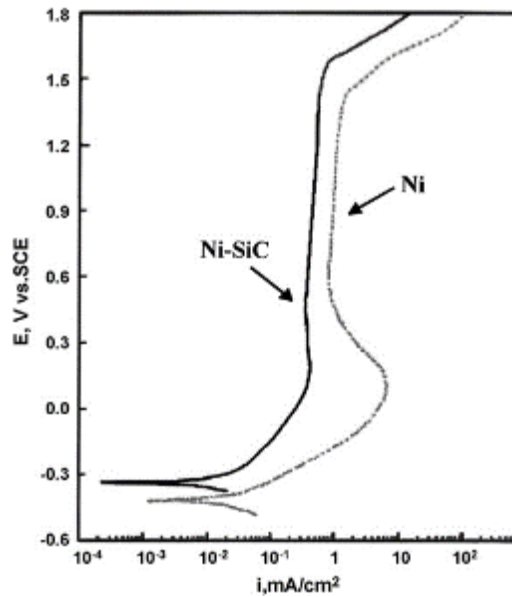


Figure I.7 Courbes de polarisation anodique des revêtements de nickel pur et de Ni-SiC [5]

Dans beaucoup de travaux, les revêtements de nickel renforcés avec Al_2O_3 [59, 60], SiC [58, 5, 61], TiO_2 [47], NTC [62-65], Si_3N_4 [66] et WC [67] montrent une meilleure résistance à la corrosion par rapport aux revêtements de nickel pur.

c). Résistance à l'usure

Les revêtements composites de nickel renforcés montrent une meilleure résistance à l'usure par rapport aux revêtements de nickel pur. L'amélioration de la résistance à l'usure des revêtements composites dépend principalement des particules de deuxième phase renforcées dans la matrice de nickel, qui constituent une barrière physique à la croissance des grains de nickel et à la déformation plastique de la matrice de nickel.

Vaezi et al [5] ont comparé le comportement tribologique de revêtements composites (Ni-SiC) avec les revêtements de nickel pur. La figure I.8 montre que le revêtement composite a montré moins de taux d'usure que les revêtements de nickel pur. La diminution du taux d'usure des revêtements composites est due à la combinaison de l'affinage des grains et de l'effet de renforcement de la dispersion. Ces effets deviennent plus forts avec l'augmentation de la teneur en SiC, ainsi la résistance à l'usure des revêtements composites augmente avec l'augmentation de la teneur en SiC dans les revêtements.

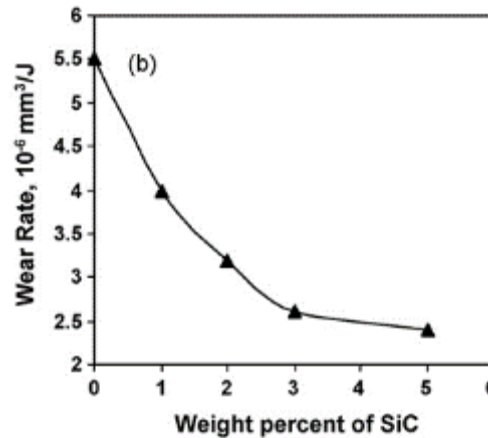


Figure I.8 Taux d'usure du revêtement de nanocomposite Ni-SiC en fonction du pourcentage en poids de nanoparticules de SiC [5]

I.4.3 Revêtements composites Ni-Al₂O₃

L'incorporation de nanoparticules d'alumine dans les revêtements composites de nickel améliore significativement la dureté et la résistance à la corrosion ainsi que la résistance à l'usure. Une concentration plus élevée et une dispersion uniforme des particules dans la matrice métallique améliorent les propriétés tribologiques et la résistance à l'oxydation des revêtements composites.

De nombreuses recherches ont été effectuées sur les dépôts composites Ni-Al₂O₃. Parmi ces recherches nous avons analysé les travaux ci-dessous :

Saha et al [28] ont étudié l'effet de la densité de courant sur les revêtements composites Ni-Al₂O₃. Ils ont montré une amélioration significative de la microdureté et la résistance à l'usure des revêtements composites à une densité de courant de 0,01 A/cm². Cette amélioration était principalement due à l'effet combiné du renforcement de la dispersion et du raffinement des grains.

Ferkel et al [35] ont fabriqué des dépôts composites de Ni-Al₂O₃ déposés, en faisant varier la teneur en alumine dans un bain d'électrolyte. Les revêtements composites présentaient une dureté maximale, pour 8g/l d'alumine concentrée dans l'électrolyte.

Qu et al [68] ont trouvé que la micro-dureté des revêtements composites Ni-Al₂O₃ déposés à une densité de courant de 1,5 A/dm² est de 346 HV. Cette dureté est supérieure à celle des revêtements de nickel pur 192 HV.

Bahrololoom et al [69] ont analysé l'influence des paramètres d'élaboration sur la dureté et la résistance à l'usure des revêtements composites nickel-alumine. Selon cette étude, la dureté et la résistance à l'usure des revêtements composites, ainsi que la microstructure et la morphologie de surface ont été fortement influencées par la densité de courant. Les auteurs de

cette recherche ont montré que la dureté des revêtements composites diminue avec l'augmentation de la densité de courant (figure I.9).

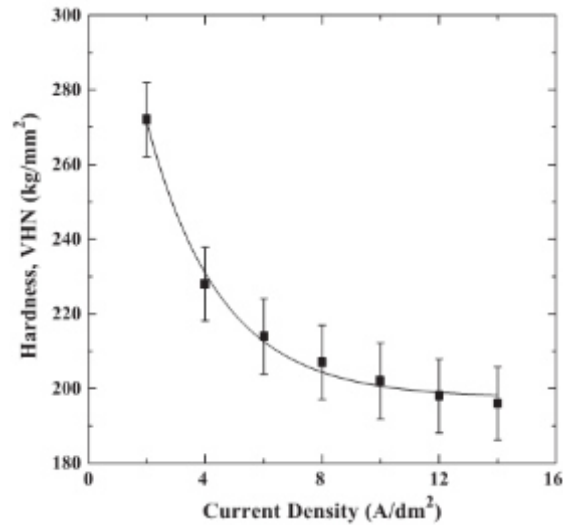


Figure I.9 Effet de la densité de courant continu sur la dureté des revêtements composites de nickel-alumine [69]

Chen et al [70] ont étudié l'influence de la fréquence des impulsions sur la microstructure et la résistance à l'usure des revêtements composites de nickel-alumine. Aux basses fréquences, les revêtements composites présentaient une meilleure dureté et résistance à l'usure par rapport aux fréquences plus élevées. En raison de la présence d'usure de l'adhésif, la résistance à l'usure des revêtements composites est largement influencée par la microstructure et moins influencée par les particules d'alumine renforcée.

Reddy et al. [71] ont étudié le comportement d'un dépôt composite nickel-alumine, ils ont suggéré que l'utilisation de particules poreuses améliore la propriété d'adhérence des particules et la micro-dureté des composites à matrice métallique électro-déposés.

Feng et al. [72] ont préparé un revêtement composite Ni-nano Al₂O₃ par co-déposition de sédiments (SCD) et par des techniques conventionnelles d'électrodéposition (CED), ils ont trouvé que l'incorporation de particules de nano-Al₂O₃ sur la matrice de Ni avait modifié la morphologie de surface. Ils ont trouvé aussi que la résistance à l'usure du composite obtenu par SCD était supérieure.

E. García-Lecina et al. [73] avaient mené une étude comparative sur les effets de l'agitation mécanique et ultrasonique, et observé que la méthode d'agitation par ultrasons affectait absolument les caractéristiques des revêtements composites Ni-Al₂O₃ électrodéposés par rapport aux revêtements composites obtenus par agitation mécanique.

Chen et al [74] ont préparé des revêtements composites à matrice de nickel, renforcés avec des particules Al₂O₃ sous-microscopiques. Ces revêtements ont été produits par

électrodéposition. Dans cette recherche l'effet de la fréquence d'impulsion sur la microstructure, la dureté et la résistance à l'usure des revêtements composites Ni-Al₂O₃ ont été étudiés. Ils ont conclu que la fréquence des impulsions a significativement influencé l'orientation préférentielle des revêtements composites Ni-Al₂O₃, la dureté des revêtements composites et la résistance à l'usure des revêtements Ni-Al₂O₃. Cette résistance a diminué avec l'augmentation des particules d'alumine incorporées dans des conditions d'usure par glissement à sec, qui a été largement influencée par la microstructure de la matrice Ni due à la présence d'usure de l'adhésif.

I.4.4 Applications des revêtements composites Ni-Al₂O₃

Ces revêtements composites sont largement utilisés dans des applications nécessitant des revêtements résistants à l'abrasion, la chaleur, et la corrosion des films autolubrifiants. Les revêtements en composite de nickel s'avèrent être une bonne alternative aux revêtements de chrome. Les revêtements composites en Ni-alumine trouvent une application pour les revêtements de cylindres de moteurs, de soupapes à haute pression et de matrices dans la production d'instruments de musique, de perceuses, d'accessoires automobiles, de petits avions et de pièces électrotechniques. Une des applications les plus prometteuses pour ces revêtements composites est celle des micro-appareils.

I.5 Paramètres affectant le processus d'électrodéposition

La structure et les propriétés des revêtements composites dépendent de nombreux paramètres, notamment:

- caractéristiques des particules (type, forme, taille, concentration des particules, charge de surface),
- température,
- additifs,
- composition du bain et pH,
- agitation,
- concentration en céramique,
- densité de courant,
- solvants,
- champ magnétique,
- rapport cyclique.

I.5.1 Caractéristiques des particules

Il est bien connu, que l'interaction électrode / particule dépend dans une large mesure des propriétés des particules (type, taille, forme, charge de surface, concentration et dispersion dans le bain). Généralement, la co-déposition de particules de taille nanométrique produit un revêtement composite avec une dureté beaucoup plus élevée qu'avec des particules de la taille d'un micron [28]. Plus la particule est petite, plus l'effet des propriétés colloïdales est important (Van der Waals, forces d'interaction électrostatiques et dissolvantes). Il convient également de noter que plus la taille des particules est petite, plus la co-déposition dans la matrice métallique est difficile à cause de la forte tendance à l'agglomération [75].

S.T. Aruna et al [76] ont étudié la synthèse et la caractérisation du revêtement composite Ni-alumine, en utilisant différentes phases d'alumine, à savoir : α -Al₂O₃ (Al₂O₃-1), γ -Al₂O₃ (Al₂O₃-2) et l'alumine commerciale (Al₂O₃-3 contenant le mélange de phases α , δ et γ). Ils ont observé qu'il y avait un changement dans la microstructure du revêtement en fonction du type de phase. Une seule microstructure nodulaire a été obtenue lorsqu'ils ont utilisé γ -Al₂O₃. Avec l'alumine commerciale, la microstructure obtenue présente un mélange de surface nodulaire et lisse (figure I.10). L'étude a également indiqué que les tailles de grains de Ni calculées à partir de la formule de Scherrer étaient de 25, 16 et 11 nm pour Ni- Al₂O₃-1, Ni-Al₂O₃-2 et Ni- Al₂O₃-3, respectivement.

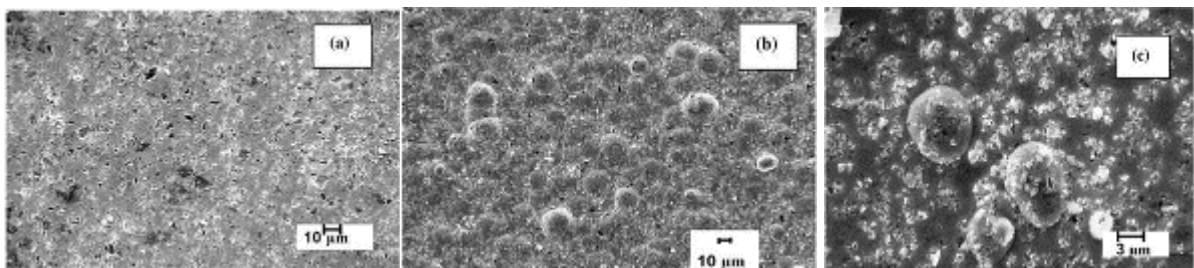


Figure I.10 Effet des caractéristiques des particules sur le processus d'électrodéposition [76]

La taille des particules influence le taux d'incorporation dans le dépôt de métal. Le taux d'incorporation de dépôt métallique par unité de volume est inversement proportionnel à la taille des nanoparticules. La fraction volumique des nanoparticules dans le dépôt métallique augmente sensiblement lorsque la quantité de nanoparticules dans la solution augmente. Un état de saturation des particules dans le dépôt est atteint à une concentration élevée de nanoparticules dans la solution [14].

I.5.2 Température

La température de la solution affecte plusieurs propriétés physiques de la suspension telles que la viscosité et la vitesse de sédimentation, ainsi que la cinétique de réduction des

cations libres et adsorbés et l'adsorption éventuelle des particules sur la cathode. Bien qu'il existe peu de travaux dans la littérature étudiant les effets de ce paramètre dans le processus de codéposition électrochimique, les travaux [77, 78] montrent la relation entre la température de la solution et l'augmentation des particules co-déposées dans la matrice métallique ou la morphologie du revêtement. Ainsi, ce paramètre est encore peu exploré et compris.

L'effet de la température sur le pourcentage de co-déposition des particules céramiques dans la matrice Ni a été étudié par Vaezi et al [5]. Leurs résultats ont montré que le pourcentage de nanoparticules co-déposées augmente avec la température du bain de placage jusqu'à 50° C. Ce comportement a été attribué à l'augmentation de l'activité des particules avec la température. Cependant, à des températures plus élevées, la surtension de la cathode diminue et, par conséquent, l'adsorption des particules qui diminue le pourcentage de leur incorporation dans la matrice métallique.

L'influence de la température du bain sur le pourcentage en volume de particules céramiques dans le nanocomposite à base de nickel formé par électrodéposition a été également étudiée [79]. Il a été observé que le pourcentage de particules incorporé dans le nanocomposite augmentait avec l'augmentation de la température du bain jusqu'à 50 ° C.

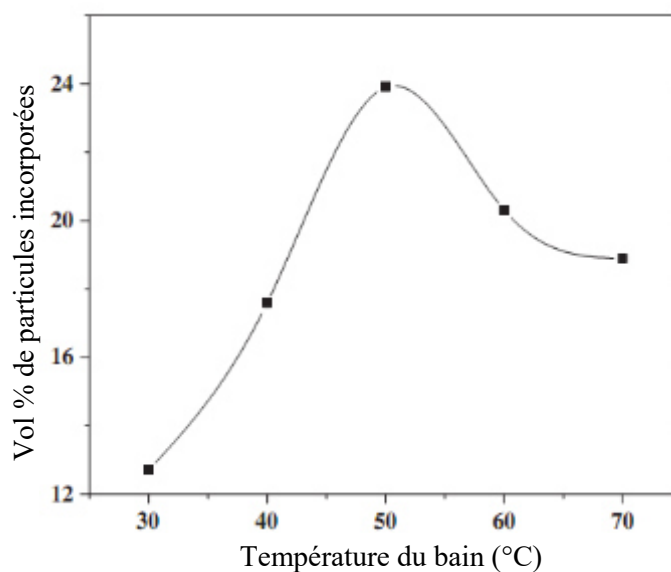


Figure I.11 Effet de la température du bain sur le pourcentage d'incorporation de particules dans le dépôt composite [79]

Il est important de noter que le résultat global concernant la variation de température sur le processus de co-déposition pour la production de revêtements composite est difficile à prévoir car le paramètre le plus affecté par la température de la solution n'est pas généralement identifié par les mécanismes habituels de dépôt [80].

I.5.3 Additifs

De nombreuses études ont rapporté l'effet des additifs dans le bain de placage sur la microstructure et les propriétés physiques des dépôts de Ni. Il a été trouvé que l'addition de saccharine au bain de placage de Ni améliore la ductilité, la brillance et en outre, il agit comme un agent de raffinage des grains [29]. Le rôle des additifs comme raffineur de grain peut être résumé comme:

- bloquer la surface par complexation, diminuer la diffusion des ions Ni adsorbés sur la cathode et retarder ainsi la croissance cristalline [16,81],
- affecter le taux d'hydrogène,
- le changement de la surtension cathodique [82,83].

Les additifs, particulièrement les agents tensioactifs, sont généralement utilisés pour favoriser une meilleure dispersion des suspensions car ils réduisent l'énergie de surface des particules influençant profondément le processus de co-déposition [19].

Les agents tensioactifs sont caractéristiques de deux régions distinctes sur la même molécule: une région polaire hydrophile et une région non polaire hydrophobe. Ces composés ont une activité aux interfaces de surface entre deux phases, telles que l'eau-air et l'huile-eau, et l'interface solide-liquide [84]. Pour l'évaluation expérimentale, ces additifs agissent de deux manières: en modifiant les propriétés de la surface de la particule et en stabilisant la suspension et/ou en affectant la réduction des ions métalliques lors de l'électrodéposition [19].

I.5.4 Composition du bain et pH

La production de revêtements par électrodéposition est fortement influencée par la composition du bain électrolytique, car la présence de complexants, de tensioactifs ou d'agents dispersants peut affecter le processus de dépôt des ions métalliques, la stabilité de la suspension et l'incorporation des particules dans le revêtement. De plus, l'acidité du bain (pH) ainsi que la concentration des composants du bain peuvent également influencer la dispersion des particules et la codéposition de l'espèce. Par conséquent, la composition du bain est l'un des sujets les plus étudiés dans la production de revêtements par cette technique, et les propriétés des revêtements produits, obtenus à partir de différents bains, peuvent certainement varier.

La valeur du pH dépend de la composition du bain. La valeur du pH doit être maintenue, pour un bon résultat. Le pH du bain influe sur la tension d'évolution de l'hydrogène, la précipitation de l'inclusion basique, la décomposition du complexe ou de l'hydrate à partir duquel le métal est déposé, et le degré d'adsorption des additifs. Dans un bain

complexe, le pH peut influencer l'équilibre entre différents processus [85]. Lorsque l'anode est insoluble, l'évolution de l'oxygène a lieu à l'anode.



D'autre part, le dégagement d'hydrogène à la cathode s'accompagne de la production d'ions hydroxyde:



Dans un bain neutre, si le rendement du courant est plus important à l'anode qu'à la cathode, le bain devient plus alcalin. Si les efficacités d'électrode sont similaires, le pH du bain reste inchangé. Par conséquent, le changement de pH d'un bain d'électrodéposition est une bonne indication de l'efficacité des électrodes. Dans certaines conditions, une précipitation d'hydroxydes métalliques peut se produire localement à l'intérieur de la double couche cathodique, qui est déposée par un co-dépôt avec le métal déposé et donne un dépôt défectueux, tout en augmentant le pH dû au dégagement d'hydrogène. Ainsi, des tampons sont nécessaires pour minimiser ces changements de pH. Pendant le dépôt électrolytique de la solution aqueuse, les ions hydrogène sont déchargés ensemble avec les ions du métal en cours de dépôt. L'hydrogène dégagé a non seulement une influence néfaste sur le taux d'électrodéposition et sur le rendement du courant cathodique, mais affecte souvent défavorablement la structure et les propriétés du métal déposé en provoquant des dépôts spongieux ou pulvérulents, des piqûres ou d'autres défauts. Dans l'électrodéposition, le métal à base de fer ou le métal avec une surtension d'hydrogène faible sont très sensibles à la concentration d'ions hydrogène dans l'électrolyte, une variation du pH affecte considérablement l'efficacité du courant cathodique et la structure des dépôts électrolytiques. La valeur du pH du film cathodique n'est pas toujours la même que celle de la masse de l'électrolyte [85].

Les ions hydrogène participent au transport d'électricité et affectent également les changements qui se produisent dans le film d'électrode. La valeur de pH du film cathodique sera, en principe, supérieure à la masse de l'électrolyte si le nombre d'ions hydrogène, transportés par le courant, est inférieur au nombre d'ions hydrogène déchargés en unité de temps et vice versa. Un changement de la valeur du pH du film cathodique provoque une diffusion qui tend à égaliser l'activité de l'ion hydrogène déchargé dans la masse de la solution et dans le film cathodique [85].

La différence entre les valeurs de pH du film cathodique et la solution globale, qui tend à augmenter avec la densité de courant, soit se stabilise, soit continue à augmenter, en fonction de la composition de la solution [85].

La composition de l'électrolyte et le pH de la solution influencent directement les mesures du potentiel ζ (figure I.12), qui est la principale variable liée à la stabilité des dispersions de particules solides en solution aqueuse [19]. Les particules de surface chargées forment des suspensions plus stables car la répulsion mutuelle entre les particules augmente, diminuant leur agglomération [86, 87]. Par conséquent, l'augmentation de la charge de particules (en module) se traduira par un potentiel plus élevé (également en module) et dans une suspension plus stable.

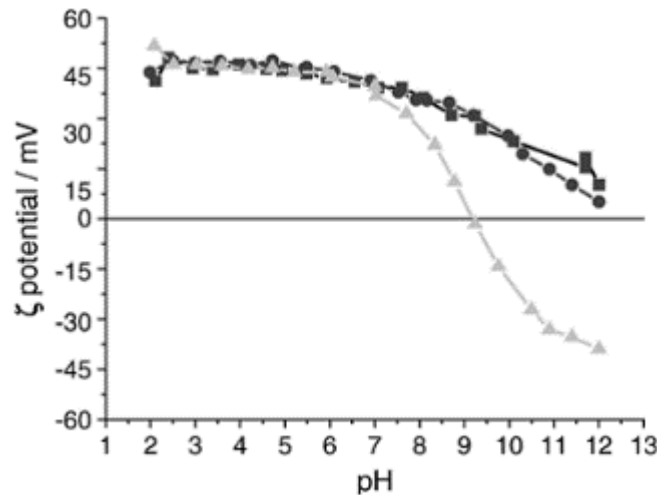


Figure I.12 Potentiel zêta des nanoparticules d' Al_2O_3 dans différents électrolytes en fonction du pH ■ sulfamate de nickel, ● chlorure de nickel, ▲ acide borique [88]

Des nanoparticules d' Al_2O_3 en suspension dans une solution KCl de 0,001 mol/l présentaient des valeurs de potentiel ζ presque constantes et positives pour une gamme de pH comprise entre 2 et 6. Cependant, à des pH plus élevés, le potentiel ζ passait à des valeurs moins positives jusqu'à atteindre le point isoélectrique, où les particules étaient sans charge puis précipitées (pH 9,2) [89]. Au contraire, en présence de bain de sulfamate de nickel, le potentiel ζ de ces particules était positif dans toute la plage de pH comprise entre 2 et 12, probablement en raison de l'adsorption de cations de nickel sur les particules d'alumine. Dans le cas des électrolytes pyrophosphates, le potentiel ζ reste négatif, lié à l'anion pyrophosphate adsorbé.

Le signe des charges sur la surface des particules influencera également le processus de dépôt, bien que les charges positives et négatives soient considérées comme améliorant de l'incorporation des particules. Par exemple, la co-déposition de particules de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, dans une matrice de Co-Ni à partir d'un bain de sulfamate d'acide Ni(II)/Co(II), s'est avérée être augmentée par la présence d'ions Co(II) adsorbés sur la surface de la particule, qui les a chargés positivement [90]. En revanche, la présence de particules d'alumine chargées

négativement (due à la présence d'anions citrate ou pyrophosphate adsorbés sur celles-ci) a également augmenté la codéposition des particules d' Al_2O_3 sur la matrice Cu [90]. Dans ce dernier cas, les particules chargées négativement ont été codéposées dans la matrice métallique en plus grandes quantités que celles chargées positivement.

Bund et al [88] ont observé que la distribution des particules d'alumine dans la matrice de nickel déposée à partir du bain de sulfamate acide n'était pas uniforme et que les particules codéposées apparaissaient sous la forme d'agglomérats, alors que les dépôts de pyrophosphate alcalin présentaient une distribution homogène des particules dans la matrice métallique et les particules ont été incorporées dans des agglomérats beaucoup plus petits dans la plage de 100 nm (figure I.13).

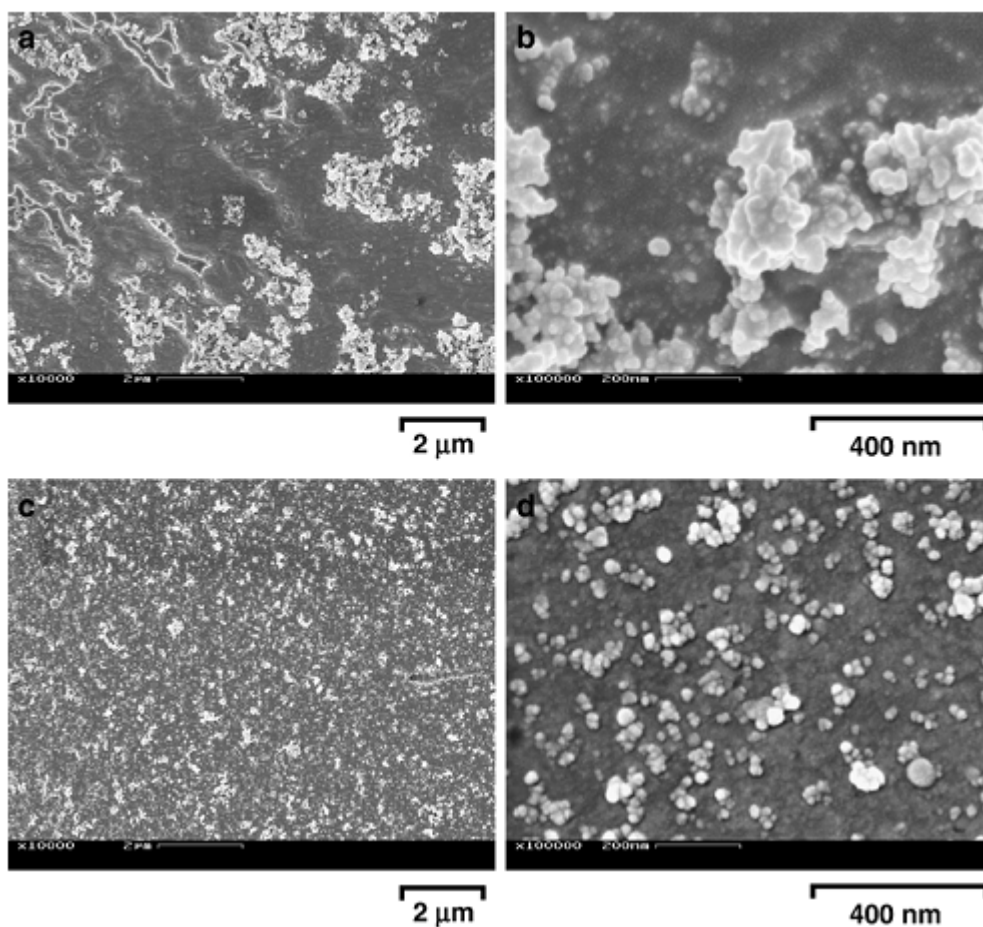


Figure I.13 Micrographies électroniques à balayage transversal de revêtements composites de nickel; (a, b) bain de sulfamate acide; (c, d) bain de pyrophosphate alcalin [88]

I.5.5 Agitation

La vitesse d'agitation de l'électrolyte joue un rôle important dans tout processus d'électrodéposition, car elle favorise le transport des ions métalliques vers l'électrode, ce qui augmente la vitesse de dépôt [91]. Dans le procédé de codage électrochimique des revêtements composites, l'influence de ce paramètre est encore plus grande car elle affecte la

dispersion homogène de la particule dans la suspension et contrôle la fréquence de collision entre les particules et la cathode.

En outre, la vitesse d'agitation de l'électrolyte influe sur le mécanisme de dépôt des particules sur la surface de la cathode ainsi que le temps où elles resteront adsorbées [19].

En général, si la vitesse d'agitation du bain est trop lente, il empêche la dispersion complète des particules, et leur sédimentation lors du processus de dépôt ne peut être évitée. Au contraire, si la vitesse d'agitation est trop élevée, les particules n'ont pas assez de temps pour être adsorbées sur la surface du substrat, ce qui entraîne une faible incorporation de particules [4].

De plus, sous des valeurs de vitesse d'agitation excessivement élevées, la quantité de particules transportées vers la cathode est trop importante pour être piégée par la croissance de la matrice, ce qui provoque la collision des particules libres (non adsorbées ou incorporées) avec d'autres particules qui atteignent la cathode. Ces collisions entraînent une diminution du taux d'incorporation [4].

Par conséquent, ce paramètre doit être optimisé pour éviter à la fois la sédimentation des particules et l'élimination des particules qui sont déjà en phase d'adsorption sur la cathode. Néanmoins, la gamme de vitesse d'agitation qui doit être utilisée pour réaliser les revêtements composites n'est pas un consensus dans la littérature et elle semble dépendre du type de particule, des ions métalliques et de la composition du bain utilisé [92].

Vaezi et al [5] ont étudié l'effet de la vitesse d'agitation sur le composite Ni-SiC et ont rapporté que l'augmentation de la vitesse d'agitation jusqu'à 120tr/min provoque une augmentation du pourcentage de SiC due au facteur de collision. La même tendance a été observée par Bagheri et al [62] dans l'électrodéposition du nanocomposite Ni-TiO₂.

R. sen et al [92] ont également étudié l'effet de la vitesse d'agitation sur la microstructure du nanocomposite Ni-CeO₂. Il a été observé que la quantité de particules de CeO₂ codéposées augmente jusqu'à une vitesse d'agitation de 450 tr/min (figure I.14), alors qu'à des vitesses d'agitation plus élevées, l'incorporation de CeO₂ diminue en raison du facteur de collision et aussi en raison de l'augmentation de la vitesse de diffusion.

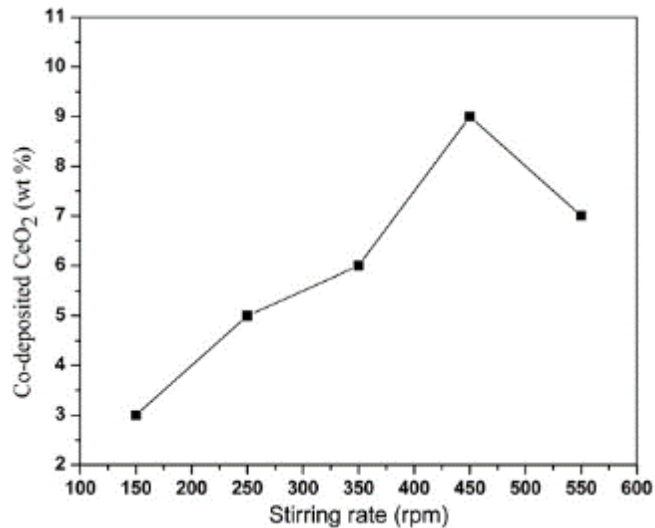


Figure I.14 Effet de la vitesse d'agitation sur la quantité de CeO₂ dans le revêtement composite [88]

I.5.6 Concentration en céramique

La concentration de particules dans l'électrolyte peut affecter le processus de dépôt, en modifiant le rapport métal/particule dans le revêtement et la taille de grain, en provoquant des variations sur les propriétés du revêtement. Le taux d'incorporation par volume des particules dans le dépôt est une fonction croissante de la concentration des particules dans l'électrolyte [61, 90]. Le taux d'incorporation est un paramètre souvent utilisé pour contrôler la quantité de particules dans le revêtement [19]. Cependant, comme le montrent plusieurs études, il est évident que la quantité de particules dans le dépôt ne croît pas indéfiniment mais atteint une valeur limite [4], qui dépend des conditions de dépôt. La concentration des particules dans l'électrolyte peut également entraîner des problèmes liés à l'homogénéité de leur suspension, leur agglomération et leur précipitation [19].

La dépendance de la teneur en particules dans le dépôt et les propriétés de microstructure du revêtement a été étudiée par de nombreux auteurs [4, 32, 61, 79, 90]. Dans toutes les études, le pourcentage de particules codéposées dans les revêtements, quelle que soit la taille des particules, augmente en augmentant la concentration des particules dans l'électrolyte jusqu'à une certaine limite, reste constant ou diminue.

I.5.7 Densité de courant

Généralement, la quantité de particules incorporées dans la matrice métallique est augmentée en augmentant la densité de courant jusqu'à une limite et, au-delà de cette valeur, la teneur en nanoparticules dans le revêtement diminue. Il a été suggéré que les cations adsorbés par les particules se déplaçaient directement vers la cathode sous l'effet de la force gravitationnelle et de la force électronique, puis capturés par les métaux en croissance [29].

A de faibles densités de courant, le taux de transfert des particules est plus rapide que le taux de croissance du métal. D'autre part, à des densités de courant plus élevées, la situation est inversée, de sorte que la teneur en particules dans le revêtement composite diminue [38].

La densité de courant appliquée est certainement l'un des paramètres d'électrodéposition le plus étudié par plusieurs auteurs [23, 62, 92], et il existe des preuves de son effet sur l'incorporation des particules. La littérature [19] rapporte que l'incorporation de particules dans le revêtement est fonction de la densité de courant et que cet effet peut être divisé en quatre régions de densité de courant. Initialement, il y a une région où l'incorporation des particules augmente rapidement pour atteindre un maximum, suivi par la deuxième région où une diminution marquée du processus se produit. Ensuite, une troisième région a lieu, où le processus est assez constant, suivi par une autre chute de la teneur en particules dans la région de densité de courant où la réduction de métal est limitée par un transfert de masse. Il semble qu'une plage optimale de densité de courant soit nécessaire pour favoriser la codéposition des particules. Cette gamme dépend cependant de la particule étudiée et d'autres paramètres de dépôt, tels que la composition du bain ou l'agitation.

Gül et al [90] ont observé que le pourcentage volumique de Al_2O_3 dans les revêtements augmente initialement avec la densité de courant et atteint le maximum à $3,0 \text{ A/dm}^2$. Au-delà de cette densité de courant, la teneur en Al_2O_3 co-déposée est presque stable (figure I.15). La relation observée entre la densité de courant et le pourcentage en volume d' Al_2O_3 dans les revêtements peut être attribuée au passage d'une réaction de dépôt de métal contrôlée par activation à un transfert de particules contrôlé par diffusion.

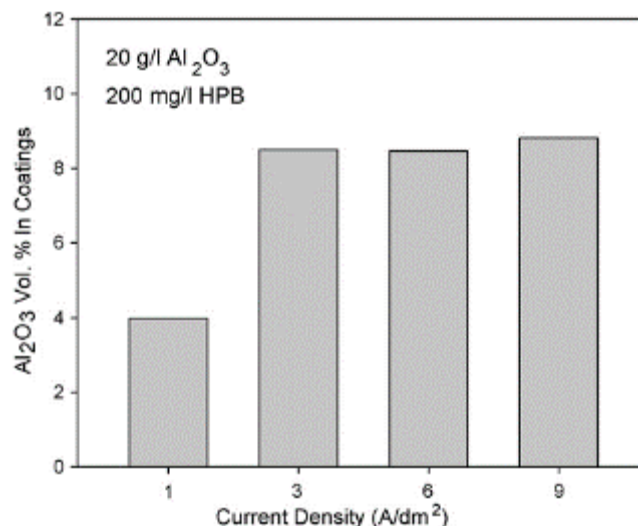


Figure I.15 Le pourcentage volumique de particules d' Al_2O_3 co-déposées dans diverses densités de courant [90]

La littérature rapporte que cette relation entre la densité de courant et la quantité de particules incorporées influence également la microstructure des revêtements produits [62, 92]. Par exemple, les revêtements Ni/Al₂O₃ produits à des densités de courant de 10 A/dm² provenant d'un bain à base de sulfamate acide (pH 4,3) présentaient une microstructure plus fine que les revêtements obtenus à des densités de courant plus faibles [88]. C'est une caractéristique importante, car la microstructure des revêtements peut être en conséquence liée à leur résistance à la corrosion.

Gül et al [90] ont trouvé que l'augmentation de la densité de courant conduit à une diminution de la taille des grains de la matrice de Ni et n'augmente pas significativement la quantité de nanoparticules dans la couche déposée (figure I.16). Néanmoins, la diminution de la taille des grains de la matrice montre un effet bénéfique en termes de dureté croissante, de résistance à l'usure, ...

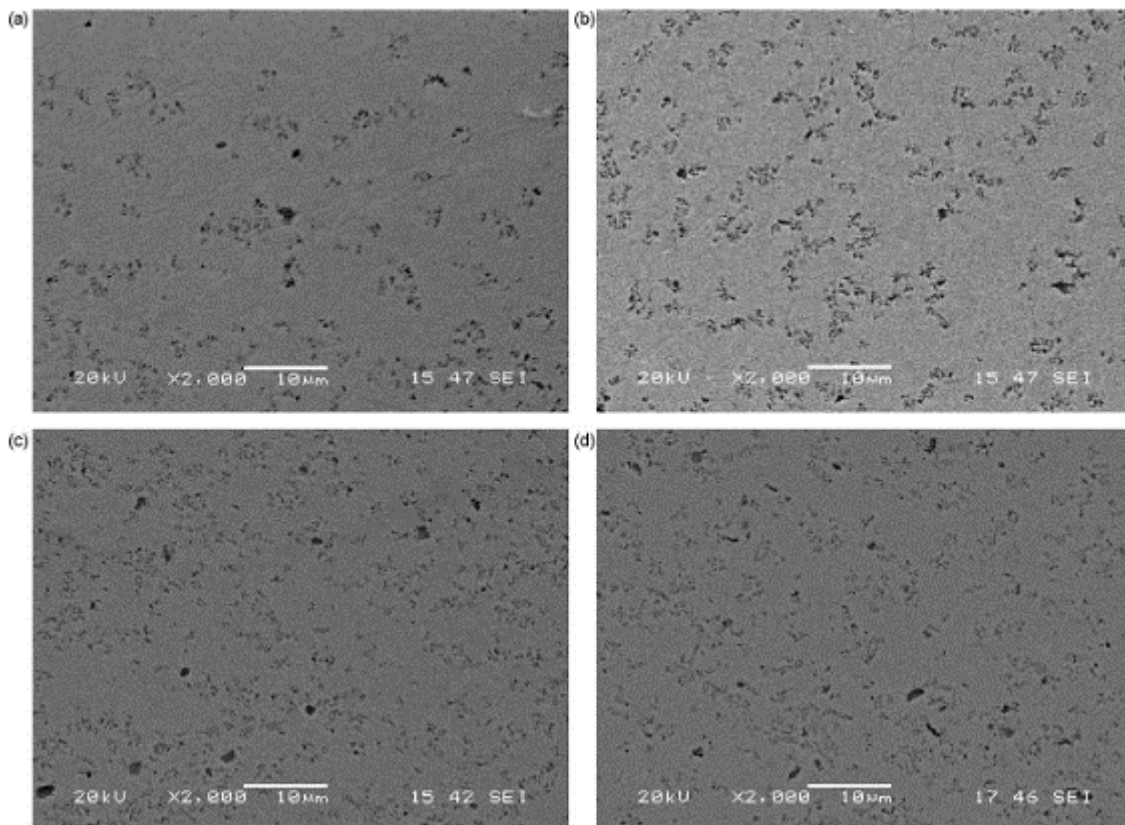


Figure I.16 Micrographies SEM en coupe transversale de co-dépôts Ni-Al₂O₃ montrant la distribution de particules de Al₂O₃ revêtues avec des densités de courant: (a) 1A/dm², (b) 3A/dm², (c) 6A/dm² et (d) 9A/dm² [90]

I.5.8 Solvants

Dans la littérature on trouve quelques études impliquant l'électrocodéposition de composites à matrice métallique dans des électrolytes non aqueux [93]. L'eau peut être partiellement ou totalement substituée par des solvants organiques pour éviter la fragilisation

par l'hydrogène, améliorer la mouillabilité de l'électrode et réaliser une large fenêtre électrochimique [94]. Il a été constaté que des particules hydrophiles qui ne peuvent pas être déposées à partir d'une solution aqueuse peuvent être facilement déposées dans une matrice d'aluminium à partir d'électrolytes organiques [95, 96].

Shrestha et al [97] ont étudié la co-déposition du composite Ni-céramique dans un bain de nickel à base d'éthanol. La quantité maximale de codéposition de particules dans la matrice de Ni a été observée dans l'éthanol pur. De plus, les performances anti-usure des revêtements composites obtenus dans l'électrolyte à base d'éthanol sont meilleures que celles obtenues à partir du bain de placage Watts (figure I.17).

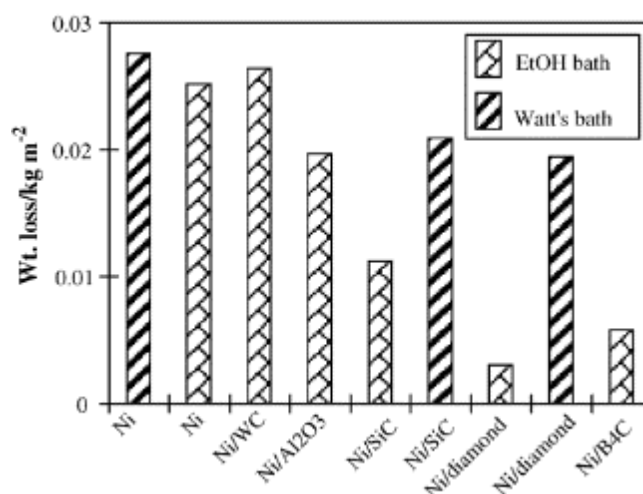


Figure I.17 Résistance à l'usure en termes de perte de matériau de divers Ni-composites déposés à partir de l'éthanol et du bain de placage Watts [97]

Des revêtements composites et nanocomposites de Ni-TiO₂ ont été préparés dans un solvant aqueux-organique mixte, c'est-à-dire un électrolyte aqueux contenant 50% de diéthanolamine [29]. Il a été observé qu'aucune variation significative de la teneur en particules des revêtements sur l'utilisation de particules de TiO₂ submicroniques ou nanométriques, ce qui signifie que les forces gravitationnelles et la diffusion n'ont pas d'influence considérable sur le processus d'électrocodéposition dans cet électrolyte.

Singh et al [32] ont étudié l'électrocodéposition du composite Ni-TiC dans un bain d'acétate en utilisant du N-méthyl formamide comme solvant non aqueux. Ils ont étudié la composition, la microstructure, la teneur en hydrogène et la microdureté. Ils ont signalé qu'un dépôt presque exempt d'hydrogène pouvait être obtenu avec une valeur de microdureté améliorée.

I.5.9 Champ magnétique

Plusieurs recherches ont été effectuées pour étudier l'effet du champ magnétique sur l'électrodéposition des métaux et des alliages [98-100]. L'intensité et la direction du champ magnétique imposé, affectent les propriétés du dépôt.

Yamada et al [90] ont étudié l'électrodéposition du composite Ni-Al₂O₃ dans un champ magnétique vertical, et ils ont trouvé que les particules d'Al₂O₃ étaient incluses dans la matrice de manière régulière.

Feng et al [72] ont appliqué avec succès un champ magnétique à la place de l'agitation pour produire un nano-composite Ni-Al₂O₃. La quantité de particules de nano-Al₂O₃ dans le revêtement composite augmente avec l'augmentation de la densité de flux magnétique et atteint le maximum à 8 Tesla, puis diminue légèrement. Cette augmentation de la quantité de particules d'Al₂O₃ incorporées s'accompagne d'une amélioration significative de la dureté et de la résistance à l'usure.

Wang et al [101] ont constaté que la distribution des nanoparticules a montré la forme du réseau lors de la superposition d'un champ magnétique, et la taille moyenne du réseau unique a augmenté avec l'augmentation de la densité de courant. Une forte concentration de nanoparticules pourrait être obtenue à faible densité de courant avec un champ magnétique, alors qu'une forte densité de courant était nécessaire pour réaliser cela sans champ magnétique. Le dépôt magnétique superposé améliorerait l'efficacité actuelle (figure I.18).

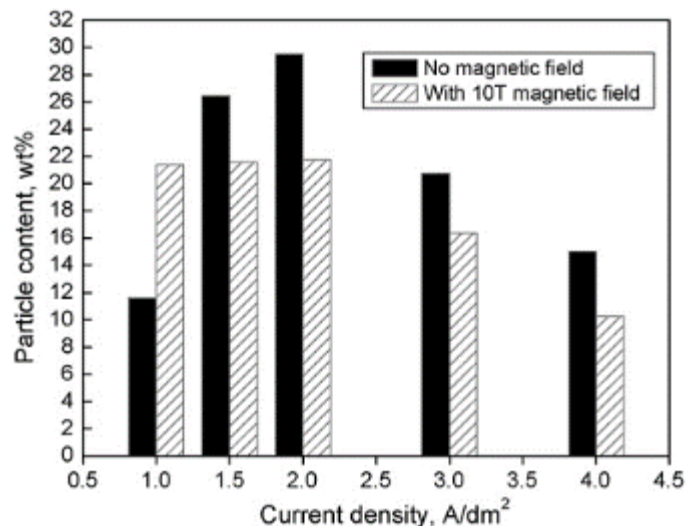


Figure I.18 L'effet du champ magnétique sur l'incorporation des particules [101]

I.5.10 Rapport cyclique

Le rapport cyclique désigne, pour un phénomène périodique, le ratio entre la durée du phénomène sur une période et la durée de cette même période (c'est le rapport entre le

moment où une charge ou un circuit est activé et le moment où la charge ou le circuit est désactivé).

Ce rapport varie de 0 à 1, en pourcentage de 0 % à 100 %

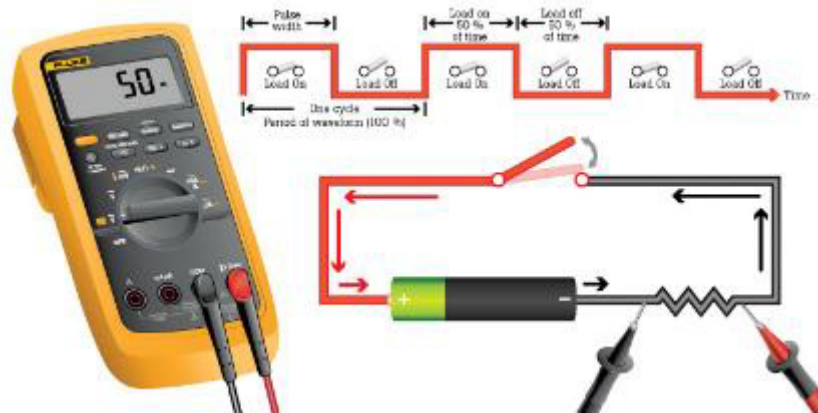


Figure I.19 L'effet du champ magnétique sur l'incorporation des particules [102]

L'effet du rapport cyclique sur les propriétés des composites préparés par electrocodeposition a fait l'objet de plusieurs recherches.

Bahrolloom et al. [69] ont étudié l'effet du rapport cyclique sur la dureté ainsi que sur les particules incorporées dans les revêtements composites. A mesure que le rapport cyclique augmente de 10 à 100%, la microdureté ainsi que les particules incorporées diminuent significativement (figure I.20). Un rapport cyclique plus faible donne un temps d'arrêt plus long, pour l'arrivée des nanoparticules à la double couche. Par conséquent, plus de nanoparticules sont renforcées dans les revêtements composites, à un rapport cyclique plus faible, et plus les revêtements deviennent durs. L'amélioration de la dureté, à un rapport cyclique plus faible est principalement due au raffinement du grain, à l'arrêt de l'impulsion plus longtemps que le temps de fonctionnement.

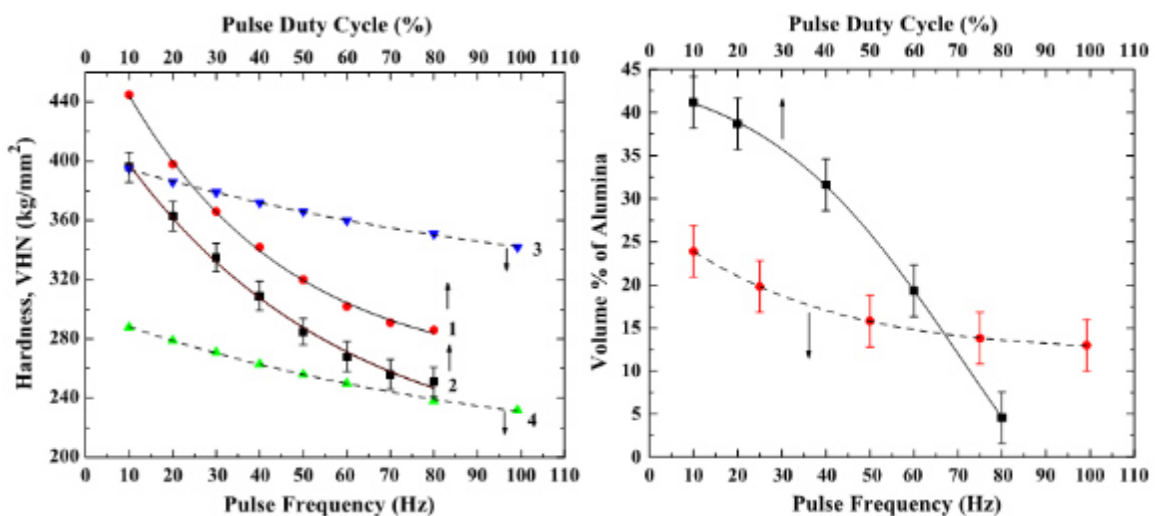


Figure I.20 Effet du rapport cyclique sur la teneur en alumine et la micro-dureté des revêtements composites de nickel-alumine électrodéposés [69]

Jung et al. [103] ont étudié les revêtements composites Ni-alumine, ils ont observé que les rapports cycliques faibles conduisaient à une augmentation du pourcentage en volume d'alumine dans le composite (figure I.21), puisque au long temps d'impulsion, les particules Al_2O_3 qui portent des ions Ni adsorbés atteignent la cathode par convection et diffusion. Dans l'impulsion suivante, les ions adsorbés sur les particules, sont déchargés et les particules sont incorporées dans la couche métallique en croissance.

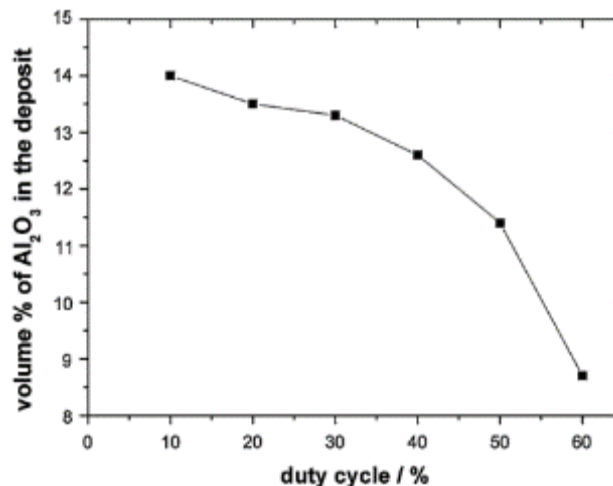


Figure I.21 Effet du rapport cyclique sur la teneur en alumine des revêtements composites de nickel-alumine électrodéposés [103]

I.6 Conclusion

Les revêtements composites à base de nickel ont été étudiés pendant de nombreuses années, leur application en tant que revêtements anticorrosifs nécessite encore plus d'études et de recherches. Les effets des paramètres d'élaboration de ces revêtements, sur les caractéristiques anticorrosives, doivent être optimisés pour améliorer l'incorporation des nanoparticules aux revêtements et relier cet effet à leurs propriétés anticorrosives. Cette recherche bibliographique, que nous avons présentée dans ce chapitre, nous a permis de conclure qu'il y a une grande opportunité de recherche impliquant la production de revêtements par électrodéposition et leur caractérisation en tant que revêtements anticorrosifs.

Chapitre II

Procédure Expérimentale

II.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons l'ensemble du travail mis en œuvre pour la réalisation des expériences et ce dans un souci de caractériser, le comportement anticorrosif des revêtements élaborés, dans un milieu de test agressif.

Nous présentons, également, la démarche utilisée pour la planification et les conditions de réalisation des expériences.

Les essais nécessaires à notre étude ont été effectués au laboratoire de corrosion du département de génie mécanique de l'université de Batna 2, et à l'atelier mécanique du département de génie mécanique de l'université Kasdi Merbah de Ouargla.

II.2 Description du matériel utilisé

II.2.1 Le substrat utilisé

Comme substrat, nous avons utilisé un acier à usage courant, l'acier A60. Ce dernier est un acier de construction non allié d'usage général.

a). Composition chimique

La composition chimique de l'acier A60 est donnée dans le tableau II.1

Tableau II.1 Composition chimique de l'acier A60 en % massique

C	P	S	N	Fe
0.40	0.055	0.055	0.014	Le reste

b). Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de l'acier A60 sont données dans le tableau II.2

Tableau II.2 Caractéristiques Mécaniques de l'acier A60

Re (N/mm ²)	Rm (N/mm ²)	A (%)
(305 ÷ 335)	(590 ÷ 770)	(6 ÷ 16)

II.2.2 Bain électrolytique

Le bain électrolytique utilisé pour l'élaboration des revêtements composites Ni-Al₂O₃ (bain chloruré) a été préparé au niveau du laboratoire de chimie du département de génie des procédés de l'université Kasdi Merbah de Ouargla.

Le tableau suivant récapitule la composition et les concentrations utilisées pour les différents dépôts électrolytiques :

Tableau II.3 Composition du bain de nickel chloruré [104,105]

Constituants	NiCl ₂ +6H ₂ O	NH ₄ Cl	NaCl	H ₃ BO ₃
Teneur [g/l]	11.885	12.303	4.091	6.183

II.2.3 Générateur de courant

Le type de générateur de courant utilisé est un équipement d'alimentation électrique à impulsions (modèle M10-SP3003LX) fabriqué par MCP (figure II.1).



Figure II.1 Générateur de courant M10-SP3003LX

II.2.4 Cellule électrochimique de co-dépôtion

La cellule électrochimique utilisée (figure II.2) lors de l'élaboration des revêtements composites $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ comporte deux électrodes de nickel, un thermomètre, une éprouvette à revêtir et une solution électrolytique.



Figure II.2 Cellule électrochimique utilisée pour la co-dépôtion.

II.2.5 Potentiostat

Pour la réalisation des essais de polarisation, nous avons utilisé un potentiostat de type PGP201 (voir figure II.3).

Un potentiostat est une source de courant qui, au moyen d'un amplificateur, maintient le potentiel entre l'électrode de travail (ET) et l'électrode de référence (ER) constant et égal à la valeur désirée par l'opérateur.



Figure II.3 Potentiostat de type PGP201

II.2.6 Cellule électrochimique pour la polarisation

La cellule électrochimique (figure II.4) utilisée pour la polarisation est composée de trois électrodes : l'éprouvette à revêtir, l'électrode en platine (auxiliaire) et l'électrode de référence (calomel saturé).

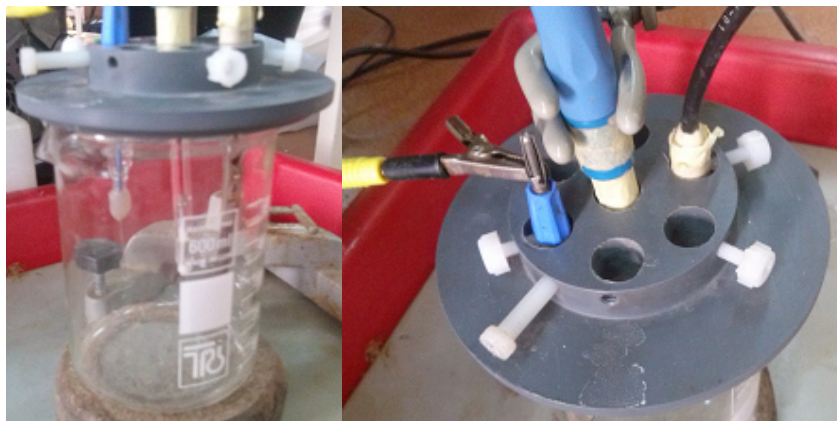


Figure II.4 Cellule électrochimique utilisée pour la polarisation

II.2.7 Oxyde d'aluminium

L'alumine, ou oxyde d'aluminium (Al_2O_3), est un composé chimique qui existe à l'état naturel dans la bauxite, sous forme d'alumine hydratée, mélangé avec de l'oxyde de fer.



Figure II.5 Oxyde d'aluminium (Al_2O_3)

L'alumine est connue pour avoir de très bonnes propriétés et qui sont rappelées ci-dessous, à savoir [18] :

- une bonne tenue mécanique aux températures élevées,
- une bonne conductivité thermique,
- une grande dureté,
- une bonne résistance à l'usure.

Certaines propriétés physiques de l'alumine sont également mentionnées dans le tableau ci-dessous :

Tableau II.4 Propriétés physiques de l'alumine

Masse volumique (g/cm ³)	3.9
Masse molaire (g/mole)	102
Température maximale d'utilisation sous air (°C)	1700-1800
Dureté (Mohs)	9
Module de Young (GPa)	300-400
Coefficient de Poisson	0.25
Résistance à la flexion (MPa)	380
Ténacité (MPam ^{1/2})	2-3

II.2.8 Ordinateur

Pour l'acquisition des données de polarisation nous avons utilisé un PC, P4 GHz, 2 Go de RAM muni d'un software « VoltaMaster 1 ».

II.2.9 Préparation des essais

La préparation des essais a été réalisée selon les étapes suivantes :

a). Réalisation des éprouvettes

Toutes les éprouvettes ont été réalisées au niveau de L'Entreprise Nationale des Matériels de Travaux Publics « ENMTP », Ain-Smara Constantine. Les pièces ont été usinées de manière à obtenir des éprouvettes de longueur 60 mm et de diamètre 6 mm, en utilisant trois opérations d'ébauche, de demi-finition et de finition (Figure II.6).

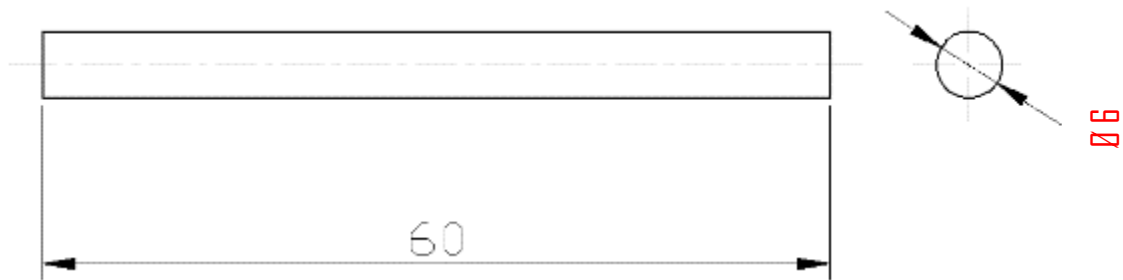


Figure II.6 Dimensions des éprouvettes [mm]

b). Préparation de l'état de surface des éprouvettes

La préparation des surfaces des éprouvettes a été réalisée à travers deux étapes :

▪ Polissage

Les éprouvettes fixées dans le mandrin d'un tour parallèle sont polies à l'aide de papier abrasif de différentes granulométries : 180, 400, 600 et 1000.

▪ Dégraissage

Les éprouvettes ont été dégraissées ultrasoniquement dans une solution d'acétone pendant 5min, ensuite rincées dans de l'eau distillée et puis séchées à l'air chaud.

Un type d'éprouvette obtenue est montré dans la figure II.7.



Figure II.7 Epreuve polie

II.3 Les essais d'électrodéposition

L'élaboration des dépôts composites Ni-Al₂O₃ a été réalisée au niveau du laboratoire de corrosion du département de mécanique de l'Université de Batna 2.

II.3.1 Préparation des bains

Les bains de nickel ont été préparés selon les gammes suivantes :

- Bain de nickel chloruré sans Al₂O₃ (0g/l)
- Bain de nickel chloruré + ajout d'Al₂O₃ des concentrations de 5,10 ,15 et 20 g/l.

II.3.2 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental utilisé pour le revêtement électrolytique est composé de trois parties essentielles (Figure 8) à savoir :

- Une source de courant (générateur de courant continu).
- Une cellule d'électrolyse, d'environ 300 ml de volume qui contient trois électrodes, deux d'entre elles constituent les anodes qui sont en nickel dans notre cas, et la troisième constitue la cathode qui est l'acier (pièce à revêtir).
- Un ensemble d'appareils de mesure (multimètre, pH mètre, thermomètre).



Figure II.8 Dispositif expérimental pour la co-déposition

II.3.3 Réalisation des dépôts

Différents paramètres ont été utilisés dans les essais pour étudier leur influence sur les propriétés des revêtements composites. Chaque bain d'électrodéposition a été agité, en utilisant un agitateur magnétique, avant l'électrodéposition et également pendant le dépôt. Une pièce d'acier (de surface 6.88 cm^2) et deux pièces en nickel pur (d'une surface de 10 cm^2 pour chaque pièce) ont été utilisées respectivement comme cathode et anode.

Tous les essais d'électrodéposition ont été réalisés sous les conditions suivantes :

- Agitation modérée
- pH du bain égale 5.

L'électrodéposition a été appliquée sur 120 pièces dont 60 destinées à la technique de la masse perdue et 60 autres destinées à la technique de la polarisation.

Les paramètres d'électrodéposition (pour un temps de dépôt égal 60 min) sont donnés dans le tableau II.5

Tableau II. 5 Paramètres d'électrodéposition des revêtements Ni/Al₂O₃

N° d'essai	Concentration en Al ₂ O ₃ (g/l)	Température (°C)	Intensité du courant (mA)
1	0	30	30
2	0	30	40
3	0	30	50
4	0	30	60
5	0	40	30
6	0	40	40
7	0	40	50
8	0	40	60
9	0	50	30
10	0	50	40
11	0	50	50
12	0	50	60
13	5	30	30
14	5	30	40
15	5	30	50
16	5	30	60
17	5	40	30
18	5	40	40
19	5	40	50
20	5	40	60
21	5	50	30
22	5	50	40
23	5	50	50
24	5	50	60
25	10	30	30)
26	10	30	40
27	10	30	50
28	10	30	60
29	10	40	30
30	10	40	40
31	10	40	50
32	10	40	60

N° d'essai	Concentration en Al ₂ O ₃ (g/l)	Température (°C)	Intensité du courant (mA)
33	10	50	30
34	10	50	40
35	10	50	50
36	10	50	60
37	15	30	30
38	15	30	40
39	15	30	50
40	15	30	60
41	15	40	30
42	15	40	40
43	15	40	50
44	15	40	60
45	15	50	30
46	15	50	40
47	15	50	50
48	15	50	60
49	20	30	30
50	20	30	40
51	20	30	50
52	20	30	60
53	20	40	30
54	20	40	40
55	20	40	50
56	20	40	60
57	20	50	30
58	20	50	40
59	20	50	50
60	20	50	60

Après l'électrodéposition pendant 60 minutes, les éprouvettes ont été retirées du bain, lavées puis rincées à l'aide d'une eau déionisée contenue dans une cuve à ultrasons.

Une éprouvette revêtue est présentée dans la figure II.9



Figure II.9 Eprouvette revêtue en Ni/Al₂O₃

II.4 Techniques de caractérisation des dépôts

Dans ce qui suit, on va décrire brièvement les différentes techniques de caractérisation qu'on a utilisées pour étudier les revêtements réalisés.

II.4.1 Tests de corrosion

Pour étudier les caractéristiques anticorrosives des dépôts réalisés, nous proposons d'utiliser deux techniques : la technique de la masse perdue et la technique de polarisation.

a). Technique de la masse perdue

Cette technique de caractérisation consiste à plonger dans chaque béccher, contenant une solution de chlorure de sodium à 3.5%, un échantillon, pour une durée de 15 jours, à température ambiante. Les éprouvettes ont été pesées avant immersion, la surface non concernée par le test d'immersion est protégée par un vernis de bobinage qui joue le rôle d'un isolant. Les éprouvettes ont été laissées pendant deux jours exposées à l'air libre, afin que le vernis sèche correctement.

Après 15 jours d'immersion, les éprouvettes ont été retirées des béchers, nettoyées à l'aide d'une brosse en nylon, pour enlever les produits de corrosion, ensuite immergées dans un béccher contenant de l'acétone et l'ensemble est nettoyé ultrasoniquement pour enlever le vernis d'isolation.

Finalement, les échantillons ont été rincés avec de l'eau distillée, séchés et ensuite pesés.

La démarche à suivre, pour la caractérisation avec la méthode de la masse perdue, est illustrée à la figure II.10.

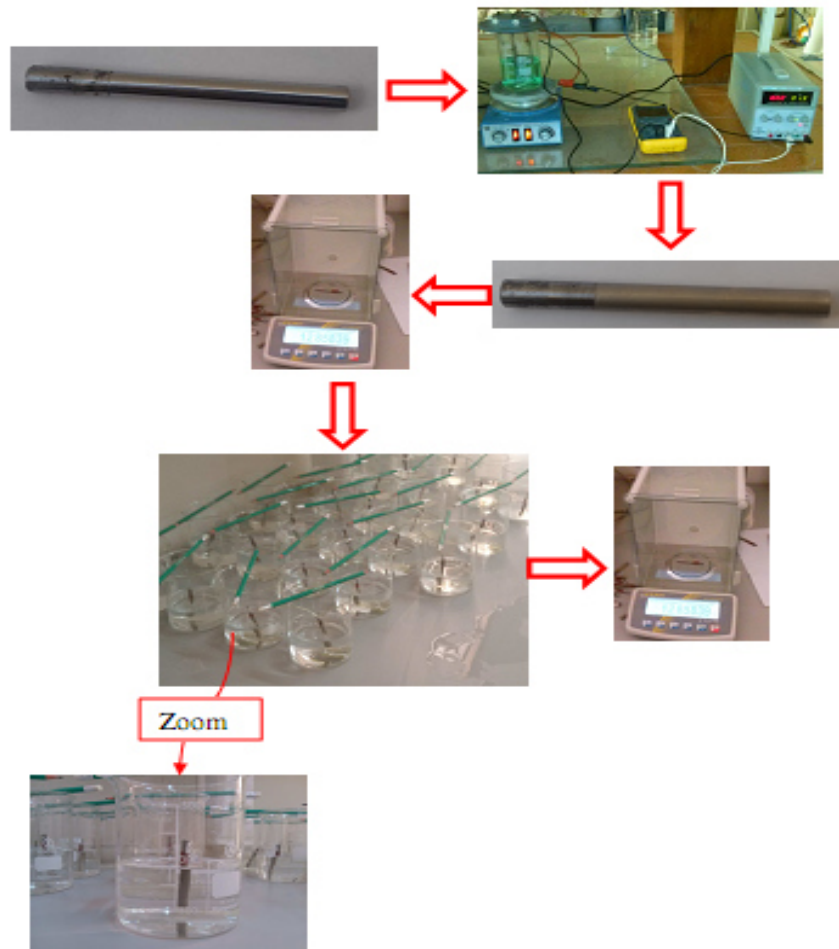


Figure II.10 Caractérisation des revêtements Ni/Al₂O₃ par la méthode de la masse perdue

b). Technique de polarisation

La face des échantillons, devant être polarisée, est laissée nue, alors que le reste a été recouvert d'une couche de vernis.

La solution de test est 3.5 % NaCl.

Pour la détermination de la courbe de polarisation on applique, à l'aide d'un potentiostat, différents potentiels entre l'électrode de travail (ET) (pièce à étudier) et l'électrode de référence (ER) (électrode au calomel saturé).

Ensuite, on mesure le courant stationnaire qui s'établit après un certain temps dans le circuit électrique entre l'électrode de travail et une contre électrode ou électrode auxiliaire (EA) (électrode de platine).

Le potentiostat est relié à un ordinateur, et à l'aide d'un logiciel (Voltalab 21), les courbes $I=f(E)$ (courant en fonction du potentiel) sont tracées.

La démarche à suivre pour la caractérisation par la méthode de polarisation est illustrée à la figure II.11.

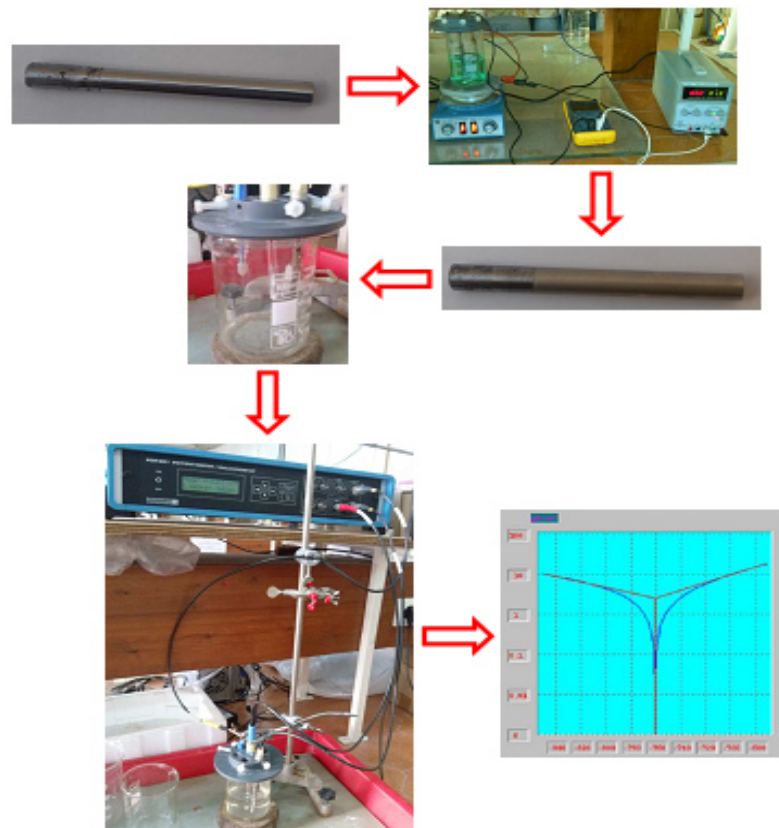


Figure II.11 Caractérisation des revêtements Ni/Al₂O₃ par la méthode de polarisation

II.4.2 Examens par rayons X

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

En effet, les rayons X permettent même de reconnaître des matériaux qui ont la même composition chimique brute, mais qui sont de forme de cristallisation différente.

Par exemple la diffractométrie permet de distinguer les différentes silices (qui ont toutes la même formule brute SiO₂: quartz, cristobalite ...), les différents aciers (acier ferritique, acier austénitique...) ou les différentes alumines (qui ont toutes la même formule brute Al₂O₃: corindon /alumine α , δ , γ , θ ...) [105].

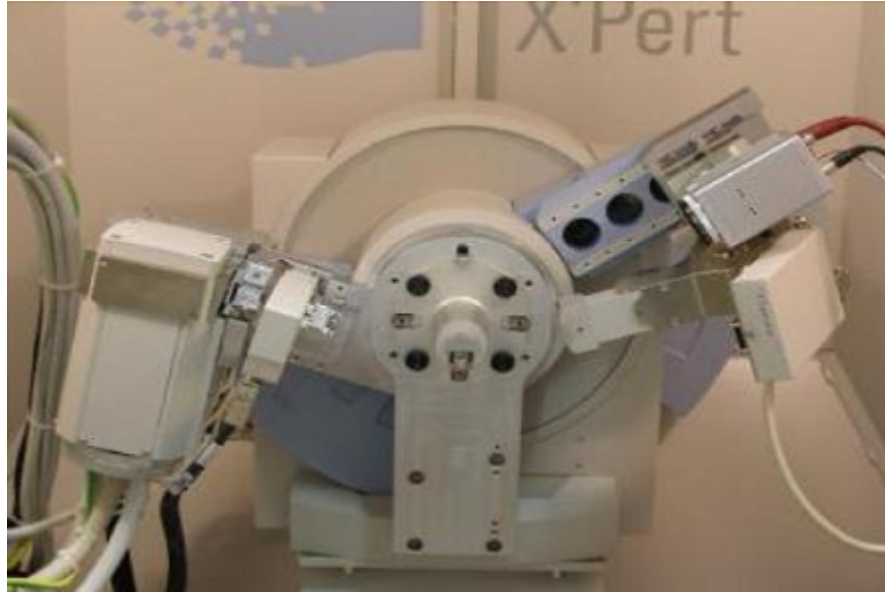


Figure II.12 Système de diffraction par rayons X

Toutes les analyses de diffraction par rayons X, des revêtements Al_2O_3 , ont été réalisées au niveau de la faculté des sciences et de la technologie de l'Université Mohamed Khider de Biskra.

II.4.3 Examens par microscopie électronique à balayage (MEB)

Les dépôts réalisés ont été observés par l'intermédiaire d'un microscope électronique à balayage au niveau du laboratoire dynamique interaction et réactivités des systèmes, de l'université de Ouargla. Cet examen sert à illustrer la qualité du revêtement, particulièrement : la compacité, l'homogénéité du revêtement ainsi que la répartition des particules d'alumine.

II.5 Conclusion

Dans ce chapitre, les revêtements composites de nickel-alumine ont été élaborés avec succès par la technique d'électrodéposition. Nous avons présenté dans ce chapitre les équipements et le matériel utilisés pour l'élaboration et la caractérisation des revêtements Ni- Al_2O_3 .

Les essais de caractérisation ont été effectués afin d'étudier l'effet des paramètres d'élaboration et l'ajout de particules d' Al_2O_3 sur les propriétés anticorrosives des revêtements Ni- Al_2O_3 . Ce chapitre fournit une démarche à suivre pour l'élaboration et la caractérisation des revêtements composites Ni- Al_2O_3 par différentes techniques.

Chapitre III

Résultats et Discussion

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, les résultats obtenus à partir des essais expérimentaux sont présentés et discutés, à savoir le taux de corrosion et l'épaisseur des dépôts composites réalisés.

III.2 Présentation des résultats des essais

Deux types de techniques (masse perdue et polarisation) ont été utilisés pour la détermination du taux de corrosion pour chaque épaisseur de dépôt obtenu, tout en mettant en évidence l'influence de la concentration en Al_2O_3 , la température du bain et l'influence du courant.

Pour les tests de masse perdue, le taux de corrosion est calculé à partir de la différence de masse entre la masse avant test et la masse après test. Celui-ci est donné par la relation suivante :

$$Taux_{corr} (mm / an) = \frac{365(M_1 - M_2)}{\rho S_{imm} t} \quad (III.1)$$

$M_1 (g)$: masse avant immersion,

$M_2 (g)$: masse après immersion,

$\rho (g/cm^3)$: masse volumique de l'acier,

$t (jours)$: temps d'immersion (dans notre étude $t = 15 jours$),

$S_{imm} (cm^2)$: surface immergée (dans notre étude $S_{imm} = 6.88 cm^2$ pour toutes les pièces).

L'épaisseur du revêtement déposé est calculée à partir de la relation suivante [106]:

$$e (\mu m) = \frac{M}{\rho S} \quad (III.2)$$

$\rho (g/cm^3)$: masse volumique de Ni,

$S (cm^2)$: la surface du substrat.

Le tableau III.1 présente l'ensemble des résultats obtenus lors des essais de la masse perdue et de la polarisation.

Tableau III. 1 Résultats des essais.

N° d'essai	Concentration en Al ₂ O ₃ (g/l)	Température (°C)	Intensité du courant (mA)	Taux de Corrosion (mm/an)		Epaisseur (µm)
				Masse Perdue	Polarisation	
1	0	40	30	0.0663	0.052	8.4226
2	0	40	40	0.0549	0.044	8.8319
3	0	40	50	0.0452	0.041	8.9552
4	0	40	60	0.0405	0.031	9.6782
5	0	50	30	0.0982	0.09	7.1219
6	0	50	40	0.0908	0.083	7.2332
7	0	50	50	0.0878	0.081	7.2900
8	0	50	60	0.0798	0.069	7.5789
9	0	30	30	0.0837	0.077	7.3551
10	0	30	40	0.0775	0.073	7.4095
11	0	30	50	0.0709	0.069	7.5795
12	0	30	60	0.0666	0.059	8.1554
13	5	30	30	0.0274	0.021	9.9869
14	5	30	40	0.0240	0.02	10.1678
15	5	30	50	0.0205	0.015	10.3717
16	5	30	60	0.0176	0.012	10.4542
17	5	40	30	0.0576	0.044	8.8331
18	5	40	40	0.0442	0.031	9.6750
19	5	40	50	0.0406	0.022	9.9264
20	5	40	60	0.0379	0.02	10.1755
21	5	50	30	0.0897	0.081	7.2922
22	5	50	40	0.0875	0.081	7.2830
23	5	50	50	0.0815	0.073	7.4030
24	5	50	60	0.0707	0.066	7.7823
25	10	30	30	0.0403	0.031	9.6793
26	10	30	40	0.0334	0.029	9.8073
27	10	30	50	0.0304	0.027	9.8710
28	10	30	60	0.0264	0.021	9.9807
29	10	40	30	0.0432	0.031	9.6764
30	10	40	40	0.0400	0.029	9.8092

N° d'essai	Concentration en Al ₂ O ₃ (g/l)	Température (°C)	Intensité du courant (mA)	Taux de Corrosion (mm/an)		Epaisseur (µm)
				Masse Perdue	Polarisation	
31	10	40	50	0.0361	0.021	9.9825
32	10	40	60	0.0306	0.018	10.3125
33	10	50	30	0.0804	0.077	7.3580
34	10	50	40	0.0791	0.076	7.3368
35	10	50	50	0.0737	0.069	7.5778
36	10	50	60	0.0665	0.054	8.3394
37	15	30	30	0.0576	0.054	8.3253
38	15	30	40	0.0553	0.053	8.3996
39	15	30	50	0.0531	0.053	8.4036
40	15	30	60	0.0522	0.051	8.4749
41	15	40	30	0.0345	0.027	9.8793
42	15	40	40	0.0307	0.019	10.2211
43	15	40	50	0.0204	0.015	10.3791
44	15	40	60	0.0184	0.013	10.4024
45	15	50	30	0.0692	0.066	7.7864
46	15	50	40	0.0632	0.06	7.9970
47	15	50	50	0.0600	0.051	8.4729
48	15	50	60	0.0524	0.044	8.8340
49	20	30	30	0.0740	0.066	7.7857
50	20	30	40	0.0631	0.059	8.1529
51	20	30	50	0.0602	0.057	8.2756
52	20	30	60	0.0594	0.054	8.3385
53	20	40	30	0.0386	0.029	9.8036
54	20	40	40	0.0368	0.027	9.8755
55	20	40	50	0.0331	0.021	9.9824
56	20	40	60	0.0270	0.019	10.2203
57	20	50	30	0.0796	0.077	7.3503
58	20	50	40	0.0780	0.069	7.5706
59	20	50	50	0.0707	0.067	7.6276
60	20	50	60	0.0678	0.06	7.9996

Pour comparer les résultats obtenus par les techniques de masse perdue et de polarisation nous proposons de représenter les résultats suivant la superposition de surfaces (figures III.1, III.2 et III.3).

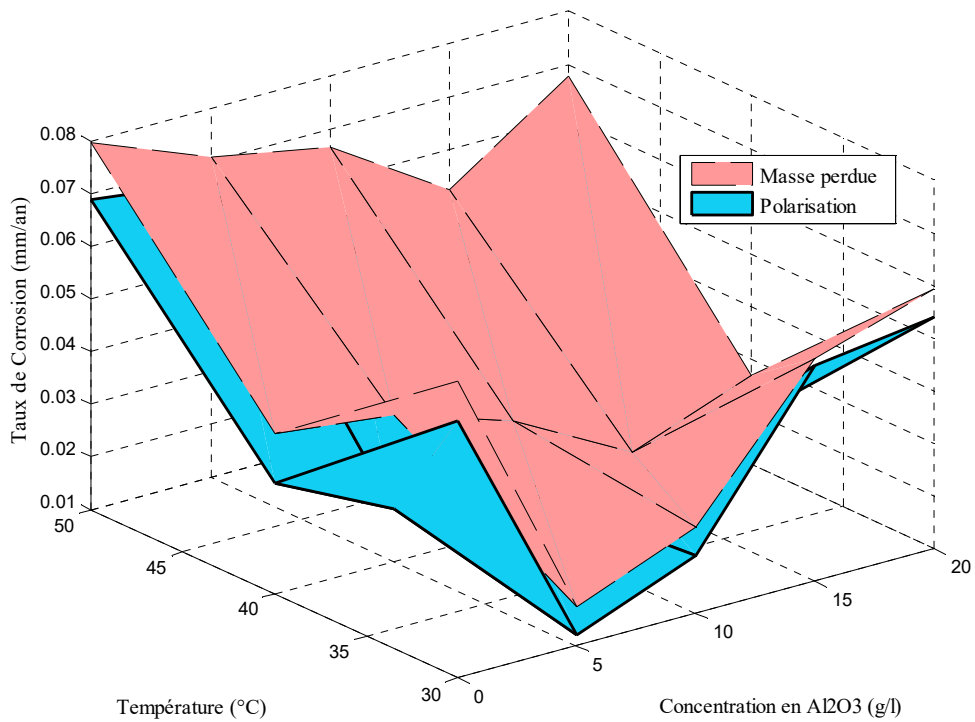


Figure III.1 Variation du taux de corrosion en fonction de la température du bain et de la concentration en Al₂O₃, pour I = 60 mA

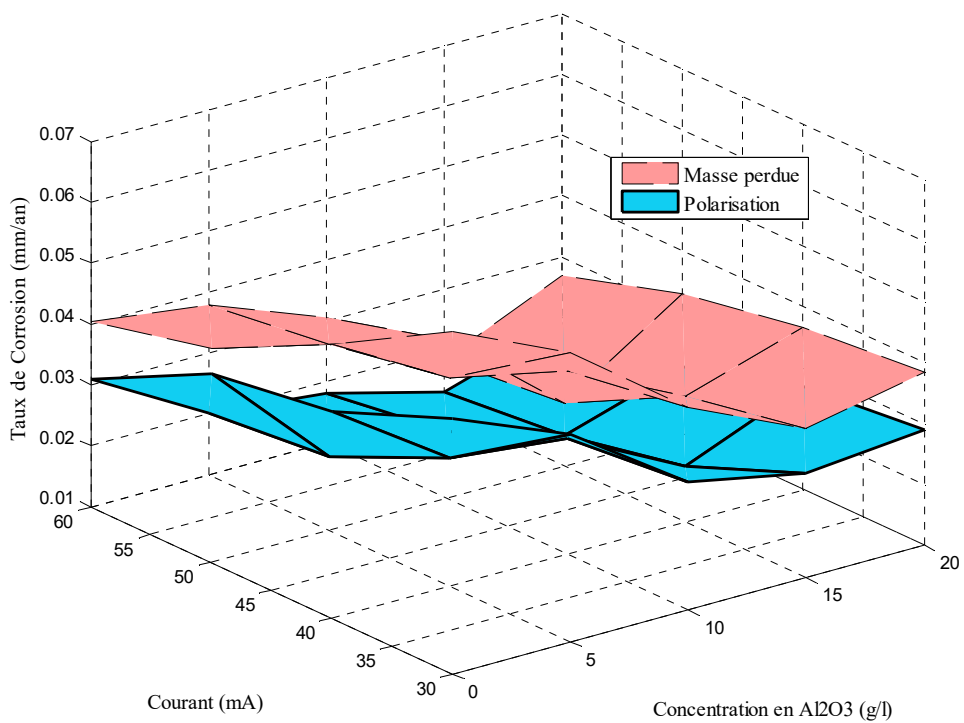


Figure III.2 Variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la concentration en Al₂O₃, pour T = 40 °C

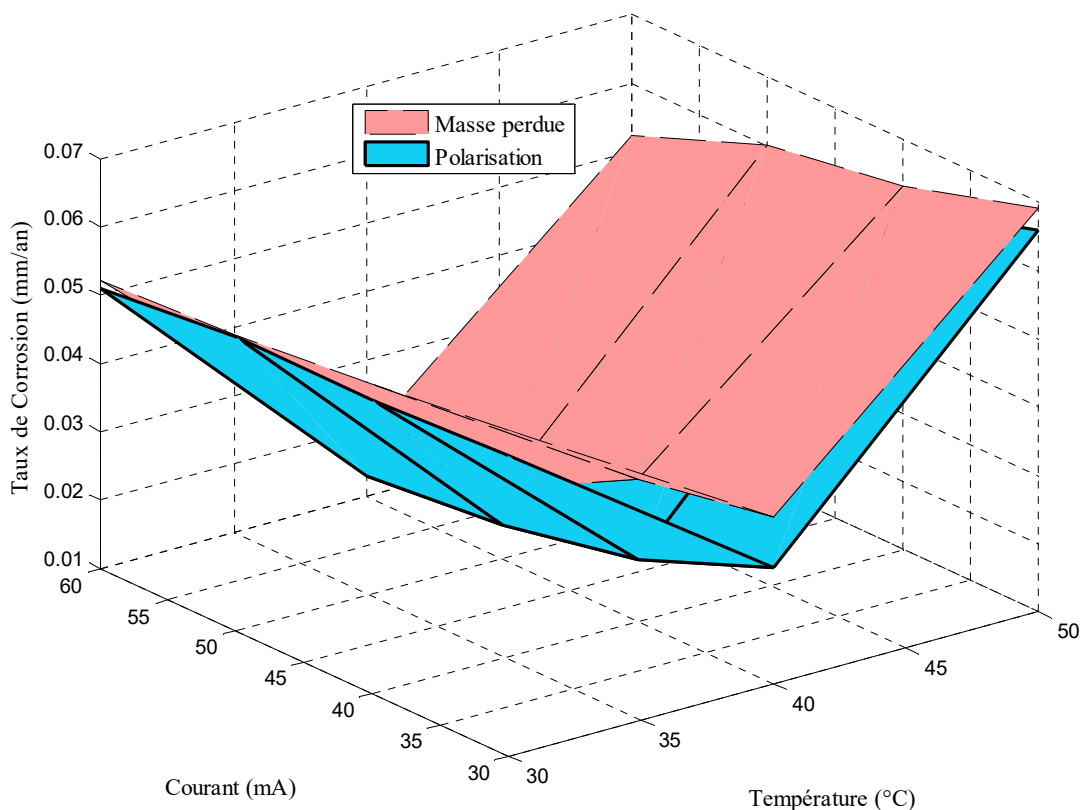


Figure III.3 Variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la température du bain pour une concentration en Al_2O_3 , $C = 15 \text{ g/l}$

L'analyse des surfaces représentées dans les figures III.1, III.2 et III.3 nous a permis de remarquer que les surfaces sont parallèles quelque soient les paramètres considérés, ce qui nous conduit à conclure que le taux de corrosion obtenu par les deux techniques expérimentales, masse perdue et polarisation, subit une même variation en fonction des paramètres d'élaboration ce qui se traduit par la même allure des courbes dans les deux cas.

Une différence entre les valeurs du taux de corrosion obtenues avec la technique de la masse perdue et celles obtenues avec la technique de polarisation a été observée lors de l'analyse des figures ci-dessus. Cette différence est due à la difficulté de maintenir les mêmes conditions opératoires pendant les quinze jours de l'immersion des éprouvettes au cours des tests de la masse perdue.

L'analyse de l'influence de chaque paramètre d'élaboration sur le taux de corrosion nous oblige de tracer la variation du taux de corrosion en fonction de chaque paramètre d'élaboration séparément afin de bien comprendre son influence sur le taux de corrosion.

Dans la suite du manuscrit, on se limite à la présentation des courbes de variation du taux de corrosion en fonction des paramètres d'élaboration par la technique de la masse perdue, puisque la variation du taux de corrosion obtenue par les deux techniques est identique.

III.2.1 Influence de la concentration en Al_2O_3 sur les revêtements Ni- Al_2O_3

L'influence de la concentration en Al_2O_3 sur le taux de corrosion et l'épaisseur des revêtements composites Ni- Al_2O_3 est illustrée dans les figures (III.4 à III.9).

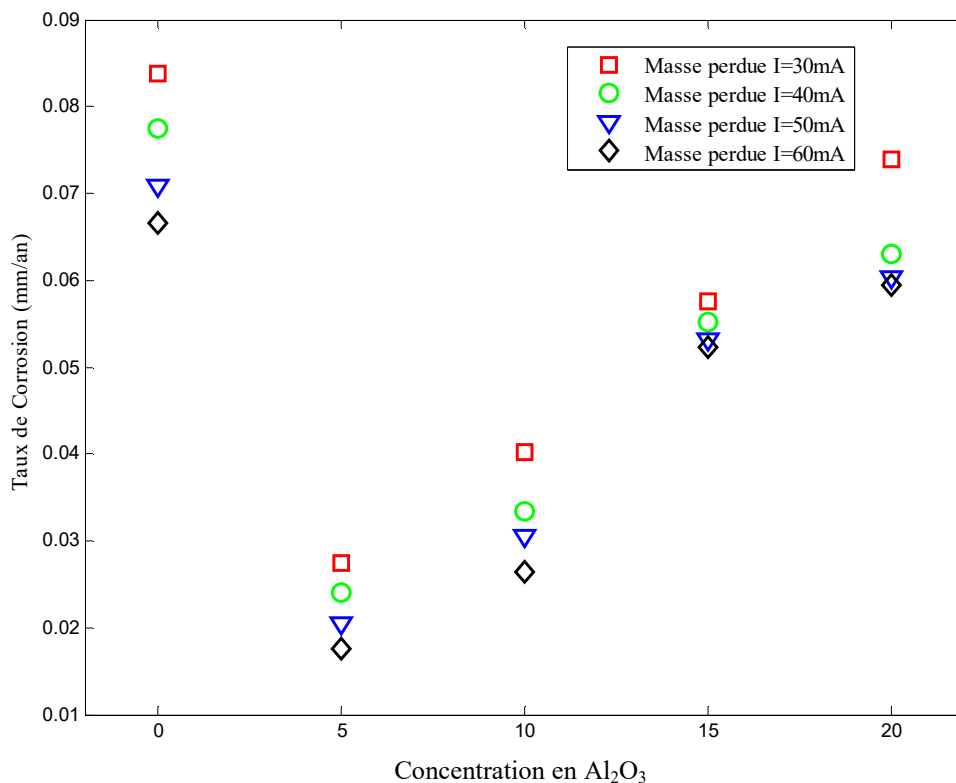


Figure III.4 Variation du taux de corrosion en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 30\text{ °C}$

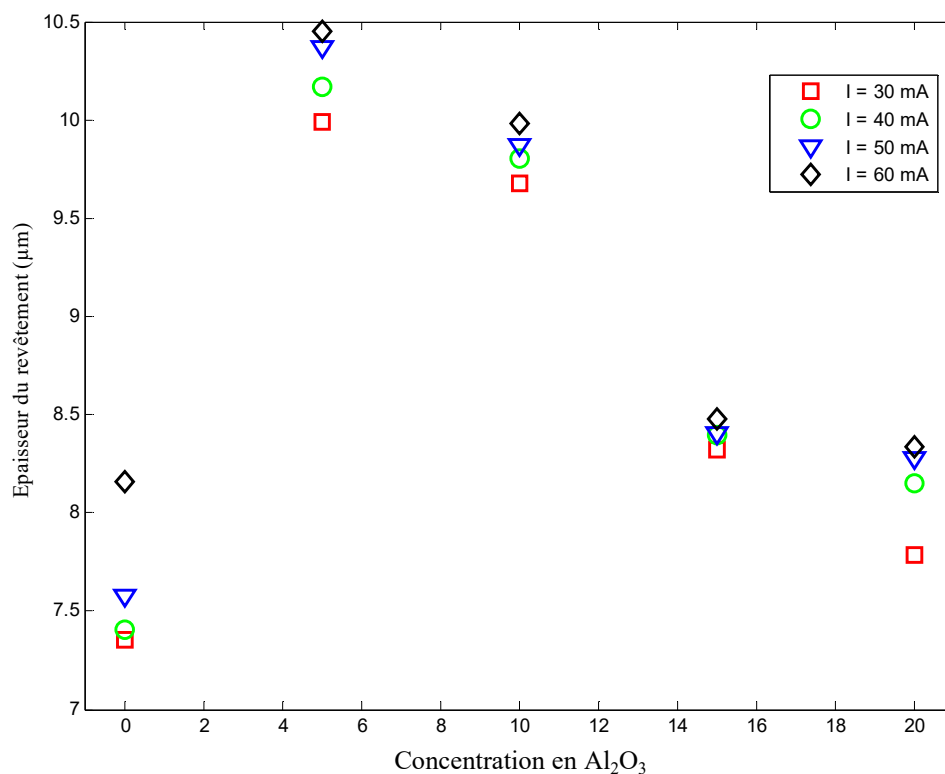


Figure III.5 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 30\text{ °C}$

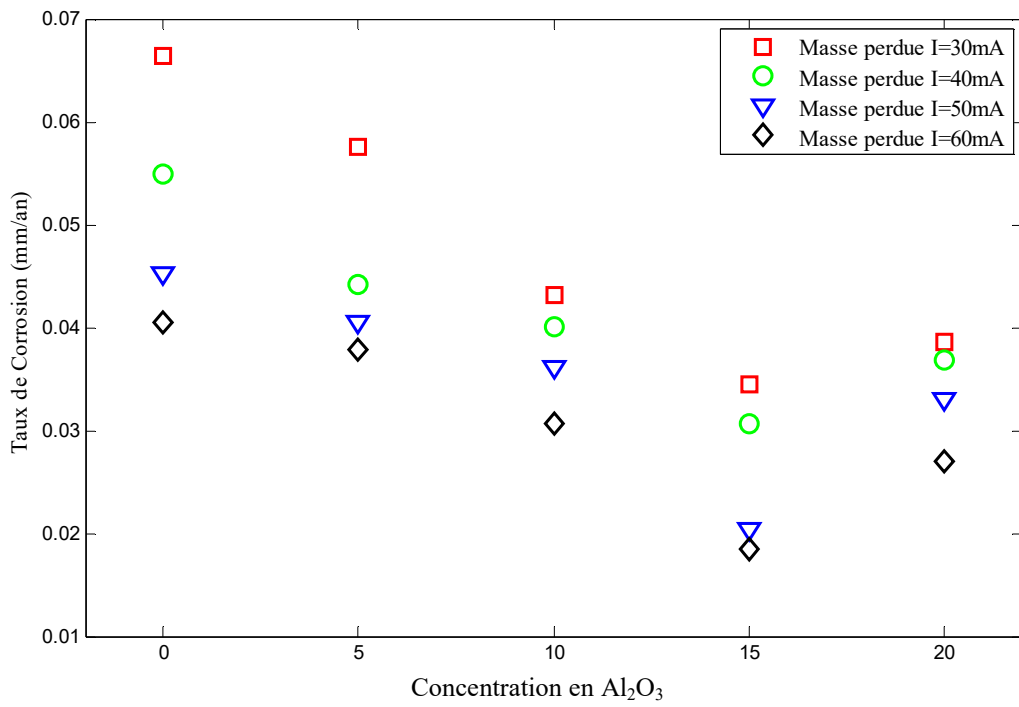


Figure III.6 Variation du taux de corrosion en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 40\text{ }^\circ\text{C}$

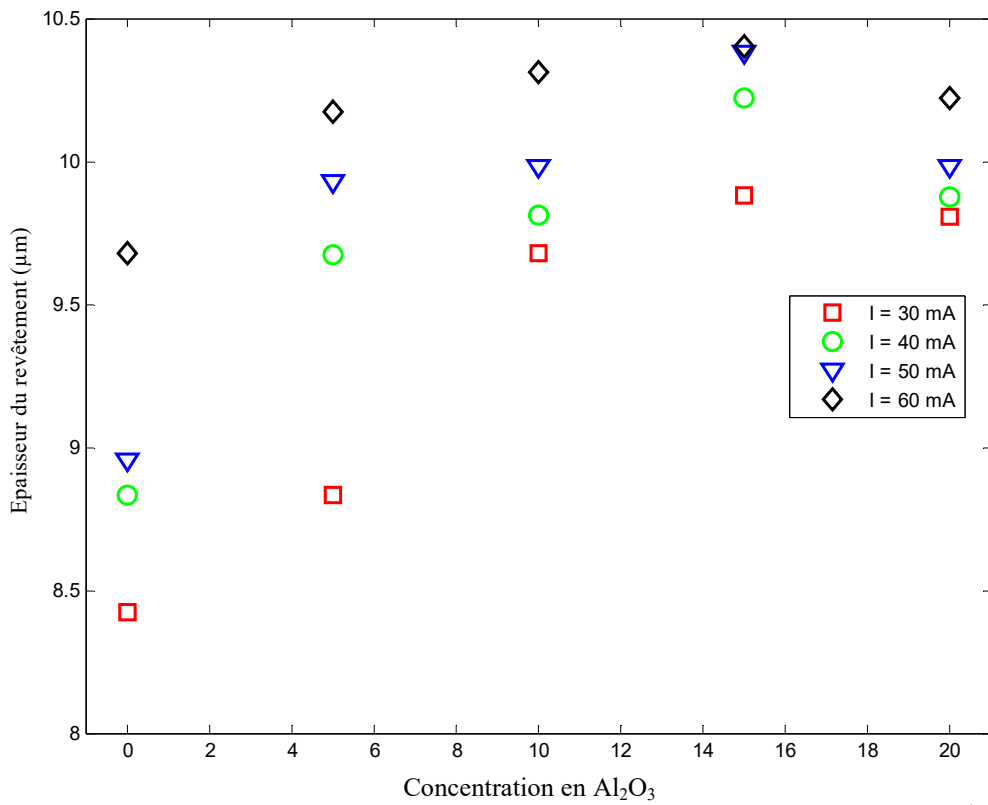


Figure III.7 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 40\text{ }^\circ\text{C}$

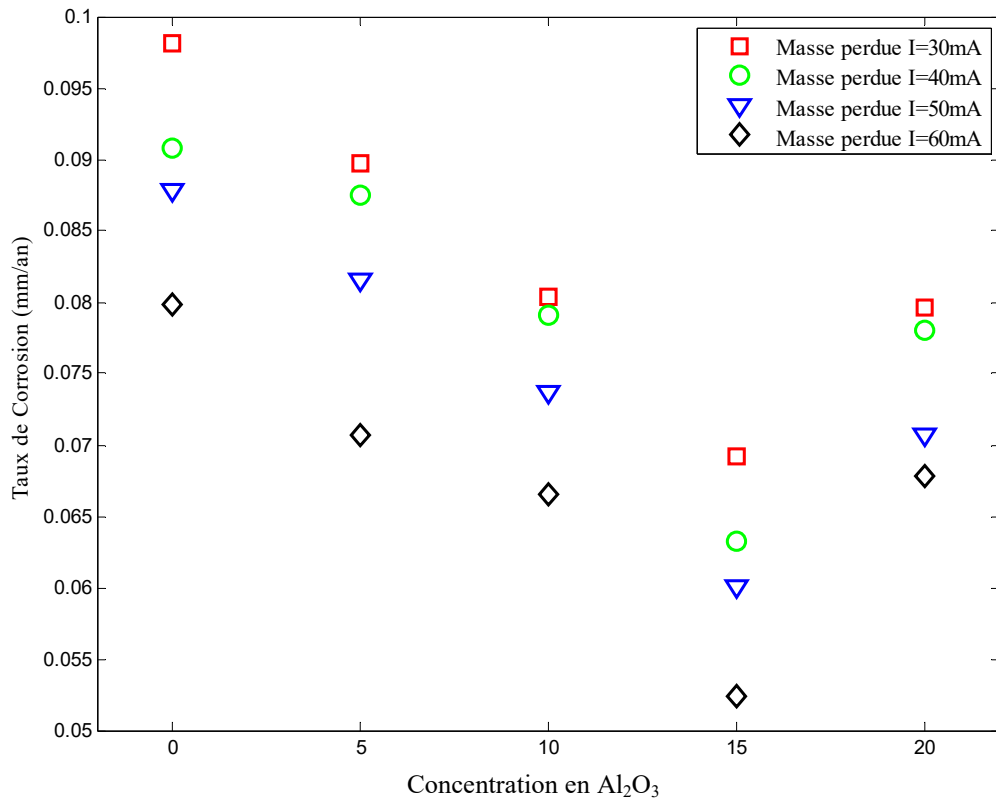


Figure III.8 Variation du taux de corrosion en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 50\text{ }^\circ C$

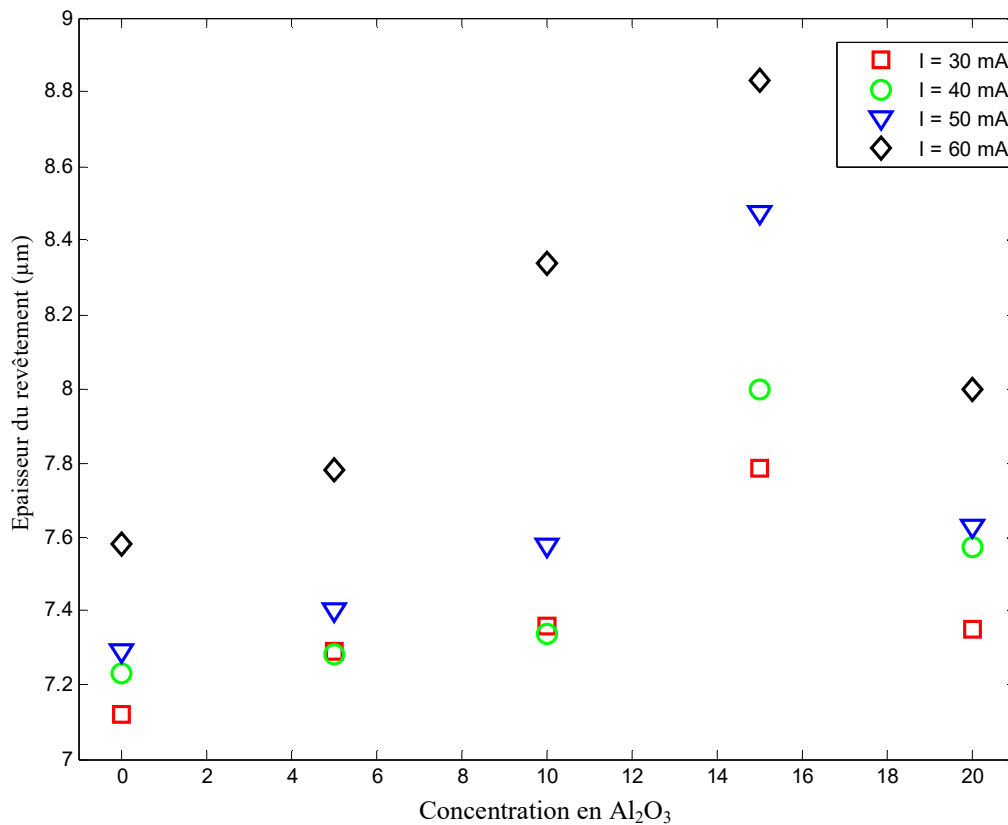


Figure III.9 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la concentration en Al_2O_3 pour $T = 50\text{ }^\circ C$

Les figures ci-dessus montrent l'influence la concentration en Al_2O_3 sur le taux de corrosion des revêtements composites Ni- Al_2O_3 .

L'analyse de ces courbes nous a permis de conclure que l'augmentation de la concentration de Al_2O_3 , dans le bain, provoque une diminution du taux de corrosion du revêtement composite jusqu'à une certaine limite (5 g/l pour une température du bain égale à 30°C et 15 g/l pour les températures de 40 et 50°C), ce qui se traduit par l'augmentation du taux d'incorporation des particules Al_2O_3 dans le dépôt composite $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ (adsorption de particules d' Al_2O_3 sur la surface de la cathode, comme suggéré par le modèle d'adsorption en deux étapes de Guglielmi) qui entraîne une modification du rapport métal/particules dans le revêtement. Garcia et al. [61] et Gül et al. [90] ont également présenté des résultats similaires.

Cependant, l'augmentation de la concentration d' Al_2O_3 dans le bain n'est pas quantitativement comparable à la diminution du taux de corrosion. Par exemple, en augmentant la concentration d' Al_2O_3 dans le bain de 5 à 15 g/l à trois reprises, le taux de corrosion du revêtement a diminué de moitié.

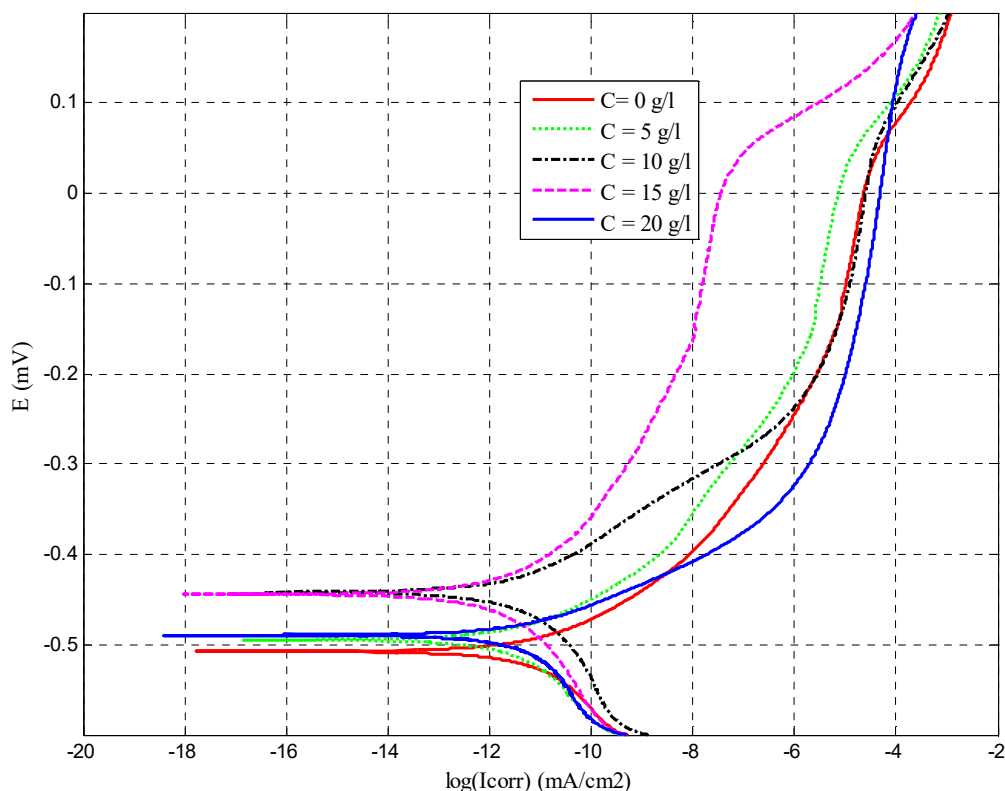


Figure III.10 Courbes de polarisation des revêtements composites de $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ déposés à différentes concentrations de Al_2O_3 dans une solution de NaCl à 3.5 % (température du bain $T = 40^\circ\text{C}$ et un courant $I = 60 \text{ mA}$)

Les tests polarisation ont été réalisés sur des revêtements Ni et des revêtements composites $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ dans une solution de NaCl à 3,5%. Les courbes de polarisation de Tafel sont montrées sur la figure III. 10. Les paramètres électrochimiques correspondants, extraits des diagrammes de Tafel, sont résumés dans le Tableau III. 2.

Les résultats indiquent qu'avec l'augmentation de la concentration en particules Al_2O_3 , les valeurs du potentiel de corrosion, pour les revêtements, subissent un déplacement vers la direction positive, montrant une tendance vers une diminution des densités de courant de corrosion pour les grandes concentrations en Al_2O_3 ($C = 15$ g/l et $C = 20$ g/l). Par contre, la densité de courant de corrosion a diminué pour les petites concentrations en Al_2O_3 ($C = 5$ g/l et $C = 10$ g/l). Cependant, une concentration insuffisante en Al_2O_3 dans le bain électrolytique montre une augmentation de la densité de courant de corrosion et diminution de la résistance à la corrosion. Ceci peut être attribué au changement de la structure des revêtements ainsi qu'à la structure poreuse des revêtements déposés à de faibles concentrations en Al_2O_3 ($C = 5$ g/l et $C = 10$ g/l). Cela signifie que le comportement à la corrosion des revêtements composites Ni- Al_2O_3 dépend non seulement de la composition chimique, mais aussi de la composition des phases et de la microstructure du revêtement, comme il a été indiqué dans le travail de S. Ghaziof [107]. Donc, il est clair que l'augmentation de la teneur en Al_2O_3 de 0 g/l à 10 g/l, des revêtements, conduit à un déplacement du potentiel de corrosion vers la direction positive.

Le même comportement a été signalé dans les travaux de recherche [108, 109]. Ceci montre que l'incorporation de particules améliore la résistance à la corrosion des revêtements composites. Certains chercheurs [110, 111] ont relié cela au fait que les particules incorporées diminuent l'activité de la surface en contact avec l'environnement corrosif. En outre, ils ont trouvé que la surface métallique possède des défauts, des fissures, des interstices, des crevasses et des trous. Donc, des valeurs optimales incorporées de particules dans le revêtement (15 g/l pour notre cas) peuvent remplir ces défauts, empêchant la dissolution du métal à travers ces sites actifs.

Tableau III. 2 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de Tafel pour différentes concentrations

Concentration (g/l)	i_{corr} (mA/cm ²)	E_{corr} (mV)/ECS	Ba (mV)	Bc (mV)
0	2.6475	-507.8	81.8	-133.2
5	1.7464	-495.1	77.8	-143.0
10	1.5625	-422.1	85.5	-150.4
15	1.0595	-444.6	102.1	-147.0
20	1.6619	-489.8	54.8	-183.9

III.2.2 Influence du courant sur les revêtements Ni- Al₂O₃

L'influence du courant sur le taux de corrosion et l'épaisseur des revêtements composites Ni- Al₂O₃ est illustrée dans les figures (III.11 à III.20).

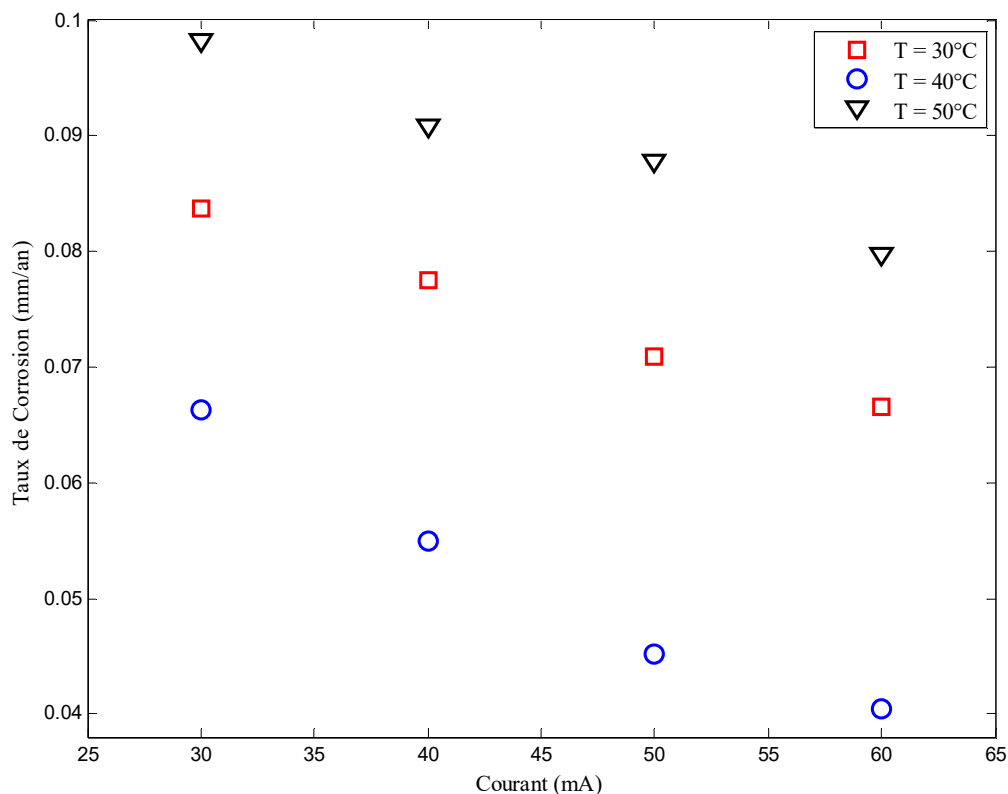


Figure III.11 Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 0$ g/l d'Al₂O₃

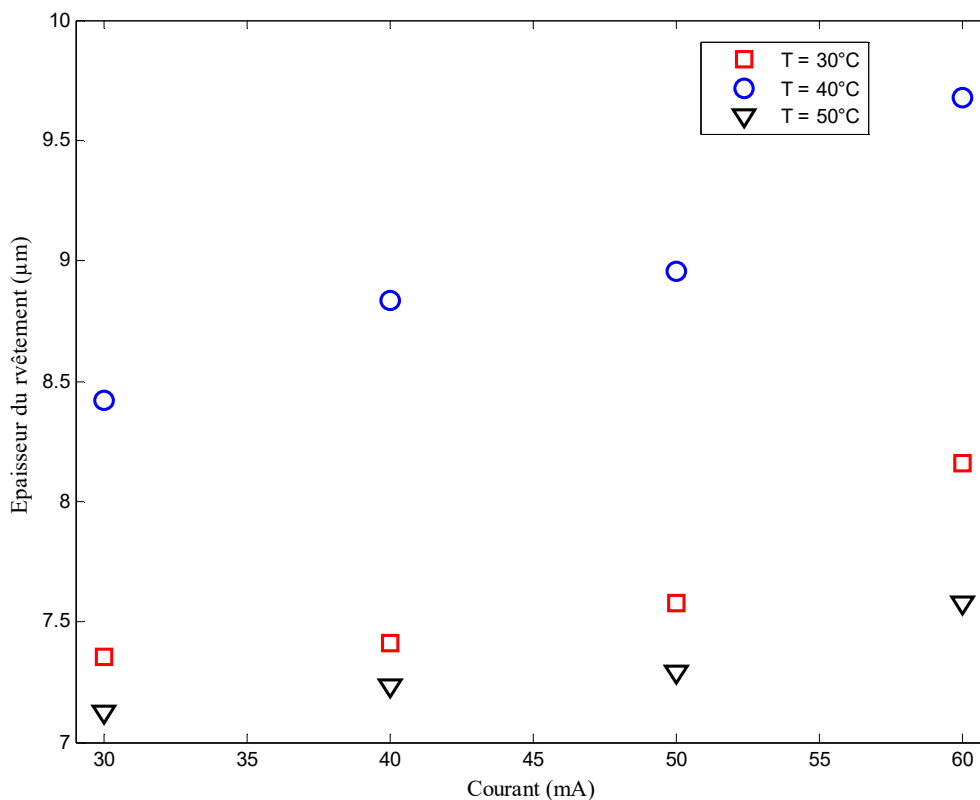


Figure III.12 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 0$ g/l d'Al₂O₃

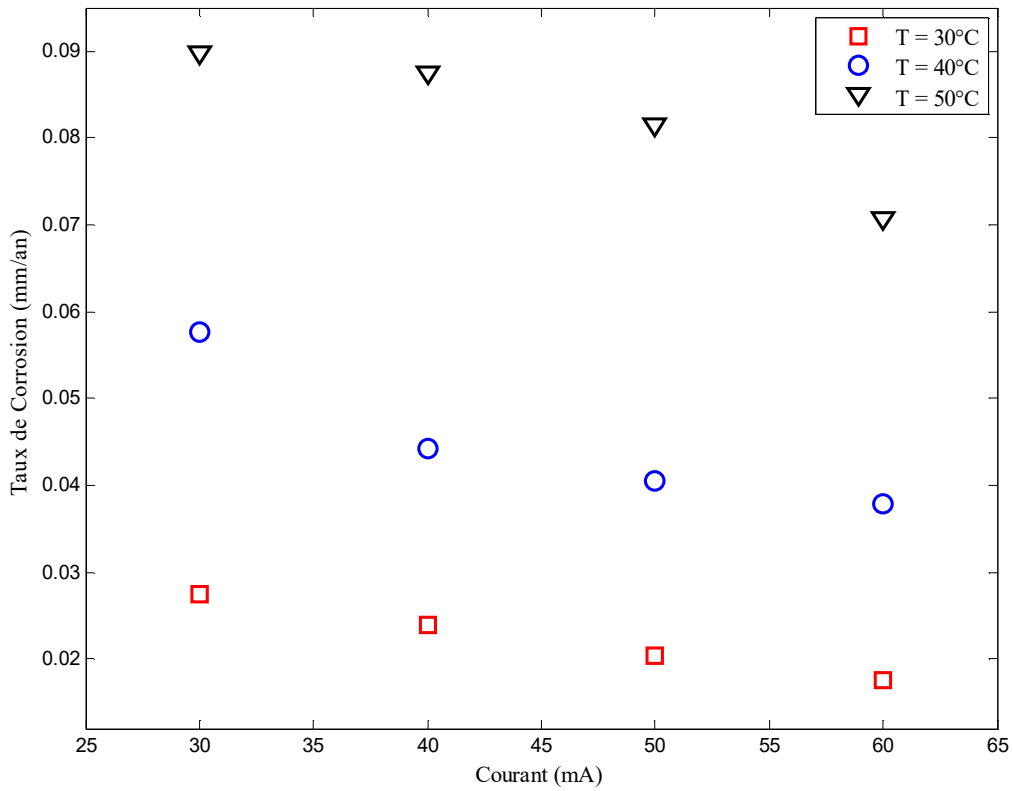


Figure III.13 Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 5 \text{ g/l d'Al}_2\text{O}_3$

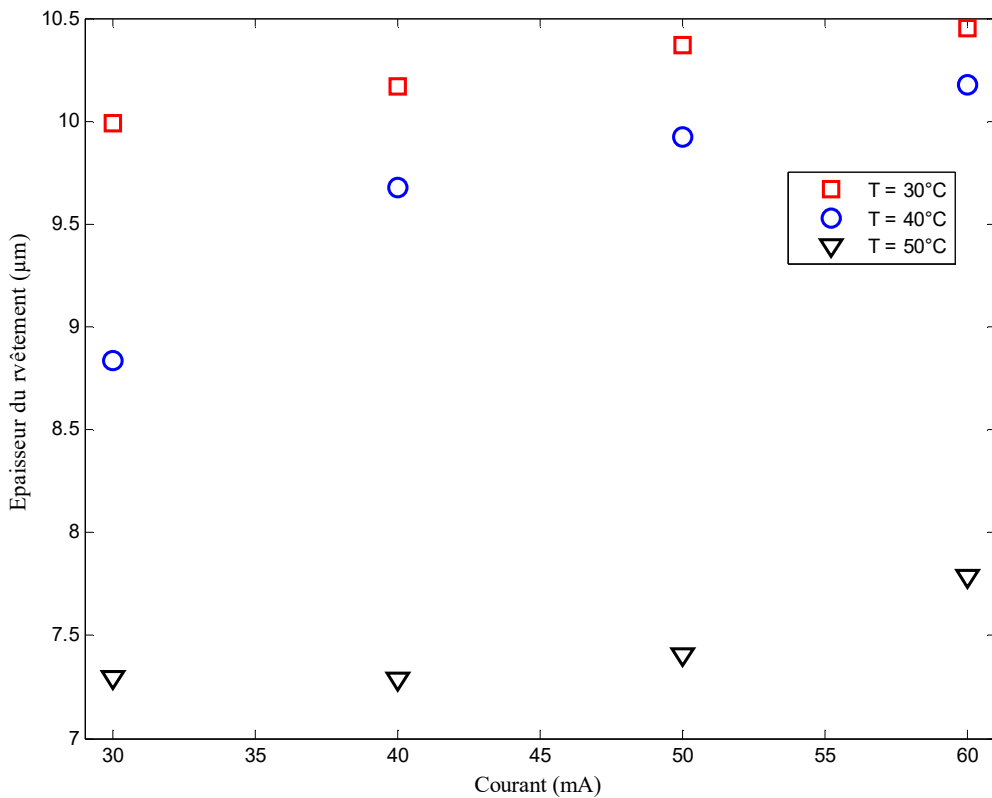


Figure III.14 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 5 \text{ g/l d'Al}_2\text{O}_3$

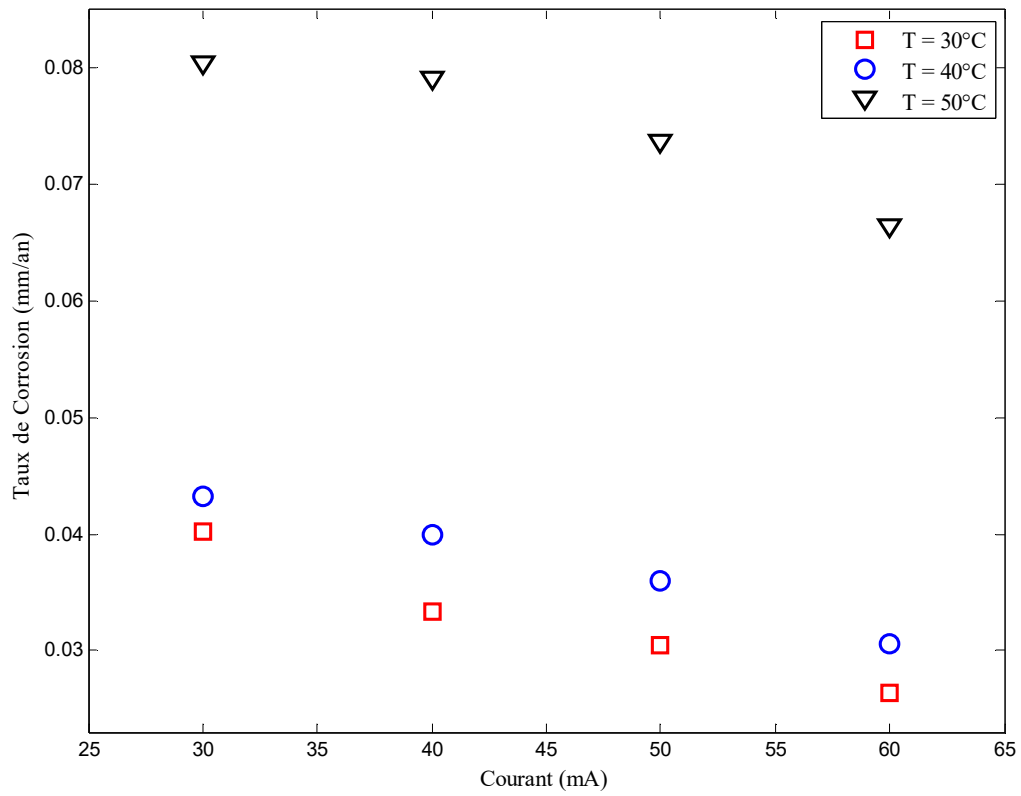


Figure III.15 Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 10 \text{ g/l d'Al}_2\text{O}_3$

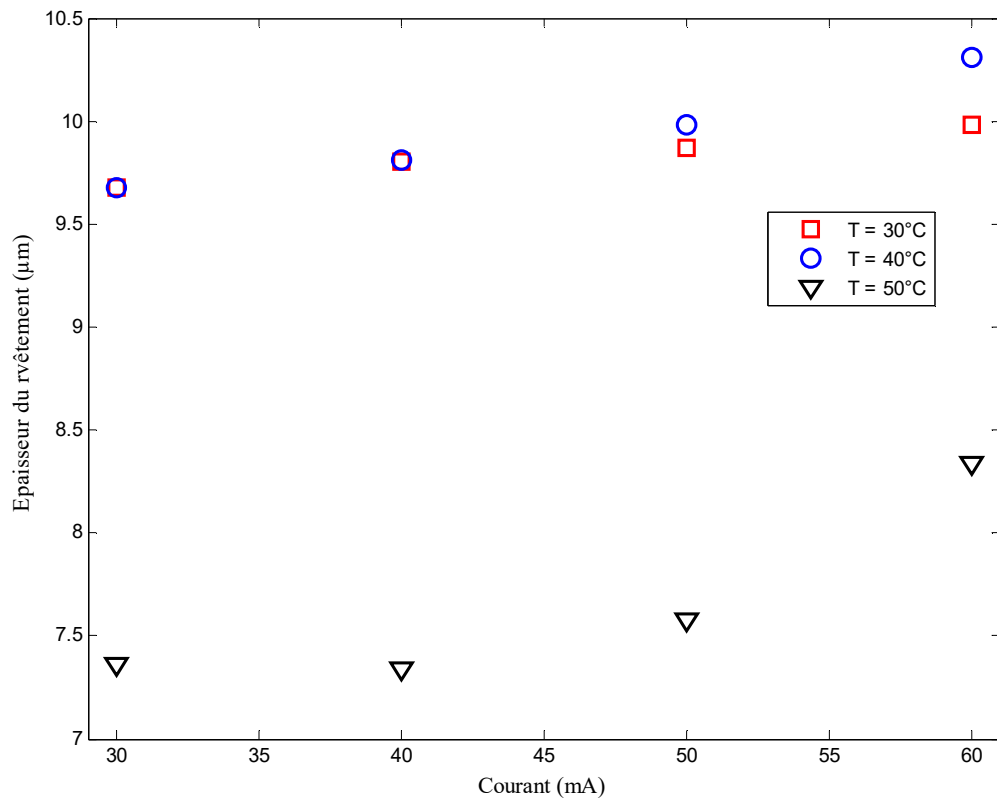


Figure III.16 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 10 \text{ g/l d'Al}_2\text{O}_3$

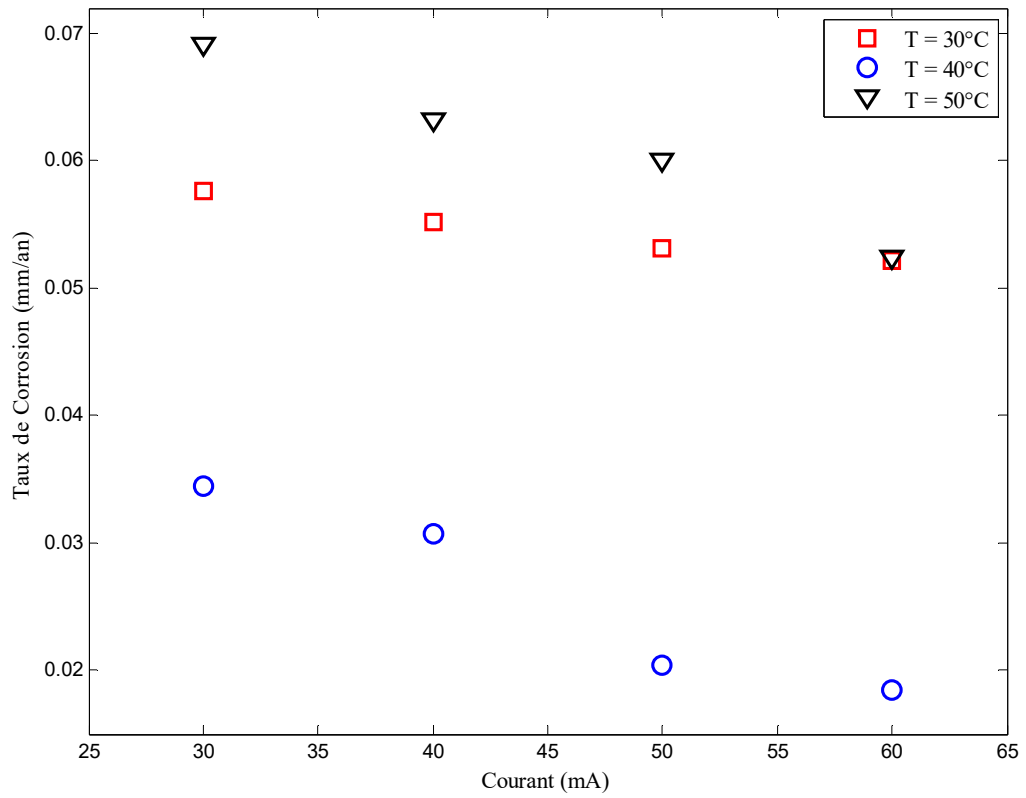


Figure III.17 Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour C = 15 g/l d'Al₂O₃

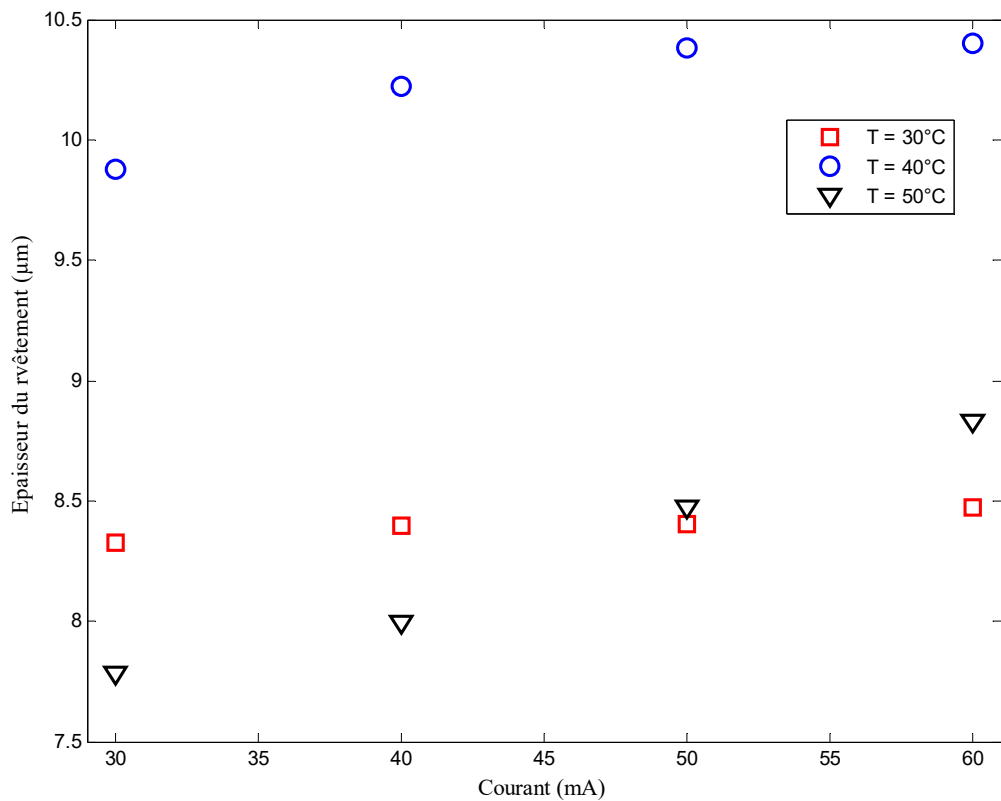


Figure III.18 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour C = 15 g/l d'Al₂O₃

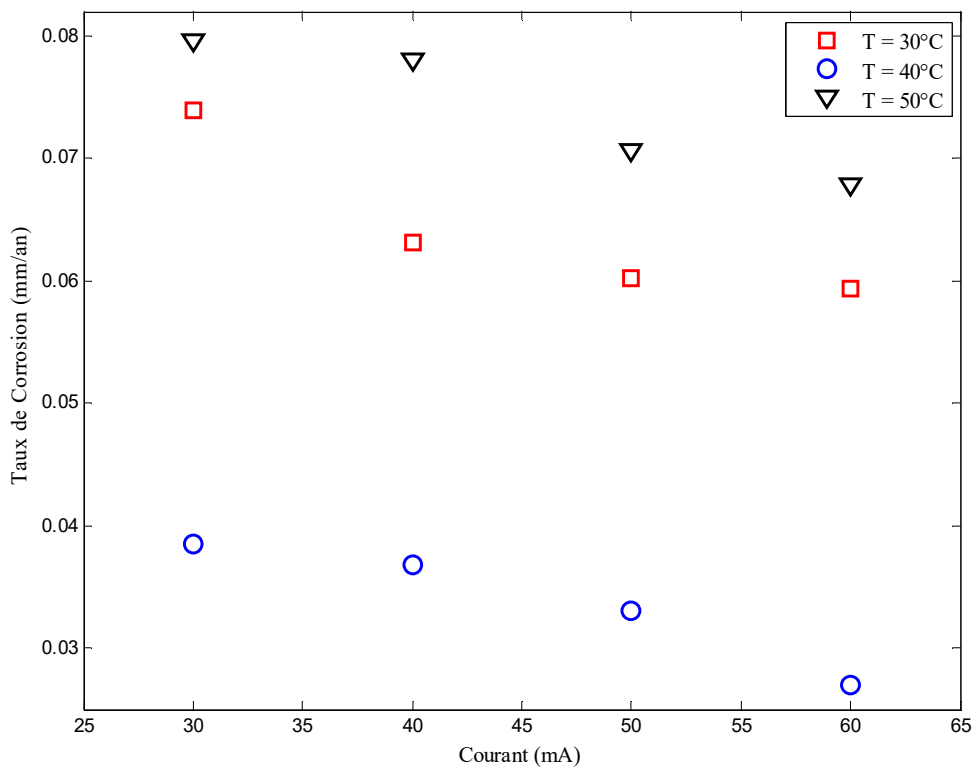


Figure III.19 Variation du taux de corrosion en fonction du courant pour $C = 20$ g/l d' Al_2O_3

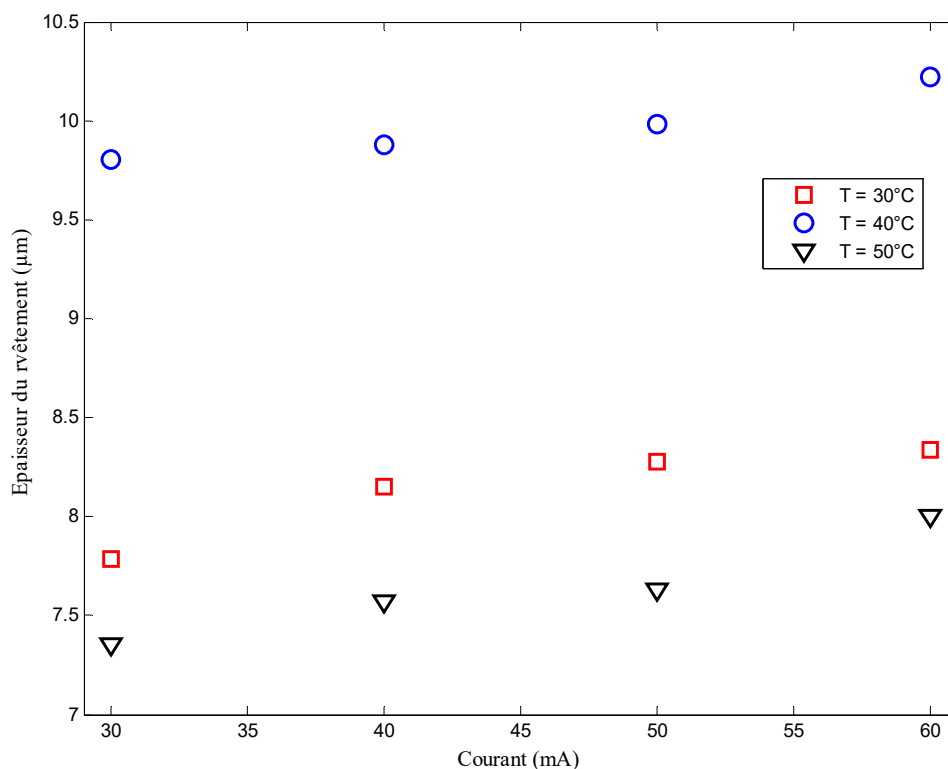


Figure III.20 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant pour $C = 20$ g/l d' Al_2O_3

Afin de déterminer l'influence du courant sur le taux de corrosion des revêtements résultants, la concentration en Al_2O_3 a été maintenue à 0 m/l, 5 m/l, 10 m/l, 15 m/l et 20 m/l.

L'analyse des courbes nous a permis de constater que le taux de corrosion est diminué en augmentant le courant, ce qui se traduit par l'augmentation de la quantité de particules

Al_2O_3 , incorporées dans la matrice métallique de nickel. Cette augmentation est expliquée par le taux de transfert de particules Al_2O_3 plus rapide que le taux de croissance du nickel. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus par Thais et al [19], Wang et al [38] et Gül et al [90]. Aussi, on peut constater que l'augmentation du courant au-delà de 50 mA diminue l'influence du courant sur le taux de corrosion à cause de la diminution de l'incorporation de particules d' Al_2O_3 dans la couche du revêtement de Ni (figure III.21). La même observation a été constatée par Gül et al. [90].

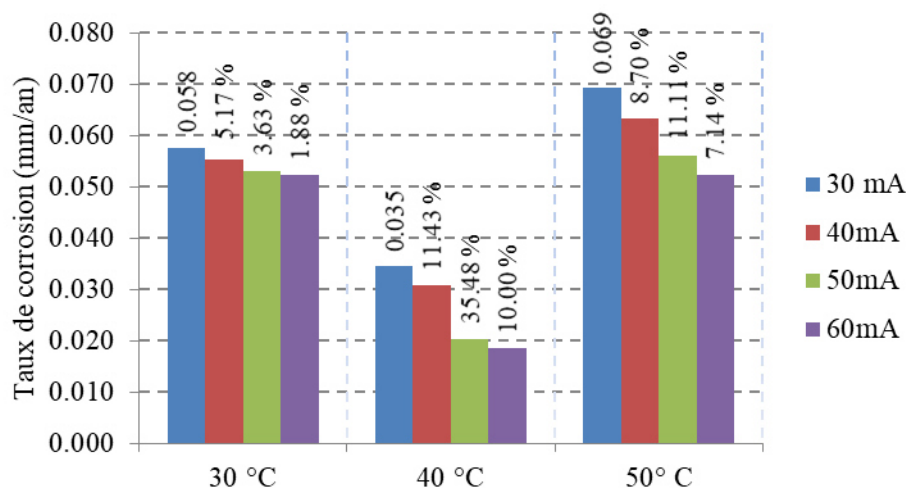


Figure III.21 Influence du courant sur le taux de corrosion à différentes températures

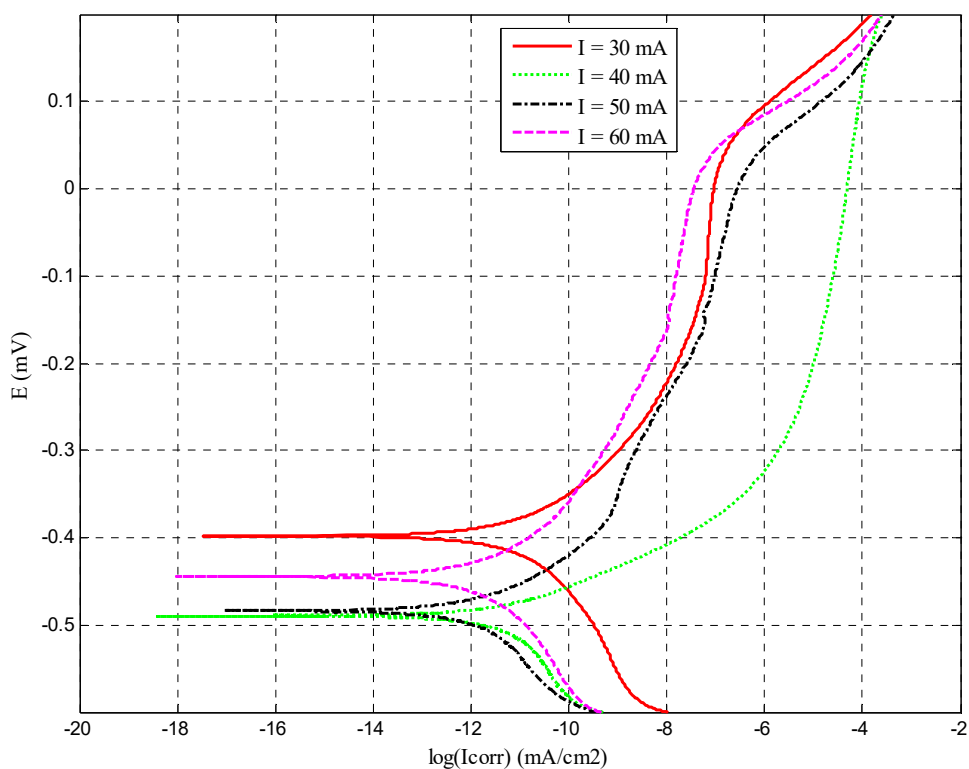


Figure III.22 Courbes de polarisation des revêtements composites de Ni- Al_2O_3 déposés à différents courants dans une solution de NaCl à 3.5 % (température du bain $T = 40^\circ C$ et concentration en Al_2O_3 , $C = 15$ g/l)

Les courbes de polarisation des revêtements composites de Ni-Al₂O₃ sur un substrat d'acier A60 sont représentées sur la figure III.22. Le tableau III.3 représente les données déduites du traçage de courbes de Tafel linéaires.

Ces courbes de polarisation concernent les revêtements composites Ni-Al₂O₃ produits à différents courants. On peut voir, que tous les revêtements y compris les revêtements composites, présentent un comportement cathodique similaire.

D'après les courbes de polarisation de la figure III.22, pour une augmentation du courant du 30 mA à 40 mA les valeurs du potentiel de corrosion ont subi une diminution de -398.2 (mV)/ECS à -489.9 (mV)/ECS. Par contre, l'augmentation élevée du courant de 40 mA provoque une augmentation du potentiel de corrosion. A mesure que le potentiel anodique augmente, les densités de courant des revêtements composites Ni-Al₂O₃ élaborés à des courants de 30 mA, 40 mA et 50 mA deviennent légèrement plus élevées que celles du revêtement élaboré à un courant de 60 mA, et une telle différence augmente avec l'augmentation du potentiel anodique. Il est important de noter que le potentiel de dégradation devient plus élevé, pour le revêtement élaboré, à un courant de 60 mA que pour les autres revêtements composites.

Tableau III. 3 Paramètres électrochimiques déduits du traçage de courbes de Tafel pour différents courants

Courant (mA)	I _{corr} (mA/cm ²)	E _{corr} (mV)/ECS	Ba (mV)	Bc (mV)
30	2.3169	-398.2	104.5	-145.8
40	1.6619	-489.9	54.8	-183.9
50	1.2844	-483.9	91.1	-149.9
60	1.0595	-444.6	102.1	-147.0

III.2.3 Influence de la température du bain sur les revêtements Ni- Al₂O₃

L'influence du courant sur le taux de corrosion des revêtements composites Ni- Al₂O₃ est illustrée dans les figures (III.23 à III.26).

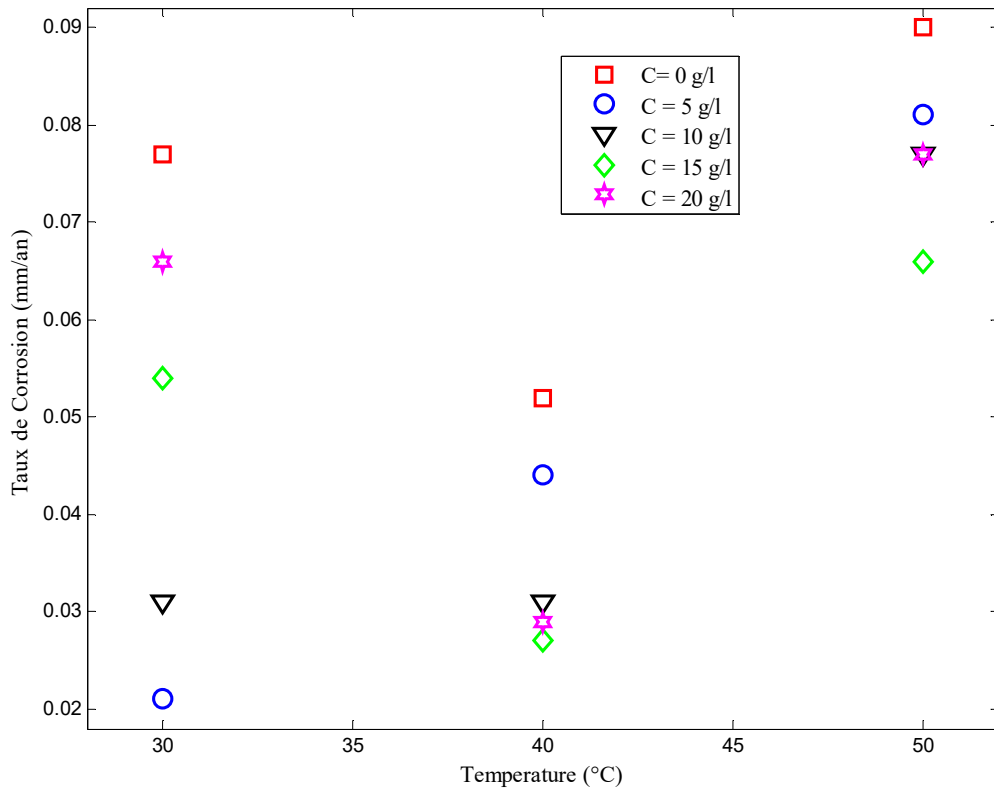


Figure III.23 Variation du taux de corrosion en fonction de la température pour I = 30 mA

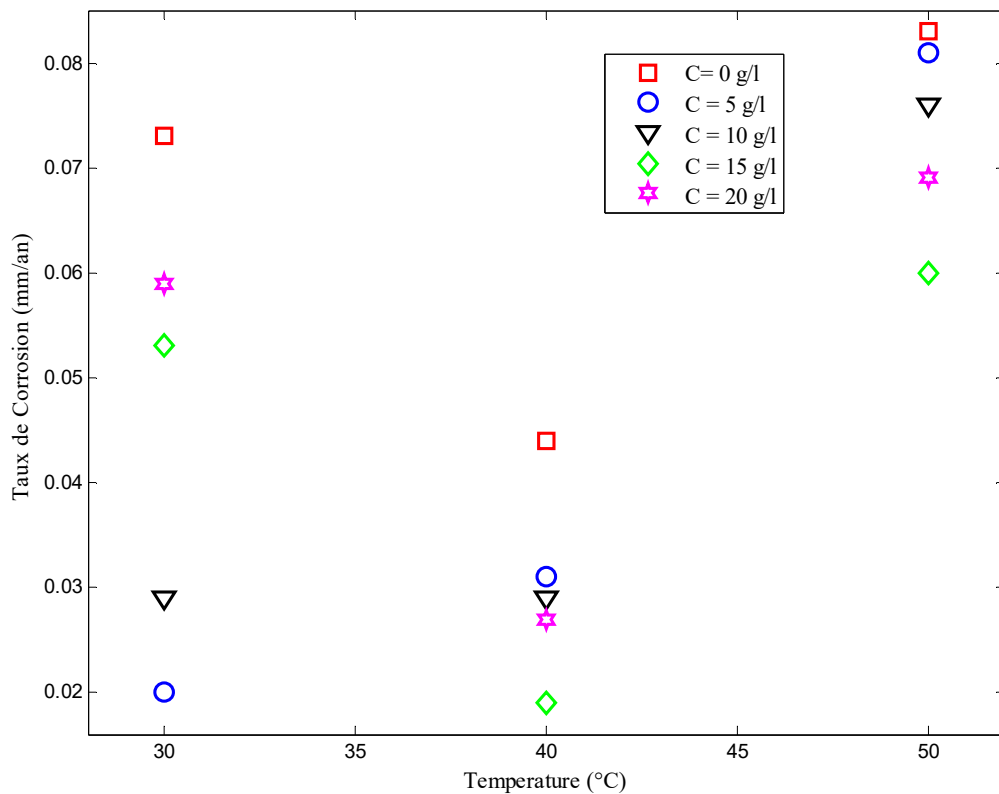


Figure III.24 Variation du taux de corrosion en fonction de la température pour I = 40 mA

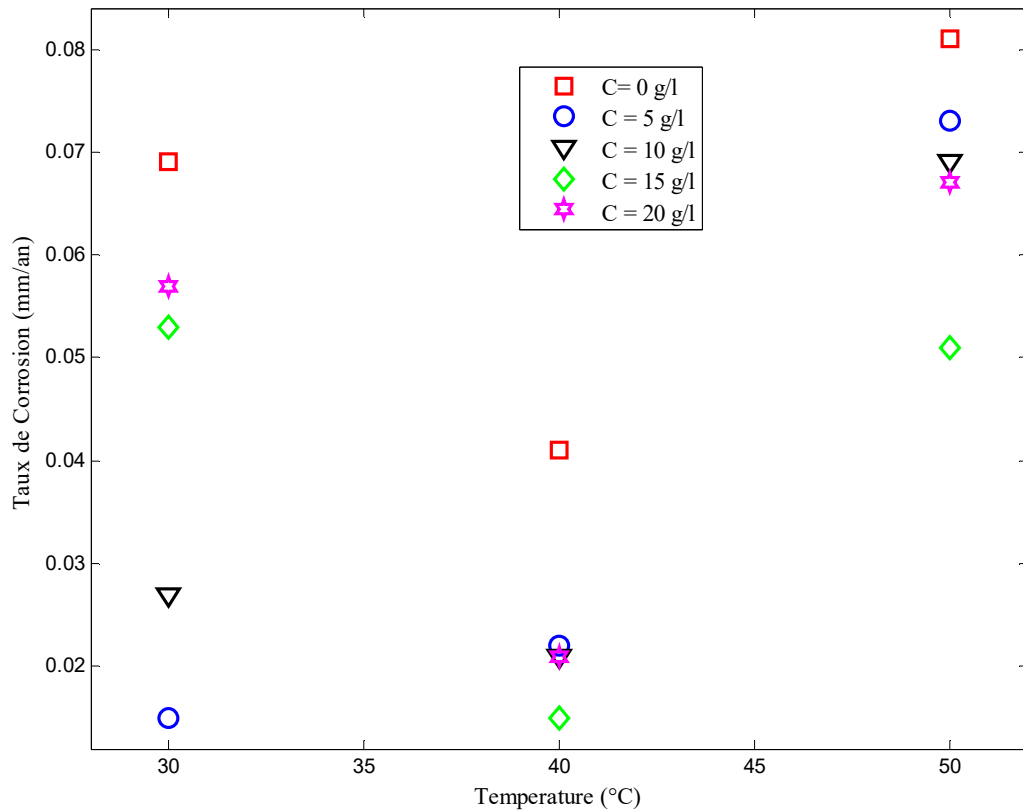


Figure III.25 Variation du taux de corrosion en fonction de la température pour I = 50 mA

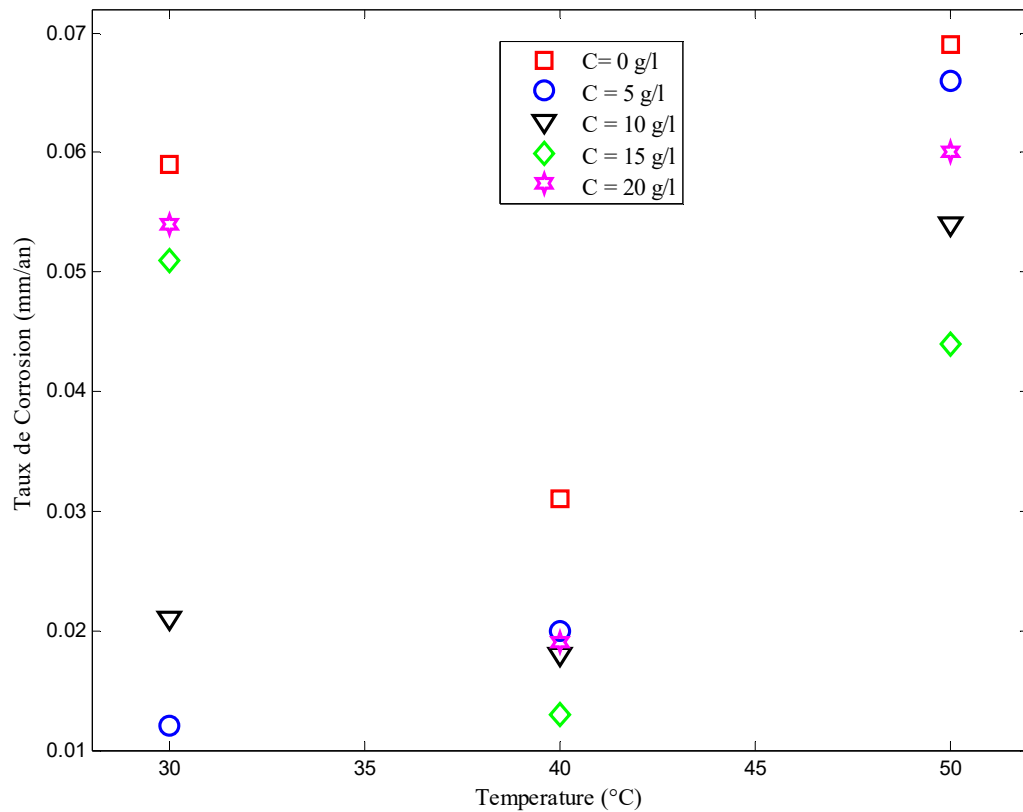


Figure III.26 Variation du taux de corrosion en fonction de la température pour I = 60 mA

Les courbes ci-dessus ont montré que le taux de corrosion diminue avec l'augmentation de la température du bain d'électrodéposition et ce jusqu'à 40° C. Ce comportement a été

attribué à l'augmentation de l'activité des particules avec la température, ce qui augmente le pourcentage de particules d' Al_2O_3 co-déposées. Cependant, à des températures de plus de 50°C , la surtension de la cathode diminue et par conséquent, l'incorporation des particules d' Al_2O_3 diminué le pourcentage de leur incorporation dans la matrice de nickel.

Les travaux de Vaezi et al. [5] et Ramesh Bapu et al. [79] montrent un effet identique de la température sur les propriétés des revêtements composites Ni-SiC et TiCN respectivement.

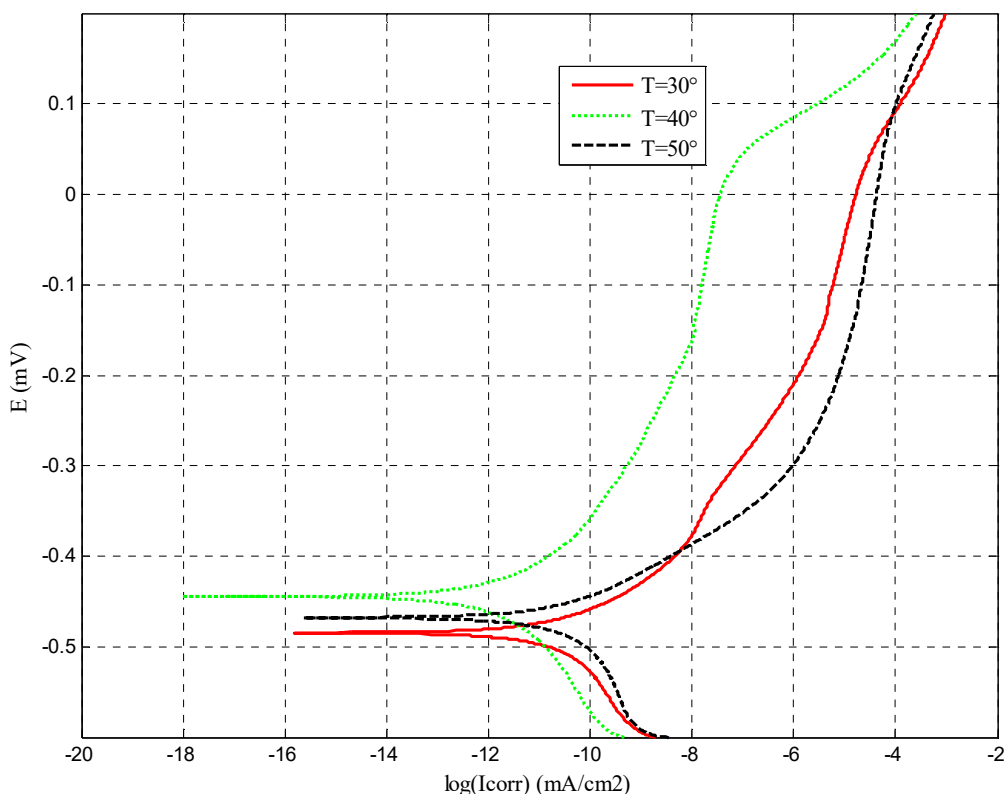


Figure III.27 Courbes de polarisation des revêtements composites Ni- Al_2O_3 déposés à différentes Températures dans une solution de 3.5 % NaCl (courant $I = 60$ mA et concentration en Al_2O_3 , $C = 15$ g/l)

La figure III.27 montre des courbes de polarisation de revêtements composites Ni- Al_2O_3 élaborés à différentes températures du bain (30°C , 40°C et 50°C) et le tableau III.4 représente les résultats obtenus à partir du traçage des courbes de Tafel.

La surface est protégée par le revêtement formé sur elle. Les résultats montrent que le potentiel de corrosion des revêtements élaborés à des températures de bain élevées (40°C et 50°C) se déplace vers des potentiels plus positifs par rapport au revêtement élaboré à 30°C . Ces courbes montrent une tendance de diminution des densités de courant de corrosion en fonction de l'augmentation de la température du bain de 30°C à 40°C .

De plus, en augmentant la température du bain jusqu'à 40°C la densité de courant de corrosion a diminué. Cependant, une augmentation de la température au delà de 40°C a causé

une augmentation de la densité de courant de corrosion et par conséquent une diminution de la résistance à la corrosion des revêtements composites.

Donc, une augmentation de la température jusqu'à 40°C se traduit par une diminution du courant de corrosion et par conséquent une amélioration de la tenue à la corrosion des revêtements composites.

Tableau III. 4 Paramètres électrochimiques déduits du traçage de courbes de Tafel pour différentes températures

Température (°C)	I_{corr} (mA/cm ²)	E_{corr} (mV)/ECS	Ba (mV)	Bc (mV)
30	4.4213	-484.4	92.9	-190.4
40	1.0595	-444.6	102.1	-147.0
50	3.7797	-468.1	73.1	-209.2

III.3 Analyse par rayons X

Les éprouvettes revêtues en nickel pur et les éprouvettes revêtues en Ni-Al₂O₃ avec une concentration de 15g/l de particules Al₂O₃ ont été analysées par rayon X, les rayons sont d'une longueur $\lambda=1.54$.

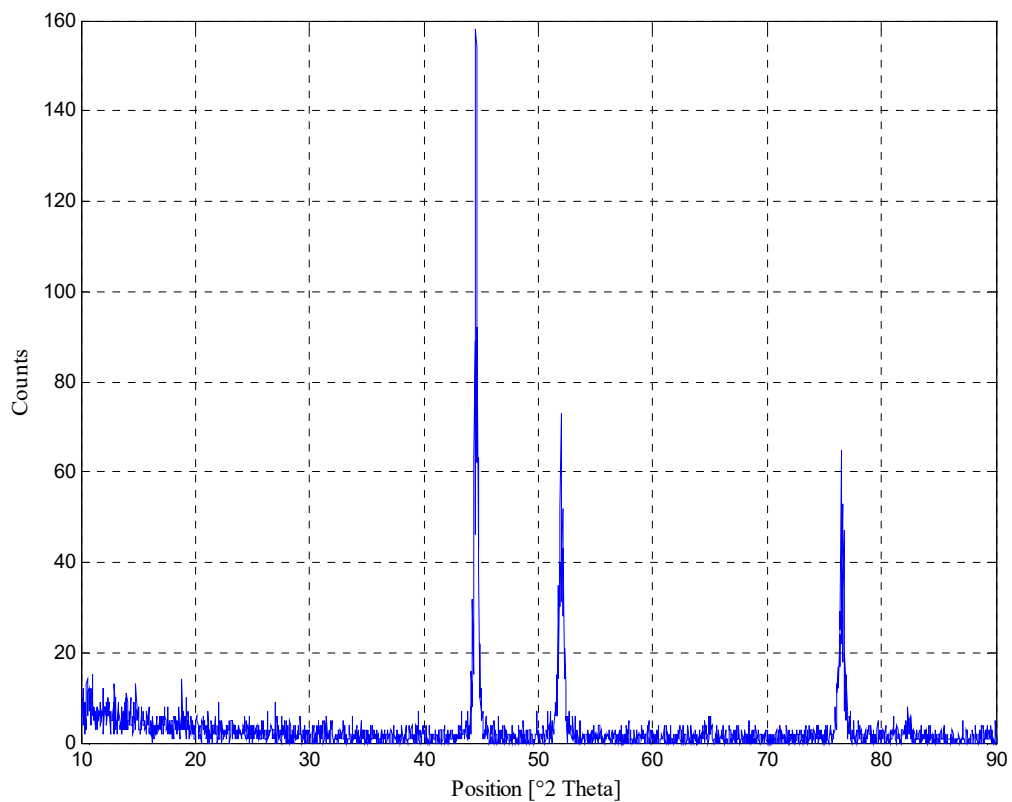


Figure III.28 Analyse par diffraction X d'un échantillon revêtu avec du nickel pur

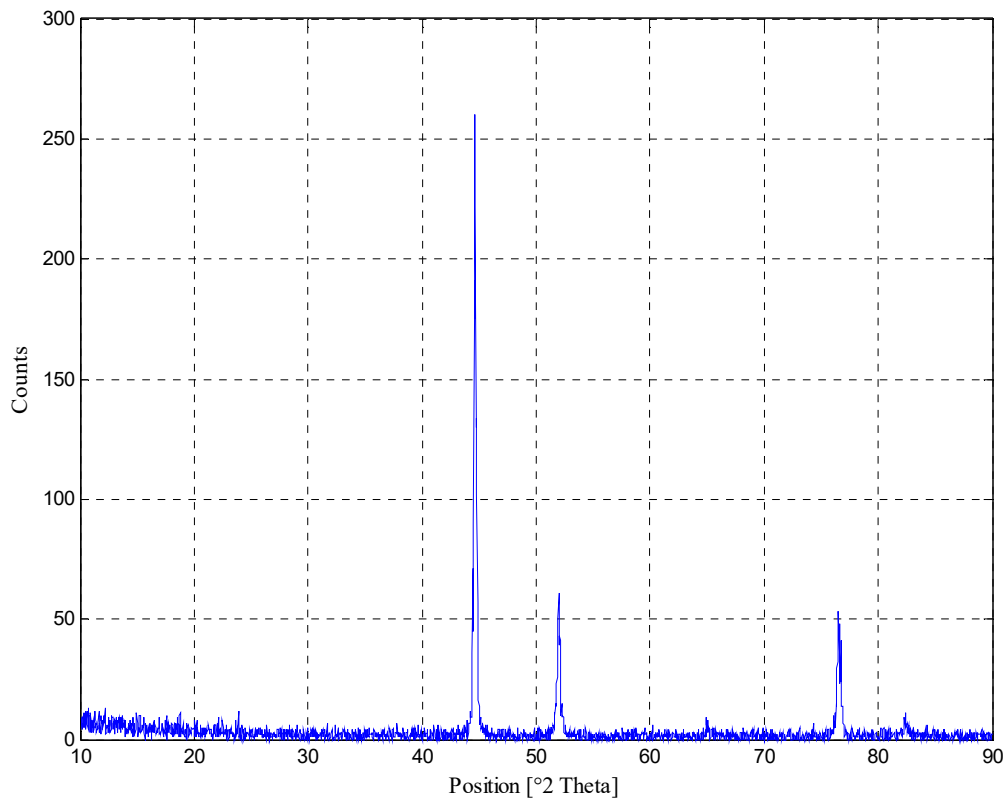


Figure III.29 Analyse par diffraction X d'un échantillon revêtu dans un bain contenant 15 g/l d' Al_2O_3

Les deux spectres obtenus par rayons X sont presque les mêmes, ce qui montre que la quantité d'alumine incorporée dans le revêtement est petite.

Trois pics de nickel ont été détectés. L'application de la loi de Bragg montre que ces trois pics concernent le nickel.

Tableau III. 5 Pics de nickel dans les deux spectres

N° de pic	2θ	$d=n\lambda/2\sin\theta$	$N=h^2+l^2+k^2$	(hkl)
1	44.59	2.03	3	(111)
2	51.91	1.76	4	(200)
3	76.51	1.24	8	(220)

On sait que :

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2}} \quad (\text{III.2})$$

A partir de l'équation ci-dessus on trouve : $\begin{cases} a = 352 \text{ \AA} \\ b = 3.49 \text{ \AA} \\ c = 3.53 \text{ \AA} \end{cases}$ Ce qui est identique au nickel pur.

La superposition des deux spectres (figure III.30) nous a permis d'observer l'apparition des pics caractéristiques d' Al_2O_3 , ce qui démontre que les particules Al_2O_3 sont incorporées dans la matrice de nickel.

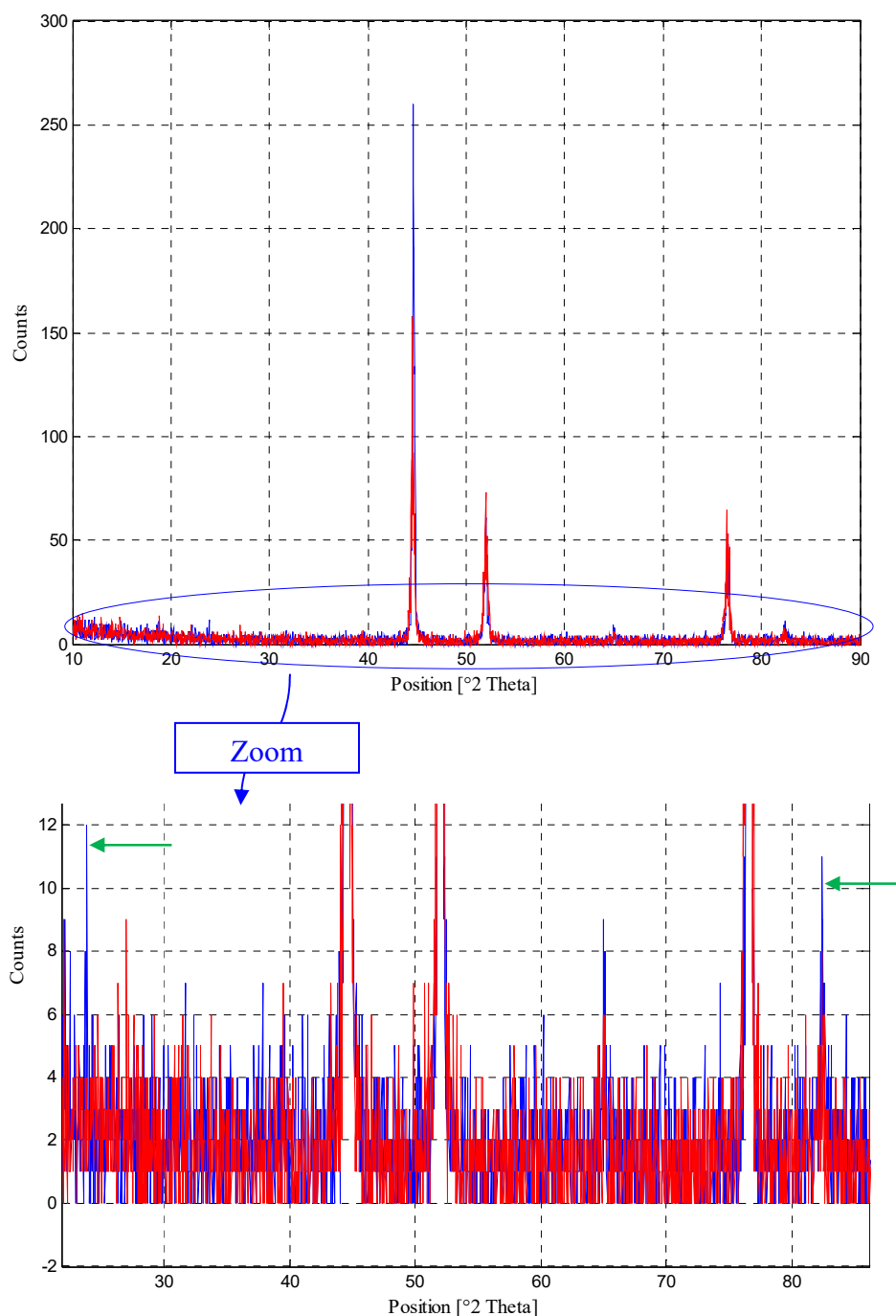


Figure III.30 Analyse par diffraction X d'un échantillon revêtu dans un bain contenant 15 g/l d' Al_2O_3 (illustration des pics d' Al_2O_3)

III.4 Analyse micrographique

Dans les travaux de E. García-Lecina [61] et al., il a été observé que la surface de Ni présentait une structure pyramidale formée par une distribution relativement aléatoire de grains dissemblables (figure III. 31 (a)).

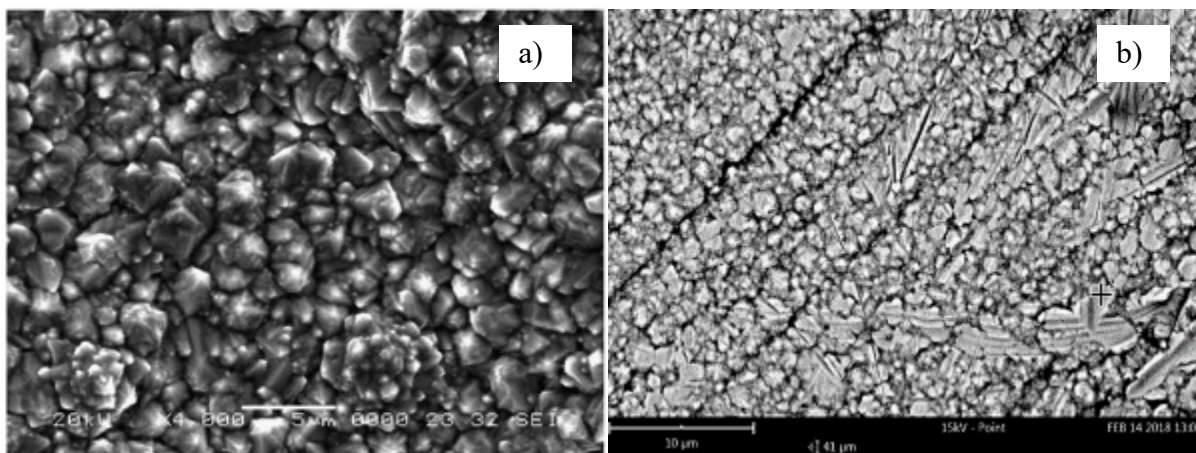


Figure III.31 Micrographie (par MEB) de la morphologie de surface d'un : a) revêtement de nickel pur ; b) revêtement composite Ni-Al₂O₃

Lorsque les particules d'Al₂O₃ ont été ajoutées à l'électrolyte, la structure à facettes des grains de nickel a été maintenue, mais une réduction significative de la taille des grains de surface a été observée (figure III. 31 (b)), ce qui produit un raffinement plus important de la surface du revêtement.

Une analyse de la composition de la surface, associée à la micrographie, a montré une présence de l'aluminium et l'oxygène (figure III. 32), ce qui démontre que les particules d'Al₂O₃ sont incorporées dans la matrice de nickel.

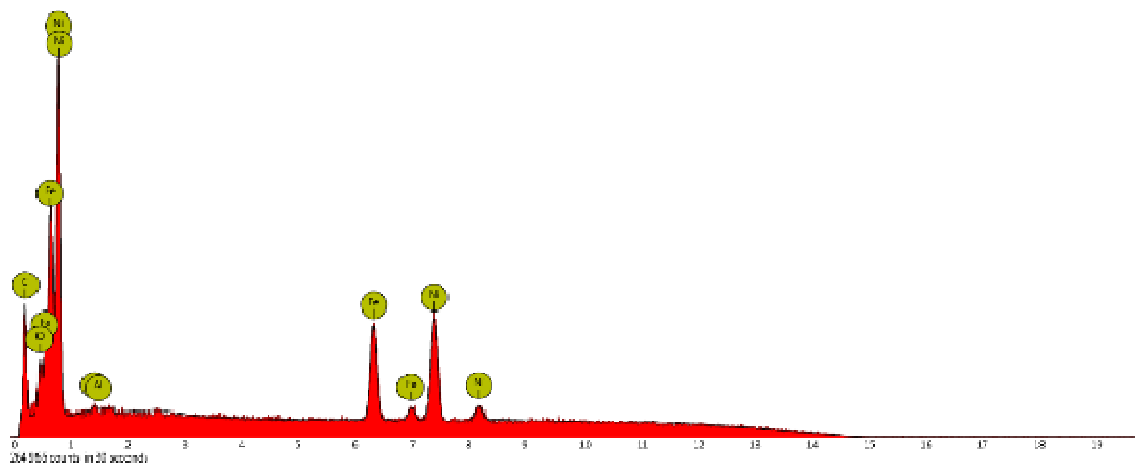


Figure III.32 Composition obtenue lors d'une analyse d'un revêtement composite Ni-Al₂O₃

La figure III.33 illustre la micrographie obtenue par MEB, d'une section transversale d'un revêtement composite Ni-Al₂O₃. Le revêtement obtenu avait une épaisseur approximative de 10 µm est presque exempt de pores, et il n'existe aucune preuve de séparation dans l'interface de la couche de revêtement.

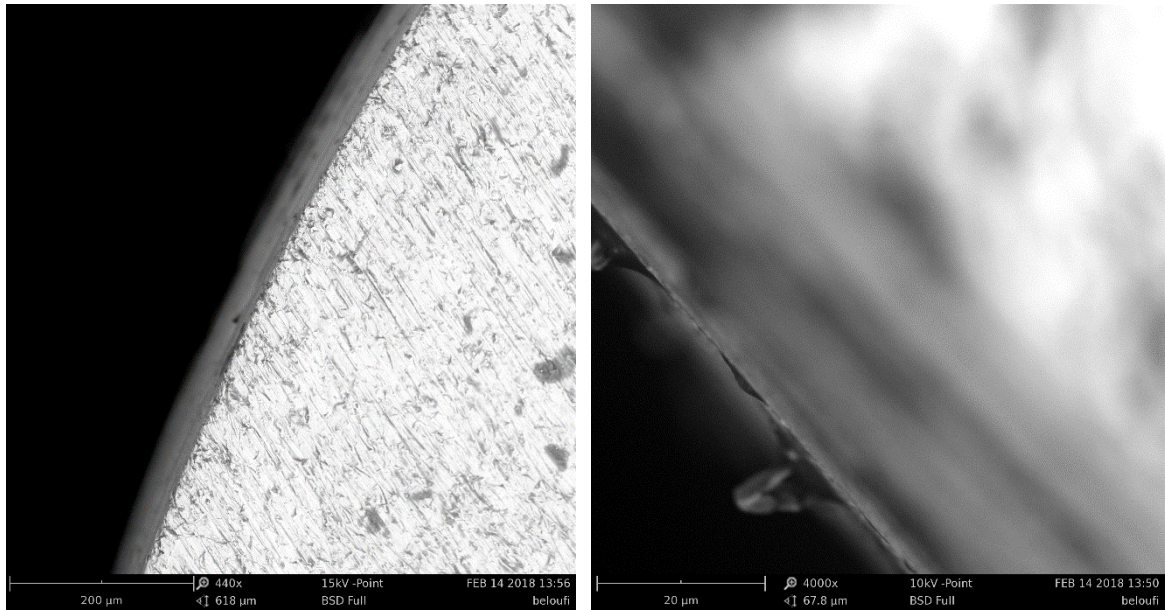


Figure III.33 Image en coupe transversale MEB d'un revêtement composite Ni-Al₂O₃

III.5 Conclusion

Les résultats obtenus à partir des essais expérimentaux montrent que la résistance à la corrosion des revêtements composites Ni-Al₂O₃ est influencée par les paramètres d'élaboration et ce à des degrés divers.

Chapitre IV

Prédiction de la Résistance à la Corrosion des Revêtements Ni-Al₂O₃

IV.1 Introduction

Ce chapitre a pour objectif de développer un modèle pour l'identification des paramètres d'élaboration des revêtements Ni-Al₂O₃, en utilisant un système d'inférence floue multi-entrées-sorties. En plus du taux de corrosion, l'épaisseur du revêtement est également incluse dans le modèle flou, car elle représente un paramètre important dans la modélisation et l'étude du comportement du revêtement Ni-Al₂O₃ vis-à-vis de la corrosion. L'étude présentée dans ce chapitre a été proposée afin de remplacer une étude expérimentale beaucoup plus longue et plus coûteuse.

IV.2 La logique floue

La logique floue est une extension de la logique booléenne créée par Lotfi Zadeh en 1965, en se basant sur la théorie mathématique des ensembles flous, qui est une généralisation de la théorie des ensembles classiques. En introduisant la notion de degré dans la vérification d'une condition, permettant ainsi à une condition d'être dans un autre état que vrai ou faux, la logique floue confère une flexibilité très appréciable aux raisonnements qui l'utilisent, ce qui rend possible la prise en compte des imprécisions et des incertitudes [112].

IV.2.1 Les sous-ensembles flous

La logique floue repose sur la théorie des ensembles flous. Elle permet de définir des sous-ensembles, en introduisant la possibilité pour une valeur d'appartenir plus ou moins à chacun de ces sous-ensembles [113].

Définition : Soit X un ensemble. Un sous-ensemble flou A de X est caractérisé par une fonction d'appartenance $f^a : X \rightarrow [0, 1]$.

Cette fonction d'appartenance est l'équivalent de la fonction caractéristique d'un ensemble classique [112].

La forme de la fonction d'appartenance est choisie arbitrairement en suivant les conseils de l'expert ou en faisant des études statistiques : formes sigmoïde, tangente hyperbolique, exponentielle, gaussienne ou de toute autre nature, sont utilisables [112].

Dans notre étude on utilise pour les fonctions d'appartenance trois formes géométriques : triangulaire, trapézoïdale et de cloche.

a). La fonction triangulaire

Elle est caractérisée par trois paramètres (a, b, c), les sommets du triangle [114] :

$$f^a(x) = \max\left(\min\left(\frac{x-a}{b-a}, \frac{c-x}{c-b}\right), 0\right) \quad (\text{IV-1})$$

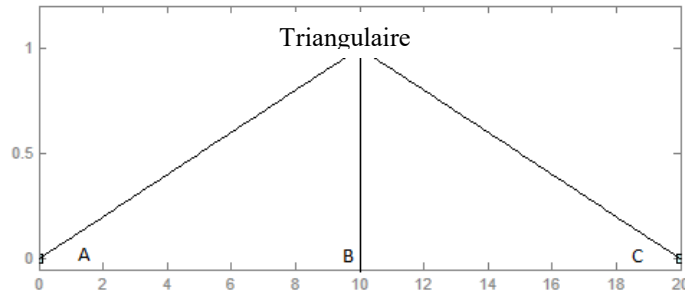


Figure IV.1 Fonction d'appartenance triangulaire

b). La fonction trapézoïdale

Elle est caractérisée par quatre paramètres (a, b, c, d) [114] :

$$f^a(x) = \max\left(\min\left(\frac{x-a}{b-a}, 1, \frac{d-x}{d-c}\right), 0\right) \quad (IV-2)$$

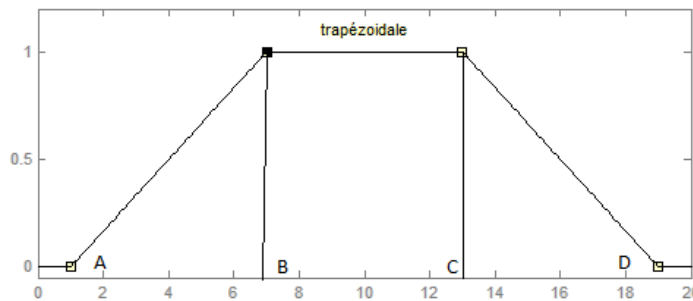


Figure IV.2 Fonction d'appartenance trapézoïdale

c). La fonction pimf

Cette fonction basée sur les splines est ainsi nommée en raison de sa forme en Π.

Elle est caractérisée par quatre paramètres (a, b, c, d). Les paramètres a et d localisent les "pieds" de la courbe, tandis que b et c localisent ses épaules. La fonction d'appartenance est donnée par:

$$f(x, a, b, c, d) = \left\{ \begin{array}{ll} 0, & x \leq a \\ 2\left(\frac{x-a}{b-a}\right)^2, & a \leq x \leq \frac{a+b}{2} \\ 1-2\left(\frac{x-b}{b-a}\right)^2, & \frac{a+b}{2} \leq x \leq b \\ 1-2\left(\frac{x-c}{d-c}\right)^2, & c \leq x \leq \frac{c+d}{2} \\ 2\left(\frac{x-d}{d-c}\right)^2, & \frac{c+d}{2} \leq x \leq d \\ 0, & x \geq d \end{array} \right. \quad (IV-3)$$

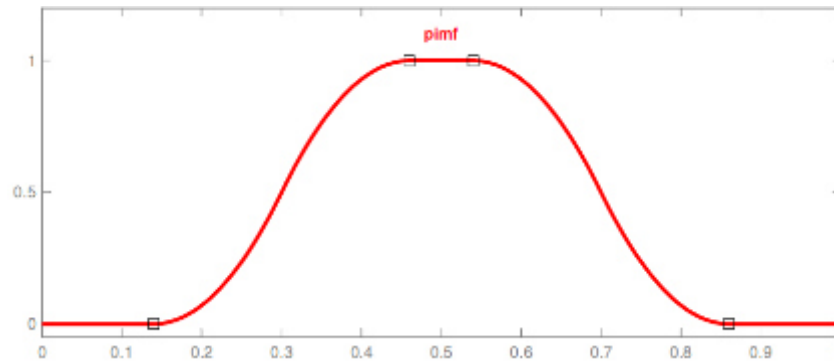


Figure IV.3 Fonction d'appartenance pimf

IV.2.2 Variable linguistique

Le concept de fonction d'appartenance permet de définir des systèmes flous en langage naturel, la fonction d'appartenance faisant le lien entre logique floue et variable linguistique que nous allons définir [112].

Définition : Soit V une variable, X la plage de valeurs de la variable et T_V un ensemble fini ou infini de sous-ensembles flous. Une variable linguistique correspond au triplet (V, X, T_V) .

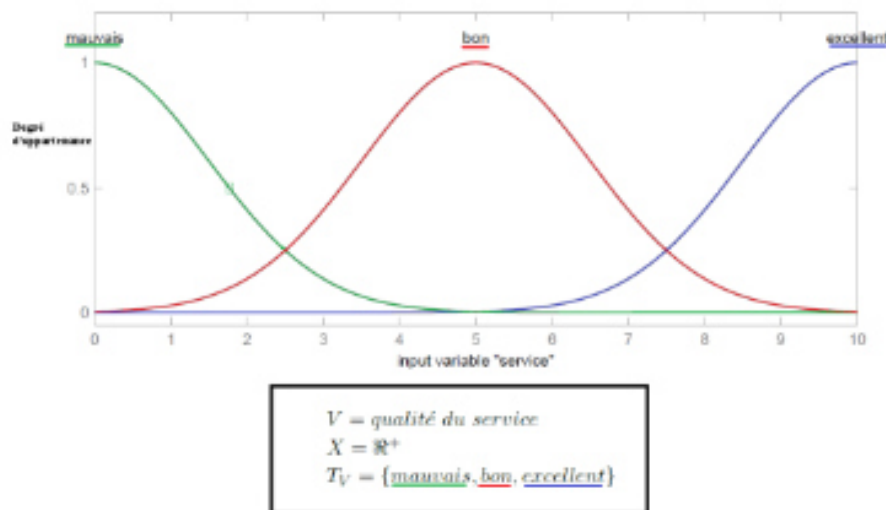


Figure IV.4 Variables linguistiques [112]

IV.2.3 Les opérateurs flous

Afin de pouvoir manipuler aisément les ensembles flous, nous redéfinissons les opérateurs de la théorie des ensembles classiques afin de les adapter aux fonctions d'appartenance propres à la logique floue permettant des valeurs strictement entre 0 et 1.

Contrairement aux définitions des propriétés des ensembles flous qui sont toujours les mêmes, la définition des opérateurs sur les ensembles flous est choisie, à l'instar des fonctions d'appartenance. Voici les deux ensembles d'opérateurs, pour le complément (NON), l'intersection (ET) et l'union (OU), utilisés le plus couramment [112]:

Tableau IV.1 Opérateurs flous

Dénomination	Intersection ET $\mu_{A \cap B}(x)$	Réunion OU $\mu_{A \cup B}(x)$	Complètement NON $\mu_{\bar{A}}(x)$
Opérateur de Zadeh MIN/MAX	$\min(\mu_A(x), \mu_B(x))$	$\max(\mu_A(x), \mu_B(x))$	$1 - \mu_A(x)$
Probabiliste PROD/PROBOR	$\mu_A(x) \times \mu_B(x)$	$\mu_A(x) + \mu_B(x) - \mu_A(x) \times \mu_B(x)$	$1 - \mu_A(x)$

IV.2.4 Commande floue

Contrairement aux techniques de réglage classique, le réglage par la logique floue n'utilise pas des formules ou des relations mathématiques bien déterminées ou précises. Mais, il manipule des inférences avec plusieurs règles floues à base d'opérateurs flous ET, OU, ALORS ... appliquées à des variables linguistiques. On peut distinguer trois parties principales constituant la structure d'un régulateur floue.

a). Fuzzification

Les ensembles flous des variables d'entrée et leurs fonctions d'appartenance sont à définir en premier lieu. L'étape de fuzzification permet de fournir les degrés d'appartenance de la variable floue à ses ensembles flous en fonction de la valeur réelle de la variable d'entrée.

Le choix du nombre des ensembles flous, de la forme des fonctions d'appartenance, du recouvrement de ces fonctions et de leur répartition sur l'univers de discours n'est pas évident. Il y a cependant des facteurs qui sont plus important que d'autres [115].

b). Le raisonnement

En logique classique, les raisonnements sont de la forme : $\begin{cases} \text{Si } p \text{ alors } q \\ p \text{ vrai alors } q \text{ vrai} \end{cases}$

En logique floue, le raisonnement flou, également appelée raisonnement approximatif, se base sur des règles floues qui sont exprimées en langage naturel en utilisant les variables linguistiques. Une règle floue aura cette forme [112]:

Si $x \in A$ et $y \in B$ alors $z \in C$, avec A, B et C des ensembles flous.

Il n'existe pas de définition unique de l'application floue : le concepteur du système flou devra choisir parmi le large choix d'implications floues, ou bien la définir à la main. Voici les deux définitions de l'implication floue les plus couramment utilisées :

Tableau IV.2 Définitions de l'implication floue

Nom	Valeur de vérité
Mamdani	$\min(f_a(x), f_b(x))$
Larsen	$f_a(x) \times f_b(x)$

c). Défuzzification

Par cette étape se fait le retour aux grandeurs de sortie réelles. Il s'agit de calculer, à partir des degrés d'appartenance à tous les ensembles flous de la variable de sortie, l'abscisse qui correspond à la valeur de cette sortie [115].

Méthode de centre de gravité

C'est la méthode de défuzzification la plus courante. L'abscisse du centre de gravité de la fonction d'appartenance résultant de l'inférence correspond à la valeur de sortie du régulateur [115].

$$dU_n = \frac{\int x f_a(x) dx}{\int f_a(x) dx} \tag{IV-4}$$

Il apparaît que plus la fonction d'appartenance résultante est compliquée, plus le processus de défuzzification devient long et coûteux en temps de calcul.

IV.3 Étude de l'efficacité de l'approche proposée

Avant d'aborder la modélisation du taux de corrosion et de l'épaisseur des revêtements avec l'approche de la logique floue en se basant sur l'étude expérimentale développée dans le chapitre III, nous proposons d'appliquer cette approche à une étude existante pour voir à quel point il est efficace dans l'étude de ce type de problème.

Afin d'étudier l'efficacité de la logique floue pour prédire les caractéristiques des revêtements Ni-Al₂O₃, nous proposons d'utiliser notre approche pour prédire l'effet des paramètres d'électrodéposition sur la dureté du revêtement composites Ni-Al₂O₃ en se basant sur le travail expérimental développé par S. Jeyaraj et al. [12] qui utilisait un bain Watts pour la préparation de revêtements composites Ni-Al₂O₃.

Dans cette optique un système flou à cinq entrées : densité de courant (I), température de bain (T), pH de l'électrolyte, concentration de particules de céramique Al₂O₃ dans le bain (Co) et vitesse d'agitation (Va), et une sortie : micro-dureté de le revêtement, a été utilisé et implantée sous MATLAB.

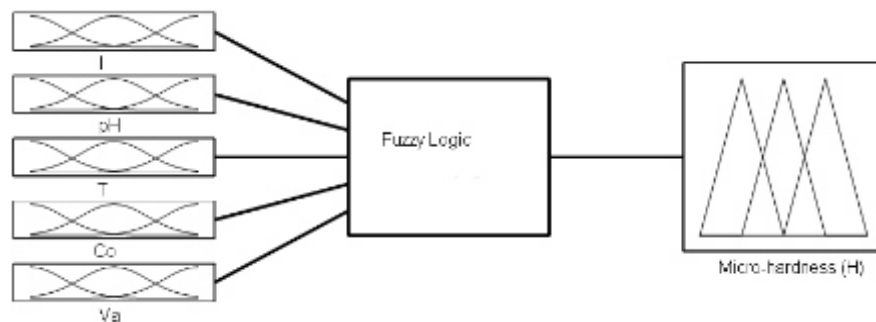


Figure IV.5 Système flou

Dans la construction du modèle flou, les entrées et les sorties du système flou sont choisies comme illustré dans la figure IV.5. Les fonctions d'appartenance utilisées sont de type Gauss. Les relations entre les valeurs trouvées en utilisant le système flous ci-dessus et les valeurs expérimentales sont illustrées à la figure IV.6.

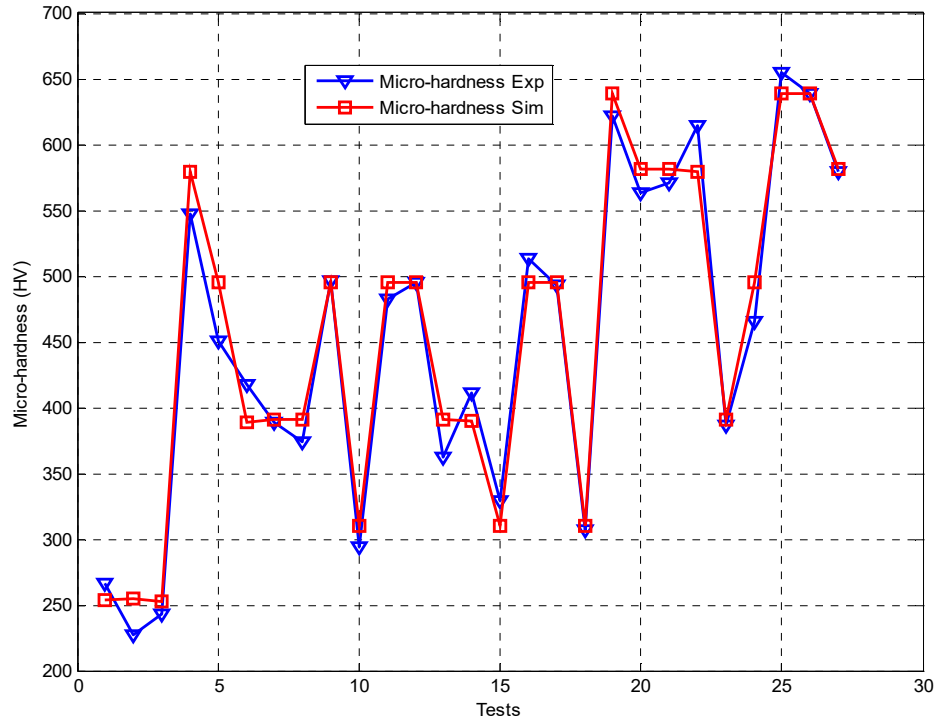


Figure IV.6 Comparaison de la prédiction du modèle de logique floue avec les résultats mesurés par S. Jeyaraj et al

Cette figure indique une corrélation très étroite entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites floues ce qui prouve l'efficacité de notre approche pour la résolution des problèmes de la prédiction des caractéristiques des revêtements composites Ni-Al₂O₃.

IV.4 Prédiction du taux de corrosion et de l'épaisseur des revêtements Ni-Al₂O₃

Afin d'étudier l'effet des paramètres d'électrodéposition sur le taux de corrosion et l'épaisseur des revêtements composites Ni-Al₂O₃ nous proposons d'utilisée une méthode de simulation basée sur la théorie du logique floue (Mamdani) sous MATLAB, en se basant sur l'étude expérimentales développées dans le chapitre III.

Pour la résolution du problème nous proposons d'utiliser un système d'inférence flou de type Mamdani avec 3 entrées : la Concentration d' Al₂O₃ (C), la température (T) et le courant(I), et deux variables de sortie : le taux de corrosion (Taux) et l'épaisseur du revêtement (Ep) comme il indiqué dans la figure IV.7.

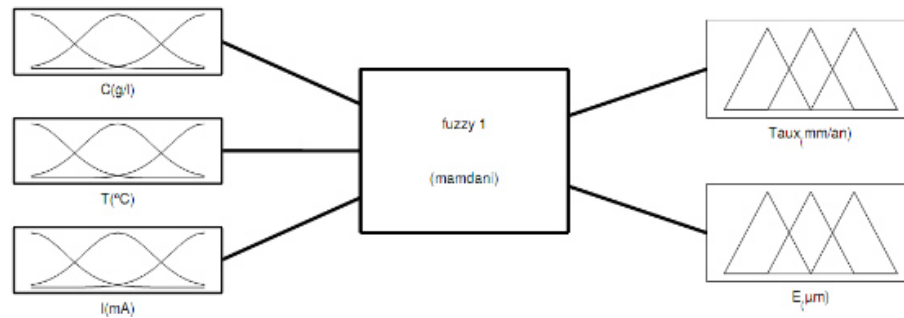


Figure IV.7 Le système flou utilisé pour prédire le taux de corrosion et l'épaisseur du revêtement Ni-Al₂O₃

IV.4.1 Modélisation floue

a). Les variables flous

Dans la construction de notre modèle, nous avons choisi comme paramètres d'entrée : la concentration des particules d'Al₂O₃, la température du bain et le courant, et comme variables de sortie nous avons choisi le taux de corrosion et l'épaisseur du revêtement.

Tableau IV.3 Valeurs minimales et maximales des variables d'entrées et de sortie pour le système flou

	Valeur Mini	Valeur Max
Les paramètres d'entrée		
Concentration des particules d'Al ₂ O ₃ : C (g/l)	0	20
Température du bain T (°C)	30	50
Courant I (mA)	30	60
Les paramètres de sortie		
Taux de corrosion (<i>Taux</i>) (mm / an)	0.017	0.098
Epaisseur du revêtement (<i>Ep</i>) (µm)	7.12	10.45

L'ensemble des variables utilisées dans notre étude sont découpées en catégories appelées variables linguistiques. Chaque variable linguistique correspond à un intervalle de donnée numérique. Les variables linguistiques pour la première variable (la concentration d'Al₂O₃) sont choisies comme il est indiqué dans la figure (IV.8)

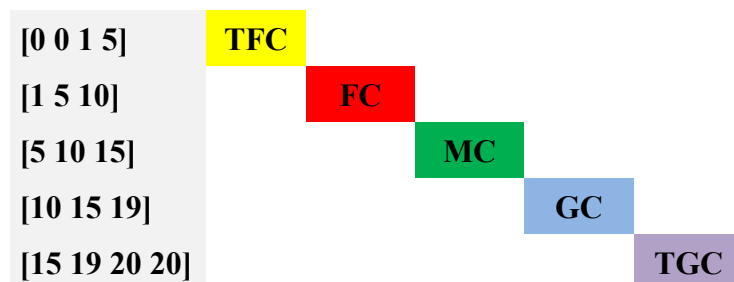


Figure IV.8 Variables Linguistiques pour la concentration d'Al₂O₃

Les variables linguistiques pour la deuxième variable (la température du bain) sont choisis comme il est indiqué dans la figure (IV.9)

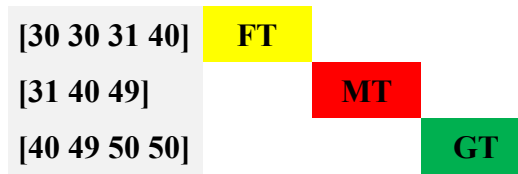


Figure IV.9 Variables linguistiques pour la Température

Les variables linguistiques pour la troisième variable (le courant) sont choisies comme il est indiqué dans la figure (IV.10)

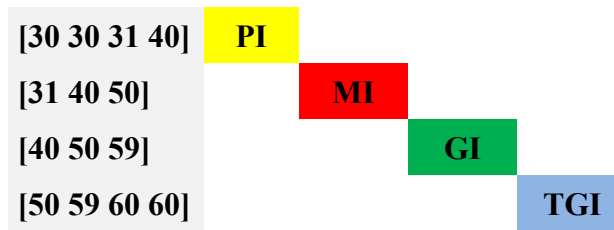


Figure IV.10 Variables linguistiques pour le courant

Afin de bien définir les variables linguistiques pour les sorties, nous avons utilisé le nuage de points (figures IV.11 et IV.12) qui représente la distribution des valeurs du taux de corrosion et l'épaisseur du revêtement obtenues lors des essais dans l'univers de discours, ce qui nous aide à déterminer les intervalles flous vis-à-vis à la concentration des valeurs de chaque sortie dans chaque intervalle.

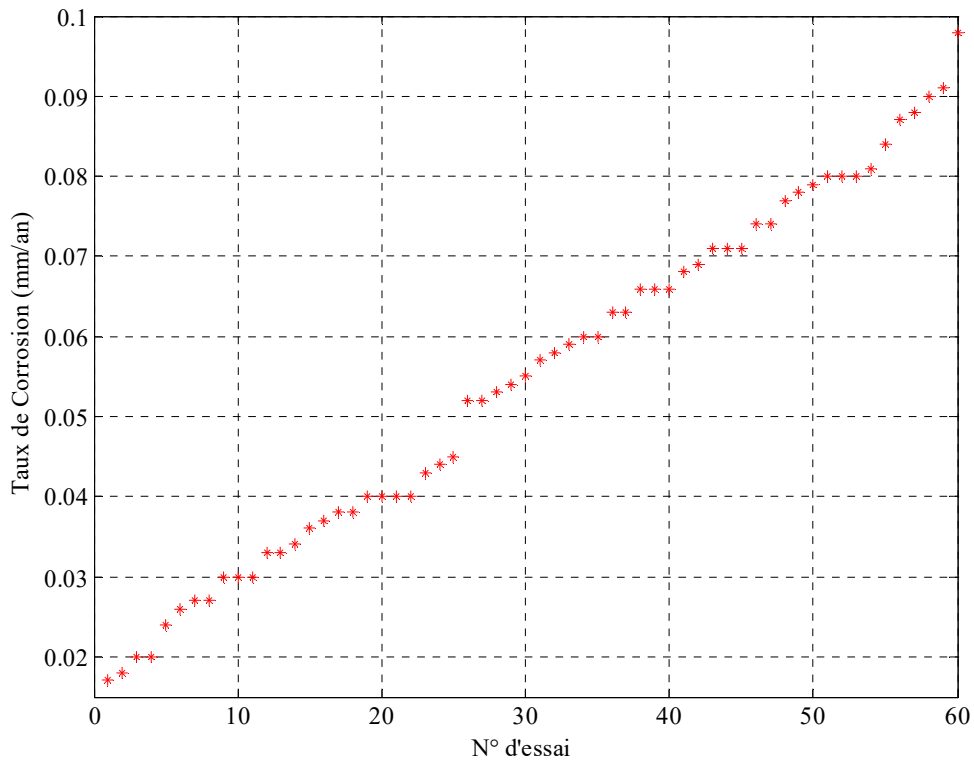


Figure IV.11 Valeurs du taux de corrosion dans l'ensemble des essais

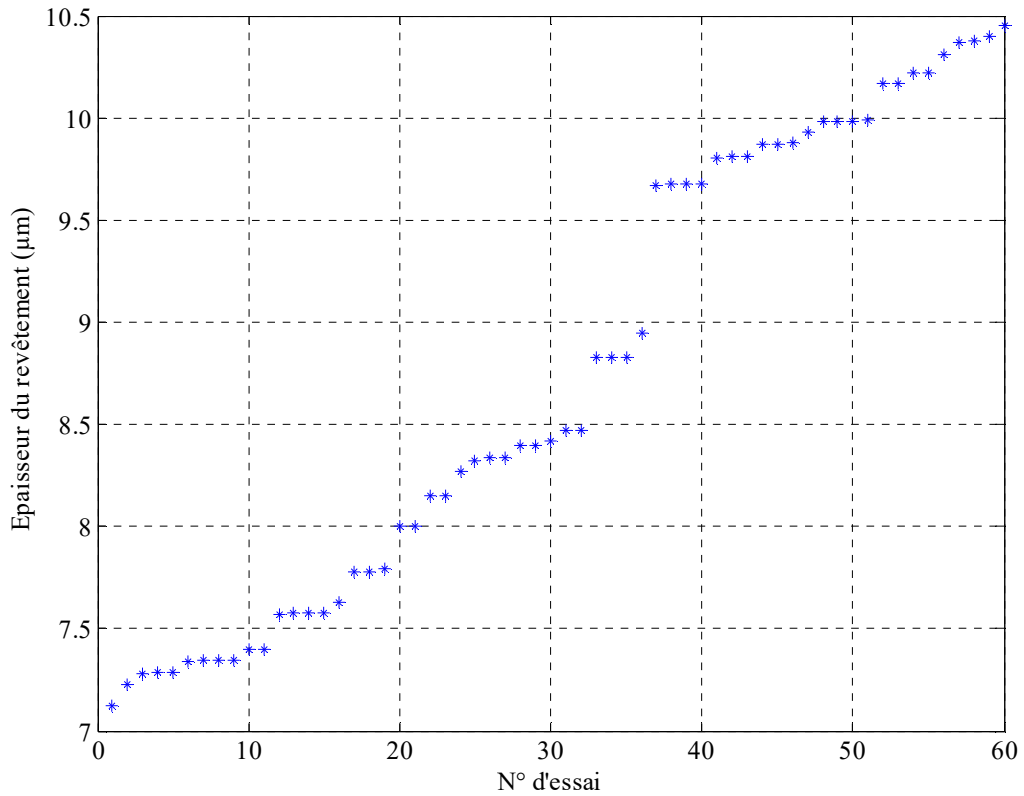
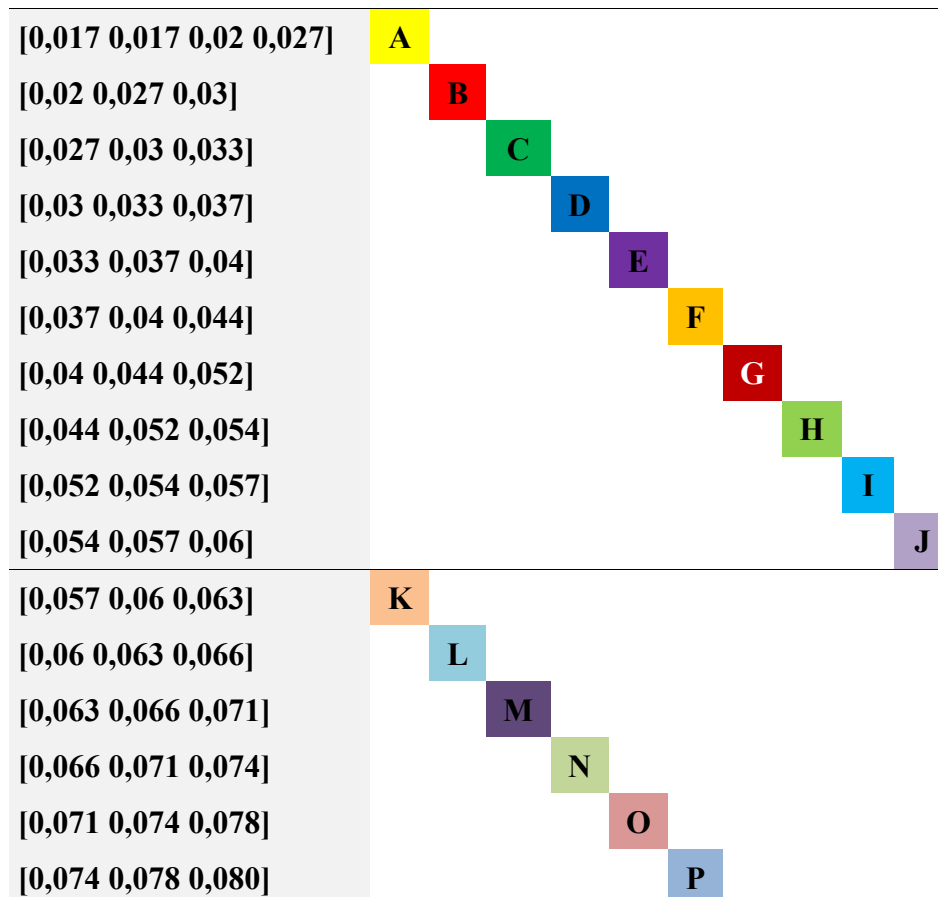


Figure IV.12 Valeurs de l'épaisseur du revêtement dans l'ensemble des essais

En se basant sur la figure (IV.11) les variables linguistiques pour la première sortie (le taux de corrosion) est choisie comme il est indiqué dans la figure (IV. 13)



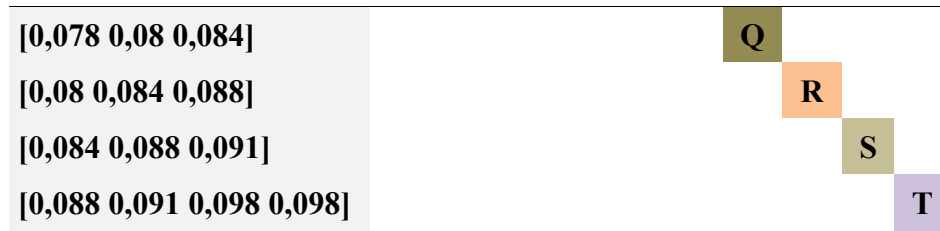


Figure IV.13 Variables Linguistiques pour le taux de corrosion

En se basant sur la figure (IV.12) les variables linguistiques pour la deuxième sortie (l'épaisseur du revêtement) est choisie comme il est indiqué dans la figure (IV. 14)

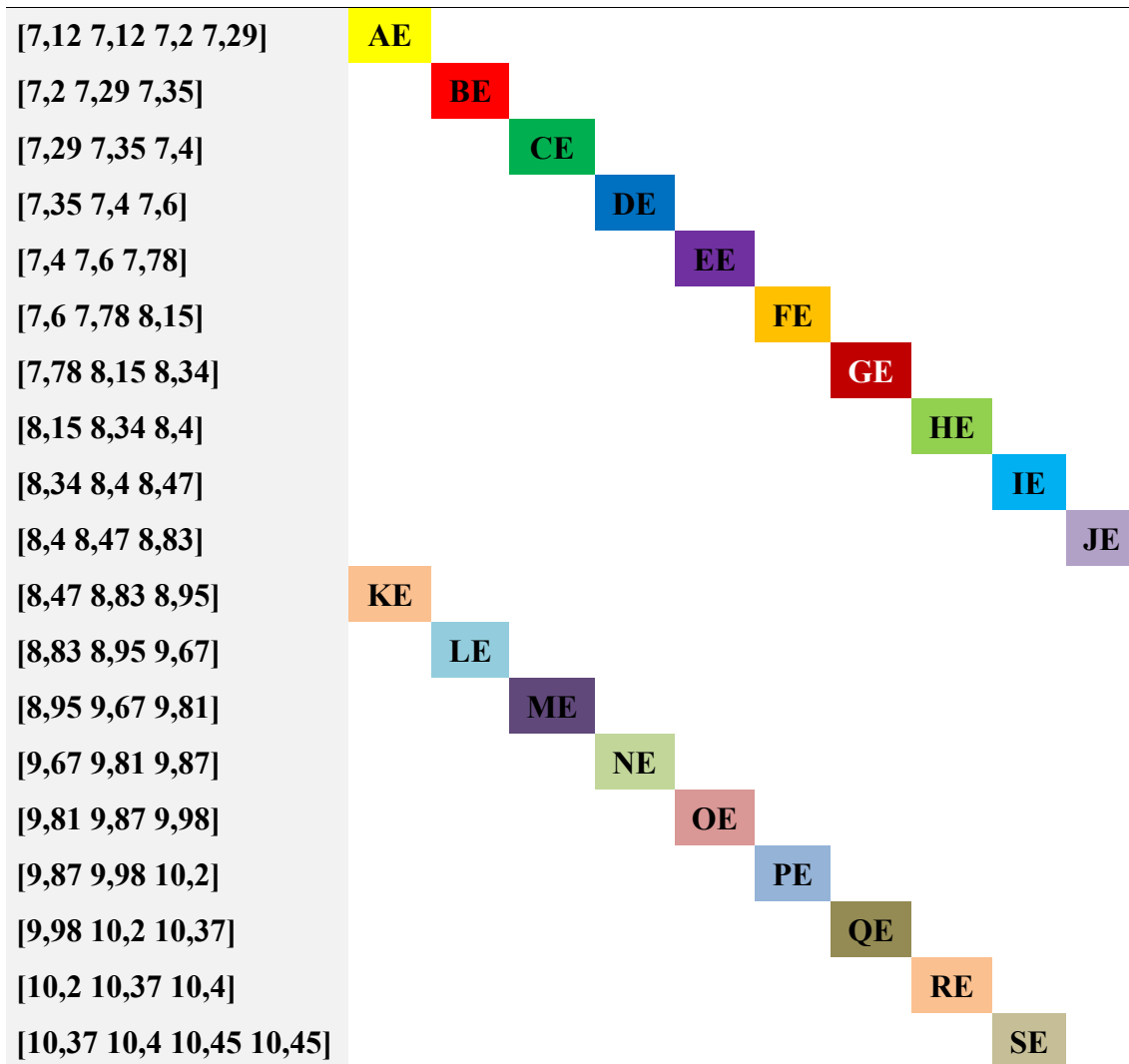


Figure IV.14 Variables Linguistiques pour l'épaisseur du revêtement

b). Les sous-ensembles flous

Les sous-ensembles flous (ou parties floues) ont été introduits afin de modéliser la représentation humaine des connaissances, et ainsi améliorer les performances des systèmes de décision qui utilisent cette modélisation.

Les sous-ensembles flous sont utilisés soit pour modéliser l'incertitude et l'imprécision, soit pour représenter des informations précises sous forme lexicale assimilable par un système expert. Un ensemble flou est défini à sa fonction d'appartenance, qui correspond à la notation de fonction caractéristique. Les fonctions d'appartenance se présentent sous différentes formes, y compris triangulaire, trapézoïdale, gaussienne et sigmoïde. Dans la présente étude, les fonctions d'appartenance triangulaire, trapézoïdale et pimf ont été utilisées pour les paramètres d'entrée et de sortie.

Les fonctions d'appartenance utilisées pour les paramètres d'entrée et de sortie sont représentées dans les figures : IV. 15, IV. 16 et IV. 17

1. Utilisation des fonctions d'appartenance triangulaire

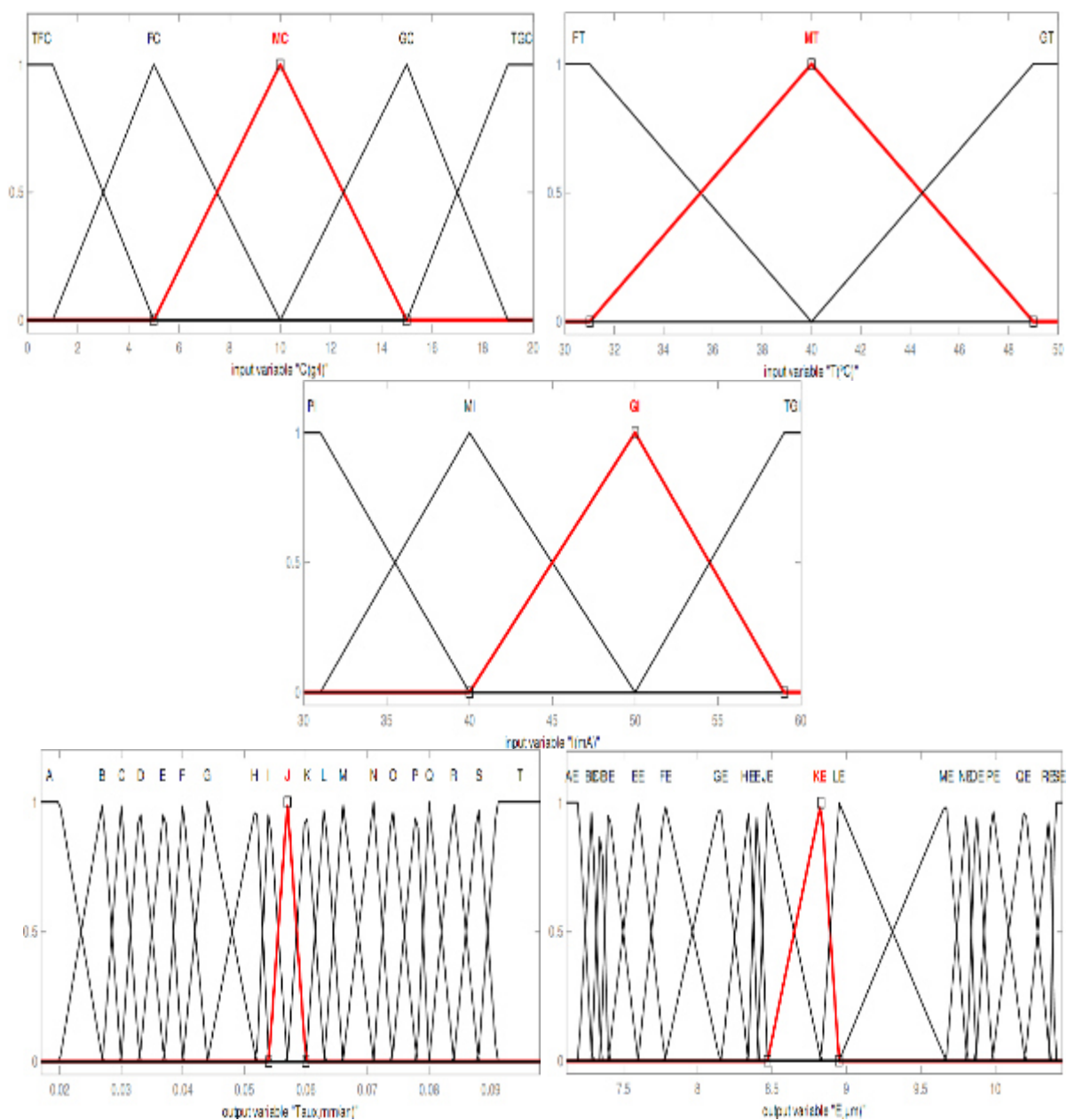


Figure IV.15 Fonctions d'appartenance triangulaire

2. Utilisation des fonctions d'appartenance trapézoïdale

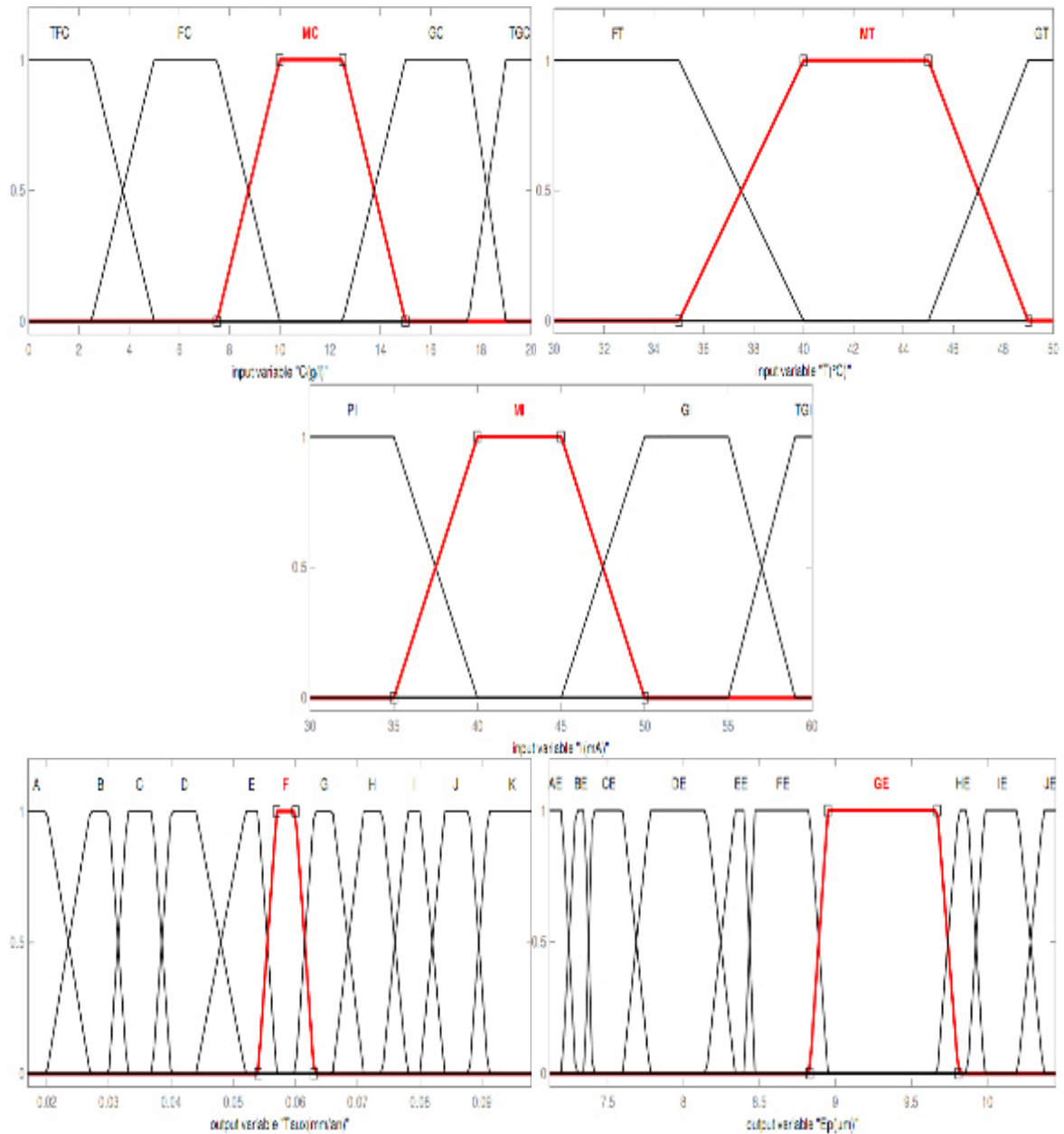


Figure IV.16 Fonctions d'appartenance trapézoïdale

3. Utilisation des fonctions d'appartenance de type pimf

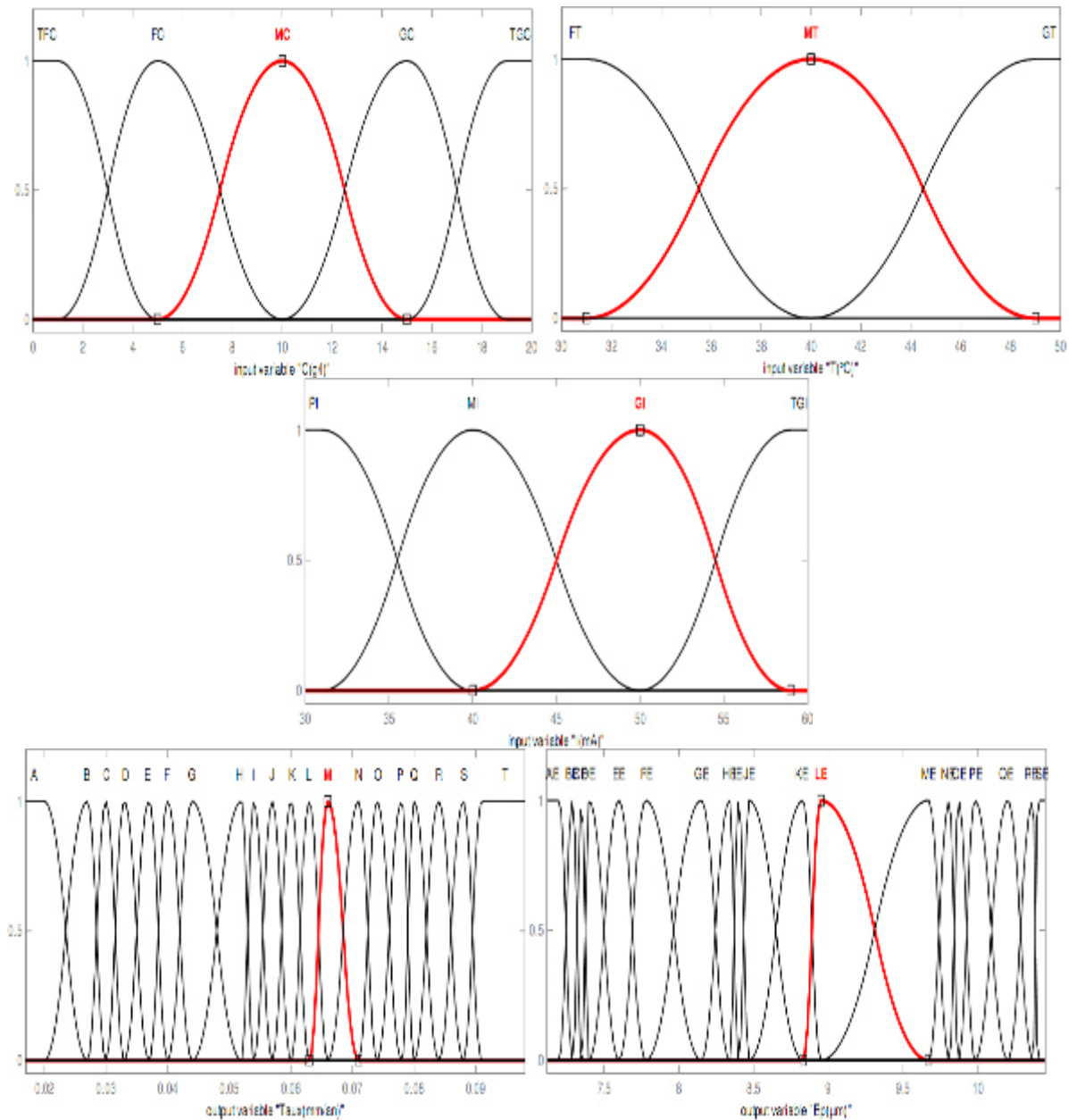


Figure IV.17 Fonctions d'appartenance de type pimf

c). Les règles floues

Soixante (60) règles floues ont été établies en fonction des conditions expérimentales indiquées dans le tableau III.1. En adhérant au processus de composition maximum-minimum, la logique floue de ces règles a produit une sortie floue.

Chaque règle prend la forme suivante :

Si C est (variable linguistique) **et** T est (variable linguistique) **et** I est (variable linguistique) **Alors** $Taux$ est (variable linguistique), Ep est (variable linguistique)

L'ensemble de règles floues élaborées sont regroupées dans le tableau IV.2

Tableau IV.4 Table d'inférences

$C (g/l)$		TFC	FC	MC	GC	TGC
$T (°C)$	$I (mA)$	Taux/EP				
FT	PI	R/CE	B/PE	F/ME	J/HE	O/FE
FT	MI	P/DE	A/QE	D/NE	I/IE	L/GE
FT	GI	N/EE	A/RE	C/OE	I/IE	K/HE
FT	TGI	M/GE	A/SE	B/PE	H/JE	K/HE
MT	PI	M/IE	J/KE	G/ME	D/OE	E/NE
MT	MI	I/KE	G/ME	F/NE	C/QE	E/OE
MT	GI	G/LE	F/PE	E/PE	A/RE	D/PE
MT	TGI	F/ME	E/QE	C/RE	A/SE	B/QP
GT	PI	T/AE	S/BE	Q/CE	N/FE	Q/CE
GT	MI	T/AE	S/BE	P/CE	L/GE	P/EE
GT	GI	S/BE	Q/DE	O/EE	K/JE	N/EE
GT	TGI	Q/EE	N/FE	M/HE	H/KE	M/GE

IV.5 Résultats et discussion

Les résultats sont obtenus lors de la défuzzification qui est la dernière étape dans la logique floue. Cette étape consiste à transformer les valeurs linguistiques issues de régulateur flou en valeurs numériques.

IV.5.1 Etude de la précision et de l'erreur du système flou

Les erreurs ont été calculées en mesurant l'écart entre la valeur mesurée et la valeur prédite. Les erreurs peuvent être calculées à l'aide de l'équation IV.5. Le pourcentage d'erreurs individuelles a été obtenu en divisant la différence absolue de la prédiction par la valeur de mesure.

$$e_i = \left(\frac{|V_{ex} - V_p|}{V_{ex}} \right) \times 100\% \quad (IV.5)$$

La précision est calculée en trouvant l'approchement de la valeur prédite à la valeur mesurée. Dans l'équation IV.6, A est la précision du modèle et N est le nombre total de jeux de données testés. La précision du modèle est la précision individuelle moyenne.

$$A = \frac{1}{N} \sum \left(1 - \frac{|V_{ex} - V_p|}{V_{ex}} \right) \times 100\% \quad (IV.6)$$

IV.5.2 Comparaison entre les résultats obtenus avec les différents type de fonctions d'appartenance

La comparaison entre les résultats obtenus en utilisant des fonctions d'appartenance : triangulaire, trapézoïdale et pimf nous a permis de choisir le type de fonction la plus appropriée à notre problème.

Les figures ci-dessous montrent une comparaison directe entre les résultats obtenus avec les trois types de fonctions d'appartenance pour les deux sorties : taux de corrosion et épaisseur du revêtement.

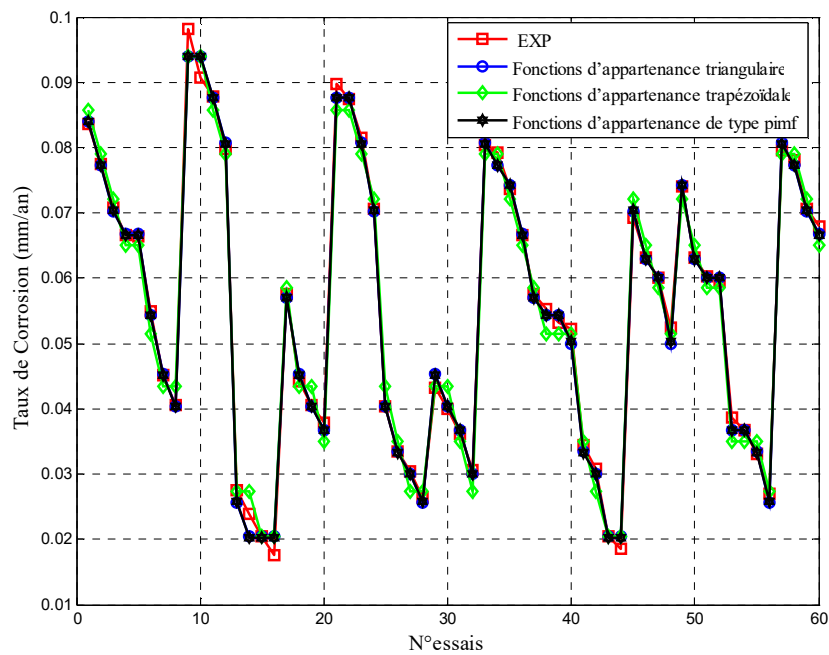


Figure IV.18 Variation du taux de corrosion pour les fonctions d'appartenance : trapézoïdale, triangulaire et pimf en fonction du nombre d'essais.

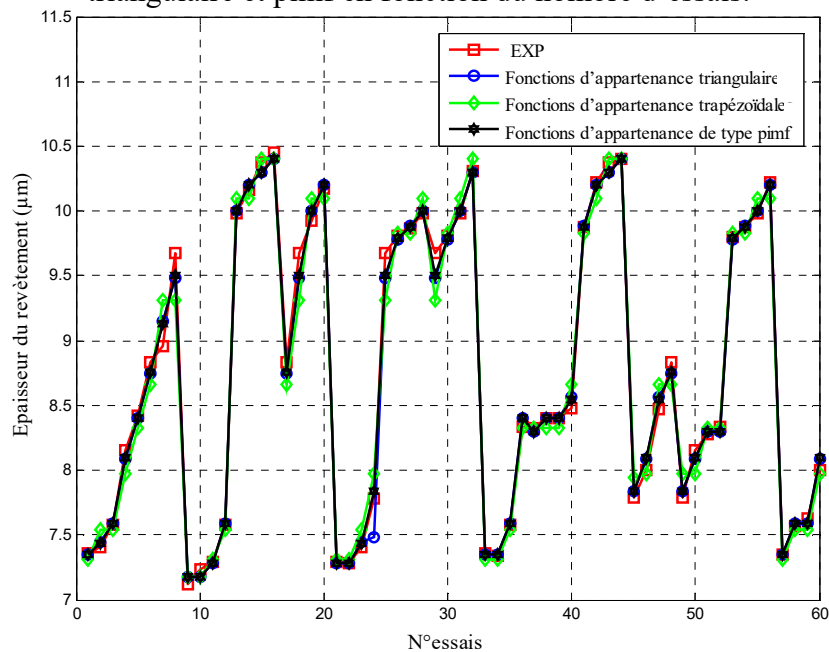


Figure IV.19 Variation de l'épaisseur du revêtement pour les fonctions d'appartenance : trapézoïdale, triangulaire et pimf en fonction du nombre d'essais.

Les figures IV.18 et IV.19 montrent que la variation des trois sorties en utilisant les trois types de fonctions d'appartenance, est presque la même surtout les fonctions d'appartenance triangulaire et pimf. Donc, cette représentation ne nous permettra pas de choisir entre les trois types de fonctions.

Pour faire ce choix, nous proposons d'utiliser l'écart-type pour définir les résultats les plus approchés aux résultats expérimentaux.

L'écart-type est donnée par la relation suivante :

$$\sigma : \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (V_p - V_{Ex})^2} \quad (IV.7)$$

Tableau IV.5 Calcul de l'écart-type pour N=60

Fonctions d'appartenance	Triangulaire	Trapézoïdale	Pimf
Ecart-type (Taux de corrosion)	0.00129	0.00217	0.00126
Ecart-type (épaisseur du revêtement)	0.082	0.142	0.066

Donc les résultats les plus proches aux résultats expérimentaux sont ceux obtenues avec des fonctions d'appartenance de type pimf.

Dans la suite du travail, les résultats présentés sont obtenus en utilisant les fonctions d'appartenance de type pimf.

IV.5.3 Présentation des résultats

Le tableau IV.6 regroupe l'ensemble des résultats obtenus par notre système flou.

Tableau IV.6 Résultats du système flou

Essai N°	C	T	I	Taux de corrosion (mm/an)				Epaisseur du revêtement (µm)			
				Taux _{exp}	Taux _p	Erreur (%)	Précision (%)	EP _{exp} (µm)	EP _p (µm)	Erreur (%)	Précision (%)
1	0	30	30	0.08370785	0.084	0.349	99.651	8.42261563	0.084	0.069	99.931
2	0	30	40	0.07752642	0.0773	0.163	99.837	8.83193102	0.0773	0.412	99.588
3	0	30	50	0.07089241	0.0703	0.695	99.305	8.95516854	0.0703	0.138	99.862
4	0	30	60	0.06656278	0.0667	0.056	99.944	9.67822315	0.0667	0.680	99.320
5	0	40	30	0.06634508	0.0667	0.384	99.616	7.12191795	0.0667	0.269	99.731
6	0	40	40	0.05489898	0.0543	1.091	98.909	7.23319571	0.0543	0.814	99.186
7	0	40	50	0.04519577	0.0453	0.009	99.991	7.28996342	0.0453	1.952	98.048
8	0	40	60	0.04045287	0.0403	0.378	99.622	7.57888163	0.0403	1.841	98.159
9	0	50	30	0.09817486	0.0939	4.354	95.646	7.35505095	0.0939	0.816	99.184
10	0	50	40	0.09077277	0.0939	3.445	96.555	7.40948524	0.0939	0.735	99.265

Chapitre IV Prédiction de la Résistance à la Corrosion des Revêtements Composites Ni-Al₂O₃

11	0	50	50	0.08778917	0.0877	0.102	99.898	7.57952182	0.0877	0.137	99.863
12	0	50	60	0.07978825	0.0807	1.017	98.983	8.15542461	0.0807	0.147	99.853
13	5	30	30	0.02743964	0.0256	5.975	94.025	9.98687222	0.0256	0.131	99.869
14	5	30	40	0.02396605	0.0204	15.714	84.286	10.1678364	0.0204	0.316	99.684
15	5	30	50	0.02045176	0.0204	1.231	98.769	10.3717481	0.0204	0.692	99.308
16	5	30	60	0.01758693	0.0204	14.858	85.142	10.4542435	0.0204	0.519	99.481
17	5	40	30	0.05758804	0.057	1.021	98.979	8.83305984	0.057	0.827	99.173
18	5	40	40	0.04420012	0.0453	2.262	97.738	9.67499608	0.0453	1.809	98.191
19	5	40	50	0.04056824	0.0403	0.661	99.339	9.92639143	0.0403	0.742	99.258
20	5	40	60	0.03792979	0.0367	3.242	96.758	10.1754769	0.0367	0.241	99.759
21	5	50	30	0.08973098	0.0877	2.263	97.737	7.2922498	0.0877	0.168	99.832
22	5	50	40	0.08746944	0.0877	0.264	99.736	7.28298145	0.0877	0.041	99.959
23	5	50	50	0.08152207	0.0807	1.131	98.869	7.40301542	0.0807	0.500	99.500
24	5	50	60	0.07069906	0.0703	0.423	99.577	7.78234649	0.0703	0.741	99.259
25	10	30	30	0.04026063	0.0403	0.098	99.902	9.67927097	0.0403	1.852	98.148
26	10	30	40	0.03341105	0.0334	0.332	99.668	9.80733995	0.0334	0.177	99.823
27	10	30	50	0.03044297	0.03	1.455	98.545	9.87095898	0.03	0.092	99.908
28	10	30	60	0.02641115	0.0256	2.314	97.686	9.98067938	0.0256	0.194	99.806
29	10	40	30	0.04323083	0.0453	4.555	95.445	9.6763862	0.0453	1.823	98.177
30	10	40	40	0.04001333	0.0403	0.716	99.284	9.80919519	0.0403	0.196	99.804
31	10	40	50	0.03605728	0.0367	1.783	98.217	9.98246407	0.0367	0.176	99.824
32	10	40	60	0.03063865	0.03	2.084	97.916	10.3124667	0.03	0.121	99.879
33	10	50	30	0.08040236	0.0807	0.246	99.754	7.35799321	0.0807	0.109	99.891
34	10	50	40	0.0791287	0.0773	2.185	97.815	7.3368069	0.0773	0.180	99.820
35	10	50	50	0.0737133	0.0743	0.796	99.204	7.57782075	0.0743	0.161	99.839
36	10	50	60	0.06651005	0.0667	0.135	99.865	8.33942514	0.0667	0.726	99.274
37	15	30	30	0.05764188	0.057	1.114	98.886	8.32533839	0.057	0.304	99.696
38	15	30	40	0.05526063	0.0543	1.738	98.262	8.39961066	0.0543	0.005	99.995
39	15	30	50	0.05314739	0.0543	2.169	97.831	8.40355892	0.0543	0.042	99.958
40	15	30	60	0.05221992	0.05	3.677	96.323	8.47493076	0.05	0.886	99.114
41	15	40	30	0.03450662	0.0334	3.497	96.503	9.8792579	0.0334	0.008	99.992
42	15	40	40	0.03072653	0.03	2.365	97.635	10.2210792	0.03	0.206	99.794
43	15	40	50	0.02038034	0.0204	0.885	99.115	10.3791351	0.0204	0.762	99.238

44	15	40	60	0.01843742	0.0204	9.560	90.440	10.4023752	0.0204	0.023	99.977
45	15	50	30	0.06917708	0.0703	1.768	98.232	7.78638359	0.0703	0.689	99.311
46	15	50	40	0.06320244	0.063	0.320	99.680	7.99695845	0.063	1.289	98.711
47	15	50	50	0.06004626	0.06	0.077	99.923	8.47286125	0.06	0.910	99.090
48	15	50	60	0.05237923	0.05	3.970	96.030	8.83397439	0.05	0.837	99.163
49	20	30	30	0.07397262	0.0743	0.443	99.557	7.7857094	0.0743	0.697	99.303
50	20	30	40	0.06309132	0.063	0.145	99.855	8.15288999	0.063	0.649	99.351
51	20	30	50	0.06023093	0.06	0.383	99.617	8.27563104	0.06	0.294	99.706
52	20	30	60	0.0594365	0.06	0.948	99.052	8.33851581	0.06	0.462	99.538
53	20	40	30	0.03857147	0.0367	4.852	95.148	9.80357721	0.0367	0.138	99.862
54	20	40	40	0.03678149	0.0367	0.222	99.778	9.87545597	0.0367	0.046	99.954
55	20	40	50	0.03306708	0.0334	0.704	99.296	9.98236739	0.0334	0.177	99.823
56	20	40	60	0.02698798	0.0256	4.402	95.598	10.2203292	0.0256	0.199	99.801
57	20	50	30	0.07963763	0.0807	1.208	98.792	7.35028221	0.0807	0.004	99.996
58	20	50	40	0.07804081	0.0773	0.821	99.179	7.57060361	0.0773	0.256	99.744
59	20	50	50	0.07070017	0.0703	0.425	99.575	7.62761693	0.0703	0.493	99.507
60	20	50	60	0.06784523	0.0667	1.835	98.165	7.99955317	0.0667	1.256	98.744
La précision							97.911	99.480			

IV.5.4 Représentation schématique des résultats

Les fonctions obtenues par simulation, utilisant la logique floue, sont représentées dans les figures : IV.20 à IV.25.

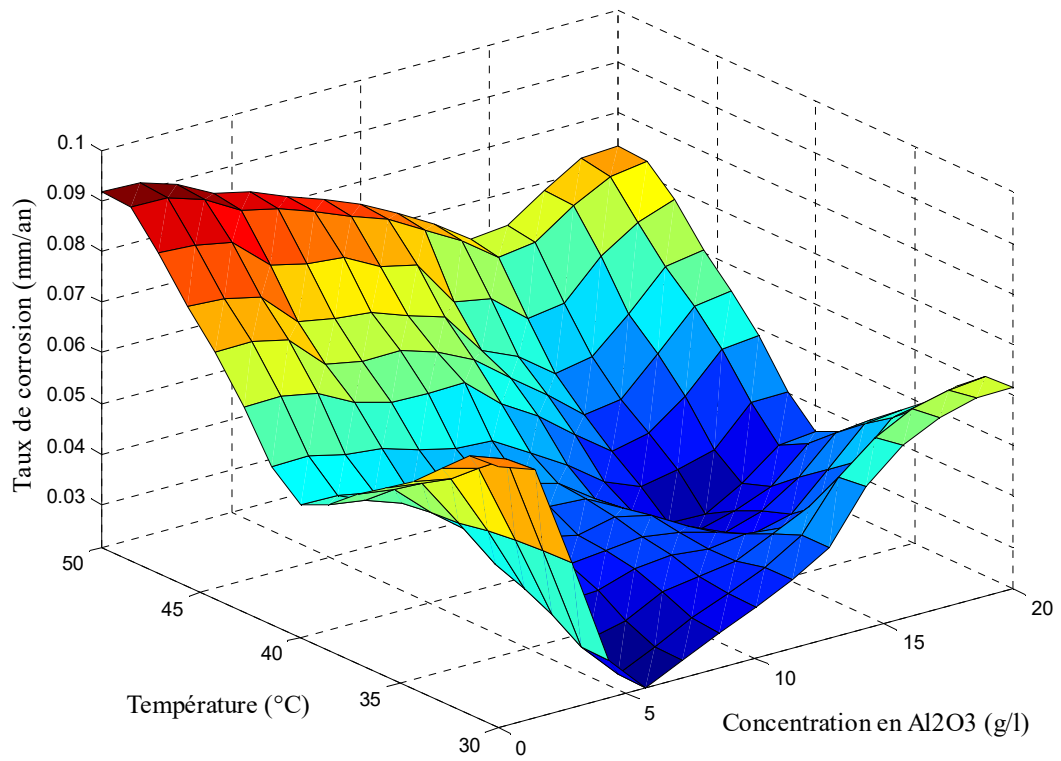


Figure IV.20 Variation du taux de corrosion en fonction de la température du bain et de la concentration en Al₂O₃

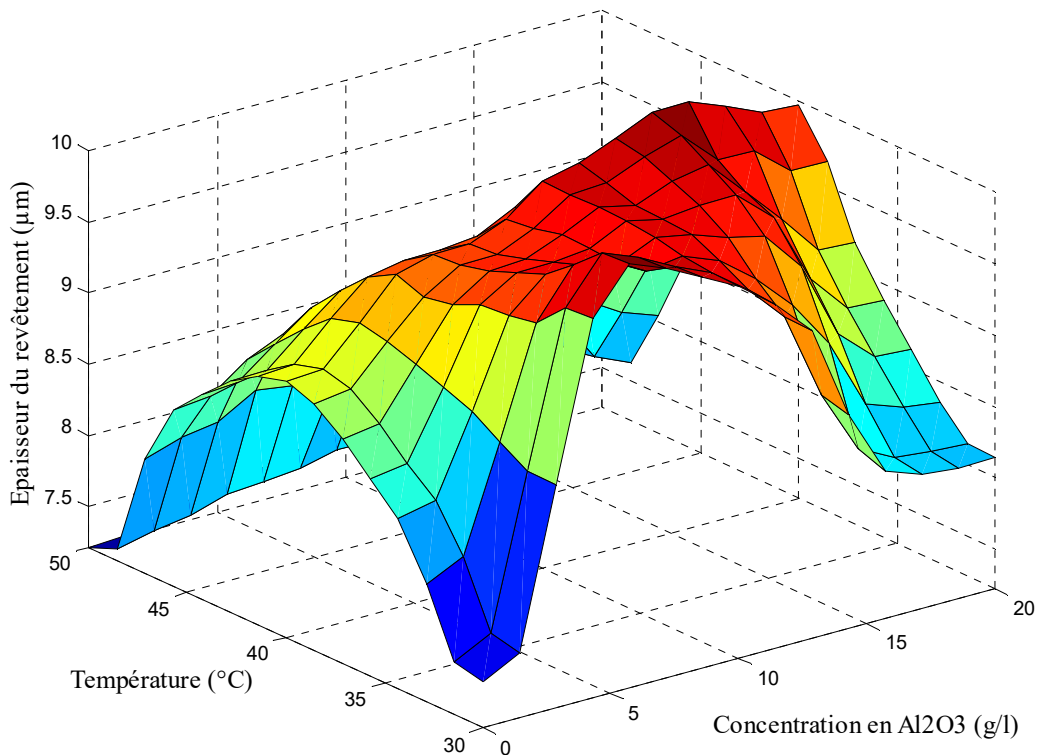


Figure IV.21 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la température du bain et de la concentration en Al₂O₃

La figure IV.20 représente la variation du taux de corrosion en fonction de la température et de la concentration en alumine, on remarque que les valeurs minimales du taux

de corrosion sont obtenues pour des concentrations en Al₂O₃ de 5 g/l à une température du bain de 30°C et de 15g/l à une température du bain de 40°C.

Ainsi, la figure montre clairement l'effet de la présence de particules d'Al₂O₃ dans le bain électrolytique. Les revêtements en nickel pur (0 g/l d'Al₂O₃) possèdent des taux de corrosion élevés. Il est clair que l'utilisation des bains électrolytiques à des températures élevées (plus de 40 °C) engendre des taux de corrosion plus élevés. Les valeurs moyennes de la température du bain électrolytique et de la concentration en Al₂O₃ sont considérées comme des valeurs optimales pour l'élaboration des revêtements composites nickel-alumine avec des propriétés anticorrosives plus élevées.

La température du bain électrolytique à une grande influence sur le taux de corrosion comparativement à la concertation en Al₂O₃.

La figure IV.21 représente la variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la température et de la concertation en alumine. On remarque que les valeurs maximales de l'épaisseur du revêtement sont obtenues pour une concertation en Al₂O₃ de 15 g/l et une température de bain de 40°C. L'absence de particules d'Al₂O₃ dans l'électrolyte conduit à une diminution de l'épaisseur du revêtement. La concentration en Al₂O₃ à une grande influence sur le taux de corrosion comparativement à la température du bain électrolytique.

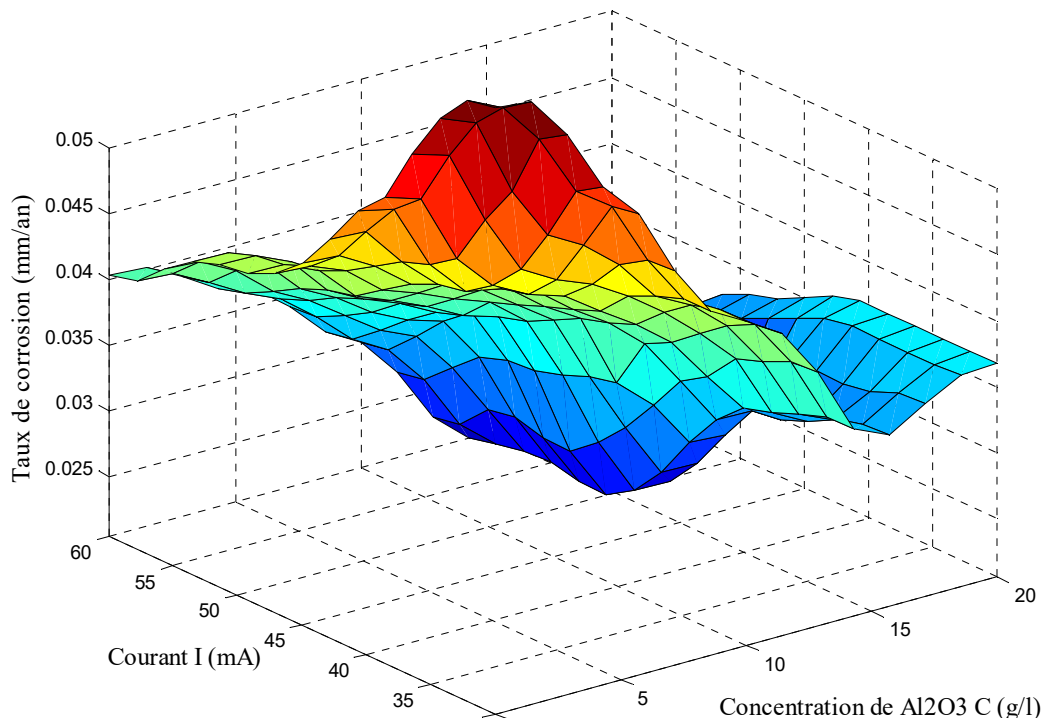


Figure IV.22 Variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la concentration en Al₂O₃

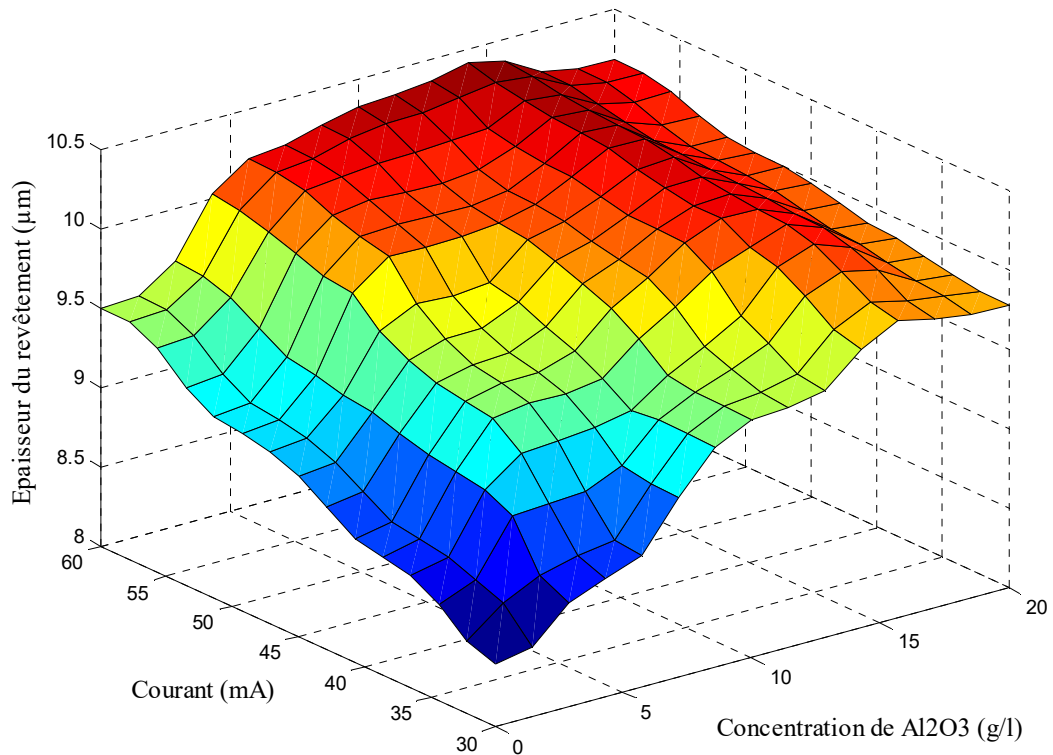


Figure IV.23 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant et de la concentration en Al₂O₃

La figure IV.22 représente la variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la concentration en alumine. Elle montre que les valeurs minimales du taux de corrosion sont obtenues pour des courants élevés.

Sans ajout de particule d'Al₂O₃, dans le bain électrolytique, et l'application de faibles courants d'élaboration des revêtements composites Ni-Al₂O₃, on constate une détérioration rapide des revêtements.

Les meilleures propriétés anticorrosives des revêtements composites Ni-Al₂O₃ sont obtenues à une concentration de 15 g/l d'Al₂O₃ et des courants élevés (supérieure à 45 mA).

La figure IV.23 montre que la valeur maximale de l'épaisseur du revêtement est obtenue pour une concentration de 15 g/l d'Al₂O₃ et des courants de dépôt supérieurs à 45mA.

Au-delà de la concentration de 15 g/l d'Al₂O₃ et des courants de dépôt supérieurs à 45mA, on observe une légère diminution de l'épaisseur des dépôts, cela peut être dû au fait d'avoir maintenu la valeur de l'agitation constante.

Ce maintien d'agitation affecte la dispersion homogène de particules en suspension, ce qui réduit la collision entre les particules et la cathode.

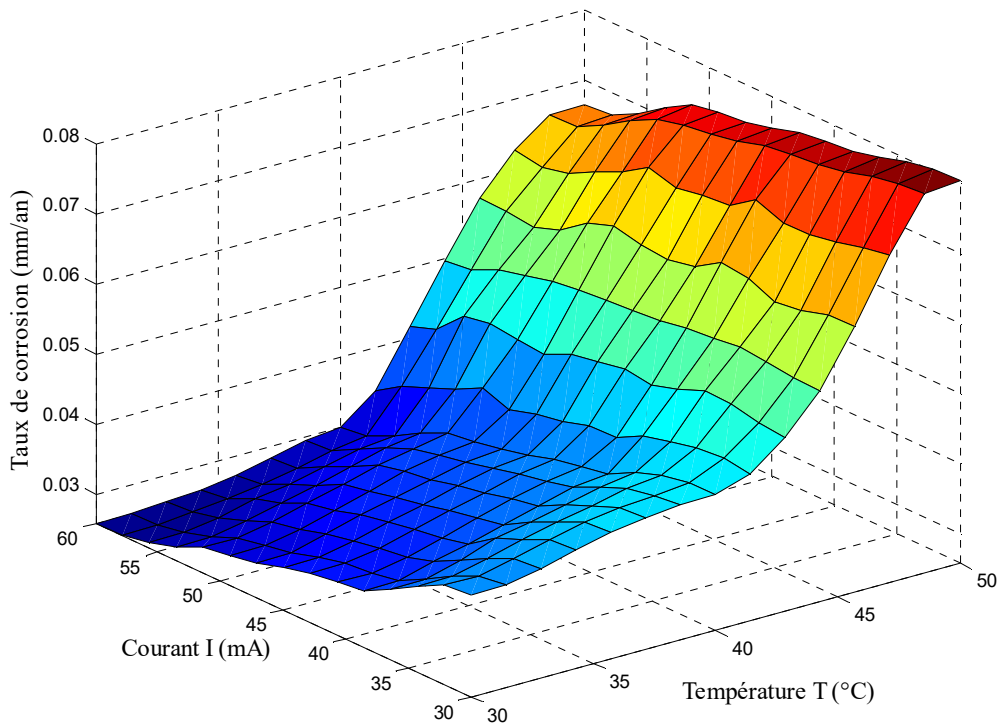


Figure IV.24 Variation du taux de corrosion en fonction du courant et de la température du bain

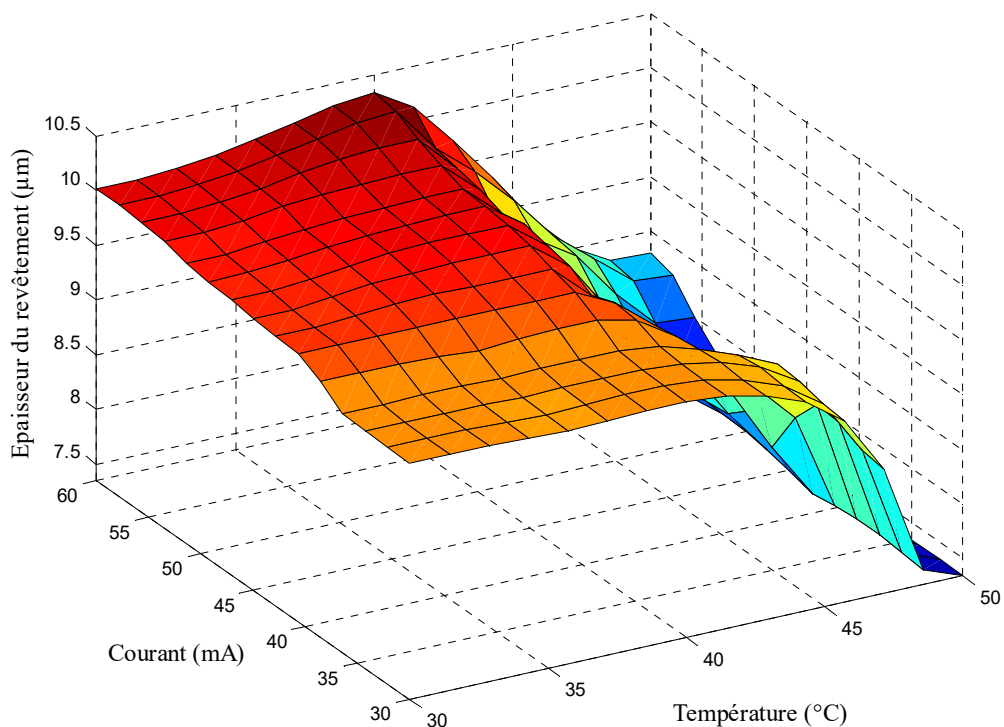


Figure IV.25 Variation de l'épaisseur du revêtement en fonction du courant et de la température du bain

La combinaison des valeurs minimales du courant et de la température conduit à l'élaboration de revêtements, de résistance à la corrosion élevée.

Si la température du bain est élevée (supérieure à 40°C), la résistance à la corrosion des dépôts composites diminue et ce, quel que soit la valeur du courant appliquée.

La figure IV.25 montre que la combinaison des valeurs minimales, du courant et de la température, conduit à l'élaboration de revêtements épais.

Des figures IV.24 et IV.25, on constate que la température du bain électrolytique à une plus grande influence sur les propriétés anticorrosives des revêtements composites Ni- Al₂O₃, comparativement au courant de dépôt.

IV.6 Validation des résultats

Pour étudier l'exactitude du modèle flou et son pourcentage d'erreur, douze nouveaux tests expérimentaux ont été effectués après la construction des règles floues. Le modèle flou élaboré est utilisé pour prédire le taux de corrosion et l'épaisseur des revêtements, avec les mêmes paramètres que ceux utilisés dans les tests expérimentaux (tableau IV.7).

Tableau IV.7 Validation du modèle flou

N° d'essai	C	T	I	Taux de corrosion (mm/an)				Epaisseur du revêtement (µm)			
				Taux _{exp.}	Taux _{pred.}	Erreur (%)	Précision (%)	Ep _{exp.} (µm)	Ep _{pred.} (µm)	Erreur (%)	Précision (%)
1	12.5	30	30	0.047	0.048	2.128	97.872	9.800	9.210	6.020	93.980
2	12.5	30	40	0.044	0.0419	4.773	95.227	9.970	9.260	7.121	92.879
3	12.5	30	50	0.041	0.0409	0.244	99.756	10.030	9.260	7.677	92.323
4	12.5	30	60	0.041	0.0377	8.049	91.951	10.070	9.200	8.640	91.360
5	12.5	40	30	0.041	0.0409	0.244	99.756	10.170	9.540	6.195	93.805
6	12.5	40	40	0.031	0.0355	14.516	85.484	10.410	10.100	2.978	97.022
7	12.5	40	50	0.027	0.0265	1.852	98.148	10.430	10.100	3.164	96.836
8	12.5	40	60	0.022	0.0238	8.182	91.818	10.450	10.400	0.478	99.522
9	12.5	50	30	0.076	0.0748	1.579	98.421	8.170	7.760	5.018	94.982
10	12.5	50	40	0.069	0.0701	1.594	98.406	8.250	7.960	3.515	96.485
11	12.5	50	50	0.066	0.0677	2.576	97.424	8.830	8.110	8.154	91.846
12	12.5	50	60	0.054	0.0574	6.296	93.704	8.960	8.590	4.129	95.871
La précision du modèle floue							95.664		94.742		

C : concentration [g/l]

T : Température [°C]

I : Courant [mA]

Le pourcentage d'erreur pour l'ensemble des paramètres des revêtements composites Ni- Al₂O₃, considérés, a été calculé et la précision du modèle de logique floue a été

déterminée. Les conditions expérimentales, les résultats du taux de corrosion et de l'épaisseur du revêtement et les valeurs prédites du modèle flou sont présentés dans le tableau IV.7. Le pourcentage moyen d'erreur pour la prédiction du modèle flou était de 4.336 % pour le calcul du taux de corrosion et de 5.258 % pour le calcul de l'épaisseur du revêtement composite Ni-Al₂O₃. Le faible niveau d'erreur indique que les résultats du taux de corrosion et de l'épaisseur du revêtement prévus par le modèle de logique floue étaient très proches des valeurs expérimentales réelles. Le tableau IV.7 montre également que la précision du modèle flou était de 95.664 % pour le calcul du taux de corrosion, et de 94.742 % pour le calcul de l'épaisseur du revêtement composite Ni- Al₂O₃. Le pourcentage de précision montre que le modèle proposé peut être utilisé avec succès pour prédire le taux de corrosion et l'épaisseur du revêtement composite Ni- Al₂O₃ sur le substrat considéré.

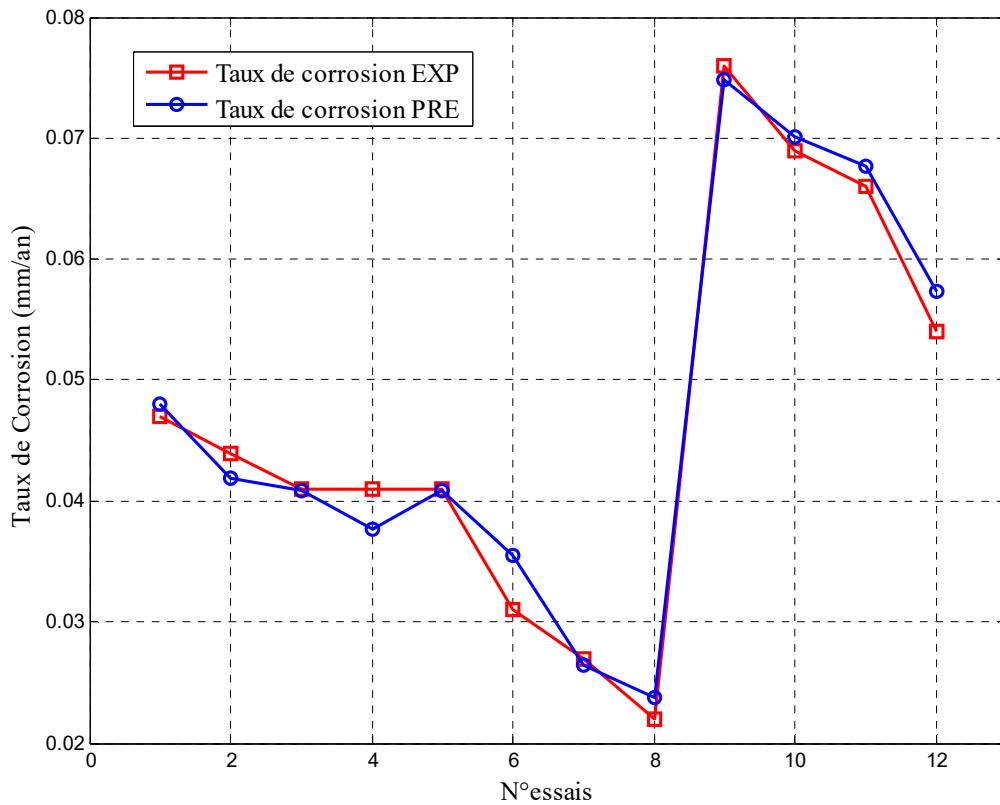


Figure IV.26 Comparaison de la prédiction du modèle de logique floue avec les résultats expérimentaux du taux de corrosion

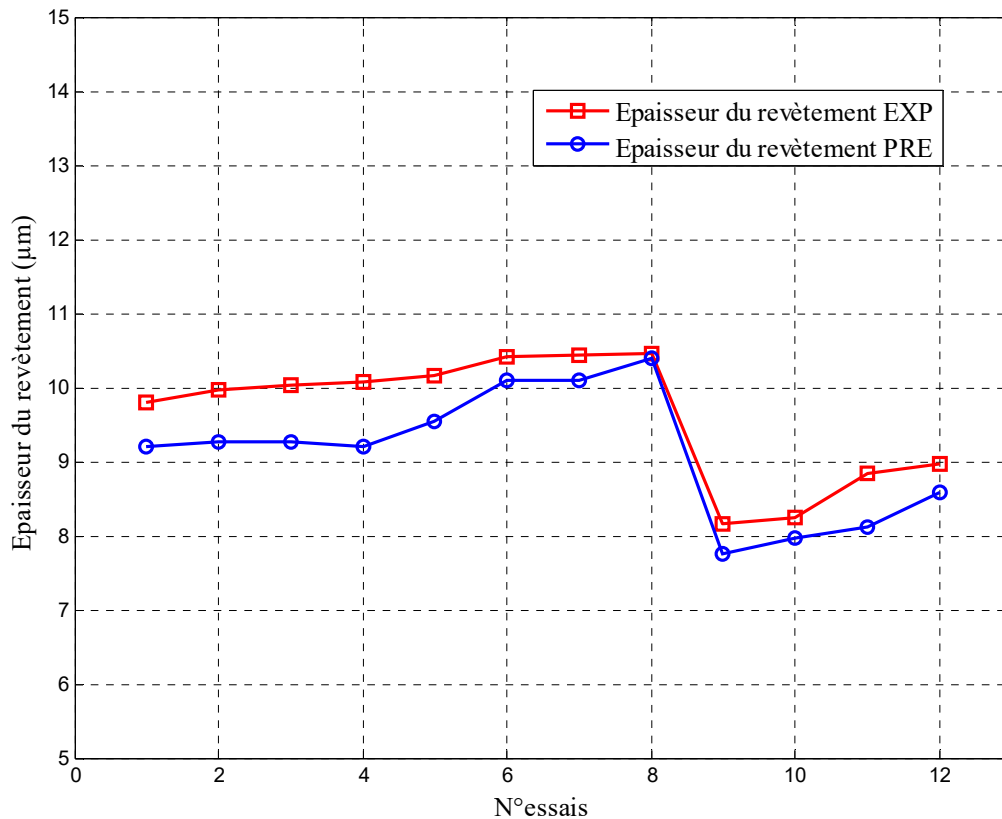


Figure IV.27 Comparaison de la prédiction du modèle de logique floue avec les résultats expérimentaux de l'épaisseur du revêtement composite Ni- Al₂O₃

Les figures IV.26 et IV.27 comparent les prédictions du modèle de logique floue avec les résultats du taux de corrosion et de l'épaisseur des revêtements composites Ni- Al₂O₃, obtenus expérimentalement. Les figures IV.26 et IV.27 montrent que le modèle proposé est capable de prédire avec précision le taux de corrosion et l'épaisseur du revêtement composite Ni- Al₂O₃. La concordance entre les valeurs prédites et expérimentales indique que le modèle de logique floue est une solution efficace qui peut être utilisée pour prédire les valeurs du taux de corrosion et de l'épaisseur du revêtement composite pour une plage spécifique de paramètres.

IV.7 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons développé un modèle mathématique pour la modélisation prédictive du taux de corrosion et de l'épaisseur du revêtement composite Ni- Al₂O₃ en se basant sur le travail expérimental réalisé au chapitre III. Les valeurs prédites sont en bon accord avec les valeurs expérimentales réelles avec un pourcentage d'erreur moyen de 4.336% pour le calcul du taux de corrosion, et de 5.258 % pour le calcul de l'épaisseur du revêtement composite Ni- Al₂O₃.

Conclusion Générale

Conclusion générale

L'étude que nous avons entreprise nous a permis de conclure que :

- Les résultats obtenus par la technique de la masse perdue sont en concordance avec les résultats de la technique de polarisation
- Un système d'inférence flou a été mis en œuvre pour étudier les effets de trois paramètres d'élaboration des revêtements composites Ni-Al₂O₃ électro-déposés.
- L'oxyde d'aluminium (Al₂O₃) composé stable, dure et adhérent, est un oxyde protecteur qui, ajouté aux bains d'électrodéposition de nickel chloruré, a tendance à diminuer la corrosion des dépôts résultants.
- La teneur en Al₂O₃, la température du bain électrolytique et le courant constituent les paramètres principaux qui conditionnent les qualités du dépôt Ni-Al₂O₃. Ils sont indissociables l'un de l'autre.
- L'effet de la nature électrique des particules et de la composition du bain sur les caractéristiques anticorrosives des revêtements composites doit être étudié.
- L'effet des autres paramètres (pH, vitesse d'agitation, ...) n'est pas négligeable.
- La teneur en Al₂O₃ joue un rôle impératif sur la résistance à la corrosion, de sorte que le taux de corrosion du revêtement diminué avec l'augmentation de la teneur en Al₂O₃.
- L'augmentation de la concentration d'Al₂O₃ dans le bain n'est pas quantitativement comparable à la diminution du taux de corrosion.
- L'augmentation du courant au-delà de 50 mA diminue l'influence du courant sur le taux de corrosion, ainsi le potentiel de corrosion devient plus élevé, pour le revêtement élaboré à un courant de 60 mA, par rapport aux autres revêtements composites.
- Le courant de corrosion diminue avec l'augmentation de la température du bain, jusqu'à la valeur de 40°C, ce qui améliore la tenue à la corrosion.
- Le modèle flou, élaboré au cours de cette étude, permet de prédire le taux de corrosion et l'épaisseur du revêtement Ni-Al₂O₃.
- Les résultats obtenus par le modèle flou ont été validés par une étude comparative avec des résultats expérimentaux.
- L'étude de l'efficacité du modèle flou a été confirmée par l'analyse du rapport erreur/précision.

- Il existe une bonne concordance entre les valeurs prédites et les valeurs expérimentales.

Perspectives

Dans un travail futur on propose :

- d'étudier l'effet d'autres paramètres, tels que le temps, la vitesse d'agitation, les caractéristiques des particules, les additifs, la composition du bain et le champ magnétique..., pour améliorer l'incorporation des nanoparticules aux revêtements et relier cet effet à leurs propriétés anticorrosives.
- d'évaluer les processus de corrosion dans différents milieux électrolytiques et les relier aux paramètres de dépôt.

Par conséquent, il existe une grande opportunité de recherche impliquant la production de revêtements composites par électrodéposition, et leur caractérisation en tant que revêtements anticorrosifs.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1]. M. Ladan , W. J. Basirun , S. N. Kazi , F. A. Rahman, Corrosion Protection of AISI 1018 Steel Using Co-doped TiO₂/Polypyrrole Nanocomposites in 3.5% NaCl Solution, *Materials Chemistry and Physics*, Vol.192, pp. 361-373, 2017.
- [2]. B. Szeptycka, A. G. Midzialek and T. Babul, Electrodeposition and Corrosion Resistance of Ni-Graphene Composite Coatings, *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 25 N° 8, pp.3134–3138, 2016.
- [3]. M. Lekka, C. Zanella, A. Klorikowska, P.L. Bonora, Scaling-up of The Electrodeposition Process of Nano-composite Coating for Corrosion and Wear Protection, *Electrochimica Acta*, Vol. 55, pp. 7876-7883, 2010.
- [4]. C.T.J. Low, R.G.A. Wills, F.C. Walsh, Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit, *Surface & Coatings Technology* 201, pp. 371–383, 2006.
- [5]. M. R. Vaezi, S.K. Sadrnezhad, L. Nikzad, Electrodeposition of Ni-SiC Nano-composite Coatings and Evaluation of Wear and Corrosion Resistance and Electroplating Characteristics, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol. 315, pp. 176-182, 2008.
- [6]. I. Corni, R.J. Chater, A.R. Boccaccini, M.P. Ryan, Electro co-deposition of Ni-Al₂O₃ Composite Coatings, *J. Mater. Sci.*, Vol. 47, pp. 5361-5373, 2012.
- [7]. P. Gadhari, P. Sahoo, Optimization of Coating Process Parameters to Improve Microhardness of Ni-P-TiO₂ Composite Coatings, *Materials Today: Proceedings* 2, pp. 2367 – 2374, 2015.
- [8]. M.R. Gorji, C. Edtmaier, S., Sanjabi, Synthesis of Ni/TiC Composite Coating by in ltration Sintering of Electrophoretic Deposited Layers, *Materials & Design*, Vol. 125, pp. 167–179, 2017.
- [9]. Y. Sun, I. F. Kabulska, J. Flis, Corrosion Behaviour of Sediment Electro-Codeposited Ni-Al₂O₃ Composite Coatings, *Materials Chemistry and Physics* 145, pp.476-483, 2014.
- [10]. H. Wang, P. Shi, H. Yu, B. Xu, Preparation and Micro Mechanical Properties of Nano-Al₂O₃ Particles Strengthened Ni-based Composite Coatings, *Physics Procedia*, Vol. 50, pp. 225 – 230, 2013.
- [11]. S.K. Das, P. Sahoo, Influence Of Process Parameters On Microhardness Of Electroless Ni-B Coatings, *Advances in Mechanical Engineering*, 2012, pp. 1-11, 2015.
- [12]. S. Jeyaraj, K.P. Arulshri, S. Sivasankaran, Investigations on Effect of Process Parameters of Electrodeposited Ni-Al₂O₃ Composite Coating Using Orthogonal Array

- Approach and Mathematical Modeling, Archives of Civil and Mechanical Engineering, Vol. 16, N° 1, pp. 168-177, 2016.
- [13]. M. M. Barzani, E. Zalnezhad, A. A. D. Sarhan, S. Farahany, S. Ramesh, Fuzzy Logic Based Model for Predicting Surface Roughness of Machined Al–Si–Cu–Fe Die Casting Alloy Using Different Additives-Turning, Measurement, Vol. 61, pp. 150-161, 2015.
- [14]. P. Odetola, P. Popoola, O. Popoola and D. Delport, Parametric Variables in Electrodeposition of Composite Coatings, Electrodeposition of Composite Materials, ISBN 978-953-51-2270-8, 2016
- [15]. T. Borkar, Electrodeposition of Nickel Composite Coatings, Master of Science Thesis, Oklahoma State University, 2010
- [16]. M. El-Sherik and U. Erb, Synthesis of Bulk Nanocrystalline Nickel by Pulsed Electrodeposition, Journal of Materials Science, Vol. 30, pp. 5743-5749, 1995.
- [17]. W. A. Aperador Chaparro and E. V. Lopez, Electrodeposition of Nickel Plates On Copper Substrates Using PC y PRC, Matéria (Rio de Janeiro), Vol. 12, pp. 583-588, 2007.
- [18]. A. Balasubramanian, et al., Effect of Pulse Parameter on Pulsed Electrodeposition of Copper on Stainless Steel, Surface Engineering, Vol. 25, pp. 389-392, 2009.
- [19]. G.L.R Thais, V. C. Deborah, C.B. Dalva do Lago and F. S. Lilian, A Review of Corrosion Resistance Nanocomposite Coatings, Electrodeposition of Composite Materials, ISBN 978-953-51-2270-8, 2016.
- [20]. I. Gurrappa and L. Binder, Electrodeposition of Nanostructured Coatings and Their Characterization, Science and Technology of Advanced Materials, Vol. 9, N° 4, pp. 1–11, 2008.
- [21]. P. Bercot, E. Pena-Munoz and J. Pagetti, Electrolytic Composite Ni-PTFE Coatings: An Adaptation of Guglielmi's Model for the Phenomena of Incorporation, Surf. Coat. Technol., 157, 282-289, 2002.
- [22]. M. F. Cardinal, P. A. Castro, J. Baxi, H. Liang and F. J. Williams, Characterization and Frictional Behavior of Nanostructured Ni–W–MoS₂ Composite Coatings. Surf. Coat. Technol., 204, 85-90, 2009.
- [23]. L. Shi, C. Sun, P. Gao, F. Zhou, W. Liu, Mechanical Properties and Wear and Corrosion Resistance of Electrodeposited Ni-Co/SiC Nanocomposite Coating, Applied Surface Science, Vol. 252, N° 10, pp. 3591–3599, 2006.
- [24]. M. Sabri, A.A. Sarabi, S.M.N. Kondelo, The Effect of Sodium Dodecyl Sulfate Surfactant on the Electrodeposition of Ni-alumina Composite Coatings. Materials Chemistry and Physics, Vol. 136, N° 2–3, pp. 566–569, 2012.

- [25]. C.T.J. Low, R.G.A. Wills et F.C. Walsh, Electrodeposition of Composite Coatings Containing Nanoparticles in a Metal Deposit, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 201, pp. 371-383, 2006.
- [26]. N. Guglielmi, Kinetics of The Deposition of Inert Particles from Electrolytic Baths, *Journal of the Electrochemical Society*, Vol. 119, N° 8, pp. 1009-1012, 1972.
- [27]. S. K. Kim and H. J. Yoo, Formation of Bilayer Ni-SiC Composite Coatings by Electrodeposition, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 108-109, pp. 564-569, 1998.
- [28]. R. K. Saha and T. I. Khan, Effect of Applied Current on the Electrodeposited Ni-Al₂O₃ Composite Coatings, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 205 (3), pp. 890-895, 2010.
- [29]. Y. H. Ahmad and A. M. A. Mohamed, Electrodeposition of Nanostructured Nickel-Ceramic Composite Coatings, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 9, pp. 1942 – 1963, 2014.
- [30]. C. Ma, Fundamental Study on Laser Interaction with Metal Matrix Nanocomposites, PhD Thesis, University of California, Los Angeles, 2015.
- [31]. M. Sc. A. Sadeghi, Microstructure Evolution and Strengthening Mechanism in Ni-Based Composite Coatings, PhD Thesis, Technischen Universität Chemnitz, 2016.
- [32]. D. K. Singh and V. B. Singh, Electrodeposition and Characterization of Ni-TiC Composite Using N-methylformamide, *Mater. Sci. Eng. A*, 532, pp. 493- 499, 2012.
- [33]. T. Lampke, B. Wielage, D. Dietrich and A. Leopold, Details of Crystalline Growth in Codeposited Electroplated Nickel Films with Hard (Nano) Particles, *Appl. Surf. Sci.*, pp. 253, 2399 – 2408, 2006.
- [34]. F. Ebrahimi, G. R. Bourne, M. S. Kelly, and T. E. Matthews, Mechanical Properties of Nanocrystalline Nickel Produced by Electrodeposition, *Nanost. Mater.*, 11, pp. 343 – 350, 1999.
- [35]. H. Ferkel, B. Müller and W. Reihemann, Electrodeposition of Particle Strengthened Nickel-Films, *Materials Science and Engineering A*, 234, pp. 474 – 476, 1997.
- [36]. M. H. Fawzy, M. M. Ashour and A. M. Abd El-Halim, Effect of Some Operating Variables on the Characteristics of Electrodeposited Ni- α -Al₂O₃ and Ni-TiO₂ Composites, *Trans. Inst. Met. Finish.* 74, pp. 72 – 77, 1996.
- [37]. Z. Xiaowei, S. Yifu, Z. Yingying, & J., Huiming, Mechanism and Microstructure of Nickel-ceria Composite Coatings Prepared by Pulse Current Deposition Under the Ultrasonic Field, *J. Rare Earths*, 29, pp. 883 – 887, 2011.
- [38]. W. Wang, F.Y. Hou, H. Wang et H.T. Guo, Fabrication and Characterization of Ni-ZrO₂ Composite Nanocoatings by Pulse Electrodeposition, *Scripta Materialia*, Vol. 53, pp. 613-618, 2005.

- [39]. I. Haq, and T. I. Khan, Tribological Behavior of Electrodeposited Bi-SnO₂ Composite Coatings on Steel, *Surf. Coat. Technol.*, 205, pp. 2871, 2011.
- [40]. R. Morana, The Influence of Particle Type and Conditions on Composite Electrodeposition, PhD Thesis, Loughborough University, 2006.
- [41]. P. Gyftou, E. A. Pavlatou and N. Spyrellis, Effect of Pulse Electrodeposition Parameters on the Properties of Ni/Nano-SiC Composites, *Appl. Surf. Sci.*, 25, pp. 5910 – 5916, 2008.
- [42]. M. Stroumbouli, P. Gyftou, E. A. Pavlatou and N. Spyrellis, Codeposition of Ultrafine WC Particles in Ni Matrix Composite Electrocoating, *Surf. Coat. Technol.*, 195, pp. 325 – 332, 2005.
- [43]. S. C. Wang and W. C. J. Wei, Kinetics of Electroplating Process of Nano-sized Ceramic Particle/Ni Composite, *Mater. Chem. Phys.*, 78, pp. 574 – 580, 2003.
- [44]. P. Nowak, R. P. Socha, M. Kaisheva, J. Fransaer, J. P. Celis and Z. Stoinov, Electrochemical Investigation of the Codeposition of SiC and SiO₂ Particles with Nickel, *J. Appl. Electrochem.*, 30, pp. 429 – 437, 2000.
- [45]. G. Maurin and A. Lavanant, Electrodeposition of Nickel/Silicon Carbide Composite Coatings on a Rotating Disc Electrode, *J. Appl. Electrochem.*, 25, pp.1113 – 1121, 1995.
- [46]. P. Gyftou, E. A. Pavlatou, N. Spyrellis and K. S. Hatzilyberis, Nickel Matrix Composite Coatings: Application in Textile Machinery and Evaluation of Cotton Products Quality, *Trans. Inst. Met. Finish*, Vol. 78, N° 6, pp. 223-226, 2000.
- [47]. P. Gyftou, M. Stroumbouli, E. A. Pavlatou and N. Spyrellis, Electrodeposition of Ni/SiC Composites by Pulse Electrolysis, *Trans. Inst. Met. Finish*, Vol. 80, N°3, pp. 88 - 91. 2002.
- [48]. M. A. Khazrayie, and A. R. S. Aghdam, Si₃N₄/Ni Nanocomposite Formed by Electroplating: Effect of Average Size of Nanoparticulates. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 20, 1017, 2010.
- [49]. C. M. P. Kumar and T. V. Venkatesha, Ni-Si₃N₄ Composite Electrodeposition: Characterization and Corrosion Behavior, *Phys. Scr.*, 86, pp. 015804, 2012.
- [50]. E. Pompei, L. Magagnin, N. Lecis and P. L. Cavallotti, Electrodeposition of nickel-BN Composite Coatings, *Electrochim. Acta*, 54, pp. 2571- 2574, 2009.
- [51]. J. R. Davis, *ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt and Their Alloys*, ASM International, 2000.
- [52]. T. Brock, M. Groteklaes, and P. Mischke, *European Coatings Handbook*, Vincentz Network GmbH & Co KG, Hannover, 2000.

- [53]. Annual Book of ASTM Standards: Metals-Mechanical Testings, Elevated and Low Temperature Tests, Metallography, Vol. 03, N° 01, 2006.
- [54]. G. E. Dieter, Mechanical Metallurgy, McGraw-Hill Companies, London, 1961.
- [55]. Shao, P. M. Vereecken, C. L. Chien et P. C. Searson, Synthesis and Characterization of Particle-Reinforced Ni/Al₂O₃ Nanocomposites, Journal of Materials Research, Vol. 17, pp. 1412-1418, 2002.
- [56]. G.D. Hughes, S.D. Smith, C.S. Pande, H.R. Johnson et R.W. Armstrong, Hall-Petch Strengthening for the Microhardness of Twelve Nanometer Grain Diameter Electrodeposited Nickel, Scripta Metallurgica, Vol. 20, pp. 93-97, 1986.
- [57]. B. Szczygiel and M. Kolodziej, Composite Ni/Al₂O₃ Coatings and their Corrosion Resistance, Electrochimica Acta, Vol. 50, pp. 4188-4195, 2005.
- [58]. A., Amadeh, A. Rahimi, B. Farshehian, H. Moradi, Corrosion Behavior of Pulse Electrodeposited Nanostructure Ni-SiC Composite Coatings, Journal of Nanoscience and Nanotechnology, Vol.10, pp. 5383-5388, 2010.
- [59]. A. Mihi, N. Bouzeghaia, R. Benbouta, Caractérisation des Dépôts Composites Electrolytiques nickel-alumine sur Acier Doux (E 34) par des Tests de Corrosion, 18^{ème} Congrès Français de Mécanique, Grenoble, 27-31 août 2007.
- [60]. H. S. K. G. Batis and P. Vassiliou, Corrosion Resistance of Composite Nickel-Al₂O₃ Deposits, Anti-Corrosion Methods and Materials, Vol. 46, pp. 29-34, 1999.
- [61]. I. Garcia, A. Conde, G. Langelaan, J. Fransaeer, J.P. Celis, Improved Corrosion Resistance through Microstructural Modifications Induced by Codepositing SiC-Particles with Electrolytic Nickel, Corrosion Science, Vol. 45, pp. 1173-1189, 2003.
- [62]. P. Bagheri, M. Farzam, A.B. Mousavi, M. Hosseini, Ni-TiO₂ Nanocomposite Coating with High Resistance to Corrosion and Wear, Surface and Coatings Technology, Vol. 204, pp. 3804-3810, 2010.
- [63]. X.H. Chen, C.S. Chen, H.N. Xiao, F.Q. Cheng, G. Zhang, G.J. Yi, Corrosion Behavior of Carbon Nanotubes-Ni Composite Coating, Surface and Coatings Technology, Vol. 191, pp. 351-356, 2005.
- [64]. C. Guo, Y. Zuo, X. Zhao, J. Zhao, J. Xiong, The Effects of Electrodeposition Current Density on Properties of Ni-CNTs Composite Coatings, Surface and Coatings Technology, Vol. 202, pp. 3246-3250, 2008.
- [65]. M. Aliofkhazraei, Sh. Ahangarani and A. S. Rouhaghdam, Effect of the Duty Cycle of Pulsed Current on Nanocomposite Layers Formed by Pulsed Electrodeposition," Rare Metals, Vol. 29, pp. 209-213, 2010.

- [66]. J. N. Balaraju and S. K. Seshadri, Synthesis and Corrosion Behavior of Electroless Ni-P-Si₃N₄ Composite Coatings, *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 17, pp. 1297-1299, 1998.
- [67]. M. Surender, R. Balasubramaniam, B. Basu, Electrochemical Behavior of Electrodeposited Ni-WC Composite Coatings, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 187, pp. 93-97, 2004.
- [68]. N. S. Qu, K.C. Chan, D. Zhu, Pulse Co-electrodeposition of Nano Al₂O₃ Whiskers Nickel Composite Coating, *Scripta Materialia*, Vol. 50, pp. 1131-1134, 2004.
- [69]. M. E. Bahrololoom and R. Sani, The Influence of Pulse Plating Parameters on the Hardness and Wear Resistance of Nickel-Alumina Composite Coatings, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 192, pp. 154-163, 2005.
- [70]. L. Chen, L. Wang, Z. Zeng, J. Zhang, Effect of Surfactant on the Electrodeposition and Wear Resistance of Ni-Al₂O₃ Composite Coatings, *Materials Science and Engineering (A)*, Vol. 434, pp. 319-325, 2006.
- [71]. A. S. T. Reddy, W. G. V. Krishnamurthy, Electrodeposited Nickel Composite Coating Containing In-situ Nickel Impregnated Alumina Particles, *Materials Letters* 66, pp. 141-143, 2012.
- [72]. Q. Feng, T. Li, H. Yue, K. Qi, F. Bai, J. Jin, Preparation and Characterization of Nickel Nano-Al₂O₃ Composite Coatings by Sediment Co-deposition, *Applied Surface Science* 254, pp. 2262-2268, 2008.
- [73]. E. García-Lecina, I. García-Urrutia, J.A. Díez, J. Morgiel, P. Indyka, A Comparative Study of the Effect of Mechanical and Ultrasound Agitation on the Properties of Electrodeposited Ni/Al₂O₃ Nanocomposite Coatings, *Surface and Coatings Technology*, 206, pp. 2998-3005
- [74]. L. Chen, L. Wang, Z. Zeng, T. Xu, Influence of Pulse Frequency on the Microstructure and Wear Resistance of Electrodeposited Ni-Al₂O₃ Composite Coatings, *Surface & Coatings Technology*, 201, pp. 599-605, 2006.
- [75]. P. Narasimman, M. Pushpavanam, V.M. Periasamy, Synthesis, Characterization and Comparison of Sediment Electro-codeposited Nickel-micro and Nano SiC Composites, *Applied Surface Science* 258, 590-598, 2011.
- [76]. S. T. Aruna, V. K. William Grips, K. S. Rajam, Synthesis and Characterization of Ni-Al₂O₃ Composite Coatings Containing Different Forms of Alumina, *Journal of Applied Electrochemistry*, 40, pp. 2161-2169, 2010.
- [77]. H. Natter, R. Hempelmann, Tailor-made Nanomaterials Designed by Electrochemical Methods, *Electrochimica Acta*, 49, pp. 51-61, 2003.
- [78]. M. Paunovic, M. Schlesinger, *Fundamentals of Electrochemical Deposition*, Wiley-Interscience, John Wiley Sons, Inc. Publication, Second Edition, 2006.

- [79]. G.N.K. Ramesh Babu, S. Jayakrishnan, Development and Characterization of Electro Deposited Nickel–Titanium Carbo Nitride (TiCN) Metal Matrix Nanocomposite Deposits, *Surface & Coatings Technology* 206, pp. 2330–2336, 2012.
- [80]. G. Wu, N. Li, D.R. Zhou, K. Mitsuo, Electrodeposited Co-Ni-Al₂O₃ Composite Coatings. *Surface and Coatings Technology*, 176 (2), pp. 157–164, 2004.
- [81]. D. Mockute, G. Bernotiene, The Interaction of Additives with the Cathode in a Mixture of Saccharin, 2-Butyne-1,4-Diol and Phthalimide During Nickel Electrodeposition in a Watts-Type Electrolyte, *Surface and Coatings Technology* 135, pp. 42-47, 2000.
- [82]. B. Szeptycka, Effects of Organic Compounds on the Electrocrystallization of Nickel, *Russian Journal of Electrochemistry*, Vol. 37 (7), pp 684–689, 2001.
- [83]. Y. Nakamura, N. Kaneko, M. Watanabe, H. Nezu, Effects of Saccharin and Aliphatic Alcohols on the Electrocrystallization of Nickel, *Journal of Applied Electrochemistry*, Vol. 24, N° 3, pp 227–232, 1993.
- [84]. D. Eroglu, A. Vilinska, P. Somasundaran, A. C. West, Use of Dispersants to Enhance Incorporation Rate of Nano-particles into Electrodeposited Films, *Electrochimica Acta*, Vol. 113, pp. 628–634, 2013.
- [85]. S. Kumar, S. Pande and P. Verma, Factor Affecting Electro-Deposition Process, *International Journal of Current Engineering and Technology*, Vol.5, N° 2, 2015.
- [86]. Zamblau, S. Varvara, L.M. Muresan, Corrosion Behaviour of Cu-SiO₂ Nanocomposite Coatings Obtained by Electrodeposition in the Presence of Cetyltrimethyl Ammonium Bromide. *Journal of Materials Science*, 46 (20), pp. 6484–6490, 2011.
- [87]. A. Hovestad, L. J. J. Janssen, Electrochemical Codeposition of Inert Particles in a Metallic Matrix, *Journal of Applied Electrochemistry*, Vol. 25, N° 6, pp. 519–527, 1995.
- [88]. B. Bund, D. Thiemig, Influence of Bath Composition and pH on the Electrocodeposition of Alumina Nanoparticles and Nickel, *Surface & Coatings Technology*, 201, pp. 7092–7099, 2007.
- [89]. M. Ghorbani, M. Mazaheri, K. Khangholi, Y. Kharazi, Electrodeposition of Graphite-Brass Composite Coatings And Characterization of The Tribological Properties, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 148 (1), pp. 71-76, 2001.
- [90]. H. Gül, F. Kiliç, S. Aslan, A. Alp, H. Akbulut, Characteristics of Electro-co-deposited Ni-Al₂O₃ Nano-particle Reinforced Metal Matrix Composite (MMC) Coatings. *Wear*, Vol. 256, pp. 976–990, 2009.
- [91]. F. L. G. Silva, J. R. Garcia, V. G. M. Cruz, A. S. Luna, D. C. B. Lago, L. F. Senna, Response Surface Analysis to Evaluate the Influence of Deposition Parameters on the

- Electrodeposition of Cu–Co alloys in Citrate Medium, *Journal of Applied Electrochemistry*, Vol. 38, 12, pp. 1763–1769, 2008.
- [92]. R. Sen, S. Das, K. Das, Effect of Stirring Rate on the Microstructure and Microhardness of Ni–CeO₂ Nanocomposite Coating and Investigation of the Corrosion Property, *Surface & Coatings Technology*, 205, pp.3847–3855, 2011.
- [93]. K. Izutsu, *Electrochemistry in Nonaqueous Solutions*, Wiley VCH Verlag, Weinheim, 2002.
- [94]. H. J. Gores and J. M. G. Barthel, *Nonaqueous Electrolyte Solutions: New Materials for Devices and Processes Based on Recent Applied Research*, *Pure & Appl. Chem.*, Vol. 67, No. 6, pp. 919-930, 1995.
- [95]. T. Hirato, J. Fransaer, and J.-P. Celis, Electrolytic Codeposition of Silica Particles with Aluminum from AlCl₃-Dimethylsulfone Electrolytes, *J. Electrochem. Soc.* 148(4), C280-C283, 2001.
- [96]. J. Fransaer, E. Leunis, T. Hirato, J.-P. Celis, Aluminium Composite Coatings Containing Micrometre and Nanometre-sized Particles Electroplated From a Non-Aqueous Electrolyte, Vol. 32, Issue 2, pp 123–128, 2002.
- [97]. N. K. Shrestha, T. Saji, Non-aqueous Composite Plating of Ni-ceramic Particles Using Ethanol Bath and Anti-wear Performance of the Coatings, *Surface & Coatings Technology* 186, pp. 444–449, 2004.
- [98]. A. Chiba, T. Ogawa, T. Yamashita, Magnetic Field Effects on the Electrodeposition of Copper from Copper Sulphate in Sulphuric Acid, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 34, pp. 455 – 462, 1988.
- [99]. Z. H. Gu, T. Z. Fahidy, On The Effect of a Horizontal Magnetic Field on The Electrolytic Deposition of Thin Fe-Ni films, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 33 (19), L113, 2000.
- [100]. T. Yamada, S. Asai, Distribution Control of Dispersed Particles in Film Fabricated by Composite Plating Method Using a High Magnetic field, *J. Jpn. Inst. Met.*, Vol. 69, N° 2, pp. 257-262, 2005.
- [101]. A. Wang, Y. Zhong, W. Ren, Z. Lei, Z. Ren, J. Jia, A. Jiang, Effects of Parallel Magnetic Field on Electrocodeposition Behavior of Ni/Nanoparticle Composite Electroplating, *Applied Surface Science*, 254, pp.5649–5654, 2008.
- [102]. G. A. Mazur, *Digital Multimeter Principles*, 4th edition, American Technical Publishers, 9780826915061, 2010.
- [103]. A. Jung, H. Natter, R. Hempelmann, E. Lach, Nanocrystalline Alumina Dispersed in Nanocrystalline Nickel: Enhanced Mechanical Properties, *Journal of Materials Science*, Vol. 44, (11), pp. 2725–2735, 2009.

- [104]. R. H. Rousselot, Réparation du Potentiel et du Courant dans les Electrolytes, DUNOD, 1959.
- [105]. I. Rezgui, Résistance à la Corrosion des Dépôts Composites Nickel-alumine en Présence d'Additifs, Mémoire de Magister, Université de Batna, 2010.
- [106]. A. Bouzidi, Dépôt par Électrodéposition et Caractérisation de Matériaux Destinés à la Fabrication de Cellules Photovoltaïques a Base de Couches Minces, Université Ferhat Abbas, Sétif, 2010.
- [107]. S. Ghaziof, W. Gao, Zn–Ni–Al₂O₃, Nano-composite Coatings Prepared by Sol-Enhanced Electroplating, Applied Surface Science, 351, pp.869-879, 2015.
- [108]. B. M. Praveen et T. V. Venkatesha, Electrodeposition and Corrosion Resistance Properties of Zn-Ni/TiO₂ Nano composite Coatings, International Journal of Electrochemistry, 2011, pp. 1-4, 2011.
- [109]. A. Blejan, D. Bogdana , M. Popb , A. V. Popa, L. M. Muresan, Structure, Morphology and Corrosion Resistance of Zn-Ni-TiO₂ Composite Coatings, Optoelectronics and Advanced Materials – Rapid Communications, vol 5 (1), pp.25-29, 2011.
- [110]. B.M. Praveen, T.V. Venkatesha, Electrodeposition and Properties of Zn-nanosized TiO₂ Composite Coatings, Applied Surface Science, Vol. 254, pp. 2418–2424, 2008.
- [111]. B.M. Praveen, T.V. Venkatesha, Y. A. Naik et K. Prashantha, Corrosion Behavior of Zn-TiO₂ Composite Coating, Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic and Nano-Metal Chemistry, 37 (6), pp. 461-465, 2007.
- [112]. A. Démoncourt, Introduction to Fuzzy Logic, Massachusetts Institute of Technology, 1-19, 2013, available at: <http://aisii.azc.uam.mx/mcbc/Cursos/IntCompt/Lectura15.pdf>
- [113]. L.A. Zadeh, Fuzzy Sets, Information and Control, Vol. 8, N°3, pp. 338-353, 1965.
- [114]. A. Aouiche, Contribution à l'Étude des Structures Microruban Cylindriques par la Méthode Neuro-Spectrale, Thèse de Doctorat, Université de Batna 2, 2016.
- [115]. L. Baghli, Contribution de la Machine Asynchrone, Utilisation de la Logique Floue, des Réseaux de Neurones et des Algorithmes Génétiques, Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy-I, 1999.

Résumé

Cette étude vise à préparer des revêtements composites Ni-Al₂O₃ à partir d'un procédé d'électrodéposition classique. Les paramètres d'élaboration des revêtements pris en compte pour cette étude de la résistance à la corrosion de ces revêtements sont : la concentration en Al₂O₃, la température du bain et le courant. Les essais expérimentaux sont effectués par deux techniques : masse perdue et polarisation. Un modèle d'inférence flou a été élaboré afin d'étudier l'influence des paramètres d'élaboration sur la résistance à la corrosion des revêtements Ni-Al₂O₃. Les valeurs prédites, avec ce modèle flou, sont en bon accord avec les valeurs expérimentales, avec un pourcentage d'erreur moyen de 4.336 % pour le calcul du taux de corrosion et de 5.258 % pour le calcul de l'épaisseur du revêtement composite Ni-Al₂O₃.

Mots clefs : Revêtements composites, Ni-Al₂O₃, Electrodeposition, Polarisation, logique flou

Abstract

This study aims to prepare Ni-Al₂O₃ composite coatings with a conventional electroplating process. The coatings parameters taken into account for this study of the corrosion resistance of these coatings are Al₂O₃ concentration, bath temperature and current. Experimental tests are carried out by two techniques: weight loss technique and polarization technique. A fuzzy inference model was developed to study the influence of design parameters on the corrosion resistance of Ni-Al₂O₃ coatings. The values predicted with this fuzzy model are in good agreement with the experimental values, with an average error percentage of 4.336% for the calculation of the corrosion rate and 5.258% for the calculation of the thickness of the composite coating Ni- Al₂O₃

Key words: Composite coating, Ni-Al₂O₃, Electrodeposition, Polarization, Fuzzy logic

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى إعداد التغليف المركب Ni-Al₂O₃ باستعمال تقنية الترسيب الكهربائي الكلاسيكي. عوامل تصنيع التغليف المأخوذة بعين الاعتبار لدراسة مقاومة تآكل التغليف المركب Ni-Al₂O₃ هي: تركيز Al₂O₃، درجة حرارة الحمام وشدة التيار. التجارب أجريت باستعمال تقنيتين: تقنية الكتلة المفقودة وتقنية الاستقطاب. أنجزنا نموذج ضبابي لدراسة تأثير عوامل التصنيع على مقاومة التآكل للتغليف المركب Ni-Al₂O₃. القيم المتوقعة باستعمال هذا النظام الضبابي متوافقة بشكل جيد مع القيم التجريبية، مع معدل نسبة خطأ تقدر بـ 4.336% بالنسبة لحساب معدل التآكل و 5.258% بالنسبة لحساب سمك التغليف المركب Ni-Al₂O₃. الكلمات المفتاحية: التغليف المركب، Ni-Al₂O₃، الترسيب الكهربائي، الاستقطاب، المنطق الضبابي.