

Caractérisation des dépôts composites électrolytiques nickel-alumine sur acier doux (E 34) par des tests de corrosion

Abdelkader Mihi , Noura Bouzeghaia & Rachid Benbouta

Université de Batna, Faculté des sciences de l'ingénieur,
Département de génie mécanique, Laboratoire de corrosion,
Rue chahid Med El Hadi Boukhrouf, 05000, Batna-Algerie
email : Abdelkadermihi@yahoo.fr

Résumé :

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

L'objet de notre travail est la caractérisation des dépôts composites nickel- alumine, sur un substrat en acier doux E 34. Ces dépôts sont obtenus à partir de deux bains d'électrodéposition, sulfaté et chloruré. La caractérisation est faite par des tests de corrosion dans une solution de 3,5% NaCl. Les techniques utilisées sont celles de masse perdue et de polarisation.

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

Abstract :

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

The objective of this work is the characterisation of the composite deposits nickel alumina on mild steel substrate E 34. These deposits are obtained from two baths of electrodeposition, sulphated and chlorinated. The characterisation has been carried out by corrosion tests in a 3,5% NaCl solution. The techniques used are the weight loss and polarisation.

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

Mots-clefs :

Corrosion ; nickel-alumine ; électrodéposition

1 Introduction

L'électrolyse est utilisée pour déposer une ou plusieurs couches métalliques sur une surface de métal. Le principe de réalisation d'un dépôt électrolytique est simple : la pièce à recouvrir est placée dans un bac à électrolyse pour jouer le rôle d'une cathode sur laquelle viennent se déposer des ions métalliques. L'électrolyte est choisi en fonction du dépôt désiré. La couche obtenue a bien évidemment des caractéristiques précises qui dépendent des différents paramètres du mécanisme électrolytique et cela, aussi bien en ce qui concerne sa structure que ses propriétés. Cette opération a pour but de conférer au métal certaines propriétés de surface dont la résistance à la corrosion.

2 Procédure expérimentale

2.1 Préparation des dépôts

Les dépôts composites ont été réalisés sur un acier doux faiblement allié (E 34). Les éprouvettes sont de forme cylindrique de 60 mm de longueur et de 4 mm de diamètre. Deux bains ont été utilisés, sulfaté et chloruré, avec une intensité de courant moyenne de 30 mA à une température du bain constante de 40 °C et un temps moyen d'environ 60 mn. Les dépôts composites sont préparés par addition d'Al₂O₃ dans l'électrolyte selon une gamme de 0 à 30 g/l et un pas de 5 g/l. Une sous couche de cuivre a été déposée sur l'acier avec les conditions opératoires suivantes : densité de courant moyenne de 20 mA, un temps de déposition moyen de 10 mn à une température du bain constante inférieure à 40 °C.

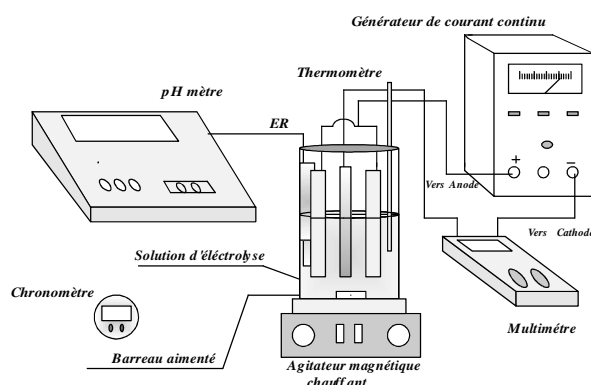


FIG. 1 – Schéma du dispositif expérimental.

2.2 Caractérisation des dépôts

2.2.1 Tests d'immersion

L'électrolyte est une solution de chlorure de sodium à 3,5 %, avec un pH proche de 8. Les éprouvettes ont été pesées avant immersion. La surface devant être immergée est délimitée par un vernis de bobinage, jouant le rôle d'un isolant.

2.2.2 Tests de polarisation électrochimique

L'intérêt des méthodes électrochimiques tient au fait qu'il est possible en quelques heures de réaliser ces essais, dont les principes sont basés sur la mesure des courants i en fonction de la variation de la tension appliquée à l'échantillon. La courbe de polarisation dans un milieu aqueux est la somme de deux réactions électrochimiques : Stern *et al* (1957)

- sur la courbe cathodique, celle de la réduction des ions ;
- sur la courbe anodique, celle de l'oxydation.

Pour la détermination de la courbe de polarisation, on applique, à l'aide d'un potentiostat, différents potentiels entre l'électrode de travail (ET) (à étudier) et l'électrode de référence (ER) 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, à l'aide d'un logiciel (Voltalab 21), les courbes $i = f(E)$ (courant en fonction du potentiel), sont tracées. Le milieu est une solution à 3.5% NaCl.

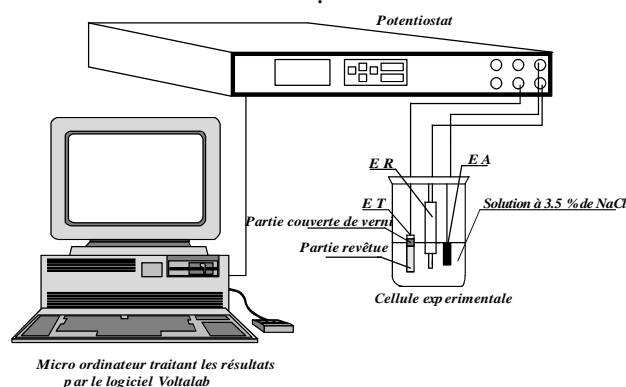


FIG. 2 – Dispositif expérimental du test de polarisation électrochimique.

3 Résultats et interprétations

3.1 Calcul de l'épaisseur des dépôts

Les épaisseurs des dépôts de cuivre et de nickel ont été calculées selon la loi de Faraday :

$$e = \frac{1}{F} \frac{M}{n \rho} \frac{I}{S} t \quad (1)$$

l'épaisseur réelle est donnée par : $e = \eta \cdot e_{th}$ (2)

Avec $\eta = 0.98$ rendement du bain de nickel. Bade (2000)

$\eta = 0.90$ rendement du bain de cuivre. Bade (2000)

e_{th} épaisseur théorique pour un rendement égal à 1.

3.1.1 Dépôt de cuivre

Les valeurs des dépôts calculées varient selon un intervalle allant de 0.53 à 0.87 μm , constituant ainsi un cuivrage préliminaire, conformément à la norme française de normalisation (AFNOR) : A 91-011, qui donne, pour le pré-cuivrage ou dépôts minces, des épaisseurs variant de 0.2 à 1 μm .

3.1.2 Dépôt de nickel

Les normes NF A 91-101 et A 91-103 donnent, pour le nickelage sur aciers, alliages de cuivre, d'aluminium et de zinc, des épaisseurs variant de 5 à 50 μm , et les épaisseurs obtenues vont de 6 à 10 μm .

3.2 Résultats de la masse perdue

Suite aux observations à l'œil nu sur les échantillons, après immersion dans une solution à 3.5 % NaCl, et vue la nature du revêtement de nickel sur acier (revêtement cathodique), la forme de corrosion rencontrée dans ce cas est la corrosion par piqûres ; elle résulte en des attaques locales du film passif dues à la présence de pores sur les dépôts effectués.

Ces pores constituent des micropiles, sur la surface du substrat, engendrées par la différence entre les potentiels de dissolution du fer (substrat), du cuivre (première couche) et du nickel (deuxième couche), tel que :

$$E_{Fe} < E_{Cu} < E_{Ni} \text{ dans un milieu NaCl. Crum } et al. (1984)$$

où :

E_{Fe} : potentiel de dissolution du fer ;

E_{Cu} : potentiel de dissolution du cuivre ;

E_{Ni} : potentiel de dissolution du nickel.

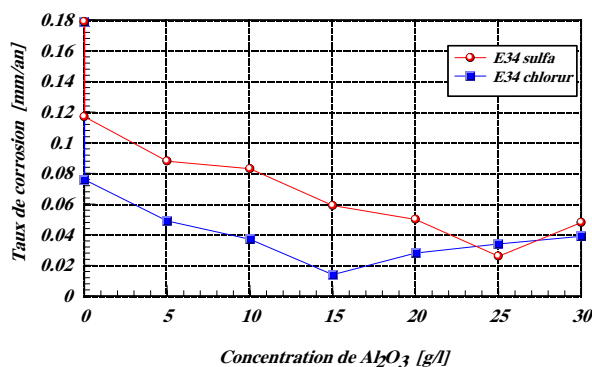


FIG. 3 – Taux de corrosion des éprouvettes revêtues en fonction de la concentration de Al₂O₃, (bains de nickel sulfaté et chloruré)

3.2.1 Bain sulfaté

Sur la figure 3 on peut constater une diminution progressive du taux de corrosion Karayanni *et al.* (1999), et ce après ajout d'Al₂O₃ dans le bain de nickel, jusqu'à un maximum de concentration correspondant à la valeur de 25 g/l d'Al₂O₃. Au delà de cette valeur, on constate une augmentation du taux de corrosion. Cette diminution peut être attribuée à la présence d'oxyde d'aluminium qui protège effectivement le système, en occupant les pores présents dans les dépôts, diminuant ainsi la possibilité d'intrusion des ions chlorurés dans la matrice, qui favorisent les attaques par piqûres. La diminution du taux de corrosion est de 70% par rapport au taux donné par les revêtements sans ajout d'alumine.

3.2.2 Bain chloruré

Les essais effectués sont illustrés sur la figure 3. Nous constatons une décroissance progressive du taux de corrosion en fonction de la concentration d'alumine ajoutée (Karayanni *et al.* (1999)) et ce jusqu'à un maximum correspondant à une concentration de 15 g/l d'Al₂O₃. Au delà de cette valeur, on observe comme dans le cas du bain sulfaté, une augmentation du taux de corrosion.

Cette décroissance s'explique par la présence de particules d'alumine dans la matrice de nickel, qui remplissent les pores existants dans celle-ci et ce dans l'intervalle [0, 15] g/l. Au delà de 15 g/l, il y a augmentation du taux de corrosion qui, on pense, est due à la présence excessive de particules d'Al₂O₃, dans la structure de nickel électrodéposé, la rendant, peut être, grossière, ce qui favorise l'intrusion des ions chlorurés, dont la taille est assez petite, conduisant ainsi à la corrosion du système. Cette diminution est de l'ordre de 82%, et ce par rapport au revêtement sans ajout d'alumine.

3.3 Résultats de la polarisation électrochimique

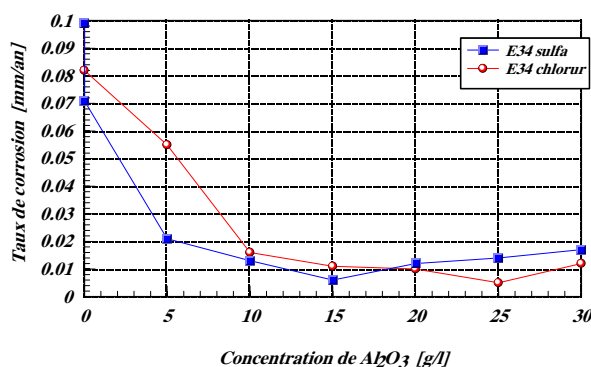


FIG. 4 – Taux de corrosion des éprouvettes revêtues en fonction de la concentration de Al₂O₃ (bains de nickel sulfaté et chloruré)

3.3.1 Bain sulfaté

D'après la figure 4, nous constatons, après ajout d'Al₂O₃ dans le bain de nickel sulfaté, une diminution progressive du taux de corrosion jusqu'à une valeur minimale correspondant à une concentration de 25 g/l d'Al₂O₃. Cette diminution est de l'ordre de 93,90 %.

3.3.2 Bain chloruré

D'après la figure 4 on remarque une diminution progressive du taux de corrosion en fonction de la concentration d'alumine ajoutée au bain, jusqu'à un maximum correspondant à la concentration de 15 g/l. La diminution du taux de corrosion est de 80,28 %. Au delà de ce maximum, on constate une nouvelle augmentation progressive du taux de corrosion. D'après les figures 5, 6 et 7 on peut constater une diminution de la densité du courant de corrosion en fonction de la concentration d'alumine ajoutée au bain de nickel.

Ceci suppose que la diminution de la densité de courant de corrosion est liée à l'ajout d'Al₂O₃ dans les bains d'électrodéposition, qui occupent les pores du revêtement, conduisant ainsi à la réduction des attaques par piqûres des anions agressifs de chlore.

Suite aux observations à l'œil nu sur les échantillons, après immersion dans une solution à 3,5 % NaCl, et vue la nature du revêtement de nickel sur acier (revêtement cathodique),

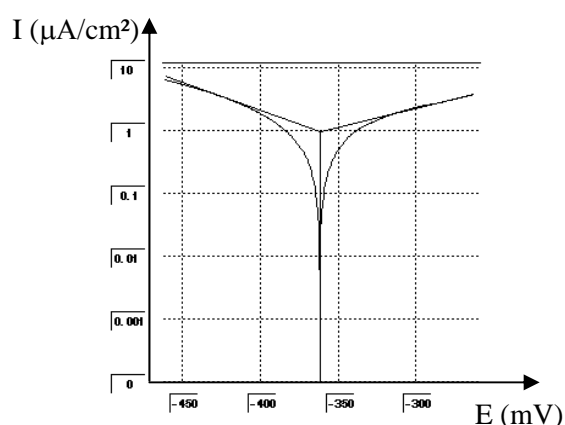


FIG. 5 – Courbe de polarisation d'une éprouvette revêtue dans un bain chloruré en présence de 10 g/l de Al₂O₃.

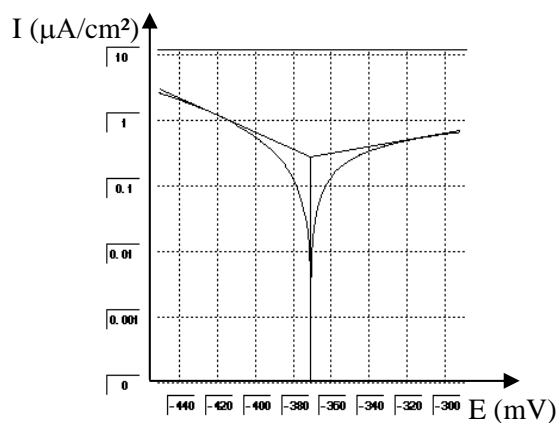


FIG. 6 – Courbe de polarisation d'une éprouvette revêtue dans un bain chloruré en présence de 15 g/l de Al₂O₃.

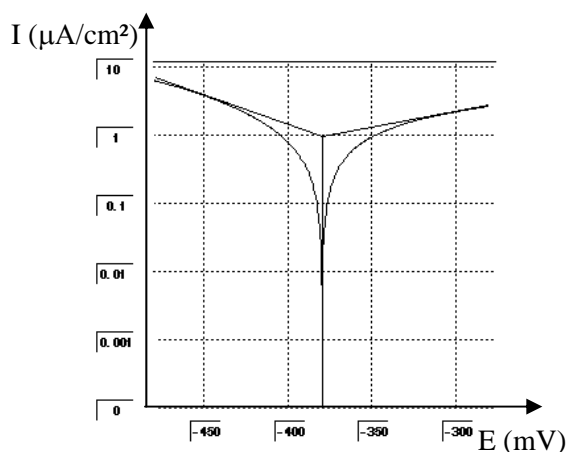


FIG. 7 – Courbe de polarisation d’une éprouvette revêtue dans un bain chloruré en présence de 20 g/l de Al_2O_3

4 Conclusions

- L’oxyde d’aluminium (Al_2O_3) produit stable, dense et adhérent, est un oxyde protecteur qui, ajouté aux bains d’électrodéposition de nickel, sulfaté et chloruré, a tendance à diminuer la corrosion des dépôts résultants.

- La diminution du taux de corrosion est due à l’incorporation des particules d’ Al_2O_3 dans les pores du revêtement.

- A des concentration d’ Al_2O_3 de 15 g/l, pour le cas du revêtement chloruré, et 25 g/l pour celui sulfaté, Il existe un maximum de protection.

- Les dépôts obtenus à partir d’un bain de nickel chloruré ont montré une plus grande résistance à la corrosion.

- Il convient de noter qu’une concentration d’ Al_2O_3 supérieure à 15 g/l pour les bains chlorurés et 25 g/l pour les bains sulfatés, induit une augmentation du taux de corrosion.

Références

Bade, Y. 2000 Revêtements Métalliques par Voie Electrolytique Nickelage, M 1610, Technique de l’Ingénieur.

Bade, Y. 2000 Revêtements Métalliques par Voie Electrolytique, Cuivrage M 1605 Technique de l’Ingénieur.

Crum, J. R., Scrabey, R. C. 1984 Development of Galvanic Series in Various Acid and Water Environments, Conference of Nickel – Base Alloys, Cincinnati, Ohio, October, 53-57.

Karayanni, H. S., Batis, G., Vassiliou, P. 1999 Corrosion Resistance of Composite Nickel – Al_2O_3 Deposits, *Anti – Corrosion Methods and Materials* Vol. **46**, Number 1, 29-34.

Stern, M., Geary, A. L. 1957 Electrochemical Polarisation, A Theoretical Analysis of the Shape of Polarisation Curves, *Journal of the Electrochemical Society*, Vol. **104**.