

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



UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA
FACULTE DES SCIENCES APPLIQUEES
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THÈSE

Présentée pour l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences

Spécialité : GENIE MECANIQUE

Par

ABDESSELAM Yassine

THÈME

**Amélioration des propriétés des revêtements
composites Ni-P-Y₂O₃ par l'optimisation des
paramètres d'électrodéposition**

Soutenue publiquement le 12 /10 / 2023 devant le jury :

CHARAD Nouredine	MCA	Université de Ouargla	Président
NAOUN Mahiedine	Professeur	Université de Batna 2	Rapporteur
BELLOUFI Abderrahim	Professeur	Université de Ouargla	Co-Rapporteur
REZGUI Imane	MCA	Université de Ouargla	Examineur
MAKHLOUFI Rafik	MCA	Université de Batna 2	Examineur
BOURIH Abdellah	MCA	Université de Batna 2	Examineur

Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail A ceux qui m'ont éclairé le chemin de la sagesse
et m'ont offert tout ce qui est cher et comblé mon cœur dans la vie avec une
immense générosité et une tendre affection.*

A toi mon très cher père et Ma très chère mère.

À ma femme et mes enfants Mohamed et Marmia

A mes frères, à mes sœurs et à leurs enfants.

A tous mes amis et collègues.

À tous ceux qui m'ont apporté leurs aides.

Remerciements

Je remercie Dieu pour m'avoir donné la santé la patience et le courage tout au long du travail.

Je tien à remercier chaleureusement mon directeur de thèse, Pr NAOUN Mahiedine. Merci pour votre écoute, vos conseils et vos encouragements qui m'ont été précieux pour mener ce travail à son terme.

Je remercie spécialement Monsieur BELLOUFI Abderrahim Professeur à l'université de Ouargla d'avoir accepté d'être Co-encadreur de thèse, pour ses précieux conseils qui m'ont permis de concrétiser ce travail.

Je tiens à remercier avec plus grande gratitude Monsieur CHARAD Noureddine Professeur à l'université de Ouargla 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 : BOURJH Abdellah, REZGUI Imane, MAKHLOUFI Rafik pour avoir accepté d'évaluer ce travail et d'en faire partie du jury de soutenance.

Mes sincères remerciements vont à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, en particulier Mourad MEZOUDJ, Djamel ZERROUKI, Hassan SARAR et tous mes collègues.

Bien sûr, je n'oublie pas à remercier ma mère, ma petite famille, ma grande famille, mes frères, sœurs et tous mes collègues.

Yassine Abdesselam

Nomenclature

Symboles	Unités	Désignations
A	mm^2	Surface d'électrode
AG		Algorithme génétique
c	g/l	Concentration des nanoparticules dans le bain
CC		Courant continue
CP		Courant pulse
E.C.C		Efficacité du courant cathodique
d	g/mm^3	Densité du composite Ni-P-Y ₂ O ₃
D	mm	Diamètre du substrat
EDM		Fil d'électroérosion machine
EDS		La spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie
F	C	Constante de Faraday
FESEM		Microscopie électronique à balayage à émission de champ
i	A/dm^2	Densité du courant
L_{crit}	N	Charge normale critique
L_{c1}	N	Première charge normale critique
L_{c2}	N	Deuxième charge normale critique
L_{c3}	N	Troisième charge normale critique
m_t	g	Poids théorique déposé à la cathode
M_1	g	Poids avant le placage
M_2	g	Poids après le placage
M_{Ni}	g/mole	Poids atomique du nickel
M_P	g/mole	Poids atomique du phosphore

$M_{Y_2O_3}$	g/mole	Poids atomique de l'oxyde d'yttrium
n_{Ni}		Nombre d'électrons de nickel
n_P		Nombre d'électrons du phosphore
$n_{Y_2O_3}$		Nombre d'électrons de l'oxyde d'yttrium
OCP		Potentiel de circuit ouvert
RDE		Electrode à disque rotatif
S_e	μm	Épaisseur mesure
S_t	μm	Épaisseur théorique
t	min	Temps de dépôt
$Th.R$		Rapport d'épaisseur
ω	tr/min	Vitesse d'agitation de l'électrolyte
ΔM	g	Masse du revêtement
μ		Coefficient de frottement

Liste des Figures

Chapitre I Synthèse bibliographique

Figure I.1	Chronologie illustrant l'évolution de l'électrodéposition composite de Ni, Ni-P et les cadres pointés indiquent les modèles proposés pour la codéposition des particules.....	6
Figure I.2	Représentation schématique du revêtement composite.....	9
Figure I.3	Schéma du processus d'électrodéposition.....	10
Figure I.4	Diagramme schématique du processus de croissance pour former un revêtement métallique composite.....	12
Figure I.5	Schéma du mécanisme de dépôt du revêtement de nano composite Ni-P-Y ₂ O ₃ sur la surface métallique.....	13
Figure I.6	Variation de la dureté en fonction de la granulométrie.....	16
Figure I.7	Dureté en fonction de la teneur en P avant (a) et après (b) traitement thermique.....	18
Figure I.8	OCP d'un revêtement composite Ni-P-TiN et d'un revêtement Ni-P dans une solution neutre de NaCl à 3,5 % à température ambiante pour différents temps d'immersion.....	21
Figure I.9	Graphiques de Tafel pour substrat en acier au carbone non revêtu, Ni-P, Ni-P-TiO ₂ -CeO ₂ -2,5 g/l, Ni-P-TiO ₂ -CeO ₂ -5,0 g/l, Ni-P-TiO ₂ -CeO ₂ -7,5 g/l de revêtements nano composites après avoir été testés dans une solution aqueuse de NaCl à 3,5 % à une vitesse de balayage de 0,167 mVs ⁻¹	21
Figure I.10	Dureté des revêtements Ni-P et Ni-P-Y ₂ O ₃ avec des concentrations croissantes de Y ₂ O ₃ de 0,25, 0,50, 0,75 et 1,00 g/l.....	22
Figure I.11	Profils de chargement et de déchargement par nano indentation pour les revêtements Ni-P et Ni-P/Y ₂ O ₃ avec des concentrations croissantes de Y ₂ O ₃ de 0,25, 0,50, 0,75 et 1,00 g/l.....	23
Figure I.12	Pourcentage volumique de particules nano-Al ₂ O ₃ codéposées dans les revêtements en fonction de la concentration en Al ₂ O ₃ dans le bain de placage.....	24
Figure I.13	Images FESEM des revêtements nano-composites Ni-P et Ni-P-Y ₂ O ₃ ainsi préparés, avec des concentrations croissantes de Y ₂ O ₃ de (b) 0,25, (c) 0,50, (d) 0,75 et (e).....	25
Figure I.14	Teneur en Al ₂ O ₃ dans les revêtements pour le placage pulsé et direct à 10 g/l de Al ₂ O ₃ dans le bain est affectée par la densité de courant.....	27
Figure I.15	Effets du cycle de service sur la micro-dureté du revêtement, la teneur en phosphore et la teneur en Al ₂ O ₃	28
Figure I.16	Concentration des particules de SiC dans le dépôt en fonction de la vitesse	

	RDE dans des conditions CC et CP (d.c. = 50 %, = 1 Hz).....	30
Figure I.17	Effets des variations de température et de la teneur en graphite du bain de placage sur la teneur du revêtement à 50 A/dm ²	31
Figure I.18	Effets de la densité de courant sur la micro-dureté du revêtement.....	32
Figure I.19	Effets de la concentration de H ₃ PO ₃ du bain sur le pH, le dépôt de phosphore et l'efficacité du courant	34
Figure I.20	Effets du pH du bain sur la teneur en Ti des revêtements composites en Ni-P-TiN.....	36
Figure I.21	Effets de la valeur du pH sur la micro-dureté du revêtement.....	37

Chapitre II

Procédure expérimentale

Figure II.1	Substrat poli (a), recouvert de résine et relié par un fil électrique (b), et image optique du substrat.....	46
Figure II.2	Nettoyage (a), dégraissage (b) et activation du substrat avant dépôt (c).....	47
Figure II.3	Schéma du système de placage électrochimique.....	49
Figure II.4	Balance BL 60S.....	49
Figure II.5	Machine de découpe de fil EDM Agie Charmilles CUT30P.....	50
Figure II.6	Machine de mesure tridimensionnelle 443 Dual Z.....	50
Figure II.7	Machine de mesure de micro-dureté FM810.....	51
Figure II.8	Microscope électronique à balayage Phenom Pro X.....	51
Figure II.9	Tribomètre Multi Fonction MFT-5000.....	52
Figure II.10	Préparation du test de micro-dureté	55
Figure II.11	Configuration expérimentale.....	56
Figure II.12	pH du bain des revêtements composites Ni-Y ₂ O ₃ [75] et Ni-P-Y ₂ O ₃ en fonction de la concentration en Y ₂ O ₃	58
Figure II.13	Étude visuelle de la morphologie de surface du revêtement composite Ni-P-5 g/l Y ₂ O ₃ (a), Ni-P-7,5 g/l Y ₂ O ₃ (b), Ni-P -10 g/l Y ₂ O ₃ (c) , avec 5A/dm ² , 365 tr/min.....	58
Figure II.14	Étude visuelle de la morphologie de surface du revêtement composite Ni-P-5 g/l Y ₂ O ₃ et 365 tr/min avec (a) 6, (b) 8, (c) 10 A/dm ²	59
Figure II.15	Morphologie de la surface du revêtement composite par observations à l'œil nu (a) Ni-P-1 g/l Y ₂ O ₃ , 219 tr/min et 2,5, (b) Ni-P-1 g/l Y ₂ O ₃ , 219 tr/min 5 A/dm ² , (c) Ni-P-5 g/l Y ₂ O ₃ , 500 tr/min et 5 A/dm ²	60

Chapitre III

Résultats et discussions

Figure III.1	Substrats utilisés dans les tests après revêtement.....	62
Figure III.2	Variation de l'efficacité du courant cathodique en fonction de la concentration en Y ₂ O ₃ pour ω =250 tr/min.....	63

Figure III.3	Variation de la micro-dureté en fonction de la concentration en Y_2O_3 pour $\omega = 250$ tr/min.....	63
Figure III.4	Variation de l'efficacité du courant cathodique en fonction de la concentration en Y_2O_3 pour $\omega = 365$ tr/min.....	64
Figure III.5	Variation de la micro-dureté en fonction de la concentration en Y_2O_3 pour $\omega = 365$ tr/min.....	64
Figure III.6	Variation de l'efficacité du courant cathodique en fonction de la concentration en Y_2O_3 pour $\omega = 440$ tr/min.....	65
Figure III.7	Variation de la micro-dureté en fonction de la concentration Y_2O_3 pour $\omega = 440$ tr/min.....	65
Figure III.8	Variation de l'efficacité du courant cathodique en fonction de la densité du courant pour $c = 1$ g/l.....	66
Figure III.9	Variation de la micro-dureté varie en fonction de la densité du courant pour $c = 1$ g/l.....	67
Figure III.10	Variation de l'efficacité du courant cathodique en fonction de la densité du courant pour $c = 2.5$ g/l.....	67
Figure III.11	Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant pour $c = 2.5$ g/l.....	68
Figure III.12	Variation de l'efficacité du courant cathodique en fonction de la densité du courant pour $c = 5$ g/l.....	68
Figure III.13	Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant pour $c = 5$ g/l.....	69
Figure III.14	Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de l'agitation pour $i = 1$ A /dm ²	70
Figure III.15	Variation de la micro-dureté en fonction de l'agitation pour pour $i = 1$ A/dm ²	70
Figure III.16	Variation de l'efficacité du courant cathodique en fonction de l'agitation pour pour $i = 2.5$ A /dm ²	71
Figure III.17	Variation de la micro-dureté en fonction de l'agitation pour pour $i = 2.5$ A/dm ²	71
Figure III.18	Variation de l'efficacité du courant cathodique en fonction de l'agitation pour pour $i = 5$ A /dm ²	71
Figure III.19	Variation de la micro-dureté en fonction de l'agitation pour pour $i = 5$ A/dm ²	72
Figure III.20	Image MEB (a), spectre d'analyse EDX (b) et compositions chimiques (c) du composite Ni-P-Y ₂ O ₃ revêtu par électrodéposition dans un électrolyte contenant 2,5g.l ⁻¹ Y ₂ O ₃ , à une densité de courant de 1 A/dm ² et une vitesse d'agitation de 365 tr/min.....	73
Figure III.21	Image MEB (a), spectre d'analyse EDX (b) et compositions chimiques (c) du composite Ni-P-Y ₂ O ₃ revêtu par électrodéposition par dans l'électrolyte contenant 5 g.l ⁻¹ de Y ₂ O ₃ , avec une densité de courant de 1 A/dm ² et une vitesse d'agitation de 365 tr/min.....	74

Chapitre IV
Optimisation des paramètres d'élaboration des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃

Figure IV.1	Système de prédiction.....	82
Figure IV.2	Réponse prédite par rapport à la réponse expérimentale de l'efficacité du courant cathodique	83
Figure IV.3	Réponse de micro-dureté prédite par rapport à l'expérimentale	84
Figure IV.4	Variation du nombre de tests en fonction de l'efficacité du courant cathodique expérimental et prédit.....	85
Figure IV.5	Efficacité expérimentale et prédite du courant cathodique.....	86
Figure IV.6	Micro-dureté expérimentale et prédite (Hv ₁₀₀).....	87
Figure IV.7	Comparaison de la micro-dureté prédite et expérimentale (Hv ₁₀₀).....	88
Figure IV.8	Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la densité de courant et de la concentration en Y ₂ O ₃ avec $\omega = 365$ tr/min.....	89
Figure IV.9	Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la vitesse d'agitation du bain et de la concentration en Y ₂ O ₃ avec $i = 2.5$ A/dm ²	90
Figure IV.10	Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la densité du courant et la vitesse d'agitation du bain avec $c = 2.5$ g/l.....	91
Figure IV.11	Images en microscopie optique d'un revêtement de nickel (a), Ni-P (b) et Ni-P-1g/l Y ₂ O ₃ (c), Ni-P-2,5 g/l Y ₂ O ₃ (d), Ni -P- 5g/l Y ₂ O ₃ (e) section transversale sur un substrat.....	92
Figure IV.12	Comparaison entre les valeurs d'épaisseurs déterminées par coupe transversale et l'efficacité du courant cathodique par gain de poids.....	93
Figure IV.13	Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant et la vitesse d'agitation du bain avec $c = 2.5$ g/l.....	94
Figure IV.14	Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant et la concentration des nanoparticules dans le bain avec $\omega = 365$ tr/min.....	95
Figure IV.15	Variation de la micro-dureté en fonction de la vitesse d'agitation du bain et la concentration des nanoparticules dans le bain avec $i = 2.5$ A/dm ²	96
Figure IV.16	Front de Pareto.....	101
Figure IV.17	Diagramme de test et photographie panoramique de la rainure de rayure pour un revêtement composite Ni-P-Y ₂ O ₃ optimal.....	102

Liste des Tableaux

Chapitre I Synthèse bibliographique

Tableau I.1	Propriétés mécaniques des revêtements composites Ni-P renforcés par différentes particules.....	19
--------------------	---	----

Chapitre II Procédure expérimentale

Tableau II.1	Composition chimique de l'acier AISI 1045 % en poids	45
Tableau II.2	Composition chimique de nickel % en poids.....	45
Tableau II.3	Caractéristiques mécaniques de l'acier AISI 1045	46
Tableau II.4	Diamètres des substrats et temps de dépôt.....	46
Tableau II.5	Composition du bain et paramètres de dépôt.....	48
Tableau II.6	Paramètres de contrôle de processus	52

Chapitre III Résultats et discussions

Tableau III.1	Conditions expérimentales et résultats de l'efficacité du courant cathodique (C.C.E) et des valeurs de micro-dureté Vickers pour les films Ni-P-Y ₂ O ₃	61
----------------------	---	----

Chapitre VI Optimisation des paramètres d'élaboration des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃

Tableau VI.1	Analyse de la variance pour l'importance de la régression dans la régression multiple.....	81
Tableau VI.2	Conditions expérimentales et résultats expérimentaux et valeurs de prédict de l'efficacité du courant cathodique (E.C.C) et de la micro-dureté Vickers pour les films Ni-P-Y ₂ O ₃	84
Tableau VI.3	Épaisseur mesurée par la méthode de la section transversale et l'efficacité du courant cathodique pour différents revêtements.....	93
Tableau VI.4	Détails de la valeur d'optimisation.....	100
Tableau VI.5	Condition optimale proposée par AG et résultats des tests de confirmation	101

Table des Matières

Dédicaces	I
Remerciements	II
Nomenclature	III
Liste des Figures	V
Liste des tableaux	IX
Table des Matières	X
Introduction Générale	1

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I.1 Introduction	5
I.2 Evolution des revêtements composites Ni et Ni-P.....	5
I.3 Revêtement composite.....	8
I.3.1 Dépôt composite.....	8
I.3.2 Processus d'électrodéposition.....	9
I.4 Mécanismes de l'incorporation des particules au cours du dépôt.....	11
I.5 Dépôt composite Ni-P.....	14
I.5.1 Électrodéposition de Ni-P.....	14
I.5.2 Propriétés des revêtements composites Ni-P.....	15
I.5.2.1 Micro-dureté des revêtements composites Ni-P.....	17
I.5.2.2 Tribologie des revêtements composites Ni-P.....	19
I.5.2.3 Résistance à la corrosion des revêtements composites Ni-P	20
I.5.3 Revêtement composite Ni-P-Y ₂ O ₃	22
I.6 Paramètres affectant le processus d'électrodéposition.....	23
I.6.1 Concentration, type, forme et taille des particules	24

I.6.2 Densité de courant	26
I.6.3 Agitation	29
I.6.4 Température du bain	31
I.6.5 Composition du bain, additifs et pH	32
I.7 Effet des nanoparticules Y_2O_3 sur les propriétés de différentes matrices métalliques.....	37
I.8 Revue de littérature.....	39
I.9 Conclusion	44

Chapitre II

Procédure expérimentale

II.1 Introduction	45
II.2 Préparation du revêtement Ni-P- Y_2O_3	45
II.2.1 Substrat utilisé.....	45
II.2.2.1 Composition chimique.....	45
II.2.2.2 Caractéristiques mécaniques.....	46
II.2.2 Préparation du substrat.....	46
II.2.3 Prétraitement du substrat.....	47
II.2.4 Préparation du bain.....	47
II.2.5 Préparation de la cellule.....	48
II.3 Caractérisation du revêtement Ni-P- Y_2O_3	49
II.4 Montage expérimental.....	52
II.4.1 Calcul de l'efficacité du courant cathodique.....	53
II.4.2 Mesure de l'épaisseur du dépôt.....	54
II.4.3 Détermination de la micro-dureté du dépôt.....	54
II.4.4 Mesure de l'adhérence du dépôt.....	55
II.5 Effets des nanoparticules sur les performances des revêtements.....	57
II.5.1 Influence sur le pH du bain.....	57
II.5.2 Influence sur la densité de courant.....	59
II.5.3 Influence sur la vitesse d'agitation du bain.....	59

II.6 Conclusion	60
-----------------------	----

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1 Introduction	61
III.2 Résultats	61
III.2.1 Influence de la concentration en Y_2O_3 sur les revêtements Ni-P- Y_2O_3	62
III.2.2 Influence de la densité de courant sur les revêtements Ni-P- Y_2O_3	66
III.2.3 Influence de l'agitation sur les revêtements Ni-P- Y_2O_3	70
III.3 Analyses micrographiques.....	72
III.4 Conclusion	76

Chapitre IV

Optimisation des paramètres d'élaboration des revêtements composites Ni-P- Y_2O_3

IV.1 Introduction	77
IV.2 Construction des modèles empiriques.....	77
IV.2.1 Modèles de régression linéaire.....	77
IV.2.2 Estimation des paramètres dans les modèles de régression linéaire.....	79
IV.2.3 Propriétés des estimateurs des moindres carrés et estimation de σ^2	79
IV.2.4 Test de signification de la régression	80
IV.3 Modélisation du système	81
IV.4 Résultats et discussions.....	84
IV.4.1 Résultats d'efficacité du courant cathodique	85
IV.4.2 Résultats de la micro-dureté.....	87
IV.5 Influence des paramètres de galvanoplastie sur l'efficacité du courant et la micro-dureté..	89
IV.5.1 Efficacités du courant cathodique.....	89
IV.5.2 Vérification de l'efficacité du courant cathodique par l'approche de la section transversale.....	91
IV.5.3 Efficacité de la micro-dureté.....	94
IV.6 Optimisation avec l'algorithme génétique	97

VI.6.1 Méthodologie des algorithmes génétiques	98
VI.6.2 Définition de la fonction de fitness	98
VI.6.3 Reproduction.....	99
VI.6.4 Croisement	99
VI.6.5 Mutation.....	99
VI.6.6 Résultats de l'optimisation	100
IV.7 Scratch test sur l'échantillon d'optimisation.....	102
VI.8 Conclusion.....	103
Conclusion Générale	104
Perspectives	106
Références Bibliographiques	107

Introduction générale

Introduction générale

L'usure est considéré comme l'une des causes principales de la perte d'efficacité de l'installation ou de la machine et parfois un arrêt lié aux détériorations progressives des surfaces métalliques, non seulement augmente les coûts de maintenance et réduit l'efficacité de l'installation mais entraîne également de graves problèmes de sécurité. Les interactions tribologiques représentent environ 23 % (119 EJ) de la consommation mondiale totale d'énergie. Les 3 % restants (16 EJ) sont utilisés pour remettre à neuf des composants usés et des équipements de rechange en raison de l'usure et des défaillances liées à l'usure, tandis que 20 % (103 EJ) sont utilisés pour contrer les frottements [1].

Pour cette raison, l'usure reste une préoccupation majeure pour l'industrie. Le développement et déploiement de nouvelles solutions tribologiques (des nouveaux matériaux, des technologies de surface, des lubrifiants et d'autres types de solutions techniques) sont nécessaires. Une meilleure protection contre l'usure par la modification des propriétés de surface (technologies de surface) s'est avérée être un moyen efficace et économique. Il existe différentes méthodes de production de matériaux composites à matrice métallique. De nombreux processus, y compris la carburation, la nitruration, la carbonitruration, le durcissement à la flamme, le durcissement au laser, le durcissement par induction, l'oxydation interne, le pulvérisé au plasma, le dépôt chimique en phase vapeur et le dépôt physique en phase vapeur, peuvent augmenter avec succès les attributs de surface (dureté, usure, abrasion et corrosion). Un inconvénient majeur de ces méthodes est qu'elles doivent être effectuées à des températures élevées. De plus, la plupart de ces méthodes ne permettent souvent pas la production des couches minces. En raison de leur facilité d'utilisation et de leur faible coût, les méthodes d'électrodéposition sont très appréciées. Les revêtements de nickel déposés par électrolyse sont utilisés avec succès dans une variété d'applications d'ingénierie. Lorsque des contraintes résiduelles plus faibles et des taux de dépôt plus élevés sont souhaités, l'électrodéposition est choisie [2-5].

La littérature nous apprend que l'électrodéposition de Ni à de nombreuses applications contemporaines dans le domaine des microsystemes. Cependant, les applications dans des environnements de service difficiles présentent un besoin de meilleures solutions. Selon des recherches publiées, deux substituts prometteurs au Ni pur comprennent l'électrodéposition d'alliages et les composites à matrice métallique. En raison de ses caractéristiques fonctionnelles intrigantes, le Ni-P a été mentionné dans la littérature parmi d'autres alliages

binaires comme un bon substitut au Ni pur dans les microsystèmes. Parallèlement, de nombreuses études ont découvert une amélioration évidente des caractéristiques des revêtements composites au cours des dernières décennies, en particulier le renforcement avec diverses particules [6] telles que SiC, TiN, TiO₂, WC, Al₂O₃, B₄C, CeO₂, Y₂O₃...etc. Les propriétés des revêtements composites dépendent principalement de leur composition et de leur structure. Les caractéristiques des particules, telles que le type, la taille et la concentration, se sont avérées essentielles pour améliorer les qualités du film parmi de nombreux autres facteurs [7].

Les particules nanométriques d'oxyde d'yttrium (Y₂O₃) ont été utilisées comme nano additifs pour les revêtements inorganiques Ni-P. Ils possèdent une bonne stabilité thermique, est non dangereux, insoluble dans l'eau et présente de bonnes propriétés mécaniques et anticorrosion lorsqu'il est ajouté à différents revêtements. Il convient de mentionner que Y₂O₃ est un matériau hygroscopique qui a tendance à absorber l'humidité de l'atmosphère et qui réagit pour former de l'hydroxyde et des carbonates. En plus, de nombreuses études ont montré que l'ajout des nanoparticules Y₂O₃ dans différentes matrices métalliques pour préparer un revêtement composite à matrice métallique (MMC) ont des effets considérables sur les propriétés de structure, de surface, thermique, mécanique et anticorrosion par l'incorporation des nano particules [8-11].

Les principaux obstacles pour la codéposition des particules inertes semblent être l'obstruction d'un nombre suffisant de particules non agglomérées, associée à une bonne dispersion des particules dans la matrice métallique. Cependant, l'inclusion de particules nanométriques dans les dépôts métalliques est rapidement fixée à la surface de la cathode, le temps nécessaire pour cela dépendra de nombreux paramètres du procédé, y compris les caractéristiques des particules, la composition de l'électrolyte, densité de courant appliquée et environnement d'écoulement à l'intérieur du réservoir de galvanoplastie ainsi que la géométrie de l'électrode [12-13]. Il n'y a pas d'image claire de l'effet exact des paramètres expérimentaux et est souvent difficile à obtenir.

Certaines recherches ont été effectuées sur la conception d'expériences pour étudier comment les variables de réponse telles que la micro-dureté, l'efficacité du courant cathodique, la corrosion et l'usure sont affectées par les paramètres d'électrodéposition des revêtements composites. Selon les revues de littérature, très peu de travaux ont été réalisés en utilisant des méthodes de calcul souples afin d'étudier les influences des paramètres du processus.

Les méthodes de test demandent beaucoup de temps et de ressources et sont assez difficiles. En raison de leur capacité à anticiper et à modéliser une large gamme de phénomènes, des approches numériques ont été développées pour relever le défi de la sélection des paramètres de production des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃. Ces méthodes sont les meilleures pour évaluer les résultats expérimentaux et sont utilisées lorsque des modèles mathématiques précis ne sont pas disponibles.

Selon la littérature, la majorité des chercheurs ont utilisé des méthodes de prédiction telles que Taguchi et la méthodologie de surface pour sélectionner les paramètres du processus et ont préparé les revêtements composites par une technique d'électrodéposition. Ce type de méthode a une grande capacité à formuler mathématiquement des problèmes, mais ils sont affectés par la nature des fonctions formulées et les conditions expérimentales considérées, qui doivent être simplifiées dans la plupart des cas, entraînant des résultats imprécis, ce qui rend plus que nécessaire de recourir à des méthodes d'optimisation plus efficaces pour ce genre de problèmes. D'après les revues de littérature [14-20], très peu de travaux ont été menés utilisant des méthodes d'optimisation afin d'étudier l'influence des paramètres du procédé, ce qui rend nécessaire de développer d'autres méthodes pour résoudre ce type de problème. Les algorithmes génétiques représentent l'une des méthodes d'optimisation les plus efficaces pour résoudre de tels problèmes, bien qu'ils n'ont pas été utilisés auparavant pour résoudre des problèmes d'optimisation des procédés de fabrication de revêtements composites Ni-P-Y₂O₃, mais ils restent l'une des méthodes efficaces pour fournir des solutions des cas complexes. Pour bénéficier à la fois des avantages de ces deux types de méthodes, une nouvelle stratégie d'optimisation, basée sur la combinaison de la méthode de surface de réponse et de l'algorithme génétique, a été proposée dans ce travail pour déterminer les procédés de fabrication du revêtement composite Ni-P-Y₂O₃.

Quelques expériences sont nécessaires pour fournir les résultats souhaités pour la création de revêtements composites Ni-P-Y₂O₃ (27 essais dans notre étude). La régression linéaire multiple, parmi toutes les méthodes numériques, est appropriée pour faire des prédictions sur des variables avec un petit nombre d'essais, y compris l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté.

Le but de cette thèse est de démontrer l'utilisation de la régression linéaire multiple et l'algorithme génétique pour étudier comment les paramètres de galvanoplastie affectent l'efficacité de courant cathodique et la micro-dureté des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃.

La thèse s'articule autour de quatre chapitres :

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique sur les revêtements à base de nickel-phosphore 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.

L'étude du comportement d'un revêtement composite Ni-P-Y₂O₃ vis-à-vis de ses propriétés, ainsi que la création et l'utilisation d'un modèle pour la prédiction de l'efficacité du courant cathodique et micro-dureté, sont traitées dans le quatrième chapitre.

Ce manuscrit se termine par une conclusion générale du travail effectué.

Synthèse bibliographique

I.1 Introduction

La fabrication des revêtements composites est une technologie utilisant la technique de dépôt électrochimique pour faire des particules solides noyées dans une matrice métallique pour produire des revêtements métalliques nanostructures multifonctionnels. De tels revêtements, avec une optimisation appropriée, peuvent fournir plusieurs fonctionnalités d'ingénierie, notamment de meilleures propriétés mécaniques, des performances tribologiques efficaces et une meilleure résistance à la corrosion, peut ouvrir des portes vers des domaines d'application pratique complètement nouveaux.

Une synthèse bibliographique de l'élaboration des revêtements composites réalisés par électrodéposition, notamment ceux à base de nickel et de phosphore, sera présentée dans ce chapitre. En plus, une brève introduction historique et après quelques définitions, nous présenterons les mécanismes d'électro-codéposition des particules métalliques et aux différents paramètres affectant le processus d'électrodéposition et sur les propriétés physiques et chimiques des dépôts.

I.2 Evolution des revêtements composite Ni et Ni-P

Les développements dans les systèmes composites Ni-X et Ni-P-X (X = particule), l'électrodéposition de revêtements composites à matrice métallique avec des particules comme matériaux de seconde phase et les modèles caractérisant l'impact des paramètres de fonctionnement sur la composition du dépôt sont résumés dans la chronologie de la figure I.1.

En raison de sa stabilité et de son adaptabilité, l'invention de Watts en 1916 [21] de la célèbre recette de placage pour le nickelage rapide à partir d'un bain de sulfate acide a servi de base à la recherche et à la fabrication de la majorité des revêtements de Ni. Le placage composite remonte à la recherche d'un revêtement Cu-graphite pour un moteur automobile mener aux États-Unis en 1928 [22]. Brenner [23-25] a joué un rôle déterminant dans le développement d'une technique d'électrodéposition d'alliage Ni-P, ainsi que dans les premières explications du mécanisme de formation de l'alliage et de l'optimisation du dépôt, en 1950. En raison des divers avantages de l'alliage Ni-P, d'autres auteurs ont depuis les travaux révolutionnaires de Brenner poursuivi la compréhension des voies de codéposition de l'alliage et l'impact des circonstances de dépôt sur la microstructure et les propriétés. Cela a conduit à des dépôts Ni-P modernes [2]. Le mécanisme d'électrodéposition de l'alliage Ni – P n'est toujours pas élucidé. Deux mécanismes d'incorporation de phosphore lors du dépôt

électrolytique de Ni-P ont été proposés : un mécanisme direct [24] et un mécanisme indirect [26].

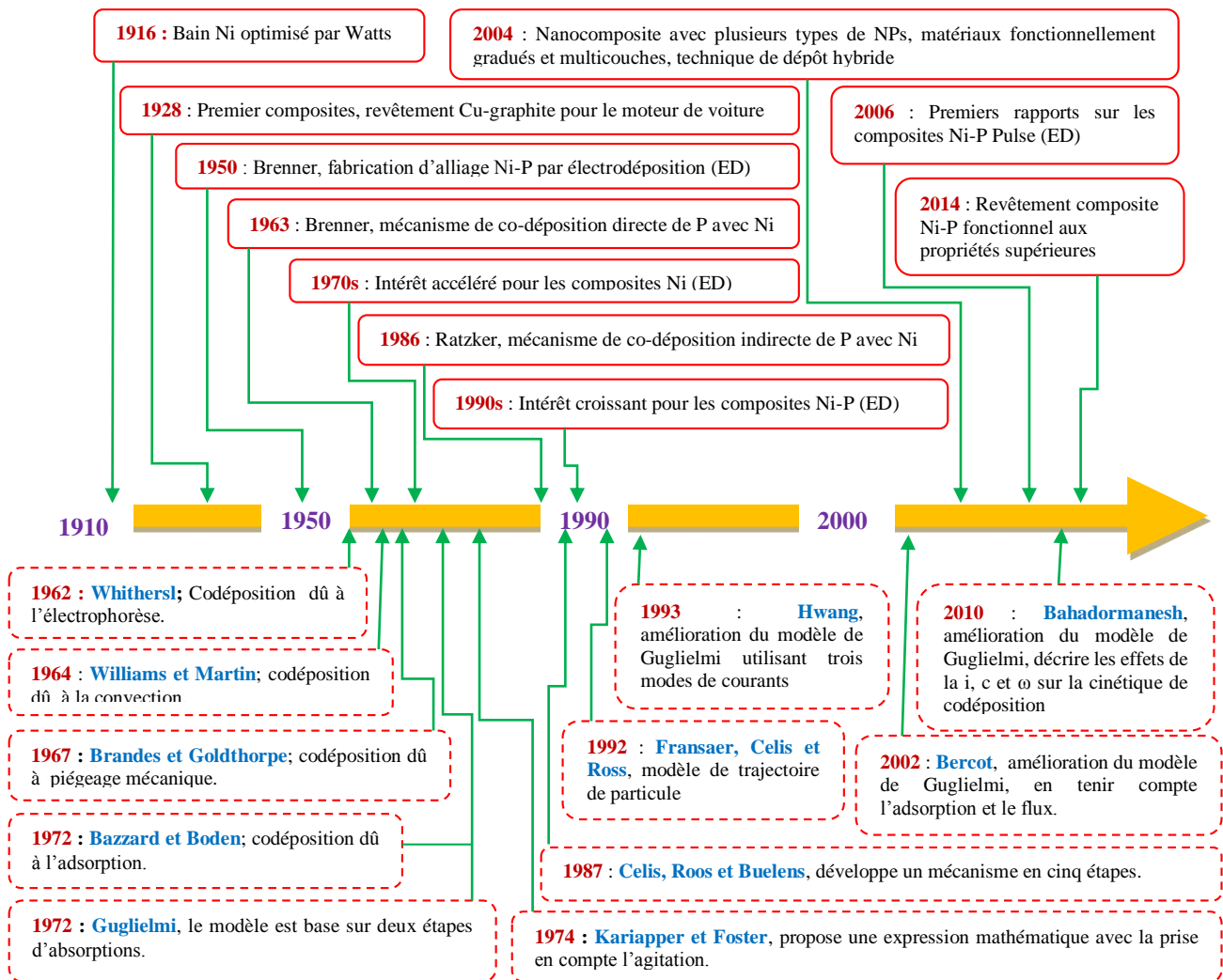


Figure I.1 Chronologie illustrant l'évolution de l'électrodéposition composite de Ni, Ni-P et les cadres pointés indiquent les modèles proposés pour la codéposition des particules

Une plus grande variété de revêtements de nickel comprenant TiO_2 , SiC [27] du Al_2O_3 [28], du graphite [29] et des polymères comme le PTFE [30] a suscité l'intérêt dans les années 1970, pour une utilisation dans la lubrification et la prévention de la corrosion. Les utilisations spécialisées depuis les années 1970 incluent la production de semi-conducteurs, le traitement des eaux usées et les électrodes pour piles à combustible [13].

Depuis les années 1990, les revêtements composites Ni-P-X, constitués d'alliages binaires et galvanisés, ont suscité beaucoup d'intérêt. De nombreuses études ont été réalisées qui montre que les revêtements à base de Ni-P avec un réglage minutieux de la composition et de la structure peuvent fournir des solutions intelligentes et adaptatives à un large éventail de

situations environnementales et de travail. En plus, Ils peuvent contribuer de manière significative à l'amélioration des caractéristiques mécaniques, tribologiques et électrochimiques inhérentes à la matrice [6, 8, 31-40].

Les revêtements métalliques composites multifonctionnels peuvent être conçus pour contenir simultanément plusieurs capacités d'ingénierie [41]. Ils sont obtenus par le développement de revêtements gradués ou multicouches [42-43], utilisant les techniques de galvanoplastie à modulation de courant alternatif et pulsé [32, 37-40], et l'addition de phases possédant des propriétés lubrifiantes (lubrifiants solides), telles que: MoS₂, WS₂, et MWCNT à une matrice métallique telle que Ni-P peut entraîner une amélioration significative des propriétés tribologiques du matériau et à la fabrication de revêtements pouvant être caractérisés comme autolubrifiants [44-46].

La figure I.1 donne aussi un aperçu des modèles existants et leurs dates. Depuis la première décennie des années 1960, les principales forces à l'origine de l'inclusion des particules ont été comprises. Whithers a suggéré en 1962 que le co-dépôt pourrait être causé par la migration électro-phorétique de particules chargées positivement dans la direction de la cathode chargée négativement. Williams et Martin ont proposé que la convection causée par l'agitation du bain puisse transporter des particules vers la cathode en 1964. Brandes et Goldthorpe ont postulé en 1967 qu'une force d'attraction électrostatique est plus probable que le seul piégeage mécanique des particules. Bazzard et Boden ont proposé en 1972 que les particules entrent en collision avec la surface de la cathode et ont besoin d'un certain temps pour se déposer avant d'être incluses [13, 22]. Le premier modèle de l'électrodéposition des particules dans le dépôt a été fourni par Guglielmi [27] en 1972. Le modèle est basé sur deux étapes d'adsorption consécutives, une adsorption lâche et une forte adsorption. En 1974, Kariapper et Foster [47] ont proposé une expression mathématique qui est basée sur deux hypothèses expérimentales. La première, plus de particules entrent en collision avec la cathode lorsque la vitesse d'agitation est augmentée. La deuxième, l'agitation influence les forces agissant sur les particules reposant sur la surface de la cathode. En 1987, Celis, Roos et Buelens [48] ont développé un mécanisme en cinq étapes qui en a tenu compte ainsi que l'adsorption des ions sur les surfaces des particules, l'agitation du bain et la diffusion par convection et ont inclus les composants clés du modèle de Guglielmi dans les 2 dernières étapes. Un modèle basé sur une analyse quantitative de la trajectoire des forces agissant sur les particules dans le bain et s'approchant de la surface de la cathode a été proposé par Fransaer, Celis et Roos [49] en 1992 à l'aide d'une étude RDE. En 1992, Bing Joe Hwang et Cheng Sheng Hwang ont élargi le concept de Guglielmi [50]. En utilisant trois modes de densité de courant distincts (faible,

moyen et élevé), ils peuvent discerner la réduction des ions adsorbés sur les particules. Ensuite, un ajustement polynomial a été ajouté au modèle de Guglielmi en 2002 par Berçot et al. [30] pour tenir compte des effets du flux et de l'adsorption. En plus, Le modèle de Guglielmi a été modifié en 2010 par Bahadormanesh et ses collègues [51] afin d'analyser le dépôt de pourcentages volumiques élevés de particules de seconde phase. Le modèle modifié a été appliqué pour expliquer les effets de la vitesse d'agitation de l'électrolyte, la concentration des particules dans le bain et de la densité de courant sur la cinétique de codéposition.

I.3 Revêtement composite

Le comportement des composants structuraux est fortement influencé par leurs qualités de surface. Ces composants sont fréquemment soumis à des contraintes de surface résultant d'une confluence de forces mécaniques, tribologiques, corrosives et thermiques. Le dépôt de revêtements composites peut offrir une protection de surface efficace dans ces conditions. L'acier, les métaux légers, la céramique, les polymères et d'autres matériaux peuvent tous être recouverts de dépôts. Les revêtements composites combinent souvent une matrice métallique avec des fibres courtes ou des particules solides non métalliques. La pulvérisation thermique et le placage électrochimique ou auto-catalytique sont les deux procédures de revêtement les plus importantes.

Le domaine du placage composite est également appelé "placage d'inclusion", le terme inclusion étant également traditionnellement utilisé pour désigner des particules contaminants indésirables, par exemple, les matériaux inorganiques insolubles tels que les oxydes métalliques sédimentant dans le bain et entraînés dans le flux d'électrolyte qui deviennent co-dépôts. Des revêtements composites ont été appliqués dans le développement de matrices métalliques d'alliage, des applications spécialisées telles que les matériaux magnétiques, électroniques, optiques et pour batteries élargissent les utilisations et s'ajoutent aux marchés traditionnels tels que les revêtements tribologiques et les outils de coupe [13].

I.3.1 Dépôt composite

Les phases de matrice et de dispersion constituent les revêtements composites est présenté sur la figure I.2. La dispersion de la phase solide dans les revêtements peut affecter les caractéristiques du revêtement et les améliorer généralement. Les propriétés du dépôt sont déterminées par la combinaison de la matrice (matériau de base) et des phases de dispersion, il est donc crucial de bien choisir cette combinaison. La phase de dispersion est principalement constituée de composants non métalliques sous forme de particules ou, en très faible quantité,

de fibres courtes. Les particules incorporées modifient les propriétés du revêtement de diverses manières, notamment en influençant la structure du revêtement pendant la croissance du revêtement et la modification des propriétés du revêtement par la simple présence physique des particules dans le revêtement. Les propriétés de la matrice métallique et des particules se complètent fréquemment de manière synergique. Le contenu, la distribution, la forme, la taille et la dureté des particules dures et les propriétés de la matrice influencent la résistance et le comportement à l'usure des revêtements.

Il a été déterminé qu'un matériau ou un dispositif avec des particules de taille inférieure à 100 nm appartient au domaine des nanotechnologies sur la base des règles qui régissent le comportement des matériaux. En termes de micro-dureté, de résistance à la corrosion, de contrôle tribologique et de propriétés de frottement et d'usure, ces particules soutiennent principalement les caractéristiques mécaniques et métallurgiques des revêtements composites[52].

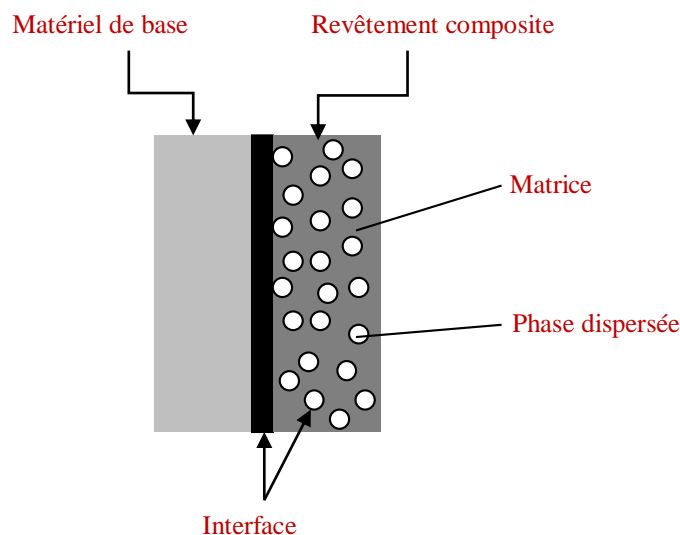


Figure I.2 Représentation schématique du revêtement composite

1.3.2 Processus d'électrodéposition

L'électrodéposition de revêtements métalliques dans la finition industrielle des métaux est généralement basée sur des électrolytes aqueux, connus dans l'industrie sous le nom de bains d'électrodéposition ou simplement de bains. Leur constituant principal est le sel métallique du métal à déposer, puis le plus souvent un acide ou un alcalin pour favoriser la conduction. Dans certains cas, le bain est tamponné. De plus, il y aura des additifs pour favoriser le processus d'électrodéposition ou optimiser les propriétés du dépôt.

Le dépôt de métal est provoqué par circulation de courant entre deux électrodes immergées dans une solution aqueuse conductrice de sels de métal. Le flux de courant provoque la dissolution de l'un des électrodes (l'anode) et le recouvrement de l'autre électrode (la cathode) avec du métal.

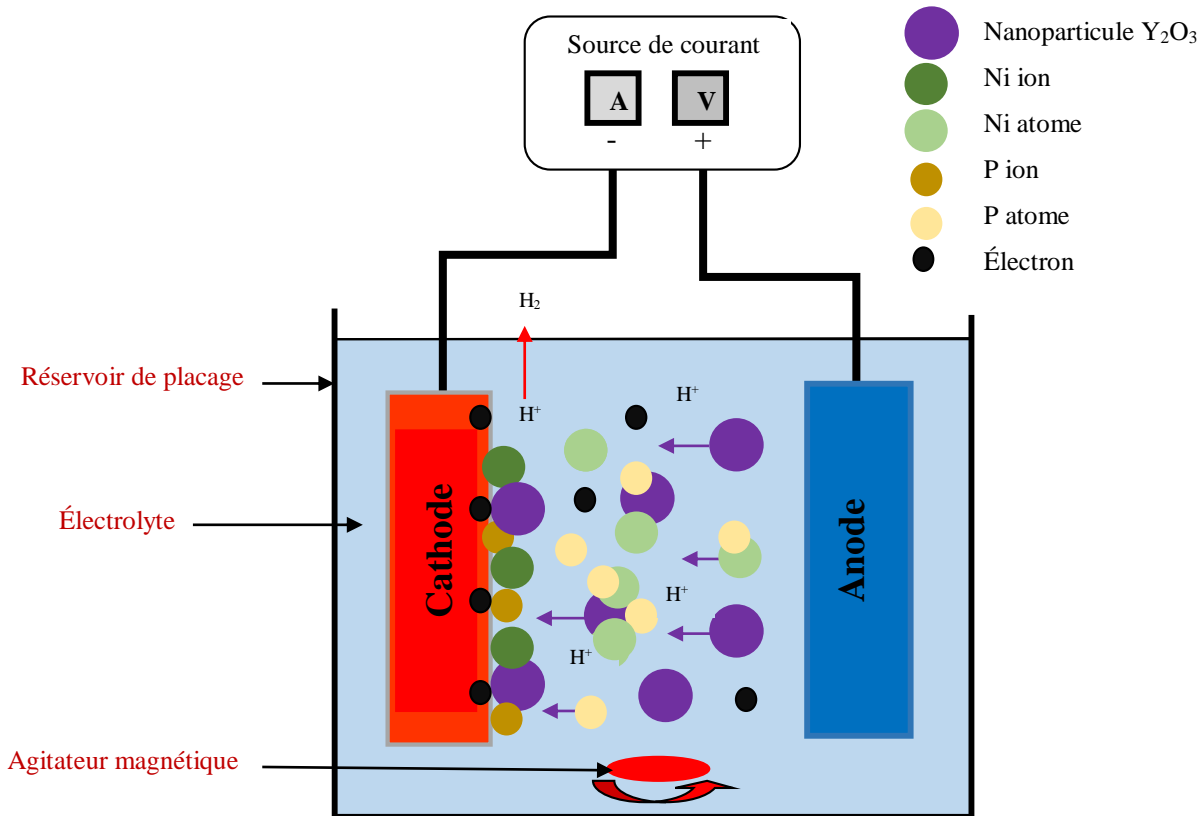


Figure I.3 Schéma du processus d'électrodéposition.

En ajoutant des particules au bain de placage métallique, des revêtements composites peuvent être créés à l'aide du processus d'électrodéposition. Les particules sont piégées dans le revêtement lors du dépôt (figure I.3). Les revêtements composites sont composés d'une matrice métallique déposée par électrolyse et de particules solides dispersées. L'électrodéposition offre plusieurs avantages par rapport aux autres techniques notamment la pulvérisation thermique, plasma et le dépôt physique et chimique en phase vapeur de modification de surface [5, 52] :

- Capacité de fabrication de films multi-composants nanostructures.
- Haute pureté des matériaux déposés.
- Applicable aux substrats de forme complexe.
- Peut être utilisé pour le dépôt de céramiques, verres, polymères, composites.
- Contrôle rigoureux de la composition et de la microstructure du dépôt.

- Faible coût de l'équipement et des matériaux.
- Facile à mettre à l'échelle au niveau de l'industrie.
- Ce processus évite les problèmes associés au traitement à haute température et à haute pression.
- Réduction des déchets souvent rencontrés dans les techniques de trempage ou de pulvérisation.

L'application de revêtements composites avec des propriétés de surface spécifiées, tels que la résistance à l'usure et à l'abrasion, le contrôle de la tribologie, la propriété autolubrifiante, la réflectivité et la conductivité, est l'objectif principal de l'électrodéposition. En plus des usages décoratifs et protecteurs. Le métal est ensuite galvanisé pour renforcer ses caractéristiques de surface contre la corrosion dans des conditions agressives.

1.4 Mécanismes de l'incorporation des particules au cours du dépôt

Afin d'expliquer et de rationaliser le processus de co-électrodéposition de particules à l'intérieur d'une matrice métallique, un certain nombre de modèles ont été proposés, et diverses publications de revue fournissent des aperçus de leurs concepts clés [6, 12, 13, 22]. Le premier modèle complet de co-déposition de particules a été développé par Guglielmi [27]. Le modèle a élaboré sur les effets de la densité de courant et de la charge de particules sur le taux de co-déposition des particules. Il a suggéré un processus en deux étapes qui tenait compte à la fois de l'électrophorèse et de l'adsorption. Les particules s'approchant de la cathode s'adsorbent lâchement sur la surface de la cathode dans la première étape, qui est de nature physique. Il y a toujours un nuage d'ions adsorbés entourant ces particules faiblement adsorbées. Les particules perdent ce nuage ionique dans la phase suivante et s'adsorbent fortement à la cathode. Ce processus est supposé être de nature électrochimique, ce qui signifie que le champ électrique de la cathode l'affecte. En fin de compte, la couche métallique épaississante obstrue les particules fortement adsorbées. Ce modèle a été adopté car il a été vérifié avec différents systèmes de co-déposition [30]. Le principal défaut du paradigme de Guglielmi, cependant, était qu'il ignorait comment la taille des particules et l'hydrodynamique affectaient le processus d'intégration des particules.

Celis et Roos [48] ont été proposés un nouveau modèle qui remédie à plusieurs des lacunes du modèle Guglielmi proposé. Ils ont développés à partir d'une approche statistique de l'incorporation de particules. Ils ont été conclu que deux processus jouent un rôle fondamental dans le mécanisme de codéposition : (i) l'adsorption des ions sur la particule et (ii) la réduction de ces ions adsorbés à la surface de la cathode. Ils ont émis l'hypothèse que la particule ne serait

intégrée dans le dépôt en croissance que si une certaine quantité d'ions adsorbés à sa surface était réduite. La particule inerte doit passer par cinq étapes (figure I.4) :

- (1) les espèces ioniques s'adsorbent à la surface de la particule ;
- (2) le déplacement par convection forcée de la particule à la cathode en direction de la couche limite hydrodynamique ;
- (3) le passage de la particule à travers la double couche de diffusion ;
- (4) l'adsorption de la particule à la surface de la cathode alors qu'elle est encore recouverte de son nuage ionique adsorbé ;
- (5) réduction de certaines espèces ioniques adsorbées par lesquelles la particule devient irréversiblement incorporée dans la matrice métallique.

C'est l'un des mécanismes communs du processus de co-déposition qui a été accepté de la plupart des chercheurs.

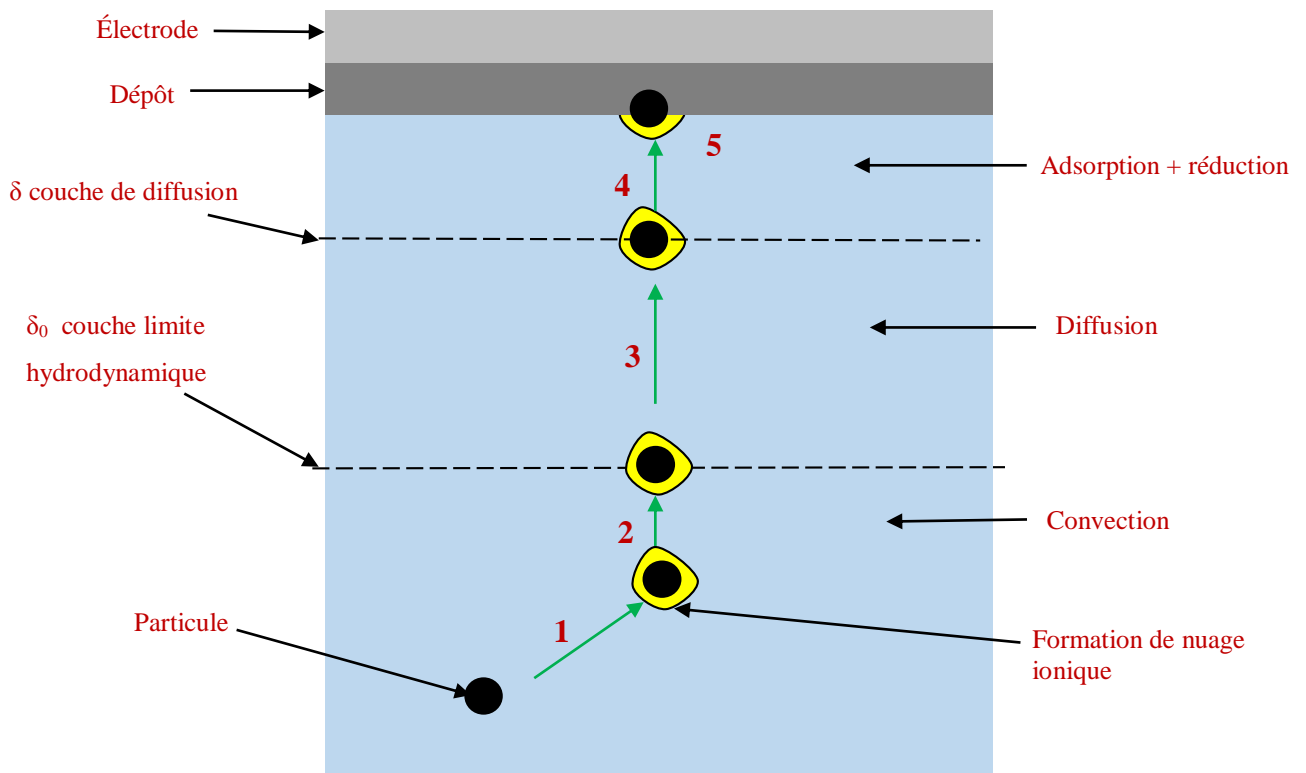


Figure I.4 Diagramme schématique du processus de croissance pour former un revêtement métallique composite [48]

Le modèle de Guglielmi a été modifié par Bahadormanesh et al. [51] afin d'analyser le dépôt de pourcentages volumiques élevés de particules de seconde phase. Un modèle développé a été utilisé pour expliquer comment la cinétique du co-dépôt de particules était affectée par la concentration des particules dans l'électrolyte, la densité du courant cathodique et la vitesse d'agitation du bain.

Dans un modèle largement utilisé développé par Kurosaki [52], l'agitation est utilisée pour transporter les particules solides des solutions vers la surface de la cathode. Les étapes suivantes sont franchies dans le développement de ce modèle :

- L'agitation mécanique transporte les particules uniformément dispersées vers la double couche électrique.
- L'électrophorèse est utilisée pour déplacer des particules chargées vers la surface de la cathode.
- Les particules solides sont adsorbées à la surface de la cathode du fait de l'interaction coulombienne entre elles et les anions adsorbés. Les particules sont finalement intégrées dans le métal en développement.

Plusieurs équipes de recherche supplémentaires ont été confirmées le modèle Kurozaki [8, 49]. A. B. Radwan et al. [8] ont expliqué que l'incorporation de particules de Y_2O_3 et leur dépôt ultérieur dans la matrice à base de nickel et phosphore peuvent être attribués à trois mécanismes, à savoir l'emboîtement mécanique, l'électrophorèse et l'adsorption de nanoparticules à la surface de la cathode par le biais de forces attractives de Van der Waals (figure I.5).

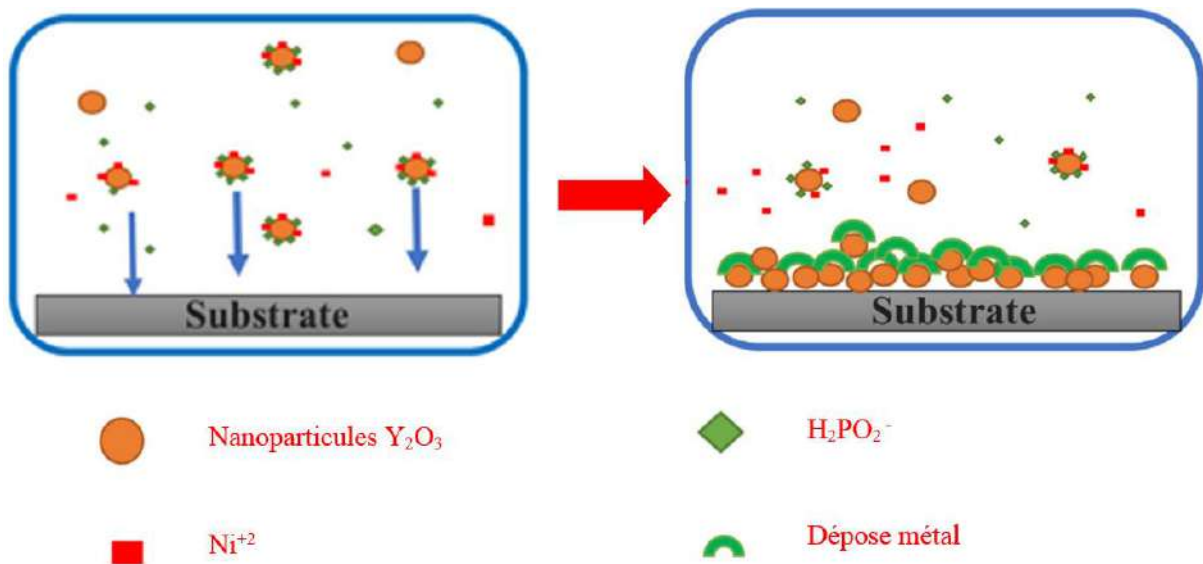


Figure I.5 Schéma du mécanisme de dépôt du revêtement de nano composite Ni-P- Y_2O_3 sur la surface métallique [8].

Les particules dispersées du bain d'électrolyte sont constamment en mouvement. L'énergie qui existe déjà entre les particules détermine si elles se séparent ou s'agglutinent, ainsi que si elles se rapprochent. L'agglomération des particules se produit lorsque l'énergie d'attraction dépasse l'énergie de répulsion, tandis que la séparation des particules se produit

lorsque l'énergie de répulsion dépasse l'énergie d'attraction. L'état et le type du système dictent principalement la force nette nécessaire pour produire des structures agglomérées. Par conséquent, comprendre l'attraction de la région interfaciale est crucial pour comprendre la stabilité de la dispersion des particules solides dans un électrolyte.

I.5 Dépôt composite Ni-P

En raison de leur micro-dureté élevée, de leur résistance à la corrosion, de leur activité électro-catalytique pour le dégagement d'hydrogène et de leurs propriétés paramagnétiques particulières, les dépôts de nickel-phosphore sont des finitions de surface importantes pour les matériaux industriels. La dureté de ce système binaire métal-métalloïde peut s'approcher ou peut-être dépasser celle des revêtements Cr résistants avec un traitement thermique supplémentaire [2-4]. La matrice métallique Ni-P peut être co-déposée électro-chimiquement avec des particules de seconde phase dispersées de manière homogène pour améliorer les caractéristiques avantageuses de l'alliage et ouvrir la perspective de toutes nouvelles applications d'ingénierie [6].

De nombreuses recherches ont confirmé qu'avec la bonne optimisation, les propriétés intrinsèques mécaniques, tribologiques et électrochimiques de la matrice peuvent être significativement améliorées par le co-dépôt électrolytique de particules inertes dans la matrice métallique [6, 12, 13, 21]. Une variété de particules a été utilisée pour l'électrodéposition de la matrice nickel-phosphore, telle que Y_2O_3 [8], SiC [31-33], TiN [34], TiO_2 [35, 36], WC [37], Al_2O_3 [38], B_4C [39], CeO_2 [40], WS_2 [44], MoS_2 [45], MWCNT [46], ...etc.

I.5.1 Électrodéposition de Ni-P

Wurtz a découvert que les ions hypophosphite convertissaient les ions nickel en nickel métallique en 1845, ce qui a conduit à la création des premiers dépôts de nickel-phosphore. Roux a reçu un brevet pour déposer chimiquement du nickel en utilisant des ions hypophosphite comme agent réducteur en 1916, mais la procédure n'a pas reçu beaucoup d'attention jusqu'en 1944, lorsque Brenner et Riddell travaillaient sur une solution de galvanoplastie à haut pouvoir de projection pour déposer un alliage tungstène-nickel [2-4]. Brenner et Riddell ont fait la découverte du dépôt métallique "auto-catalytique" en 1946 en réduisant une solution de nickel avec de l'hypophosphite de sodium [23]. Les recherches supplémentaires de Brenner ont abouti à la création d'une procédure d'électrodéposition d'alliage Ni-P ainsi qu'aux premières explications du mécanisme de formation de l'alliage et de l'optimisation du dépôt [24,25].

Typiquement, la galvanoplastie Ni-P est effectuée dans un bain électrolytique aqueux qui contient de l'oxyacide de phosphore (ou son sel) comme source de phosphore et des ions Ni^{2+} comme source de nickel. Le courant électrique qui circule entre l'anode et la cathode (substrat de placage) entraîne le processus d'électrodéposition. La grande proximité des potentiels de réduction standards pour le nickel (0,25 V) et pour le phosphore (0,28 V), ce qui facilite leur codéposition [2,3]. Le phosphore est un élément qui ne peut pas être déposé par lui-même, mais qui peut être codéposé facilement avec des métaux du groupe du fer (le chrome, le manganèse, le fer, le nickel, le cobalt, le cuivre, le cadmium, l'or, l'indium, le plomb, le rhodium, l'argent, l'étain et le zinc) à partir de solutions aqueuses [24].

Afin de clarifier le processus d'incorporation du phosphore lors de l'électrodéposition de l'alliage Ni-P, deux mécanismes - direct et indirect - sont généralement proposés. Selon la méthode directe, les ions Ni^{2+} et l'oxyacide phosphoreux sont immédiatement réduits en atomes Ni et P, qui se combinent ensuite pour créer une solution solide appelée Ni_xP . L'anion hypophosphite (H_2PO_3^-) est réduit en phosphore, et le phosphore est codéposé avec le nickel car la polarisation impliquée dans le dépôt de nickel facilite le dépôt de phosphore, selon Brenner [24], qui a initialement proposé ce mécanisme (codéposition induite). Le principal argument contre la méthode de dépôt direct est l'affirmation selon laquelle il est difficile d'extraire le phosphore des solutions aqueuses à l'aide de méthodes électrochimiques en l'absence d'ions métalliques [53]. Le mécanisme indirect indique que l'ion hypophosphite est d'abord converti en phosphine (PH_3) en présence d'ions H^+ , et que PH_3 est ensuite converti en P en présence d'ions Ni^{2+} , tandis que Ni^{2+} est également converti en Ni métallique [2-4].

La majorité des auteurs soutiennent le mécanisme indirect, alors qu'il y a un débat sur la question de savoir si un mécanisme direct peut être supposé. Selon la composition de l'électrolyte et les circonstances du processus, un certain nombre de mécanismes différents peuvent être à l'œuvre pour régir la codéposition. La production et l'assimilation du phosphore dans le réseau de nickel sont des processus complexes.

I.5.2 Propriétés des revêtements composites Ni-P

Des méthodes ont été conçues pour modifier la limite d'élasticité, la ductilité et la ténacité des matériaux cristallins et amorphes. Ces mécanismes de renforcement donnent aux ingénieurs la possibilité d'adapter les propriétés mécaniques des matériaux pour s'adapter à une variété d'applications différentes.

Traditionnellement, les matériaux métalliques sont renforcés pour améliorer précisément leurs propriétés pour la fonction et le but recherchés. La résistance à la déformation

plastique augmente avec l'augmentation de la résistance. La déformation plastique est le principal facteur d'importance des dislocations. Changer la résistance d'un métal d'une manière particulière à longterm fait l'objet de beaucoup d'attention. Ceci est basé sur la formation et la mobilité des dislocations dans tous les métaux [7]. Les mécanismes de renforcement communs en science des matériaux sont :

- Le durcissement par dispersion ou le renforcement d'un matériau signifie une résistance accrue à la déformation. Le mouvement des dislocations dans le métal facilite la déformation du métal. Les particules incorporées bloquent le mouvement de déplacement et renforcent ainsi le métal qui base sur le mécanisme d'Orowan [7]. Dans les revêtements composites Ni-P, des particules de seconde phase telles que Y_2O_3 , SiC, WC, diamant, PTFE, graphite ou même des microcapsules contenant des liquides sont utilisées dans les matrices de nickel et de phosphore. Cela permet de renforcer les qualités mécaniques, tribologiques et mécaniques ainsi que la capacité à repousser la corrosion. Les propriétés mécaniques des revêtements composites sont considérablement améliorées par ces particules de seconde phase car elles servent d'obstacle physique au mouvement de dislocation et au glissement des joints de grains.

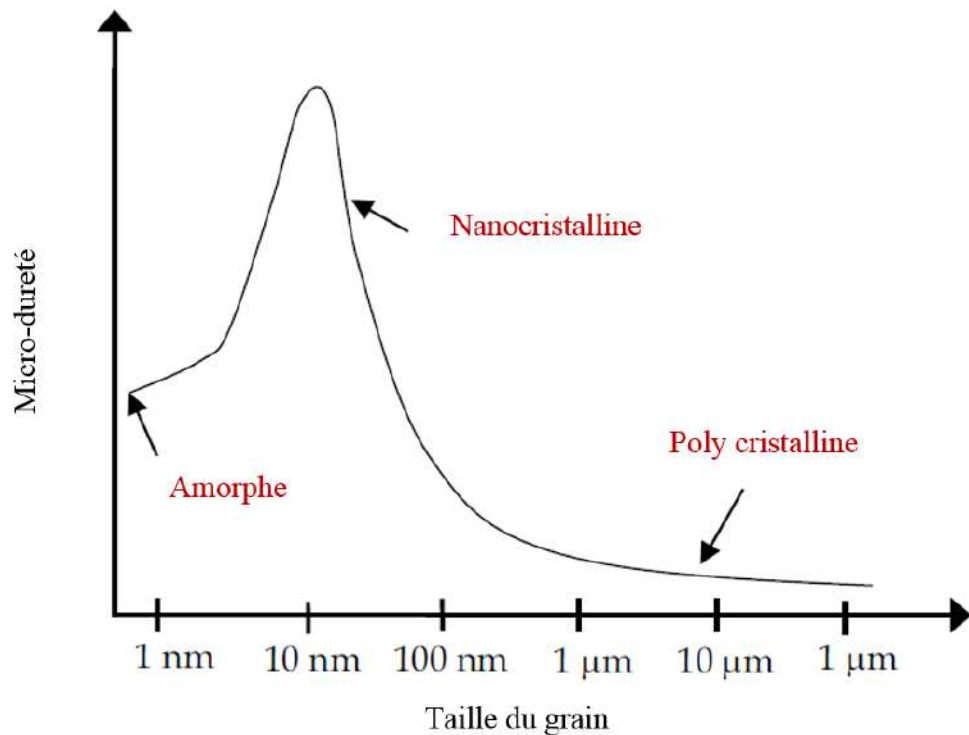


Figure I.6 Variation de la dureté en fonction de la granulométrie [41].

- Durcissement en solution solide est l'ajout de soluté dans une matrice métallique pure diminue la mobilité des dislocations. Ce phénomène est à l'origine du durcissement par solution solide. le champ de déformation autour de l'atome de soluté interagit avec le champ de déformation d'une dislocation qui entrave le mouvement de dislocation. une plus grande taille de soluté implique une contrainte plus élevée. G. Mc. Mahon et al. [54] ont été études la formation de dépôts de Ni-P amorphes, nanocristallins et cristallins tels que produits à partir d'électrolytes contenant de l'acide phosphoreux à diverses concentrations. Ils ont été conclus que la concentration de l'acide phosphoreux augmente, la structure des dépôts subit des transitions de cristallin à nanocristallin à amorphe. Ces transitions ne se produisent pas soudainement à une certaine concentration critique de phosphore du dépôt, mais s'étendent sur la plage de concentration de 10 à 15 % atomique de P pour laquelle la granulométrie diminue rapidement avec l'augmentation de la teneur en phosphore. Par exemple, la dureté d'un système de revêtement pourrait être augmentée en passant d'une taille de grains polycristalline à nanocristalline, ce qui empêcherait la croissance et la propagation de fissures. Cet impact devient apparent à des tailles de grains de quelques dizaines de nanomètres ou moins. Néanmoins, une nouvelle diminution de la taille des grains en dessous de quelques dizaines de nanomètres peut entraîner une diminution de la dureté due à une connexion Hall-Petch inverse. Du mouvement de dislocation traditionnel à des phénomènes tels que le fluage par diffusion et le glissement aux joints de grains, des modifications du mécanisme de déformation peuvent affecter le comportement d'un matériau (figure I.6) [41].

I.5.2.1 Micro-dureté des revêtements composites Ni-P

La micro-dureté est basée sur la résistance d'un matériau à la déformation plastique à petite échelle. Lors de la mesure de la taille d'une empreinte permanente faite sur une surface métallique, un pénétrateur dur est enfoncé dans la surface. Tous ces tests mesurent efficacement la capacité d'un matériau à résister aux déformations locales. La dureté est généralement corrélée à la limite d'élasticité en raison de la contrainte géométrique provoquée par la déformation.

En général, les alliages nickel- phosphore par galvanoplastie étaient plus durs que les métaux purs. Globalement, les propriétés et le comportement fonctionnel des dépôts électrolytiques en Ni-P dépendent de leur composition, c'est-à-dire les effets de la teneur en P et de leur microstructure, c'est-à-dire l'effet de traitement thermique. D.H. Jeong et al. [55] ont

été montre que les changements de dureté des revêtements Ni-P en fonction du bain de teneur en P dans les états tels que plaqués et traités thermiquement (figure I.7). Lorsque le changement de dureté des revêtements Ni-P plaqués monophasés est analysé en termes de racine inverse de la taille de grain, $d^{-1/2}$ (diagramme de Hall-Petch, figure I.7a), l'effet Hall-Petch inverse est observée, similaire à ce qui a été précédemment trouvé pour de nombreux matériaux nanocristallins. La plupart des interprétations de ce phénomène de ramollissement sont basées sur une transition d'une déformation contrôlée par dislocation à d'autres mécanismes de déformation, qui deviennent dominants à de très petites tailles de grains.

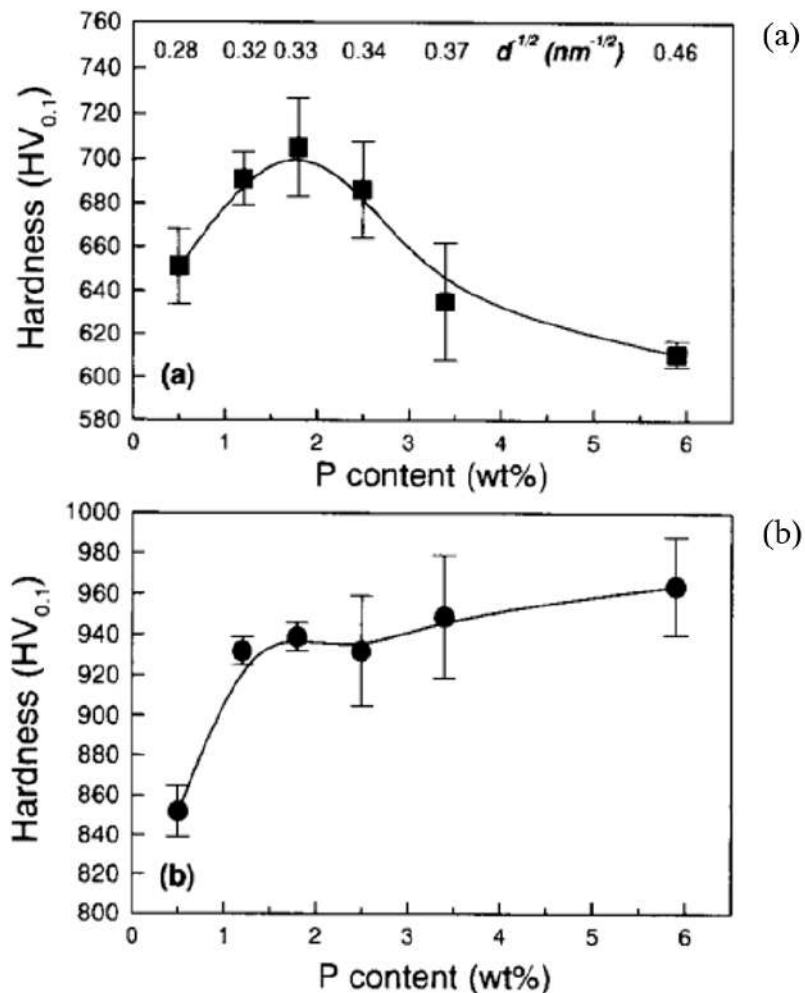


Figure I.7 Dureté en fonction de la teneur en P avant (a) et après (b) le traitement thermique [55]

Après le traitement thermique des électrodéposés Ni-P, il y a eu une augmentation considérable de la dureté entre 30 et 60% (figure I.7b) en raison des précipités de Ni₃P. Il est à noter qu'après traitement thermique, une analyse de type Hall-Petch n'a montré ni comportement de Hall-Petch régulier ni inverse. Ceci est probablement le résultat de la

transformation du matériau d'une structure monophasée en une structure composite biphasée beaucoup plus complexe (Ni + Ni₃P).

L'utilisation de particules céramiques augmente la ténacité des revêtements composites produits et réduit le mouvement de dislocation et le glissement des joints de grains. La dureté des revêtements composites a augmenté du fait de la dispersion homogène des nanoparticules et de l'affinage des grains. Afin de comprendre comment les particules renforcées dans les revêtements composites affectent la dureté, il est important de comprendre leur contenu volumique ainsi que leur taille et leur distribution au sein de la matrice métallique [56]. Deux facteurs ont les effets les plus significatifs sur la dureté du revêtement composite. Le premier facteur, la microstructure des revêtements, qui détermine la dureté de la matrice métallique. Le deuxième, teneur en volume de particules optimal renforcée dans les revêtements composites.

Les revêtements Ni-P optimisés sont bien adaptés aux applications générales, en particulier dans les environnements corrosifs, mais leur dureté et leur résistance à l'usure sont encore insuffisantes pour des situations plus exigeantes. Ainsi, diverses particules de renforcement telles que SiC, TiN, TiO₂, SiO₂, WC, Al₂O₃, B₄C et CNT ont été incorporées dans les revêtements Ni-P pour améliorer leurs propriétés mécaniques et tribologiques. Comme indiqué dans le tableau I.1, l'incorporation de particules de renforcement augmente la dureté des revêtements Ni-P [33].

Tableau I.1 Propriétés mécaniques des revêtements composites Ni-P renforcés par différentes particules [33].

Particules	Charge (g/l)	Micro-dureté de Ni-P (Hv)	Micro-dureté de composite Ni-P (Hv)	Δ Hv
SiC	12.0	530	809	279
TiN	1.0	561	660	99
TiO ₂	12.0	429	553	124
SiO ₂	12.5	342	429	87
WC	12.5	465	650	185
Al ₂ O ₃	15.0	475	700	225
B ₄ C	4.0	640	720	80
CNT	2.0	538	800	262

I.5.2.2 Tribologie des revêtements composites Ni-P

La résistance à l'usure des revêtements Ni-P et des composites Ni-P est l'un de ses principaux atouts pour les applications d'ingénierie. Ce paramètre a été étudié dans de nombreux articles [32, 44, 45, 56]. Dans chaque cas, une résistance élevée à l'usure a été constatée. Étant donné que l'usure n'est pas un attribut absolu du matériau mais qu'elle est fortement influencée par des facteurs externes tels que le type de surface appropriée, les

conditions de chargement et la méthode d'essai, il est impossible de comparer quantitativement les valeurs de taux d'usure obtenues dans divers travaux.

K. H. Hou et al. [32] ont été montrés que le test de résistance à l'usure du Ni – P – SiC dans le placage pulsé était meilleur que celui du dépôt direct de placage, en raison des particules de SiC ultrafines plus élevées. En plus, des films composites d'alliage Ni-P-MWCNT ont été fabriqués par électrodéposition avec des MWCNTs répartis de manière homogène dans toute la matrice d'alliage Ni-P. Le film composite le plus homogène a été fabriqué avec une concentration de MWCNT de 2 gdm^{-3} dans le bain. Les coefficients de frottement des films composites Ni-P-MWCNT étaient inférieurs à ceux du film d'alliage Ni-P avant et après le traitement thermique [56]. Les effets du MoS₂ sur les revêtements tribologiques ont été étudiés [45]. Comparé à un revêtement Ni-P pur, le revêtement composite Ni-P-MoS₂ a présenté une réduction spectaculaire du coefficient de frottement contre une bille en acier de roulement de 0,45 à 0,05. De plus, les propriétés mécaniques et de frottement sont caractérisées, révélant qu'une quantité suffisante de WS₂ intégrée dans les revêtements Ni-P permet un coefficient de frottement réduit de 0,17 par la formation d'un tribofilm autolubrifiant [44].

I.5.2.3 Résistance à la corrosion des revêtements composites Ni-P

Des dépôts cristallins et amorphes ont été découverts pour montrer une variété de tendances à la corrosion. En général, à mesure que la teneur en phosphore des dépôts de Ni-P dans les solutions corrosives augmente, leur perte de poids diminue [3]. Les revêtements composites Ni-P ont une résistance à la corrosion plus élevée que les revêtements Ni-P, car les particules de deuxième phase renforcées favorisent à la fois la croissance de sites de nucléation supplémentaires et empêchent la formation normale de cristaux de Ni-P [8, 34, 58].

Des essais électrochimiques ont été réalisés par ZHOU et al. [34] pour examiner le comportement à la corrosion des revêtements composites (Ni-P-TiN). Le revêtement en alliage Ni-P démontre une meilleure résistance à la corrosion pour une brève immersion que le revêtement composite Ni-P-TiN, a-t-il été déterminé. Mais pour une résistance à la corrosion à long terme, les nanoparticules de TiN dans les revêtements composites sont cruciales. Un revêtement composite Ni-P-TiN, par exemple, peut résister à la corrosion lorsqu'il est immergé dans une solution de NaCl pendant 1600 heures, mais un revêtement en alliage Ni-P perd sa capacité à résister à la corrosion après seulement 180 heures (figure I.8).

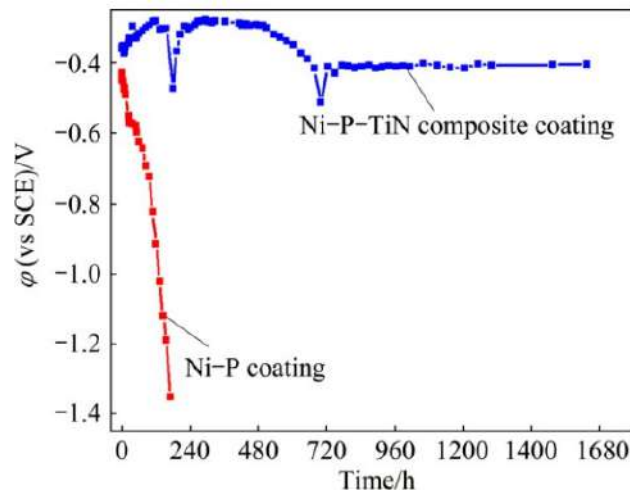


Figure I.8 OCP d'un revêtement composite Ni-P-TiN et d'un revêtement Ni-P dans une solution de NaCl à 3,5 % à température ambiante pour différents temps d'immersion [34]

Il existe un processus d'auto-récupération important du revêtement Ni-P contenant des nanoparticules de TiN, qui contribue à la résistance à la corrosion de l'alliage de magnésium AZ91D lors d'une immersion prolongée. L'impact de la concentration des renforts mixtes sur les caractéristiques électrochimiques a été étudié par K. M. Zadeh [58]. Ils sont arrivés à la conclusion qu'au fur et à mesure que la proportion de particules céramiques mélangées augmente, la résistance à la corrosion des revêtements Ni-P augmente également. Cependant, leur surabondance conduit à des agglomérations et à des défauts de surface, qui créent des cellules galvaniques à l'interface métal/revêtement défailante et réduisent la capacité des revêtements à résister à la corrosion (figure I.9).

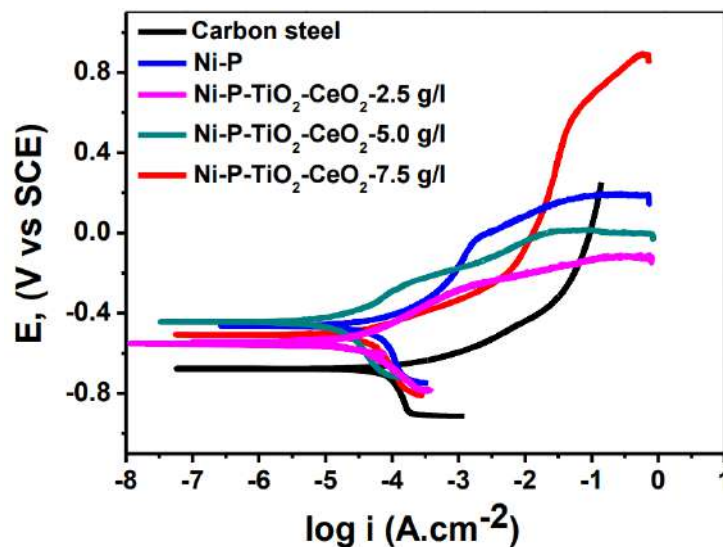


Figure I.9 Droites de Tafel pour substrat en acier au carbone non revêtu, Ni-P, Ni-P-TiO₂-CeO₂-2,5 g/l, Ni-P-TiO₂-CeO₂-5,0 g/l, Ni-P-TiO₂-CeO₂-7,5 g/l de revêtements nano composites dans une solution de NaCl à 3,5 % à une vitesse de balayage de 0,167 mV s⁻¹ [58].

I.5.3 Revêtement composite Ni-P-Y₂O₃

Les nanoparticules d'Yttria (Y₂O₃) ont été utilisées dans cette étude comme nano-additifs pour les revêtements inorganiques Ni-P. Lorsqu'il est ajouté à divers revêtements, Y₂O₃ présente de bonnes propriétés mécaniques et anticorrosion, est non dangereux, insoluble dans l'eau et a une bonne stabilité thermique. Il existe une seule étude dans littérature sur les revêtements nano-composites de Ni-P-Y₂O₃ électrodéposés [8].

A. Bahgat Radwan et al. [8] ont étudié l'effet de la concentration des nanoparticules Y₂O₃ dans le bain sur la composition structurale, morphologique, mécanique et corrosion des revêtements composites de Ni-P-Y₂O₃. Ils ont été conclues que :

- le raffinage du grain a eu lieu par addition de nanoparticules de Y₂O₃. La taille moyenne des grains diminue de $17 \pm 4 \mu\text{m}$ pour Ni-P- 0,25 g/l de Y₂O₃ lors de l'ajout de 0,50, 0,75 et 1,00 g/l de nanoparticules de Y₂O₃ à 9 ± 2 , 5 ± 2 et $2 \pm 1 \mu\text{m}$, respectivement.

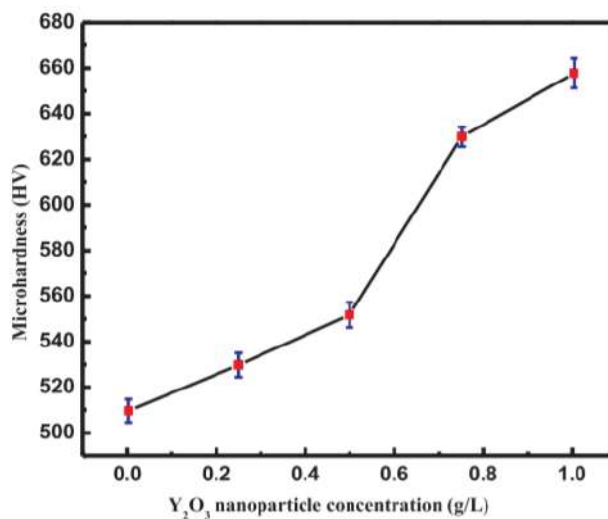


Figure I.10 Dureté des revêtements Ni-P et Ni-P-Y₂O₃

pour des concentrations croissantes de Y₂O₃ de 0,25, 0,50, 0,75 et 1,00 g/l [8].

- La micro-dureté (Figure I.10) montre une amélioration des propriétés mécaniques par le dépôt de nanoparticules de Y₂O₃ durs dans une matrice Ni-P. La dureté mécanique de HV 510 ± 5 a été enregistrée pour le revêtement Ni-P, tandis que la dureté des revêtements Ni-P-Y₂O₃ avec des concentrations croissantes de Y₂O₃ de 0,25, 0,50, 0,75 et 1,00 g/l était de HV 530 ± 5 , HV 552 ± 4 , HV 630 ± 6 et HV 659 ± 7 , respectivement.
- La courbe (figure I.11) de nano indentation du Ni-P possède une surface comparativement plus grande que celle des revêtements nano-composites Ni-P-Y₂O₃. Les revêtements Ni-P présentent une pénétration plus profonde que les revêtements

nano-composites Ni-P-Y₂O₃, ce qui montre clairement que les qualités mécaniques des revêtements se sont améliorées grâce à l'ajout des nanoparticules céramiques dures Y₂O₃. Une plus grande profondeur d'indentation d'environ 80,13 nm a été obtenue pour des revêtements de Ni-P tels que déposés qui ont été réduits à environ 40,1 nm avec l'incorporation de 1,00 g/l de nanoparticules de Y₂O₃.

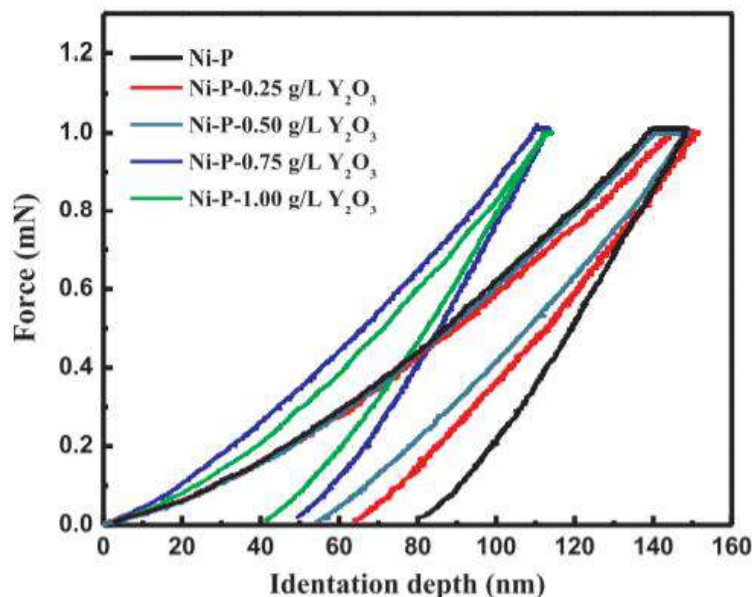


Figure I.11 Profils de chargement et de déchargement par nano-indentation pour les revêtements Ni-P et Ni-P/Y₂O₃ pour des concentrations croissantes de Y₂O₃ de 0,25, 0,50, 0,75 et 1,00 g/l [8].

- Par rapport aux revêtements Ni-P (28,4 %), l'efficacité de protection contre la corrosion des revêtements Ni-P/Y₂O₃ a été augmentée jusqu'à 90,8 % avec des concentrations de Y₂O₃ de 1,00 g/l, respectivement.

I.6 Paramètres affectant le processus d'électrodéposition

Une matrice métallique ou d'alliage incorporant des particules dures telles que Y₂O₃, Al₂O₃, TiO₂, SiC, WC ou TiN en tant que secondes phases constitue des revêtements composites électrodéposés. Les effets des paramètres d'électrodéposition, tels que les conditions d'électrolyse (composition et agitation du bain électrolytique, présence d'additifs, température, pH), les conditions de courant (valeurs de densité de courant et mode de courant), et les propriétés de renforcement (type, taille, forme, concentration, conductivité, charge de surface), sur la structure, la morphologie et les propriétés du composite font l'objet de nombreuses recherches depuis plusieurs décennies [6, 12, 13].

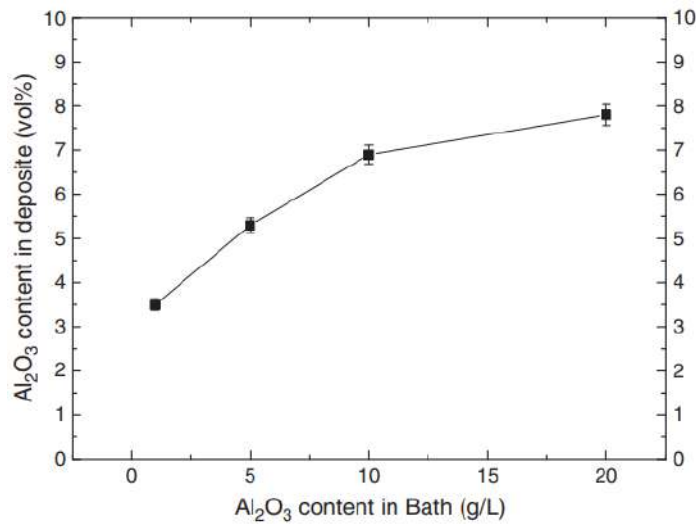


Figure I.12 Pourcentage volumique de particules nano-Al₂O₃ déposées dans les revêtements en fonction de la concentration en Al₂O₃ dans le bain de placage [38]

I.6.1 Concentration, type, forme et taille des particules

Au cours du processus de dépôt, les propriétés du revêtement peuvent changer en fonction du rapport métal/particules, de la taille des grains du revêtement, de la concentration de particules dans l'électrolyte et d'autres facteurs. La concentration de particules dans l'électrolyte affecte la rapidité avec laquelle les particules sont incorporées dans le volume du dépôt [6, 12, 13]. Selon Sheu et al. [38], le pourcentage volumique de particules de nano-Al₂O₃ dans les composites à matrice Ni-P augmente à mesure que la concentration de particules dans le bain augmente. Sur la figure I.12, il est clair que la teneur en nanoparticules Al₂O₃ dans les revêtements composites augmente considérablement au fur et à mesure que la charge de particules dans la solution de placage augmente de 1 à 10 g/l et une augmentation supplémentaire de la charge de particules à 20 g/l, la quantité de les particules d'alumine n'ont augmenté que légèrement. Ce comportement a été confirmé par d'autres chercheurs pour une large gamme de systèmes de particules métalliques [11, 27, 30, 32, 39, 40]. Les résultats FESEM des revêtements Ni-P et Ni-P-Y₂O₃ avec des teneurs croissantes en Y₂O₃ de 0,25, 0,50, 0,75 et 1,00 g/l sont présentés à la figure I.13 [8]. Une surface homogène lisse peut être remarquée, avec la présence de petits nodules sphériques. De plus, en augmentant la teneur en nanoparticules de Y₂O₃ de 0,25 à 0,50, 0,75 et 1,00 g/l dans le bain de placage, les revêtements électrolytiques deviennent plus rugueux et plus denses avec des modifications significatives des dimensions des nodules.

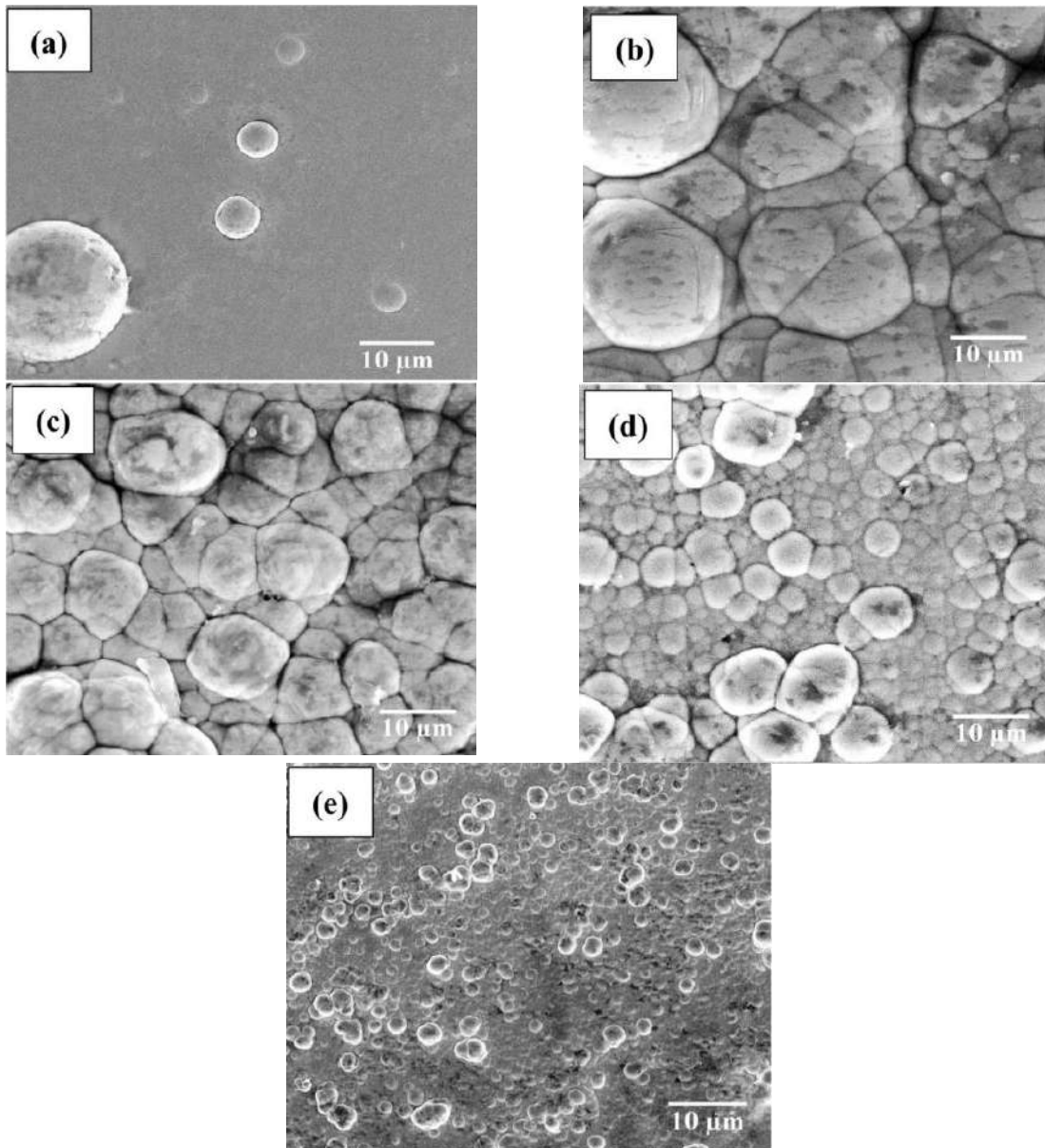


Figure I.13 Images FESEM des revêtements nano-composites Ni-P et Ni-P-Y₂O₃ ainsi préparés, avec des concentrations croissantes de Y₂O₃ de (b) 0,25, (c) 0,50, (d) 0,75 et (e) [8].

Les valeurs absolues de la teneur en particules varient selon les systèmes. Par exemple, Ehrhardt [59] a trouvé que le SiC conducteur présentait une codéposition plus importante au sein de la matrice de Ni par rapport à Al₂O₃ non conducteur. Cette conclusion est corroborée par l'étude de Chen et al. [60] qui ont également observé que le type de particules avait un impact plus important sur le processus de co-dépôt. Ils ont découvert que les particules α -Al₂O₃ étaient plus facilement co-déposées avec le cuivre que le γ -Al₂O₃.

Récemment, Sadeghi, dans sa thèse de doctorat [7], a résumé les conclusions sur les effets de l'utilisation de divers types et tailles de particules dans les composites Ni et Ni-P. L'effet de type particule a été exploré en utilisant des nanoparticules Al₂O₃, TiO₂ et SiC ayant la même taille de grain nominale. La quantité d'incorporation de particules, la morphologie du

revêtement, la microstructure, les contraintes résiduelles, etc., étaient toutes très différentes dans le cas de types de renforcement différents. Pour le Ni-P, la co-déposition de TiO_2 a entraîné la plus grande quantité d'incorporation et la plus forte diminution de la contrainte résiduelle lors du recuit.

Surviliene et al. [61] ont examiné la codéposition des particules de MoO_2 et de TiO_2 avec le chrome et ont constaté que la taille des particules utilisées était importante. Ils ont découvert que, contrairement à la taille des particules, le type de particules avait un impact plus important sur la morphologie du revêtement. En plus, Sadeghi [7] a étudié le co-dépôt de particules Al_2O_3 de taille nanométrique et submicrométrique. Lors de l'utilisation de particules de différentes tailles, des différences considérables ont été observées dans la structure cristalline du nickel, sa dureté, sa concentration en phosphore et ses contraintes internes. En ce qui concerne le Ni-P, les particules de taille submicronique diminuent significativement la concentration en phosphore du dépôt par rapport aux particules de taille nanométrique. Ceci était associé à une adsorption d'hydrogène plus élevée sur ces particules, d'où une restriction plus importante de la production de phosphore dans ce cas.

Selon A. Zoikis-Karathanasis et al. [12], l'augmentation de la concentration en SiC du bain fait augmenter la teneur en SiC des composites tandis que sa teneur en P diminue. Considérant qu'une corrélation entre les particules de SiC incorporées et la teneur en P dans la matrice amorphe (Ni-P) a été trouvée, car une codéposition accrue de SiC dans le composite a entraîné une teneur en P plus faible dans la matrice amorphe. Ce comportement a été attribué à la restriction de la production de phosphine due à une meilleure adsorption de H^+ à la surface des particules de SiC.

I.6.2 Densité de courant

Le paramètre le plus fréquemment recherché, avec la concentration en particules, est sans aucun doute la densité de courant. La densité de courant, qui est également un facteur clé dans la régulation du taux de dépôt, a un impact sur la concentration, la composition et la morphologie des particules incorporées dans les revêtements. Le courant par surface de cathode est utilisé pour définir la densité de courant. De plus, cela affecte l'épaisseur des films composites, ce qui signifie que lorsque la densité de courant augmente, l'épaisseur des revêtements augmente également. Les grands défauts de surface dans les films sont provoqués par une faible densité de courant. La densité de courant régule activement le processus de co-déposition. Moins de particules sont incorporées dans le revêtement et le dépôt de la matrice métallique se déroule plus rapidement avec une augmentation de la densité de courant. Pour

que le métal croisse à une vitesse plus rapide que l'adsorption cathodique, la densité de courant doit être aussi faible que possible pour un dépôt uniforme. Dans la matrice métallique, le renforcement des nanoparticules limite la croissance des grains et réduit la déformation plastique de la matrice métallique, combinant les effets du raffinement du grain et du renforcement de la dispersion, augmentant ainsi considérablement la dureté des revêtements composites. D'autre part, une densité de courant élevée pendant le processus de réduction élève le pH au voisinage de l'électrode, ce qui met le gaz hydrogène en opposition au dépôt de métal. La tension interne du dépôt résulte de la décharge d'hydrogène. Les valeurs de densité de courant auxquelles le dégagement d'hydrogène ne correspond pas au dépôt de métal doivent être déterminées [52].

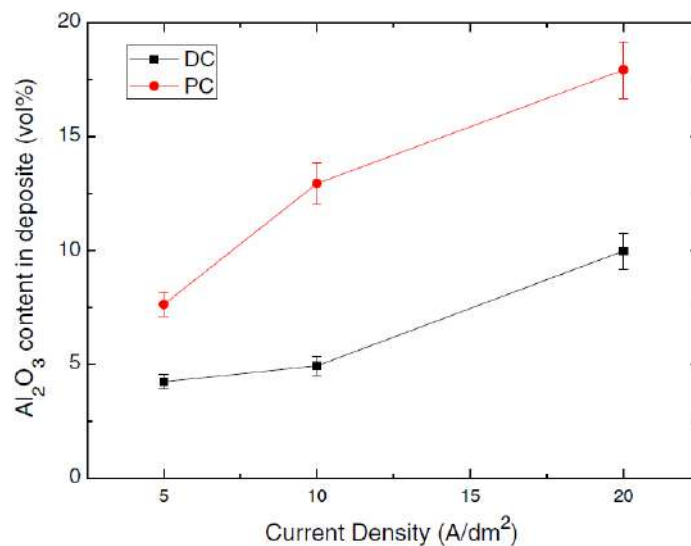


Figure I.14 Teneur en Al_2O_3 dans les revêtements pour le placage pulsé et direct à 10 g/l de Al_2O_3 dans le bain en fonction de la densité de courant [38]

Dans les revêtements composites créés par placage CP et placage CC, respectivement, Sheu et al. [38] ont étudié l'impact de la densité de courant sur la quantité de nanoparticules de Al_2O_3 intégrées. Ces deux processus de placage ont été réalisés avec le même niveau moyen de courant pendant le placage. La figure I.14 montre que dans les deux situations, la quantité de particules de Al_2O_3 co-déposées augmente parallèlement à la densité de courant. Quelle que soit la densité de courant, il est clair que le placage pulsé provoque une proportion plus élevée de codéposition de particules que le courant continu. Ceci pourrait être associé au temps de relaxation prolongé T_{off} qui permet un réapprovisionnement satisfaisant en particules Al_2O_3 dans le catholyte et conduit donc à l'augmentation de l'incorporation des particules dans la matrice d'alliage. A ce jour, des résultats contradictoires ont été publiés sur les effets de la densité de courant sur la quantité de renforts incorporés dans la matrice Ni-P alliage où selon Safav et al. [36], la codéposition de nanoparticules de TiO_2 implique trois étapes distinctes : (i)

les nanoparticules de TiO_2 ont une forte tendance à s'adsorber sur la surface de la cathode à $0-5 \text{ Adm}^{-2}$; (ii) une tendance descendante d'adsorption des nanoparticules de TiO_2 est générée à $5-10 \text{ Adm}^{-2}$. Dans cette plage de densité de courant, les ions métalliques présentent une tendance plus élevée à s'adsorber sur le substrat ; et (iii) augmenter la tendance des nanoparticules de TiO_2 à s'adsorber sur la cathode à $10-15 \text{ Adm}^{-2}$. En fait, on peut conclure qu'il existe une compétition entre les particules incorporées et les ions métalliques pour s'adsorber sur la cathode et la quantité de particules adsorbées peut varier à différentes densités de courant.

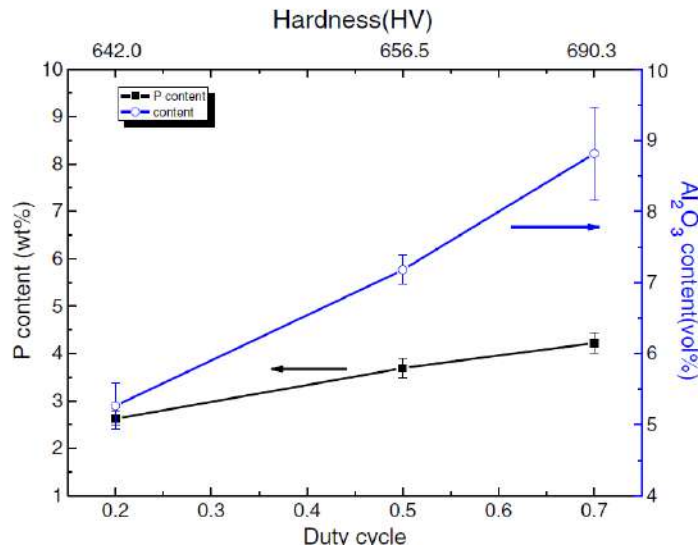


Figure I.15 Effets du cycle de service sur la micro-dureté du revêtement en fonction de la teneur en phosphore et en Al_2O_3 [38]

Afin de contrôler les propriétés mécaniques et de corrosion des revêtements à base de Ni-P, la quantité de phosphore est jouée un rôle critique [2-4, 36, 38, 39]. Avec une densité de courant moyenne de 10 A/dm^2 , une fréquence de 100 Hz et une concentration de $10 \text{ g/L Al}_2\text{O}_3$ dans le bain, Sheu et al. [38] ont étudié l'effet du rapport cyclique sur la micro-dureté des revêtements Ni-P- Al_2O_3 , la teneur en phosphore et les particules dans le dépôt plaqué dans des conditions CP. La figure I.15 illustre leurs conclusions. Avec un cycle de service plus élevé, les dépôts deviennent plus micro-durs. Cette figure démontre également que la teneur en phosphore du dépôt augmente à mesure que le rapport cyclique augmente. Comme on peut le voir, pour un rapport cyclique de 0,7, une micro-dureté maximale de $690,3 \text{ Hv}$ a été notée, la teneur en P et le pourcentage d'incorporation de particules Al_2O_3 dans ce composite réalisé à partir d'un bain contenant $10 \text{ g/l Al}_2\text{O}_3$ sont respectivement de 3,9 et 8,8% vol. Par contre, Selon Safav et al. [36], la quantité de phosphore dans les revêtements diminue à mesure que la densité de courant appliquée augmente. Voici les deux principales causes à l'origine d'une telle diminution :

- i. Le phosphore et le nickel doivent co-déposer, et plus d'ions H^+ sont nécessaires pour que cela se produise. Cependant, la recombinaison simultanée d'espèces H adsorbées en surface (H_{ads}) entrave la réduction de H_3PO_3 en phosphore. Cette recombinaison devient plus avantageuse à des densités de courant plus importantes, ce qui ralentit la vitesse de dépôt de phosphore.
- ii. Avec l'augmentation de la densité de courant, le pourcentage volumique de particules de renforcement implantées, telles que TiO_2 , etc., augmente considérablement. Une densité de courant plus élevée entraîne une force d'électrophorèse plus forte, ce qui en est la cause. Par conséquent, le co-dépôt de phosphore peut être limité avec une incorporation supplémentaire des renforts. De même, Benea et al. [51] ont constaté que le pourcentage en poids de cobalt dans les revêtements Ni-Co-SiC diminue avec l'augmentation de la densité de courant tandis que la teneur en SiC augmente.

I.6.3 Agitation

L'incorporation de particules est influencée par l'agitation de la solution de placage. Plusieurs techniques d'agitation sont utilisées, notamment le pompage entre les plaques, la purge d'air, l'agitation par ultrasons et l'électrolyte pompé...etc. Les particules dans le bain ne peuvent pas toujours se disperser entièrement si l'agitation est trop lente (flux laminaire), sauf si leur densité est faible. Une mauvaise incorporation des particules se produit lorsqu'il n'y a pas suffisamment de temps pour que les particules se connectent à la surface en raison d'une agitation excessive (turbulence) [6, 12, 13, 49].

Un bain de type Watts modifié sans additif a été utilisé pour créer des revêtements composites Ni-P/SiC dans des conditions hydrodynamiques variées dans des conditions de courant pulsé et direct [31]. La figure I.16 montre la dépendance du taux d'incorporation de SiC par rapport à la vitesse de rotation de la cathode dans des conditions de placage à courant continu et courant impulsions. Il est évident que le placage par impulsions conduit à un pourcentage de codéposition de particules plus élevé par rapport au CC, quelle que soit la vitesse de rotation du RDE. Il est à noter que le taux de codéposition dans des conditions de CP est presque doublé dans certains cas par rapport au régime CC sous la même valeur de vitesse RDE. Cela pourrait être associé au temps de relaxation prolongé T_{off} qui permet un réapprovisionnement satisfaisant en particules de SiC dans le catholyte et conduit par conséquent à l'augmentation de l'incorporation de particules micrométriques dans la matrice d'alliage.

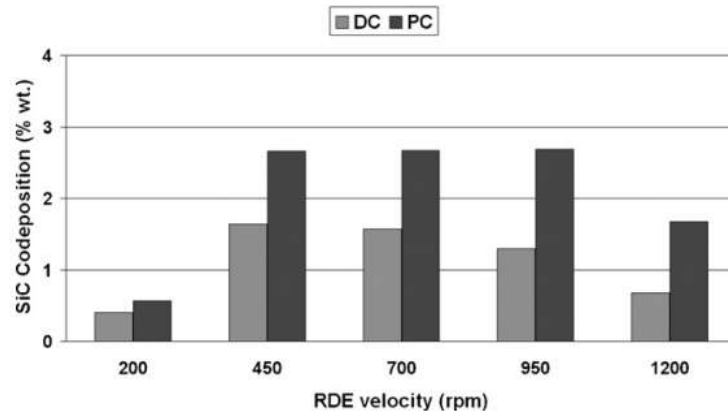


Figure I.16 Concentration des particules de SiC dans le dépôt en fonction de la vitesse RDE dans des conditions CC et CP (d.c. = 50 %, = 1 Hz). [31].

De plus, la codéposition des particules de SiC est favorisée à des vitesses de RDE comprises entre 450 et 950 tr/min pour les deux types de courant appliqué. En général, lorsque la vitesse de rotation est augmentée, un effet bénéfique sur l'incorporation de particules est révélé, qui pourrait être attribué à un écoulement convectif accru vers l'électrode à disque. D'autre part, le pourcentage de codéposition a tendance à diminuer à des vitesses de rotation très élevées. Dans ce cas, un écoulement radial intense a tendance à éliminer les particules fixées avant qu'elles ne soient englouties dans la matrice d'alliage métallique [30, 51].

I.6.4 Température du bain

Brenner et al. [23] a été démontré que la température est l'une des variables les plus importantes dans le placage des alliages de phosphore. Ils ont été démontré que l'augmentation de la température augmente l'efficacité de courant, mais lorsque la teneur de phosphore croissant dans le dépôt, alors l'efficacité de courant diminue. Les dépôts obtenus à température ambiante étaient stressés et non solide.

La température a deux effets opposés sur ce processus. D'une part, il augmente la diffusion et, d'autre part, il augmente également la vitesse de croissance des cristaux. Tout en permettant une taille de grain plus petite, il diminue la polarisation de la cathode et, en raison de la libération d'hydrogène, cet effet transforme la morphologie du revêtement en structure spongieuse. Pour cette raison, la température doit être ajustée et maintenue stable tout au long du processus [52].

Il n'y a pas beaucoup de publications dans la littérature examinant comment ce paramètre affecte le processus de codéposition électrochimique, Les travaux [77, 78] montrent la corrélation entre l'incorporation des particules co-déposées dans la matrice métallique ou la morphologie du revêtement et la température de la solution.

L'effet de la température semble varier pour différents systèmes de codéposition. Pour Ni-Al₂O₃, aucun effet de la température sur le pourcentage de particules incrustées n'a été trouvé [62, 63]. D'autre part, la teneur en graphite d'une matrice Cr augmentait avec une température (figure I.17) allant jusqu'à 50°C [64], tandis que pour le Cr-Al₂O₃ [65] exactement l'inverse a été rapporté, par exemple, une réduction de la teneur en particules jusqu'à 50 ° C. Dans les deux cas, aucun effet au-dessus de cette température n'a été trouvé. Pour Ni-V₂O₅, une teneur maximale en particules à 50 ° C a été signalée [66]. Une diminution continue du pourcentage en poids de particules incorporées dans le cuivre a été observée par Tomaszewski et al. [67].

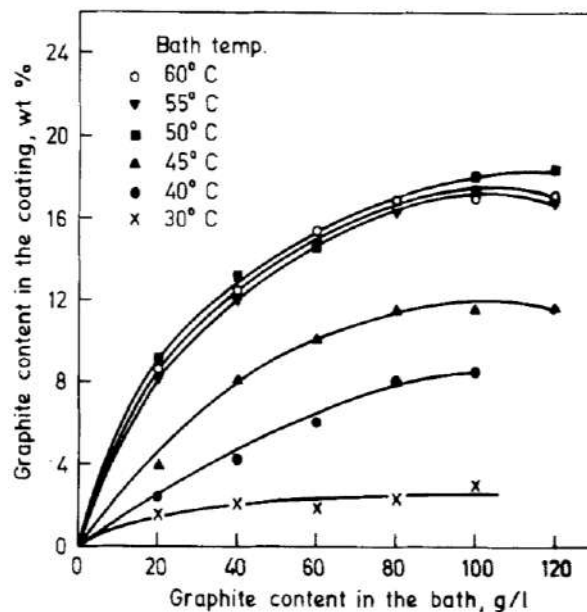


Figure I.17. Effets des variations de température et de la teneur en graphite du bain de placage sur la teneur du revêtement à 50 A/dm² [64]

Selon Y. Li et al. [73], la micro-dureté du revêtement composite Ni-P-(sol)Al₂O₃ augmente initialement avant de diminuer. Cela s'explique par le fait que la hausse des températures augmente la force motrice cinétique, ce qui peut accélérer le processus de nucléation et provoquer la création de grains fins. Ces grains fins ont réussi à l'empêcher de croître, ce qui a entraîné une augmentation de la dureté du revêtement. À mesure que la température continue d'augmenter, la force motrice thermodynamique de la cristallisation diminue avec une augmentation de la taille critique du noyau, ce qui entraîne une diminution des densités de noyau, c'est-à-dire la formation de grains grossiers. La formation de tels grains grossiers est susceptible de rendre la structure lâche et la dureté du revêtement diminuée. Cet écart peut se produire du fait qu'une augmentation de la température du bain a deux effets contradictoires sur la force motrice thermodynamique et cinétique. De plus, lorsque la

température est trop élevée, la viscosité de la solution de placage, la force d'adhérence de la surface de la cathode, la quantité de Al_2O_3 dans le revêtement et la micro-dureté diminue. En conséquence, la température de placage doit être maintenue à environ 55°C .

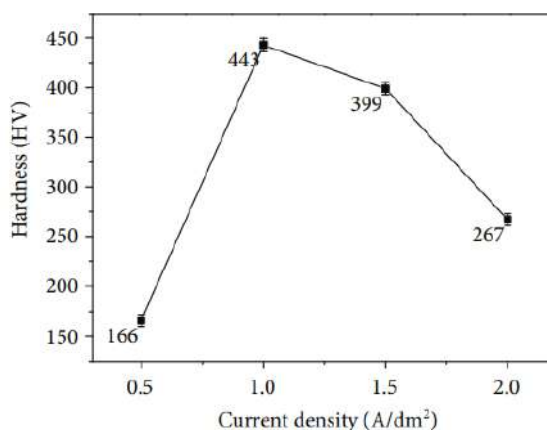


Figure I.18 Effet de la densité de courant sur la micro-dureté du revêtement [73]

D'autre part, Les valeurs de température élevées entraînent une augmentation de la consommation d'énergie et de la chaleur pour l'évaporation du bain. De plus, les contraintes thermiques arrivent à des températures de traitement élevées et peuvent devenir un problème sérieux, en particulier lorsque le revêtement et le substrat ont des coefficients de dilatation thermique différents. Par conséquent, une température de placage optimale doit être préférée pour satisfaire la consommation d'énergie et la qualité du revêtement.

I.6.5 Composition du bain, additifs et pH

L'utilisation réussie d'une cellule pour l'électrodéposition dans la production d'électrodépositions des propriétés souhaitées dépend de la compréhension de chaque composant ; en particulier, les composants de l'interface métal-solution. Les propriétés des revêtements composites électrodéposés sont fortement influencés par les espèces anioniques en solution et de la composition du bain électrolytique utilisé. La présence de complexant, 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, La dispersion des particules et la composition des espèces peuvent toutes deux être influencées par le pH et la concentration en composants du bain en plus de leur acidité. Afin de générer des revêtements à l'aide de cette méthode, l'un des sujets les plus étudiés est la composition du bain, et différents bains produiront sans aucun doute des revêtements de qualités différentes.

La concentration du bain a généralement un impact significatif sur les performances de placage pendant le processus de dépôt électrolytique. Dans des circonstances typiques de

placage, l'augmentation de la concentration du bain augmentera la quantité d'ions métalliques en solution. Par conséquent, cela augmentera le taux de dépôt du processus de placage. Une variété d'électrolytes ont été utilisés pour le processus d'électro-codéposition pour former une matrice métallique composite de Ni-P, notamment un bain de Watts modifié [2], ou un bain de Brenner [23-25]. Les deux bains sont à base de sulfate de nickel et de chlorure de nickel avec tampon pH (H_3BO_3 , H_3PO_4), l'acide phosphoreux (H_3PO_3) comme source de phosphore, classiques, les additifs et les conditions opérationnelles sont bien établis et la galvanoplastie offre une technique de production contrôlée, polyvalente et à coût modéré nécessitant installations simples.

Un autre élément crucial dans le processus de galvanoplastie composite est l'utilisation des tensioactifs appropriés pour fournir une dispersion stable des particules dans la solution de galvanoplastie. En raison de l'énergie de surface élevée des particules, les suspensions colloïdales et à l'échelle nanométrique sont thermodynamiquement instables. Il est donc essentiel de les maintenir non agglomérées par le moyen d'agitation et l'ajout d'agents tensioactifs. Des tensioactifs cationiques, anioniques, et non ioniques et leurs combinaisons peuvent être utilisés pour contrôler la charge de surface des particules. Des valeurs élevées de potentiel zêta de signe identique maximisent la répulsion électrostatique entre les particules en minimisant leur aggrégation, contribuant ainsi à assurer une suspension de particules stable. Cependant, des quantités excessives de tensioactifs doivent être évitées car elles peuvent réduire la surface active de la cathode et augmenter la fragilité des dépôts [6, 52]. P. Narasimman et al. [68] ont étudié l'effet de divers tensioactifs (TX, DDS, SAC, CTAB, TMAI, TMAH) sur la codéposition en % en volume de β -SiC dans une matrice de nickel. De tous les additifs étudiés, le TMAH s'avère être le meilleur pour produire des dépôts avec une incorporation de % de SiC en volume le plus élevé et une distribution plus homogène.

L'effet des additifs peut être influencé sur la croissance des grains, ses tailles, et ses limites et affecter l'orientation de la cristallite conduisant à une réduction de la taille des facettes, c'est-à-dire l'influence sur la microstructure et les propriétés physiques des dépôts. Ils sont utilisés pour affecter la formation de noyaux métalliques, son mécanisme de croissance en un revêtement métallique solide (formation de dépôt progressive ou instantanée), pour supprimer les réactions secondaires indésirables (par exemple, dégagement gazeux d'hydrogène ou d'oxygène), pour favoriser le co-dépôt d'alliages, dissolution du métal soluble (contre-électrode), pour influencer l'adsorption et la désorption des composés chimiques à la surface de l'électrode [41].

Le pH des solutions de placage est l'une des considérations les plus importantes pour le succès du dépôt électrolytique de composite Ni-P. L'effet du pH sur la composition des dépôts est complexe. Les principaux effets du pH sont sur l'efficacité de courant cathodique, la solidité de dépôts, la dispersion des particules, la codéposition de l'espèce, la quantité de phosphore incorpore dans le dépôt, la microstructure et les propriétés physiques des dépôts [2, 6]. Si le pH dépasse de plusieurs dixièmes la valeur optimale, les dépôts risquent d'être décolorés, soumis à des contraintes ou malsains. D'autre part, si le pH est trop bas, l'efficacité du courant cathodique peut être considérablement réduite [23-25]. En raison de la nécessité de contrôler le pH dans des limites étroites, l'acide phosphorique et l'acide borique sont utilisés comme des agents tampons pour maintenir le bain au pH approprié.

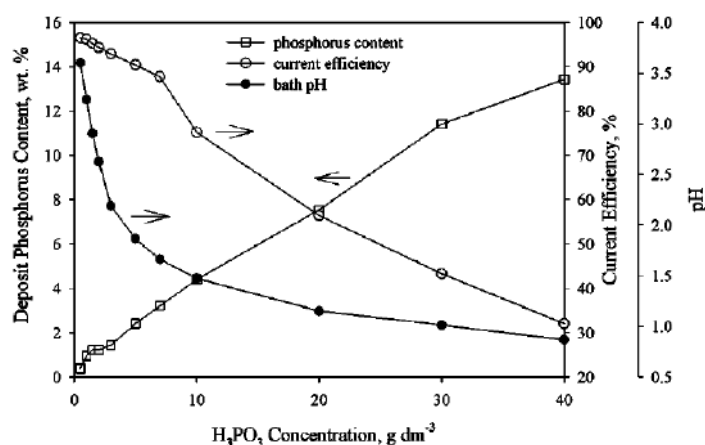


Figure I.19 Effets de la concentration de H_3PO_3 du bain sur le pH, le dépôt de phosphore et l'efficacité du courant [69].

Le pH optimal du bain de Brenner [23] est compris entre 0,5 à 2,0 selon sa composition. De plus, des expériences sur l'ajout d'alcali aux bains d'alliages de phosphore ont indiqué que la précipitation ne se produisait que lorsque le pH atteignait 4 à 5 dans le bain à faible teneur en phosphore et 3 à 3,5 dans le bain à haute teneur en phosphore. La figure I.19 montre le pH du bain et la teneur en phosphore ainsi que l'efficacité de courant des dépôts en fonction de la concentration en H_3PO_3 . L'ajout de H_3PO_3 dans le bain de sulfamate de nickel a réduit le pH du bain et l'efficacité de courant cathodique, ce qui a entraîné la formation de dépôts de Ni-P. Par conséquent, la réduction des protons (H^+) peut être améliorée à mesure que davantage de H_3PO_3 est ajouté, ce qui, à son tour, réduit l'efficacité du courant [69]. En plus, Le pH à l'interface électrode peut être très différent de celui dans la masse de la solution, en raison d'une agitation médiocre mais aussi parce que la réduction des protons augmente le pH à l'interface électrode. Cette fluctuation de la valeur du pH dans le bain produit des structures de composition en couches. Résultats des expériences qui ont été faites par L.S. Lin et al [69] montrent que pH à

l'interface de cathode est approximativement constant en utilisant le courant pulsé avec le courant cyclique de 0,1 ayant des fréquences supérieures à 100 Hz, le pH est environ 1,5. Un pH faible favorise l'adsorption de H^+ , qui, une fois réduit, améliore la couverture de H_{ads} . Le H^+ et le H_{ads} adsorbés contribuent tous deux à la codéposition du phosphore dans le dépôt, quel que soit le mécanisme utilisé.

Dans des circonstances particulières, une précipitation localisée d'hydroxyde métallique au sein de la double couche cathodique est possible. Ces hydroxydes co-déposent avec le métal plaqué et produisent un dépôt défectueux tout en élevant le pH en raison du dégagement d'hydrogène. Des tampons sont donc nécessaires pour réduire ces variations de pH. Les ions hydrogène sont expulsés avec les ions métalliques lors de l'électrodéposition d'une solution aqueuse. L'hydrogène dégagé a non seulement un impact négatif sur l'efficacité du courant cathodique et la vitesse de placage, mais il a également fréquemment un impact négatif sur la structure et les caractéristiques du métal déposé en produisant des piqûres, des dépôts spongieux ou pulvérulents et d'autres défauts [70].

Les recherches concernant l'effet du pH donnent des résultats cohérents. Sautter [62] n'a trouvé aucune influence du pH au-dessus de pH 2 et une forte diminution des particules occluses en dessous de cette valeur pour Ni- Al_2O_3 . Ce résultat a été confirmé pour différents systèmes [63]. Récemment, Yeh et Wan [71] ont remarqué que l'efficacité du courant pour la réduction du nickel diminuait nettement en dessous de pH 2 si des particules de SiC étaient présentes. De plus, ce pH correspond au point de charge nulle des particules de SiC dans une solution de NaCl. On ne sait pas si ces effets s'accompagnent d'une diminution de la teneur en particules en dessous de pH 2, car la teneur en SiC des dépôts n'a pas été mesurée.

Il a également été démontré [47] que les particules en suspension dans les systèmes de codéposition à faible pH acquièrent une charge positive et qu'une force électrostatique s'exercerait sur les particules lorsqu'elles sont à proximité immédiates de la surface de la cathode. Cependant, l'importance de l'attraction électrostatique dans l'électrodéposition de matériaux composites est incertaine puisque les revêtements composites peuvent être produits à partir de systèmes auto-catalytiques.

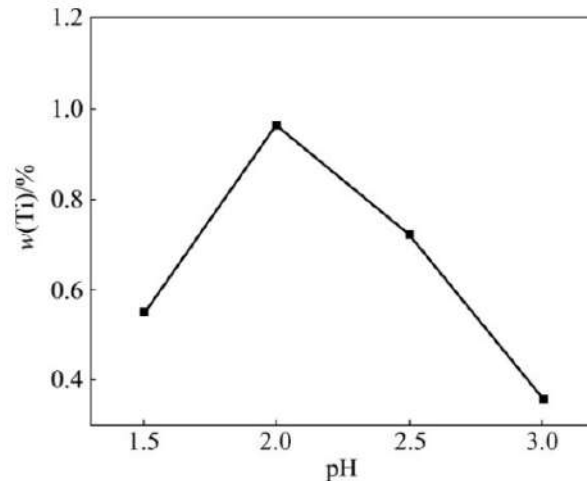


Figure I.20 Effet du pH du bain sur la teneur en Ti des revêtements composites en Ni-P-TiN [26]

Peu de travailleurs ont suffisamment pris en compte l'effet de pH sur l'incorporation des nanoparticules dans le revêtement de matrice Ni-P. O. Berkh et al. [72] ont été observé que des revêtements composites de Ni-P-SiC, contenant 5 à 7 % en poids de P et jusqu'à 6,5 % en poids de SiC ont été produits avec une efficacité de courant d'environ 80 %. La diminution du pH entraîne une diminution de l'efficacité du courant et de l'incorporation des particules, tandis que la concentration en phosphore augmente considérablement, atteignant 12-13% en poids.

La concentration en Ti des revêtements composites Ni-P-TiN est indiquée par rapport au pH de la solution de placage sur la figure I.20. Il est clair que lorsque la valeur du pH passe de pH 1,5 à pH 3,0, la concentration de Ti dans le revêtement composite augmente initialement puis diminue. Il convient de mentionner que la teneur en Ti a culminé à pH 2,0. L'effet du pH du bain de placage sur la teneur en nanoparticules de TiN peut être attribué au fait que différentes valeurs de pH peuvent entraîner un changement de charge de surface sur le substrat et les nanoparticules. En conséquence, la teneur en nanoparticules de TiN du revêtement composite semble être plus élevée à pH 2,0 qu'à pH 3,0. Ainsi, on peut signaler que la teneur en TiN augmente avec l'augmentation du pH jusqu'à une certaine valeur. Au-delà de cette valeur, la teneur en nanoparticules de TiN diminue. La concentration plus faible en H^+ à un pH plus élevé réduit le volume de nanoparticules adsorbées par les ions H^+ , ainsi la teneur en TiN dans les revêtements réduit [26].

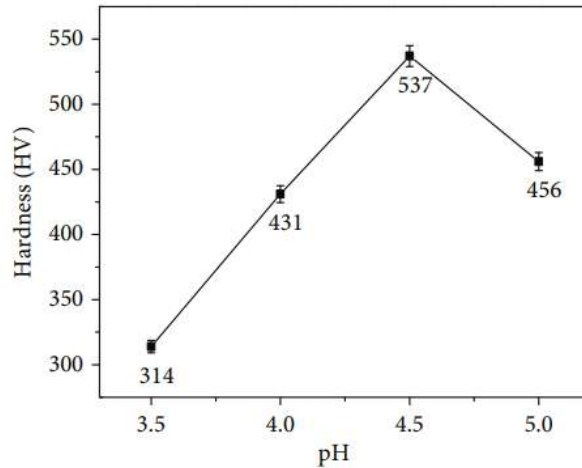


Figure I.21 Effet de la valeur du pH sur la micro-dureté du revêtement [73]

La micro-dureté du dépôt du revêtement composite Ni-P- (sol) Al_2O_3 a été examinée par Y. Li et al. [73] en fonction de la valeur du pH du bain (figure I.21). La micro-dureté du revêtement composite sol augmente d'abord puis diminue avec l'augmentation de la valeur du pH. En effet, la valeur du pH a un impact critique sur le processus de dépôt du nickel et les propriétés mécaniques du revêtement. Près de la zone à forte concentration en H^+ , le taux de dépôt est faible en raison de la lenteur de la formation et de la croissance du noyau cristallin, ce qui entraîne un revêtement mince et aucune amélioration significative de la dureté. De plus, il a été noté que la teneur en P du revêtement est influencée par le pH de la solution de placage, ce qui signifie que la dureté du revêtement augmente à mesure que la concentration de P diminue [69]. L'augmentation du pH peut diminuer la teneur en P dans le revêtement. Lorsque le pH de la solution de placage atteint 4.5, la micro-dureté du revêtement composite de sol était de 537 HV au maximum. Au fur et à mesure que la valeur du pH continue d'augmenter, le revêtement se mélange facilement avec de l'hydroxyde de nickel et d'autres impuretés, ce qui entraîne un revêtement rugueux cassant et une diminution de la dureté.

1.7 Effet des nanoparticules Y_2O_3 sur les propriétés de différentes matrices métalliques

Les nanoparticules Y_2O_3 a été utilisée comme dépôt pour fabriquer notre composite Ni-P- Y_2O_3 . Il y a plusieurs chercheurs ont été introduites avec succès les nanoparticules Y_2O_3 dans une matrice métallique pour préparer un revêtement composite à matrice métallique (MMC). Il y a des effets considérables sur les propriétés de structure, de surface, thermiques, mécaniques et anticorrosion par l'incorporation ces nano particules. L'augmentation de particules de Y_2O_3 dans le bain de Watts pour synthétiser la matrice Ni- Y_2O_3 ont un effet sur le potentiel de réduction passe à une valeur plus négative et le pH augmente. En plus, Le revêtement composite

Ni – Y₂O₃ contenant 4,4 % en poids de particules de Y₂O₃ enregistre la micro-dureté la plus élevée et les meilleures propriétés d'usure par frottement par rapport au nickel pur [11]. Contrairement aux revêtements composites Ni-Y₂O₃ fabriqués sans ultrasons et Ni pur, Y-J Xue [41] a découvert que les revêtements nano-composites Ni-Y₂O₃ générés sous ultrasons présentent une résistance à la corrosion plus élevée et un grain cristallin raffiné. L'ajout de nanoparticules peut modifier le mécanisme d'oxydation du revêtement, améliorer la résistance à l'oxydation à des températures plus élevées et empêcher la diffusion du nickel vers l'extérieur [75]. Le revêtement composite Ni-Al avec un dépôt de 5 g/l Y₂O₃ a montré la contrainte résiduelle de traction la plus faible et la meilleure résistance à la corrosion dans les solutions NaCl et NaOH, selon F. Cai et al. [76], qui a été causée par une réduction de la taille des grains avec l'augmentation de la teneur en Y₂O₃. La stabilité thermique de la matrice Ni-B est améliorée par l'ajout de particules car elle favorise la cristallinité et réduit la taille des grains. Les propriétés mécaniques (comme la dureté, le module d'élasticité et rigidité) et anticorrosion ont été améliorées des manières significatives, attribuables à l'affinage du grain et l'effet de durcissement par dispersion due à la présence des particules durs [9]. Les mêmes observations ont été obtenues par A.B. Radwan et al. [8] dans la fabrication du revêtement composite Ni-P-Y₂O₃. Les résultats du voltamètre linéaire à balayage (LSV) ont indiqué que l'incorporation de particules nano-Y₂O₃ avec la matrice Ni – Co a déplacé le potentiel de dépôt initial vers un potentiel plus positif et a diminué la polarisation cathodique [77]. L'introduction de nanoparticules d'Y₂O₃ dans les revêtements d'alliage Ni-Mo conduit à une diminution significative du nombre de défauts liés à la surface. A la concentration de 3 g/l Y₂O₃, le revêtement nano composite présente les meilleures propriétés mécaniques et anticorrosion [78]. M. S. Safavi et al. [79] ont été incluses de nanoparticules de Y₂O₃ (comme agent de renforcement) et de glycérol (comme additif électrolytique) dans l'alliage Ni-Fe. Les images FE-SEM démontrent qu'une microstructure plus compacte accompagnée de moins de porosités et de défauts est obtenue avec l'inclusion des nanoparticules. De plus, la cartographie EDS et les images de balayage linéaire confirment la dispersion uniforme des renforts sur toute la microstructure. Le revêtement nano composite Ni-Fe- 4g/l Y₂O₃ a la plus haute résistance à la corrosion. Les revêtements composites Ni-W-Y₂O₃ possédaient une impédance électrochimique et dureté plus élevée que le revêtement Ni – W pur. La rugosité de surface des revêtements diminue lorsqu'une petite quantité de 2 g/l de nanoparticules de Y₂O₃ est incorporée. En plus, les nanoparticules de Y₂O₃ agissent comme des sites de nucléation qui pourraient augmenter le nombre de points de nucléation et la migration des joints de grains a été entravée [80]. L'amélioration signalée des performances de corrosion du revêtement à base

de Ni – Cu en ajoutant des nanoparticules de Y_2O_3 [46]. B. Li et al. [82] ont été synthétisé par électrodéposition par impulsions à différents cycles de service un revêtement protecteur nano composites Ni-B / TiC- Y_2O_3 . Le cycle de service de 30% était le paramètre optimal pour la meilleure résistance à la corrosion et à l'usure, et bénéficie d'une faible rugosité et d'une structure à grains fins. Actuellement, les revêtements composites sont utilisés avec succès dans diverses applications d'ingénierie telle que les industries automobile, aérospatiale, pétrochimique, processus chimique et minéraux, exploitation minière, dessalement de l'eau, informatique, électronique, milieu marin, et nucléaire etc. [29, 42, 47].

I.8 Revue de littérature

Une étude approfondie de la littérature a été réalisée pour étudier l'effet paramétrique de l'électrodéposition des revêtements composites de matrice Ni-P. Les études menées dans ces articles portent principalement sur les paramètres électrodépositions tels que la concentration des nanoparticules dans le bain, la densité de courant, la vitesse d'agitation de l'électrolyte ...etc. et comment ceux-ci affectent les propriétés de dépôt comme l'efficacité de courant cathodique, micro-dureté, la corrosion, et ...etc.

Y. Li et al. (2020) [73] ont été préparé un revêtement Ni-P- (sol) Al_2O_3 par la technique sol-gel et électrodéposition. Le revêtement composite Ni-P-(sol) Al_2O_3 peut être électrodéposé dans des conditions idéales de pH 4,5, température $55^\circ C$, densité de courant $1 A/dm^2$ et dosage de sol Al_2O_3 d'environ 80 ml/L. Le revêtement composite Ni-P- (sol) Al_2O_3 a des grains plus fins et plus uniformes, un dépôt plus dense et une dureté plus élevée que le revêtement Ni-P. Les densités de courant de corrosion du revêtement Ni-P et du revêtement Ni-P- (sol) Al_2O_3 sont respectivement de $5.57 \times 10^{-4} A/cm^2$ et $4.18 \times 10^{-4} A/cm^2$. Par rapport au revêtement Ni-P, la résistance à la corrosion dans une solution de NaCl à 3,5 % s'est améliorée. Le revêtement composite Ni-P-(sol) Al_2O_3 présente des qualités de frottement et d'usure supérieures au revêtement Ni-P.

M. S. Safavi et al. (2019) [36] ont été examinés les impacts de la densité de courant appliquée et du traitement thermique sur la morphologie, la structure de phase, la micro-dureté et les performances de corrosion des revêtements nano-composites Ni-P- TiO_2 . Ils ont été conclue que le revêtement Ni-P-10 g/L TiO_2 déposé par électrolyse à $15 A dm^{-2}$ présente des propriétés mécaniques et anticorrosion supérieures en raison de la plus grande quantité d'intermétalliques Ni_3Ti . En plus, La micro-dureté des revêtements traités thermiquement s'améliore considérablement après le traitement thermique. La génération de phase Ni_3P est responsable de cette amélioration.

A. B. Radwan et al. (2018) [8] ont été mis en œuvre pour développer un nouveau revêtement nanocomposite Ni-P-Y₂O₃ par le processus d'électrodéposition utilisant différentes concentrations de Y₂O₃ de 0,25, 0,50, 0,75 et 1,00 g/L. La présence de nanoparticules a été confirmée par le XPS, le revêtement électrodéposés est de nature amorphe et une modification importante de la taille du grain a été constatée avec l'augmentation du contenu en nanoparticules de Y₂O₃. Les résultats de micro-dureté et de nano indentation ont montré une amélioration des propriétés mécaniques par le dépôt de nanoparticules de Y₂O₃ durs dans une matrice Ni-P. Enfin, L'efficacité de protection contre la corrosion des revêtements Ni-P/Y₂O₃ s'est avérée être jusqu'à 90,8 % supérieure à celle des revêtements Ni-P (28,4 %) à des concentrations de Y₂O₃ de 1,00 g/L, selon les données potentiodynamiques. Une amélioration simultanée des propriétés mécaniques et anticorrosion a été observée par addition de nanoparticules de Y₂O₃ dans une matrice Ni-P afin de former des revêtements nano-composites de Ni-P-Y₂O₃.

R. Bernasconi et al. (2017) [39] ont été synthèse des revêtements composites Ni-P renforcés avec des particules B₄C. Lorsqu'un courant d'impulsion est utilisé, une plus grande quantité de particules est incorporée. La nucléation a été étudiée par analyse électrochimique et il a été constaté qu'elle se produit à environ -0,488 V par rapport à SCE. En comparant les résultats avec le modèle Sharifker – Hills, il a été constaté que la nucléation se produit par un mécanisme instantané. Des tests de dureté ont été réalisés et de bonnes valeurs de dureté ont été obtenues, ce qui signifie que Ni-P – B₄C sont de bons candidats pour la nouvelle génération de revêtements.

Y. He et al. (2017) [44] ont été reçue de fabriquer des revêtements Ni-P-WS₂ ayant des propriétés super-hydrophobes et autolubrifiantes combinées qui ont été obtenus par une simple voie de dépôt électrochimique combinant l'électrodéposition du métal avec le dépôt électrophorétique d'un lubrifiant solide. Les revêtements Ni-P-WS₂ présentent des performances autolubrifiantes dans le test de glissement réciproque contre des billes d'acier. Une quantité suffisante de WS₂ dans le revêtement composite assurera la formation d'un tribofilm uniforme pour maintenir un faible coefficient de frottement (aussi bas que 0,17).

Y. He et al. (2016) [45] ont été montre que l'incorporation de particules de MoS₂ dans le composite Ni-P influence fortement les performances de frottement des revêtements. Le revêtement composite Ni-P-MoS₂ a démontré une réduction frappante du coefficient de frottement contre une bille d'acier de 0,45 à 0,05 par rapport à un revêtement Ni-P pur. Le revêtement Ni-P a montré une abrasion et une usure par oxydation importantes, mais le revêtement composite Ni-P-MoS₂ n'en a montré que parfois. Sur le revêtement Ni-P-MoS₂

(7,9 % en poids), un tribofilm uniforme et compact abondant en MoS₂ a été observé à la fois sur la surface du revêtement et sur la contre-bille, protégeant le revêtement de l'oxydation.

Q. Wang et al. (2016) [46] ont été étudiées en utilisant XRD, SEM, nano-indentation et tribomètre pour déterminer la température de recuit optimale pour leurs propriétés tribologiques améliorées du revêtement Ni-P/MWCNT. Ils ont été conclue que le revêtement Ni-P/MWCNT recuit à 400°C présentait le coefficient de frottement le plus bas en raison d'une combinaison de l'effet lubrifiant de H₃PO₄ de la réaction tribochimique, d'une surface de contact d'origine plus lisse et de moins d'oxydes formés sur la piste d'usure. En plus, le revêtement Ni-P/MWCNT recuit à 350 °C a présenté la plus forte résistance à l'usure.

Ils ont été étudiés pour établir la température idéale de traitement thermique nécessaire pour augmenter leur résistance à l'usure ainsi que pour découvrir les causes de l'usure derrière la couche.

Q. Wanga et al. (2016) [33] ont été examen pour établir la température idéale de traitement thermique nécessaire pour augmenter leur résistance à l'usure ainsi que pour découvrir les causes de l'usure derrière la couche. La résistance à l'usure des revêtements recuits à des températures comprises entre 400 et 500°C a été améliorée ($4,3 \times 10^{-5}$ à $7,8 \times 10^{-6}$ mm³ /Nm) attribuable à leurs surfaces plus lisses et à l'effet lubrifiant de H₃PO₄ résultant de la réaction tribochimique entre Ni₃P et l'environnement.

Ya-ru ZHOU et al. (2016) [34] ont été dopées les de TiN avec succès dans la matrice Ni-P après une série de prétraitements complexes comprenant l'activation, l'immersion dans le zinc et la pré-galvanoplastie, ce qui améliore la stabilité de l'alliage de magnésium dans l'électrolyte et l'adhérence entre l'alliage de magnésium et le revêtement composite. La micro-dureté du revêtement Ni-P augmente considérablement en ajoutant des nanoparticules de TiN et un traitement thermique ultérieur. Selon les résultats de l'expérience de corrosion, le revêtement composite Ni-P-TiN a une résistance à la corrosion nettement plus forte que l'alliage de magnésium AZ91D non revêtu et similaire avec le revêtement Ni-P dans la courte durée d'immersion. Cependant, les nanoparticules de TiN sont cruciales pour la résistance à la corrosion à long terme des revêtements composites.

K. M. Zadeh et al. (2016) [58] ont été incorporés des revêtements Ni-P avec des particules de céramique d'oxyde mixte (TiO₂ et CeO₂). Ils ont été conclure que l'incorporation de particules céramiques mixtes n'a pas d'influence significative sur les propriétés structurelles des revêtements Ni-P. Cependant, les propriétés de surface et anticorrosion dépendent fortement de la concentration des particules céramiques mélangées. De manière notable, la rugosité de surface des revêtements Ni-P augmente avec la quantité croissante de particules céramiques

mélangées. De même, la quantité de particules de céramique mélangées augmente la résistance des revêtements Ni-P à la corrosion. Cependant, leur excès conduit à des agglomérations et à des défauts de surface, qui créent des cellules galvaniques à l'interface métal/revêtement défaillante et réduisent la capacité des revêtements à résister à la corrosion.

Z. Sharifalhosseini et al. (2016) [83] ont été cherchés à préparer un revêtement nanocomposite très homogène en stabilisant les nanoparticules dans le milieu. L'ajout des agents tampons, y compris les acides phosphoreux et borique au milieu, a révélé leur nouvel aspect de ces acides inorganiques dans la prévention de l'agglomération des particules. L'étude de la corrosion du revêtement nanocomposite Ni-P/ZnO-SiO₂ bien dispersé résultant a confirmé une augmentation significative des performances anticorrosion. Cette augmentation était d'environ 2,3 fois par rapport au revêtement précédemment préparé.

H.-H. Sheu et al. (2013) [38] ont été démontré que la teneur en incorporation de Al₂O₃ du revêtement augmentait et que la teneur en phosphore diminuait avec l'augmentation de la densité de courant et de la teneur en Al₂O₃ dans le bain pour le placage CC. Ils ont été constaté également que le placage CP conduit à des pourcentages d'incorporation plus élevés et une distribution plus homogène des particules Al₂O₃ dans les matrices Ni – P par rapport aux dépôts préparés dans des conditions CC. Lors de l'utilisation de cycles de service élevés et de fréquences élevées, l'incorporation de particules de Al₂O₃ dans les revêtements composites revêtus de PC a augmenté. La dureté des revêtements composites déposés avec un courant pulsé augmentait à mesure que le rapport cyclique augmentait de 0,2 à 0,7.

X.-W. ZHOU et al. (2012) [40] ont été déposé les nanoparticules CeO₂ dans des revêtements composites binaires Ni-P en appliquant un courant d'impulsion sous un champ ultrasonique. Les résultats expérimentaux montrent que le revêtement Ni-P renforcé avec 15 g/L de nano-CeO₂, à l'état amorphe et à structure compacte, peut être amélioré dans la micro-dureté de HV_{0,2}580 à HV_{0,2}780 par recuit à 600 °C pendant 2 h. La teneur la plus élevée en CeO₂ dans le dépôt et le taux de dépôt peuvent atteindre 2,3 % et 68 µm/h, respectivement. De plus, l'effet de l'adsorption de CeO₂ et de la surtension d'impulsion sur les mécanismes de dépôt a été étudié. Des particules de CeO₂ ou des ions Ce⁴⁺ à forte capacité d'adsorption ont joué le rôle de noyau catalytique pour améliorer efficacement la densification.

A. Zoikis-Karathanasis et al. (2010) [31] ont été produit des revêtements composites Ni-P/SiC dans des conditions de courant direct et impulsion à partir d'un bain de type Watts modifié sans additif dans diverses condition hydrodynamiques. Le placage par impulsions a conduit à des revêtements composites avec un taux d'incorporation de particules de SiC (jusqu'à 22% en poids) et de valeurs de micro-dureté (jusqu'à 7,2 GPa) supérieurs à ceux produits dans des

conditions de courant continu. En ce qui concerne la vitesse RDE, il a été prouvé que des vitesses comprises entre 450 et 900 tr/min amélioreraient l'incorporation de particules de SiC. Ils ont été constatés qu'à mesure que le pourcentage de codéposition micron-SiC augmentait, la teneur en P de la matrice amorphe diminuait et les valeurs de dureté des dépôts augmentaient. La matrice amorphe a cristallisé dans les phases de Ni, Ni₂P et Ni₃P après un recuit à 400°C. Les revêtements recuits présentent des valeurs de micro-dureté presque deux fois plus élevées que celles des revêtements tels que déposés.

Y. Suzuki et al. (2010) [56] ont été fabriqués par électrodéposition des films composites d'alliage Ni-P-MWCNT avec des nanotube MWCNTs répartis de manière homogène dans toute la matrice d'alliage Ni-P. Le film composite le plus homogène a été fabriqué avec une concentration de MWCNT de 2 gdm⁻³ dans le bain. La dureté du film composite était supérieure à celle du film d'alliage Ni-P, à la fois avant et après le traitement thermique. Cependant, la dureté des films composites en alliage Ni-P-MWCNT est restée à peu près constante avec l'augmentation de la teneur en MWCNT dans les films composites. Les coefficients de frottement des films composites étaient inférieurs à ceux du film d'alliage Ni-P avant et après le traitement thermique.

A. Zoikis-Karathanasis et al. (2009) [37] ont été fabrique un revêtement composite Ni-P-WC dans des conditions de courant pulsé spécifiques. Il a conduit à des dépôts composites avec un pourcentage d'incorporation élevé de particules de WC dans la matrice. De plus, la présence de particules de WC a entraîné des revêtements avec des valeurs de micro dureté améliorées et des phénomènes de diffusion retardés dans les dépôts pendant le traitement thermique.

K.-H. Hou et al. (2006) [32] ont été tenté d'incorporer des particules de SiC de 300 nm dans une matrice d'alliage Ni – P par placage de courant pulsé (CP) et de courant continu (CC). Les deux techniques de placage ont démontré que, tandis que la teneur en SiC du revêtement composite augmente à mesure que la teneur en SiC du bain augmente, la teneur en phosphore du dépôt diminue. Le dépôt de 0,2 à 1,5 % en poids de particules de SiC pendant le placage pulsé était supérieur à celui de 0,2 à 0,5 % en poids de particules de SiC pendant le placage CC dans les dépôts. La résistance à l'usure montre que le comportement tribologique du Ni – P – SiC du placage CP est meilleur que celui du dépôt de placage CC, en raison des particules de SiC ultra-fines plus élevées.

D. GIERLOTKA et al. (1997) [35] ont été constaté que lorsque TiO₂ est ajouté à des couches Ni-P amorphes, la vitesse de dégagement d'hydrogène augmente par rapport aux couches Ni-P. Cet effet est observé dans les milieux acides et alcalins. Ainsi, le dégagement d'hydrogène sur la couche composite Ni-P-TiO₂ peut être directement associé à la présence de TiO₂ et de son

état proton ou/et des formes redox de $Ti_2O_3 \leftrightarrow TiOOH$, qui exercent un effet électro catalytique sur le processus de dégagement d'hydrogène.

O. Berkh et al. (1996) [72] ont été fabriqués des revêtements composites Ni-P-SiC électrodéposés contenant 5 à 7 % en poids de P et jusqu'à 6,5 % en poids de SiC avec une efficacité de courant d'environ 80 %. La concentration et la dispersion de la poudre ont fortement influencé l'incorporation des particules de SiC, mais pas la teneur en P des dépôts. L'ajout de saccharine dans l'électrolyte a considérablement réduit la teneur en SiC et P. En revanche, aucune adsorption de saccharine à la surface des particules, ni aucun effet sur la distribution granulométrique des composites n'a été mis en évidence.

I.9 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté le principe du processus de la fabrication des revêtements composites par l'utilisation de l'électrodéposition pour produire des revêtements métalliques nanostructures multifonctionnels à base d'alliage Ni-P. De tels revêtements peuvent fournir plusieurs fonctionnalités d'ingénierie, y compris la résistance à l'usure et à la corrosion pour fournir une performance tribologique efficace sous l'effet des paramètres d'élaboration de ces revêtements comme la concentration des nanoparticules dans l'électrolyte, densité de courant, la vitesse d'agitation...etc. Malgré le fait qu'il y a eu de nombreux rapports sur les revêtements composites Ni-P-X et très peu de rapports sur l'optimisation des paramètres des revêtements composites Ni-P-X par la procédure d'électrodéposition, qui peut améliorer considérablement les caractéristiques mécaniques, tribologiques et électrochimiques. 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 anti-usure.

Procédure expérimentale

II.1 Introduction

Dans ce chapitre nous illustrons quelques propriétés physico-chimiques du substrat du revêtement (cathode) et du nickel (anode), utilisé pour l'ensemble du travail mis en œuvre pour la réalisation des expériences suivi par une présentation des différents matériels et équipements utilisés pour le suivi de l'évaluation de l'efficacité de courant cathodique (E.C.C) et la micro-dureté de dépôt du composite Ni-P-Y₂O₃. De plus, nous discutons de la stratégie de planification et de la configuration de l'expérimentation. Les expériences de dépôt essentielles et les tests de micro-dureté pour notre travail ont été réalisés respectivement au Laboratoire de corrosion et au Laboratoire de mécanique structurelle et des matériaux de l'Université de Batna 2.

II.2 Préparation du revêtement Ni-P-Y₂O₃

II.2.1 Substrat utilisé

Des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃ ont été déposés sur un matériau fréquemment utilisé dans les applications de transmission mécanique telles que les engrenages, les arbres, les vis sans fin, les boulons, etc. Le substrat utilisé est un acier au carbone moyen AISI 1045.

II.2.1.1 Composition chimique

Le tableau II.1 répertorie la composition chimique de l'acier AISI 1045.

Tableau II.1 Composition chimique de l'acier AISI 1045 % en poids

Eléments	Contents %
C	0.471 – 0.479
Mn	0.774 – 0.783
Si	0.213 – 0.212
Cr	≤ 1.09
Mo	≤ 0.169
Cu	≤ 0.0812
V	≤ 0.077
Ni	≤ 0.0558
S	≤ 0.0266
Fe	Le reste

Le tableau II.2 fournit des informations sur la composition chimique de l'anode de nickel.

Tableau II.2 Composition chimique du nickel % en poids

Eléments	Contents %
Ni	99.8
Re	0.1
N	0.0522
C	0.0101
Fe	0.0109

II.2.1.2 Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de l'acier AISI 1045 sont données dans le tableau II.3

Tableau II.3 Caractéristiques mécaniques de l'acier AISI 1045

Re (N/mm ²)	Rt (N/mm ²)	Hv	A (%)
300	650	215	15

II.2.2 Préparation du substrat

Les substrats sont réalisés par usinage sur tour, sous la forme d'un disque de 4 mm d'épaisseur, et découpés dans une tige de diamètre D , calculé à partir de l'équation II.1.

$$D = 2 \times 10^2 \sqrt{\frac{I}{\pi \times i}} \quad (\text{II.1})$$

où I (A) représente le courant à travers le réservoir de placage, i (A/dm²) est la densité de courant cathodique et D (mm) est le diamètre du substrat. Les dimensions des substrats utilisés dans cette expérience sont indiquées dans le tableau II.4 avec la densité de courant et le courant.

Tableau II.4 Diamètres des substrats et temps de dépôt

Densités de courant (A/dm ²)	courants (A)	Diamètres des substrats (mm)	Temps de dépôt (min)
1	0.02	15.96	150
2,5	0.04	14.27	60
5	0.08	14.27	30

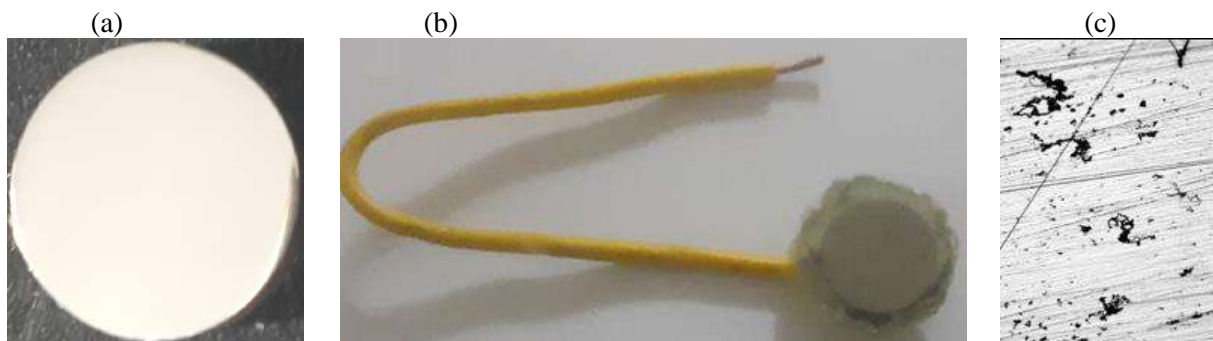


Figure II.1 Substrat poli (a), recouvert de résine et relié à un fil électrique (b), et (c) image optique du substrat

Le bord et une face des substrats (figure II.1a) sont encapsulés dans de la résine pour limiter l'électrodéposition de revêtement à la surface choisie du substrat (figure II.1b). Avant dépôt, le substrat est poli avec du papier émeri au carbure de silicium de granulométrie P400,

P600, P1000, P1500 et P2000 et de la pâte d'alumine pour obtenir une surface lisse, brillante et uniforme avec un état de surface moyen de $R_a = 0,076 \mu\text{m}$ (figure II.1c) , mesuré par un testeur de rugosité (Mitutoyosufftest-211).

II.2.3 Prétraitement du substrat

Les substrats polis sont d'abord nettoyés à l'acétone par ultrasons pendant 15 min afin d'éliminer l'huile en surface (figure II.2a). Ensuite, dégraissés dans 10 % wt. d'une solution de NaOH % pendant 25 min à 80°C pour éliminer les contaminants organiques (figure II.2b). Enfin, le substrat est activé et avec élimination de la couche d'oxyde dans une solution diluée d'acide chlorhydrique (HCl) à 20 % pendant au moins 1 min (figure II.2c). Après activation des surfaces préparées, entre chaque étape, le substrat est rincé à l'eau distillée pendant 15 s et le processus d'électrodéposition est entrepris pour l'obtention des revêtements.

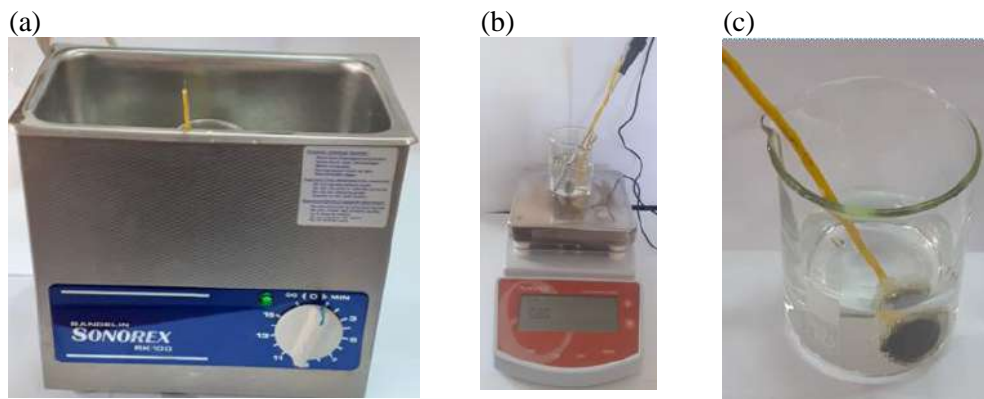


Figure II.2 Nettoyage (a), dégraissage (b) et activation du substrat avant dépôt (c)

II.2.4 Préparation du bain

La composition du bain de revêtement et les conditions opératoires utilisées pour synthétiser les revêtements nano-composites Ni-P-Y₂O₃ par électrodéposition sont choisies après plusieurs expériences ainsi que les gammes appropriées des paramètres. Pour le processus de revêtement, trois des facteurs les plus cruciaux sont modifiés tandis que d'autres sont maintenues constants. Le tableau II.5 liste les éléments du bain d'électrodéposition et les circonstances dans lesquelles le Ni-P-Y₂O₃ a été déposé.

Dans la production de l'électrolyte pour produire le revêtement Ni-P-Y₂O₃, des produits chimiques et de l'eau bidistillée ont été utilisés. Le sulfate de nickel hexahydraté (NiSO₄.6H₂O) et le chlorure de nickel (NiCl₂.6H₂O) ont été utilisés comme principales sources de Ni²⁺ au cours du processus de dépôt. De l'acide borique (H₃BO₃) a été ajouté au

bain électrolytique, non seulement comme tampon pour contrôler le pH du système, mais aussi comme agent stabilisant pour les nanoparticules avant le dépôt. L'acide phosphoreux (H_3PO_3) était la source de phosphore dans le dépôt. De plus, il agit comme un stabilisant pour empêcher la dissolution de l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) [83].

Tableau II.5 Composition du bain et paramètres de dépôt

Réactifs chimiques	Concentrations	Paramètres de placage	Valeurs
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	150 g/l	pH	1.62 ± 0.5
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	45 g/l	Température	60 ± 2 °C
H_3BO_3	30 g/l	Densité du courant	1, 2.5, 5 A/dm ²
H_3PO_3	10 g/l	Temps de dépôt	150, 60, 30 min
50 to 80 nm Y_2O_3	1, 2.5, 5 g/l	Vitesse d'agitation	250, 365, 440 rpm

II.2.5 Préparation de la cellule

Pour la synthèse du revêtement, les substrats ont été connectés au pôle négatif et une plaque de nickel de haute pureté (99,8 %) utilisée comme anode soluble (pôle positif). Un courant continu (CC) a été appliqué dans l'expérience. La surface de l'anode était au moins le double de celle de la cathode pour éviter tout problème de polarisation anodique. Les électrodes ont été placées verticalement et parallèlement à une distance de 4 cm les unes des autres dans un bécher circulaire en verre de 200 ml (figure II.3). La poudre Y_2O_3 a été utilisée sans aucun traitement. La taille moyenne des particules de la poudre de Y_2O_3 utilisée dans l'expérience était d'environ 50 à 80 nm. Juste avant l'électrodéposition, les électrolytes contenant les particules ont été agités par un agitateur magnétique pendant 12 heures pour éviter l'agglomération des particules et garantir une dispersion uniforme des particules de Y_2O_3 .

La température de la solution a été maintenue à 60°C avec une précision de $\pm 2^\circ\text{C}$. Le pH a été mesuré à température ambiante par le pH-mètre (pHM 210). Le temps de dépôt a été ajusté de telle sorte que sur la base d'une efficacité de 100 % et en utilisant la loi de Faraday. Le dépôt a été réalisé pour une densité de charge coulombienne constante (2,5 Ah/dm²). Les temps de dépôt étaient de 150, 60 et 30 minutes, correspondant à des densités de courant de 1, 2.5 et 5 A/dm², respectivement. Chaque dépôt de Ni-P- Y_2O_3 a été déposé dans un bain de galvanoplastie frais pour éviter toute influence due aux changements de concentration des espèces électro-actives. Après galvanoplastie, le substrat revêtu a été rincé dans de l'eau déminéralisée, séché à l'air atmosphérique, puis stocké pour essai. Les placages Ni et Ni-P ont également été préparés dans la même solution et avec les mêmes paramètres de placage.

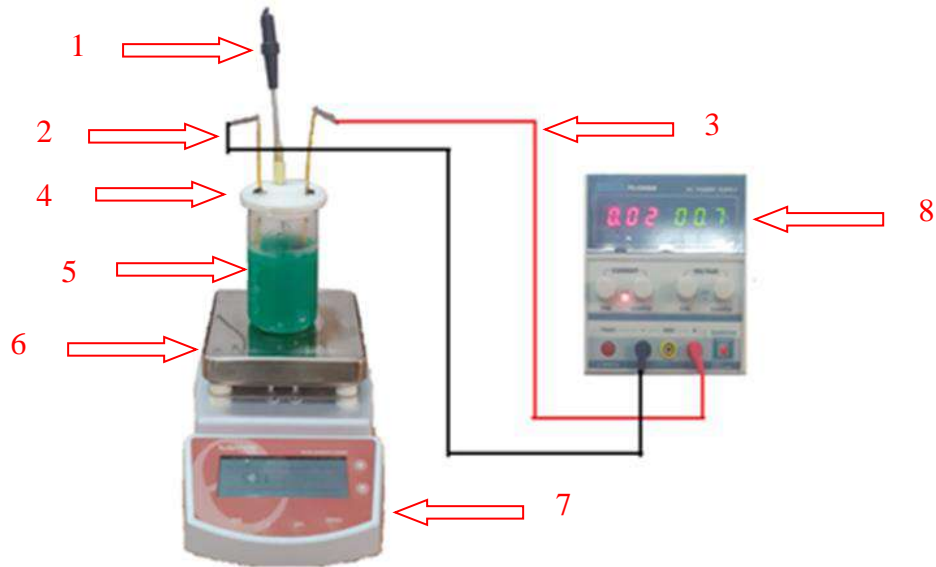


Figure II.3 Schéma du système de placage électrochimique : (1) capteur de température; (2) cathode (substrat en acier); (3) anode (plaque de nickel); (4) couvercle; (5) solution de placage Ni-P et nanoparticules Y_2O_3 dans un bécher de 200 ml ; (6) plaque chauffante ; (7) unité de commande d'agitation et commande de chauffage ; (8) Alimentation CC.

II.3 Caractérisation du revêtement Ni-P- Y_2O_3

Sur une balance (BL S60) d'une précision de 0,0001 g, les substrats ont été pesés deux fois : une fois avant et une fois après chaque expérience (figure II.4). Ces valeurs ont ensuite été utilisées pour calculer l'efficacité du courant cathodique du revêtement composite Ni-P- Y_2O_3 .



Figure II.4 Balance BL 60S

La découpe du substrat revêtu a été réalisée sur une machine de découpe à fil EDM de marque Agie Charmilles CUT30P et a permis de vérifier l'épaisseur du revêtement (figure II.5).



Figure II.5 Machine de découpe à fil EDM Agie Charmilles CUT30P

Pour le contrôle dimensionnel, une machine de mesure tridimensionnelle, OPTIV Performance 443 Dual Z (MMT) de marque HEXAGON METROLOGY SAS, a été utilisée. Cette machine combine la mesure optique et tactile en un seul système ; il prend en charge les mesures multi-capteurs à l'aide du capteur de vision, du déclencheur tactile et de la sonde de balayage (figure II.6).



Figure II.6 Machines de mesure tridimensionnelle 443 Dual Z

La machine d'essai de dureté Vickers (FUTURE-TECH CORP. MICROHARDNESS TESTER FM-810, a été utilisée pour déterminer la dureté des substrats revêtus avec une charge de 100 g et un temps d'indentation de 10 s et un pénétrateur pyramidal en diamant avec

un angle ouvert de 136° (figure II.7).



Figure II.7 Machine de mesure de micro-dureté FM810

La spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX) a été utilisée pour analyser la surface et la morphologie de la section transversale ainsi que l'identification élémentaire et les informations quantitatives sur la composition. Les images SEM ont été prises par Phenom Prox X (Phenom-World, Pays-Bas), équipé d'une microanalyse à rayons X. L'échantillon a été placé sur des porte-échantillons métalliques à l'aide de languettes conductrices de carbone adhésives PELCO Tabs™, à double revêtement, afin de minimiser l'effet de charge électronique de la surface, et un échantillon de réduction de charge a été utilisé (figure II.8).



Figure II.8 Microscope électronique à balayage Phenom Pro X

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'Yttrium.



Figure II.9 Tribomètre Multi Fonction MFT-5000

La vérification de l'adhérence du revêtement composite Ni-P-Y₂O₃ sur le substrat en acier a été effectuée sur un Tribomètre Multi Fonction MFT-5000. Les avantages de la tête de test Tribomètre de dernière génération et du profilomètre 3D haute résolution intégré sont combinés dans ce testeur Tribomètre 3D (Figure II.9).

II.4 Montage expérimental

La variable de réponse est une fonction inconnue des variables de processus. Selon la littérature, les trois paramètres suivants sont les plus courants pour contrôler le dépôt du revêtement composite [14-17, 20, 38, 51] : (i) densité de courant, (ω) agitation magnétique, et (c) concentration de nanoparticules Y₂O₃ dans le bain. Ces trois facteurs sont considérés comme les principaux facteurs de conception dans cette étude ; chacun de ces paramètres varie à trois niveaux discrets (P : limite inférieure, M : limite moyenne et G : limite supérieure) comme indiqué dans le tableau II.6.

Tableau II.6 Paramètres de contrôle de processus

Paramètre	Unité	Niveaux		
		P	M	G
Densité de courant (i)	A/dm ²	1	2.5	5
Vitesse d'agitation (ω)	tr/min	250	365	440
Concentration des nanoparticules dans le bain (c)	g/l	1	2.5	5

La composition de l'électrolyte, la température, le pH du bain et la rugosité du substrat ne sont pas considérés comme des facteurs d'entrée dans ce cas. La micro-dureté des revêtements composites (Hv₁₀₀) et l'efficacité du courant cathodique (E.C.C) sont considérées comme des variables de réponse ou des paramètres de performance. Un plan expérimental

complet a été suivi pour réaliser tous les tests. En plus de cela, une autre série de tests (dix tests) a été réalisée avec les mêmes conditions expérimentales mais avec des paramètres d'entrée différents. Les résultats de ces tests ont ensuite été utilisés pour valider les modèles construits.

II.4.1 Calcul de l'efficacité du courant cathodique

La masse théorique basée sur la loi de Faraday libérée divisée par la masse réelle de substance libérée de l'électrolyte par le passage du courant donne la relation suivante (équation II.2), connue sous le nom d'efficacité du courant :

$$E.C.C(\%) = \frac{\Delta M}{m_t} \times 100 \quad (\text{II.2})$$

La loi de Faraday (Equation II.3) a été utilisée pour calculer la masse théorique (m_t) du revêtement lors du dépôt.

$$m_t = \left(\frac{M_{Ni}}{n_{Ni}} + \frac{M_P}{n_P} + \frac{M_{Y_2O_3}}{n_{Y_2O_3}} \right) \times \frac{I \times t}{F} \quad (\text{II.3})$$

où n_{Ni} , n_P et $n_{Y_2O_3}$ sont le nombre d'électrons de la réaction électrochimique ($n_{Ni} = 2$, $n_P = 3$ et $n_{Y_2O_3} = 6$), m_t est le poids théorique déposé à la cathode en grammes, et t est la durée du passage du courant en minutes, et M_{Ni} , M_P et $M_{Y_2O_3}$ sont le poids atomique du nickel (58,69 g/mole), du phosphore (30,97 g/mole) et du Y_2O_3 (258 g/mole). La constante de Faraday (F), a une valeur de 96500 C. Alors l'équation II.3 devient :

$$m_t = 5.14 \times 10^{-2} \times I \times t \quad (\text{II.4})$$

D'après la relation (II.4), la masse du dépôt composite Ni-P- Y_2O_3 est égale à 0,1542 g pour la densité de courant de 1A/dm² et 0,1234 g pour la densité de 2,5 et 5 A/dm².

Pour déterminer le poids de revêtement (ΔM) dans chaque placage, les substrats ont été pesés avant (M_1) et après placage (M_2).

$$\Delta M = M_2 - M_1 \quad (\text{II.5})$$

Enfin, remplacez les valeurs expérimentales de l'équation II.5 et les valeurs calculées de l'équation II.4 dans l'équation II.2 pour obtenir les valeurs d'efficacités du courant cathodique.

II.4.2 Mesure de l'épaisseur du dépôt

L'épaisseur du dépôt du composite Ni-P-Y₂O₃, en micromètres, peut être obtenue en divisant m_t (équation II.3) par le produit de la densité du composite Ni-P-Y₂O₃, d ($8,5 \times 10^{-3}$ g/mm³), la surface de l'électrode, $A = \frac{I \text{ (Amp)}}{i \text{ (Amp/dm}^2)}$, et en multipliant par 10³. L'expression devient alors

$$S_t = 11,76 \times \frac{i}{I} \times m_t \quad (\text{II.6})$$

D'après la relation (II.6), l'épaisseur théorique du revêtement composite Ni-P-Y₂O₃ est d'environ 90,67 μm pour tous les cas.

La méthode de la section transversale est utilisée pour la vérification de l'épaisseur de revêtement expérimentale (S_e) sur quelques substrats sélectionnés. La méthode de la section transversale est le test destructif le plus couramment utilisé pour mesurer l'épaisseur du revêtement.

II.4.3 Détermination de la micro-dureté du dépôt

Les valeurs finales de micro-dureté ont été déterminées comme la moyenne de 10 mesures à différents endroits sur la surface du film. L'épaisseur du revêtement et la force appliquée ont été choisies afin d'éviter tout effet du substrat sur la valeur de micro-dureté puisque la profondeur d'indentation était de l'ordre de ~5000 nm. La dureté des revêtements électrodéposés peut être déterminée par les méthodes décrites dans la norme ASTM B 578. La valeur de dureté a été déterminée par l'équation II.7 :

$$HV = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0.1891 \frac{F}{d^2} \quad (\text{II.7})$$

Où

- HV : dureté Vickers
- α : Angle de face (degré) du pénétrateur diamant 136°
- F : charge d'essai (N)
- d : Longueur diagonale moyenne de l'indentation (mm)

Les étapes de mesure de la micro-dureté des substrats sont comme suit (figure II.10).

1. Placement du substrat sur l'étau. Fixation de l'étau pour empêcher le substrat de bouger pendant le chargement (figure II.10a).
2. Placement du substrat près de la lentille pour focaliser la surface. Lorsque la surface du substrat est claire, ajustement de la puissance dioptrique applicable à l'œil. Ajustage des micromètres de l'étau pour déterminer l'emplacement mesuré (figure

II.10b).

3. Ce modèle permet d'établir la séquence de test entièrement automatique comme suit en appuyant sur l'interrupteur de démarrage : Position de l'objectif → Rotation automatique de la tourelle → Position du pénétrateur diamant → Début du chargement → Temps de pause → Relâchement de la charge → Rotation vers la position d'origine de l'objectif (figure II.10c) .
4. L'observation dans l'oculaire, permet de voir l'indentation presque au centre du champ visuel. Ajuster correctement au point les bords de l'indentation (figure II.10d).

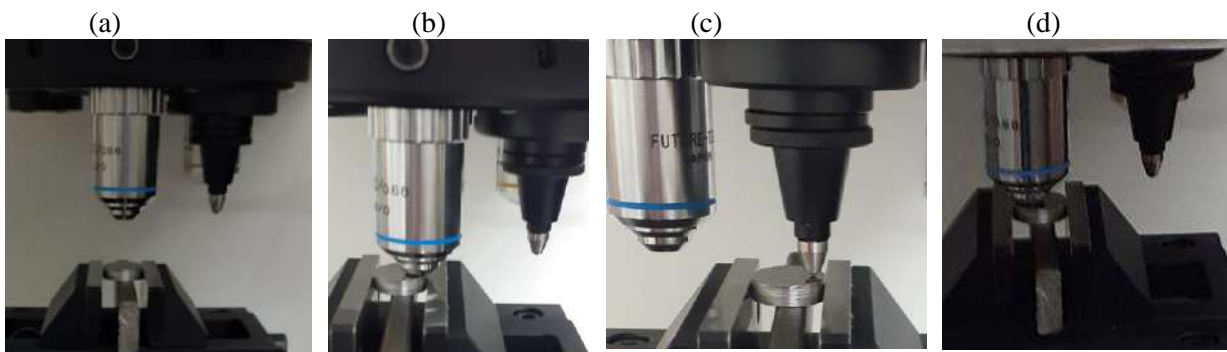


Figure II.10 Préparation du test de micro-dureté

II.4.4 Mesure de l'adhérence du dépôt

Le test tribomètre instrumenté est l'approche de test couramment utilisée pour évaluer les qualités d'adhérence d'un revêtement. Une charge progressive (augmentation linéaire) ou continue est appliquée pendant le test pour provoquer une rayure sur la surface testée. Pour étudier le comportement d'adhérence du revêtement, des données de test peuvent être utilisées, telles que la charge normale critique (L_{crit}) qui provoque la rupture du revêtement ou le coefficient de frottement (μ), qui est la force de chargement normale divisée par la force tangentielle poussant contre les rayures. L'initiation et la propagation des fissures dans le revêtement, qui présentent trois forces critiques, sont la cause de la défaillance du revêtement. Les fissures de traction commencent à se former en réponse à la première force normale critique L_{c1} , qui dénote une rupture cohésive du revêtement. La deuxième force, L_{c2} , est liée à l'apparition d'un écaillage local inter-facial ou écaillage, qui dénote un défaut d'adhésion entre le revêtement et le substrat. La troisième force, L_{c3} , est liée à la perforation continue du revêtement.

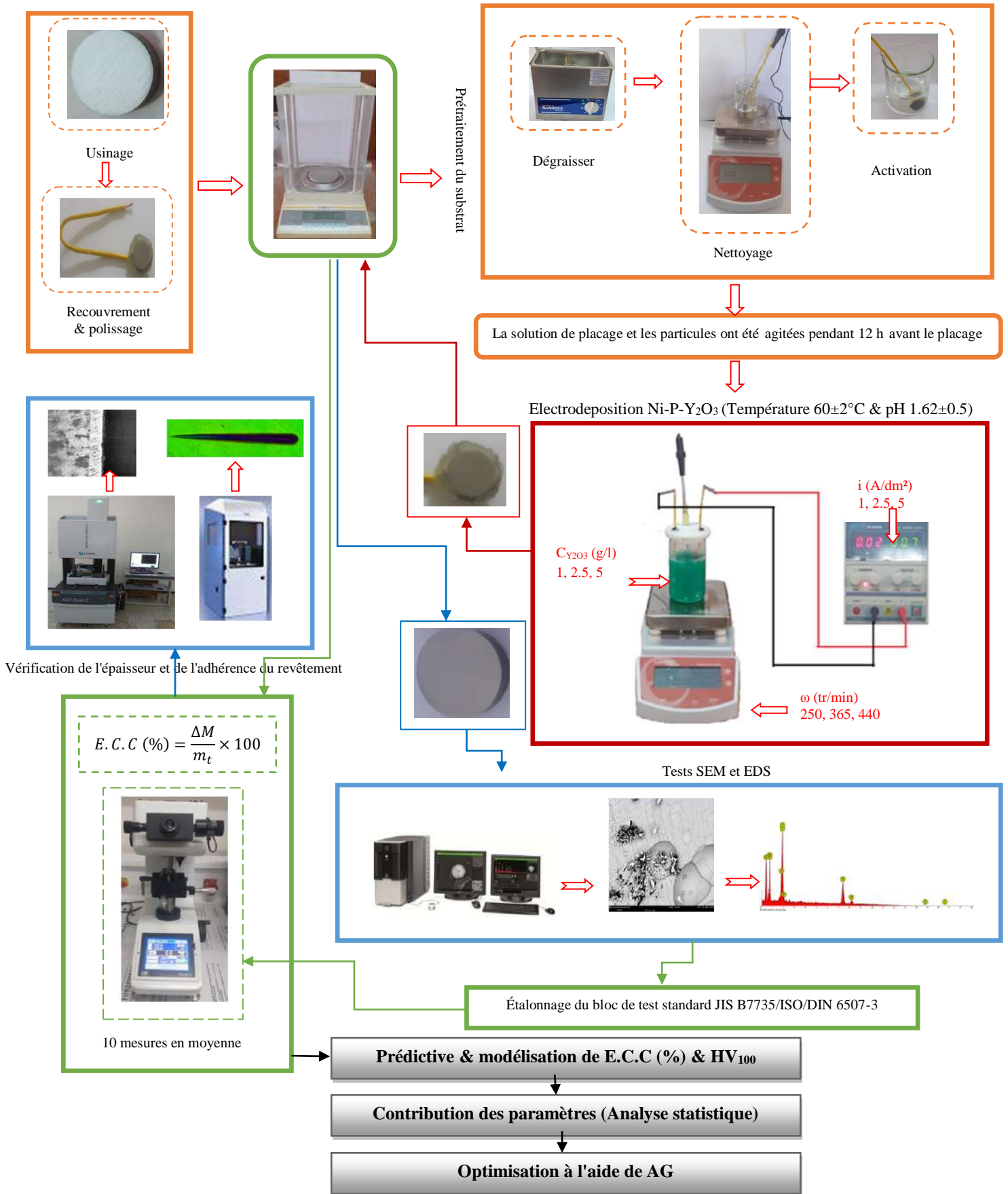


Figure II.11 Configuration expérimentale

La figure II.11 montre la procédure expérimentale d'optimisation des paramètres de placage du revêtement composite Ni-P-Y₂O₃. L'effet des paramètres de revêtement composite sur l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté des films Ni-P-Y₂O₃ a été déterminé, respectivement. Pour confirmer l'existence de nanoparticules dans le dépôt, SEM et EDS sont utilisés. Dans ce travail, l'épaisseur du dépôt a été mesurée en utilisant la méthode de la section transversale du revêtement. En plus, le test tribomètre est utilisé pour évaluer l'adhérence du revêtement avec le substrat.

II.5 Effets des nanoparticules sur les performances des revêtements

De nombreuses études démontrent que l'ajout de nanoparticules au bain affecte de manière significative la plage de vitesse d'agitation du bain, la densité de courant limite et la quantité de nanoparticules pouvant être présentes dans l'électrolyte.

II.5.1 Influence sur le pH du bain

La figure II.12 illustre comment le pH du bain des revêtements composites Ni-Y₂O₃ et Ni-P-Y₂O₃ est affecté par la concentration de nanoparticules Y₂O₃. Il est clair que l'ajout de nanoparticules dans le bain entraîne plusieurs observations : (i) – Le pH augmente au fur et à mesure que les particules de Y₂O₃ sont ajoutées à l'électrolyte de placage. (ii) - Lorsque la concentration en nanoparticules du bain est inférieure à 5 g/l, le pH de l'électrolyte augmente légèrement lorsque la concentration en nanoparticules du bain augmente. (iii) – Le pH de l'électrolyte augmente rapidement lorsque la quantité de nanoparticules dans le bain dépasse 5 g/l. (iv)- Le film électrodéposé se détache du substrat, perd de sa brillance, devient très rugueux lorsque la quantité de nanoparticules dépasse 5 g/l (figure II.13). Pour cette raison, cette étude est réalisée avec des concentrations de nanoparticules de 0, 1, 2,5 et 5 g/l.

Selon la littérature [8, 11, 75], la particule nanométrique d'yttrium est un matériau hygroscopique qui a tendance à absorber l'humidité de l'atmosphère pour former des oxydes, des hydroxydes et des carbonates à la surface du Y₂O₃ [8], également appelé groupes carboxyle, groupe phénolique ou basique et représentés par –OH [11, 75]. L. Tian et al. [11] ont déposé les particules nanométriques de Y₂O₃ avec du nickel. Ils ont conclu que la charge de surface des particules (S) est déterminée par les ions H⁺ et OH⁻. Ensuite, les groupes de surface peuvent absorber des protons supplémentaires de la solution, provoquant un changement de pH. Dans le premier scénario, les ions H⁺ de la solution chargent positivement les surfaces des particules, augmentant le pH du bain. Ceci est révélé par la réaction suivante II.8 :

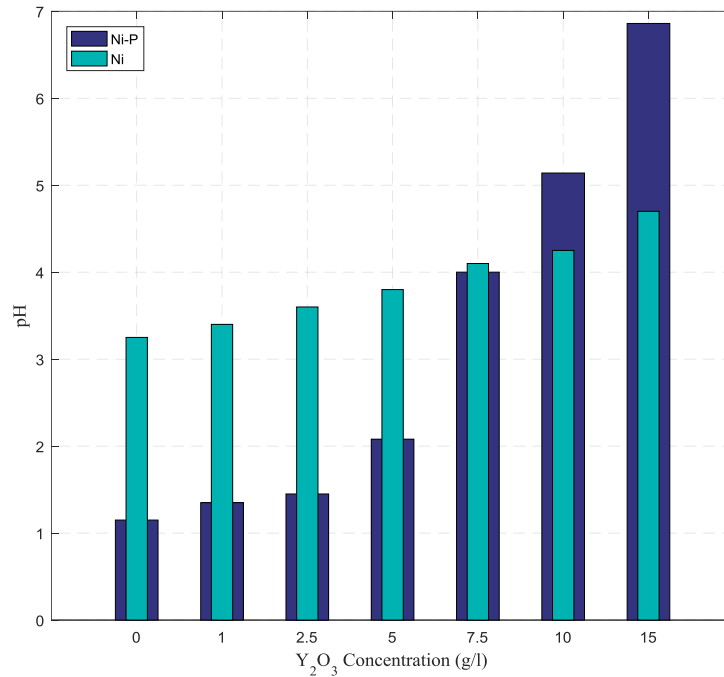


Figure II.12 pH du bain des revêtements composites Ni-Y₂O₃ [75] et Ni-P-Y₂O₃ en fonction de la concentration en Y₂O₃



Figure II.13 Étude visuelle de la morphologie de surface du revêtement composite Ni-P-5 g/l Y₂O₃ (a), Ni-P-7,5 g/l Y₂O₃ (b), Ni-P-10 g/l Y₂O₃ (c), avec 5A/dm², 365 tr/min.

Dans le deuxième scénario, H⁺ est perdu, la surface des particules devient chargée négativement et le pH de la solution diminue. Ceci est révélé par la réaction suivante II.9 :



Dans cette étude, il a été constaté que l'alcalinisation des bains se produit en tandem avec l'ajout de particules de Y₂O₃. Lorsque Y₂O₃ est présent à des concentrations plus élevées (5 g/l), les valeurs de pH augmentent rapidement. Nous concluons qu'un nuage d'ions positifs entoure la surface de la particule.

De même que le taux d'alcalinité est augmenté rapidement pour la fabrication de composite Ni-P-Y₂O₃ par rapport au dépôt du composite Ni-Y₂O₃ en raison de l'acide

phosphoreux (H_3PO_3) présent dans la solution de sulfate de nickel pour réaliser le revêtement du composite [11] (figure II.12). A. B. Radwan et al. [8] ont confirmé que la charge de surface est positive en mesurant le potentiel zêta des nanoparticules Y_2O_3 à 17 ± 3 mV.

II.5.2 Influence sur la densité de courant

L'état du dépôt est fortement influencé par l'ajout de nanoparticules dans le bain. Il n'y a pas d'adhérence entre le substrat et le revêtement à une concentration de 5 g/l de nanoparticules Y_2O_3 , à une vitesse d'agitation de 365 tr/min, et à une densité de courant plus élevée de 6 A/dm^2 (figure II.14). Par exemple, lorsque la densité de courant est de 6 A/dm^2 , il n'y a pas d'adhérence au bord du substrat (figure II.14a), et lorsqu'elle est de 8 et 10 A/dm^2 , le film électrodéposé se sépare et perd son éclat, respectivement (figures II.14b et c). Ainsi, la densité de courant limite est diminuée par l'inclusion de nanoparticules. De ce fait, l'influence de la densité de courant a été examinée dans ce travail jusqu'à une valeur de 5 A/dm^2 .

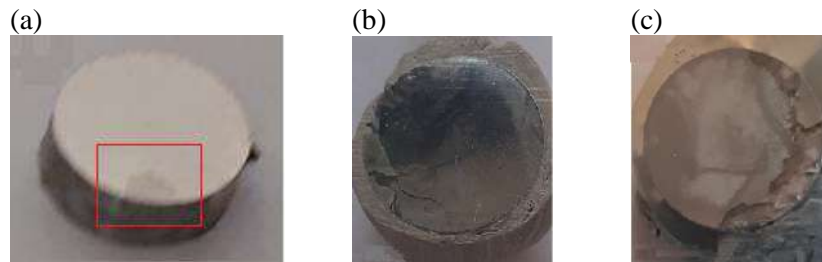


Figure II.14 Étude visuelle de la morphologie de surface du revêtement composite Ni-P-5 g/l Y_2O_3 et 365 tr/min avec (a) 6, (b) 8, (c) 10 A/dm^2 .

Étant donné que la qualité des dépôts métalliques dépend des valeurs du courant de dépôt et du courant limite, la densité de courant limite dans le dépôt métallique est extrêmement importante en pratique. La densité de courant limite ou maximale et l'épaisseur de la couche de diffusion sont corrélées, selon le modèle de couche de diffusion de Nernst. La couche liquide est considérée comme essentiellement stationnaire dans ce concept. Pour arriver à la surface de l'électrode, les ions doivent diffuser via la couche de diffusion [84]. Dans ce travail, il est arrivé à la conclusion que l'ajout de nanoparticules à l'électrolyte à une concentration de 5 g/l avait tendance à épaissir la couche limite et à augmenter la viscosité de la solution, ce qui réduit inévitablement la densité de courant. Le transport de masse des ions métalliques et des nanoparticules est contraint, et donc freiné.

II.5.3 Influence sur la vitesse d'agitation du bain

Dans ce travail, l'agitation a une grande influence sur la morphologie de la surface de dépôt. L'ajout de 1 g/l de nanoparticules dans le bain, avec une vitesse d'agitation de 219 tr/min, et une densité de courant de $2,5 \text{ A/dm}^2$, conduit à l'apparition de points noirs (figures

II.15a et b). Ces défauts résultent d'un traitement inapproprié ou d'une exposition à certaines conditions, provoquant une décoloration ou une coloration de la surface plaquée. Dans notre cas, la vitesse d'agitation choisie, 219 tr/min n'est pas appropriée. De plus, à la vitesse d'agitation, de 500 tr/min, il n'y a pas d'adhérence entre le substrat et le revêtement (figure II.15c). Ces défauts résultent d'une mauvaise adhérence de la couche plaquée au substrat provoquant l'écaillage ou le décollement de la couche plaquée. Pour cette raison, les vitesses d'agitation utilisées dans cette étude sont comprises entre 250 tr/min et 440 tr/min.

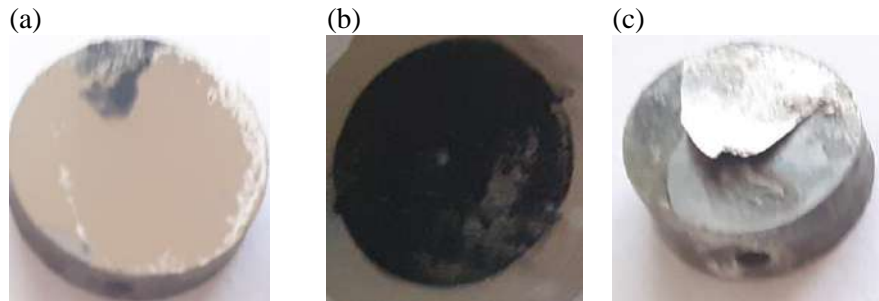


Figure II.15 Morphologie de la surface du revêtement composite par observations à l'œil nu
 (a) Ni-P-1 g/l Y_2O_3 , 219 tr/min et 2,5, (b) Ni-P-1 g/l Y_2O_3 , 219 tr/min 5 A/dm²,
 (c) Ni-P-5 g/l Y_2O_3 , 500 tr/min et 5 A/dm².

II.6 Conclusion

Dans ce chapitre, le processus d'électrodéposition a été utilisé pour élaborer avec succès des revêtements composites Ni-P- Y_2O_3 . Les équipements et le matériel utilisés pour créer et caractériser les revêtements Ni-P- Y_2O_3 sont abordés dans ce chapitre.

Des études de caractérisation ont été menées pour déterminer comment des paramètres d'élaboration et l'inclusion de particules Y_2O_3 affectaient les qualités mécaniques (micro-dureté) et l'efficacité du courant des revêtements Ni-P- Y_2O_3 . La production et la caractérisation des revêtements composites Ni-P- Y_2O_3 par divers procédés sont décrites dans la méthodologie de ce chapitre.

Par conséquent, la concentration de nanoparticules de Y_2O_3 dans le bain est comprise entre 1 à 5 g/l, la plage du courant de densité est comprise entre 1 à 5 A/dm² et la plage de la vitesse d'agitation de l'électrolyte est comprise entre 250 à 440 tr/min.

Résultats et discussion

III.1 Introduction

Ce chapitre traitera de l'efficacité du courant cathodique (E.C.C.) et la micro-dureté (Hv_{100}), qui sont affectées par la quantité de nanoparticules de Y_2O_3 dans le bain, la densité de courant et la vitesse d'agitation du bain.

III.2 Résultats

Le tableau III.1 présente les résultats expérimentaux. 27 tests ont été réalisés. Les paramètres de densité de courant, de vitesse d'agitation du bain et de concentration de nanoparticules dans l'électrolyte sont respectivement affectés aux colonnes (2), (3) et (4). Les réponses expérimentales de trois variables de processus à différents niveaux ont été déterminées. Les valeurs de l'efficacité du courant cathodique et de la micro-dureté ont été présentées dans les colonnes (5) et (6), respectivement.

Tableau III.1 Conditions expérimentales et résultats de l'efficacité du courant cathodique (E.C.C) et des valeurs de micro-dureté Vickers pour les films Ni-P- Y_2O_3 .

Tests	Paramètres			Efficacités du courant cathodique (E.C.C) %	Micro-duretés Hv_{100} (moyenne)
	i (A/dm ²)	ω (tr/min)	c (g/l)		
1	1	250	1	22.31	534±1
2	2.5	250	1	24.72	503±1
3	5	250	1	21.39	455±2
4	1	365	1	25.21	540±2
5	2.5	365	1	23.91	526±1
6	5	365	1	22.12	514±1
7	1	440	1	21.00	532±3
8	2.5	440	1	21.02	533±3
9	5	440	1	18.72	426±1
10	1	250	2.5	25.47	551±2
11	2.5	250	2.5	23.50	537±3
12	5	250	2.5	22.28	540±5
13	1	365	2.5	29.75	600±2
14	2.5	365	2.5	26.50	577±4
15	5	365	2.5	25.20	568±2
16	1	440	2.5	27.15	542±1
17	2.5	440	2.5	23.74	554±3
18	5	440	2.5	22.85	541±2
19	1	250	5	27.48	533±2
20	2.5	250	5	26.26	507±1
21	5	250	5	24.47	519±3
22	1	365	5	34.87	503±1
23	2.5	365	5	30.96	522±2
24	5	365	5	34.52	520±6
25	1	440	5	31.56	533±3
26	2.5	440	5	29.50	445±4
27	5	440	5	28.12	467±2

D'après les résultats expérimentaux, le test 13 et le test 22 correspondent aux valeurs maximales de micro-dureté de 600 Hv_{100} et d'efficacité du courant cathodique de 34,87 %, respectivement.

Une vue de tous les substrats revêtus au cours des vingt-sept (27) tests effectués est présenté dans la figure III.1.

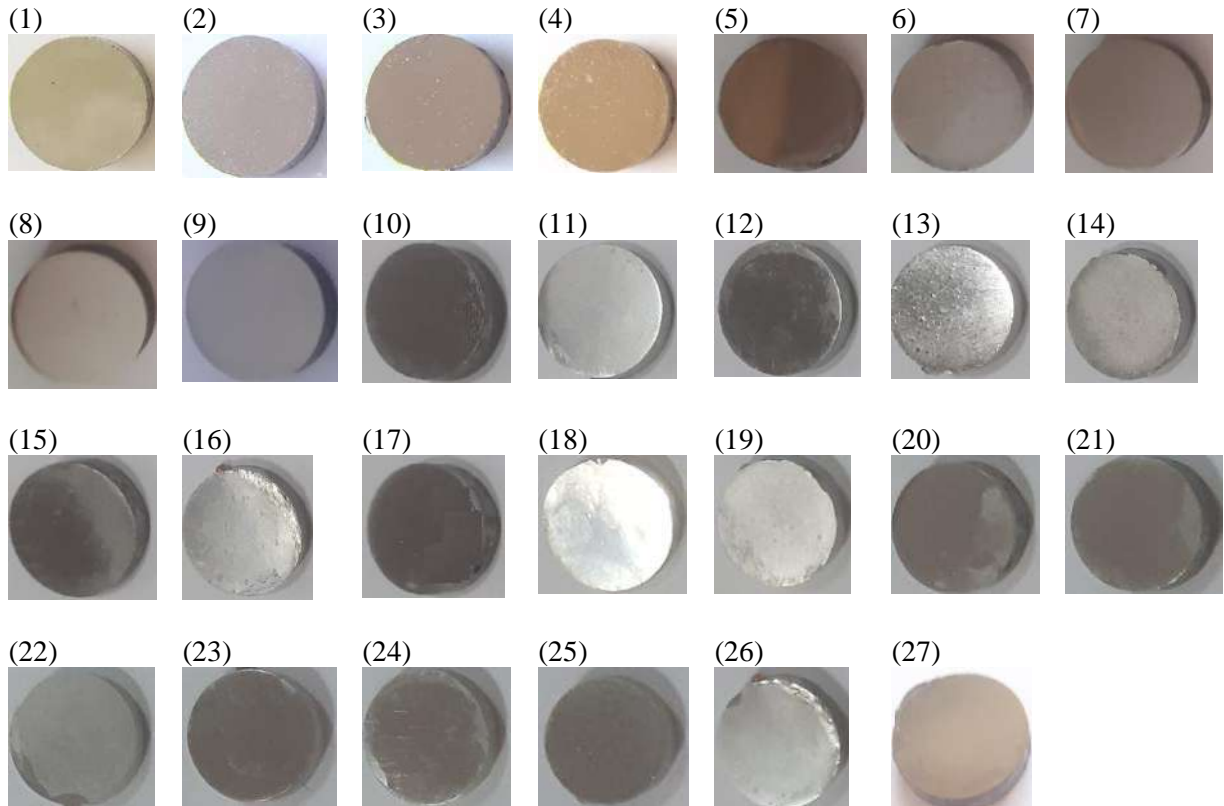


Figure III.1 Substrats utilisés dans les tests après revêtement

Afin de bien comprendre comment chaque paramètre d'élaboration affecte les propriétés de l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté des revêtements composites Ni-P- Y_2O_3 du dépôt, nous devons d'abord analyser l'influence de chaque paramètre d'élaboration sur l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté. Pour ce faire, nous devons d'abord suivre la variation de l'efficacité du courant cathodique et de la micro-dureté en fonction de chaque paramètre d'élaboration séparément.

III.2.1 Influence de la concentration en Y_2O_3 sur les revêtements Ni-P- Y_2O_3

Les figures (III.2 à III.7) montrent comment la concentration en Y_2O_3 affecte la micro-dureté (Hv_{100}) et l'efficacité du courant cathodique (E.C.C) des revêtements composites Ni-P- Y_2O_3 .

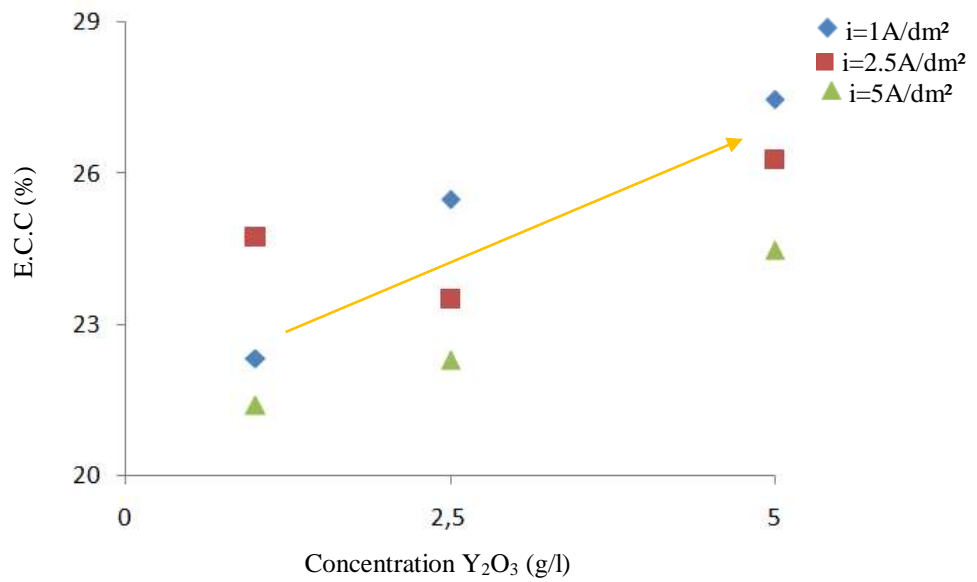


Figure III.2 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la concentration en Y_2O_3 pour $\omega = 250$ tr/min

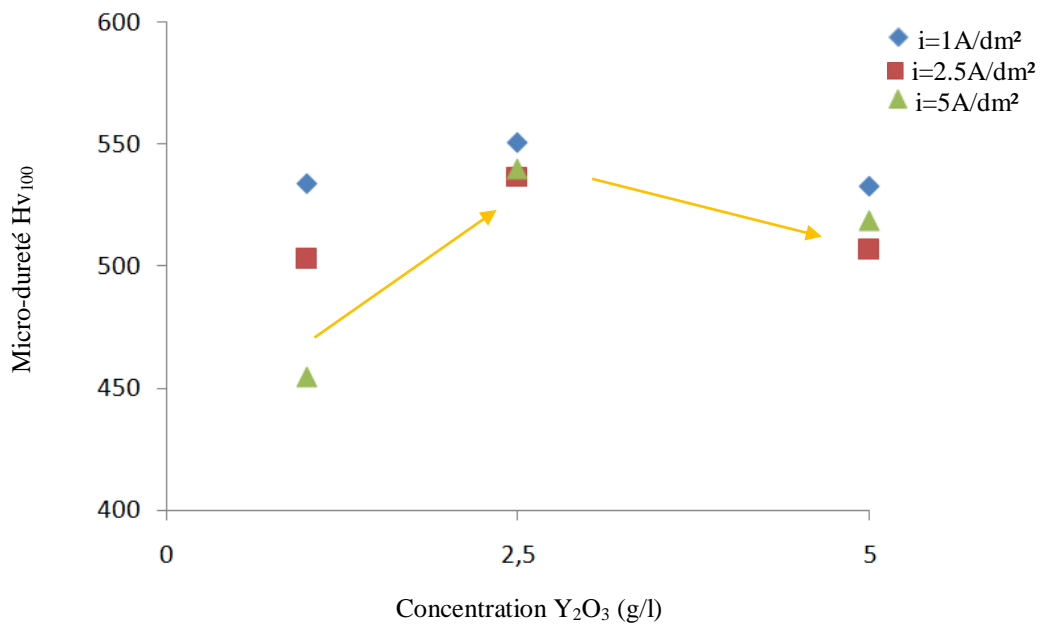


Figure III.3 Variation de la micro-dureté en fonction de la concentration en Y_2O_3 pour $\omega = 250$ tr/min

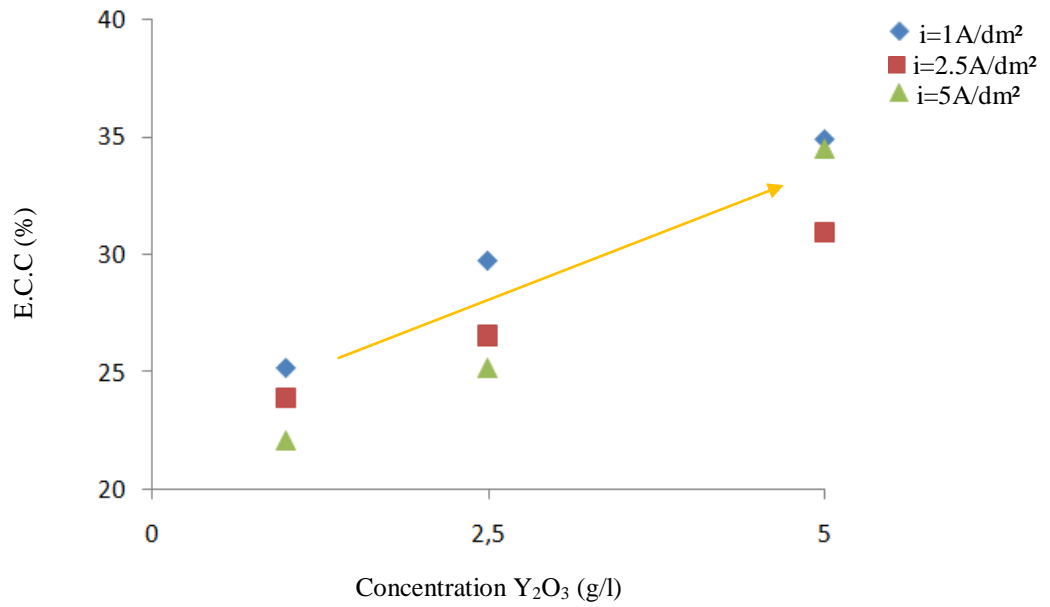


Figure III.4 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la concentration en Y_2O_3 pour $\omega = 365$ tr/min

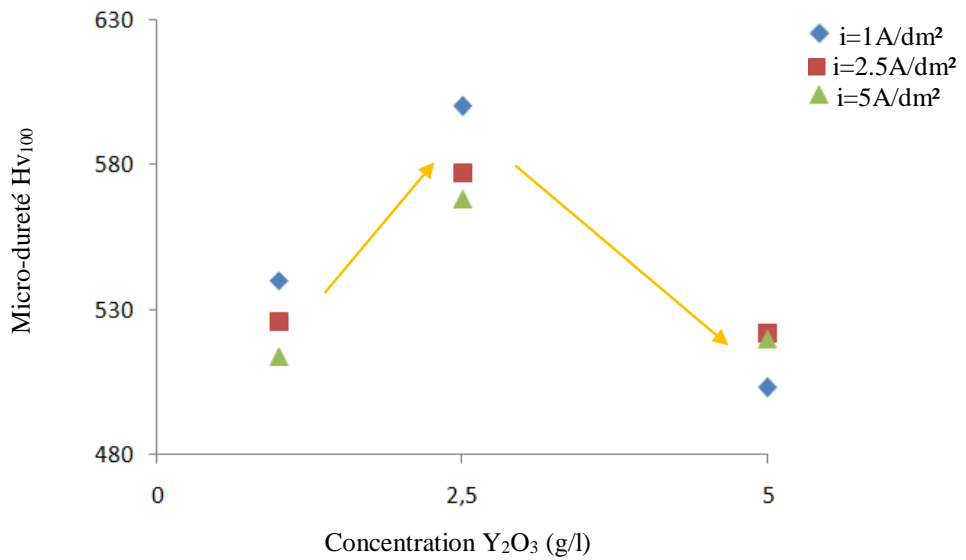


Figure III.5 Variation de la micro-dureté en fonction de la concentration en Y_2O_3 pour $\omega = 365$ tr/min

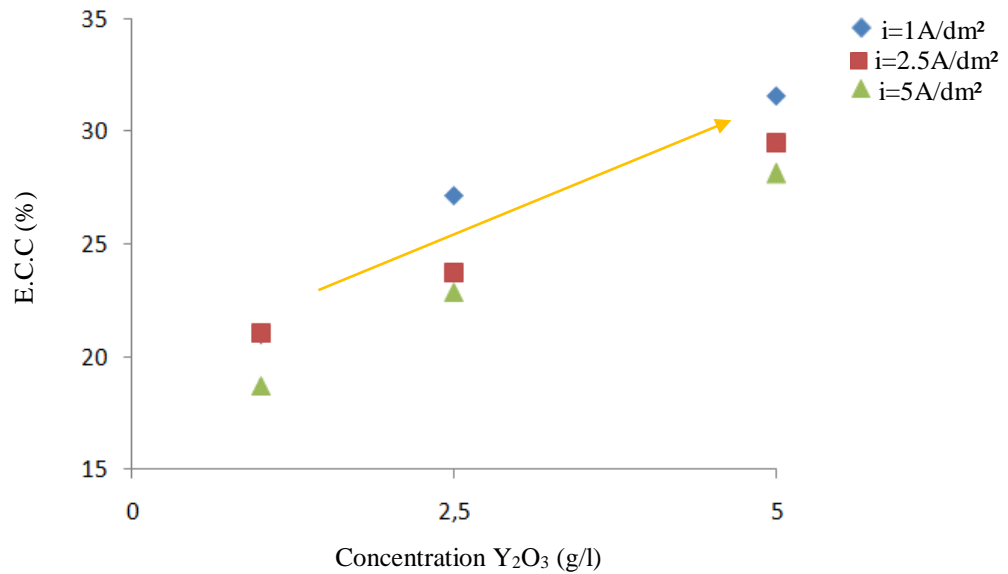


Figure III.6 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la concentration en Y₂O₃ pour $\omega = 440$ tr/min

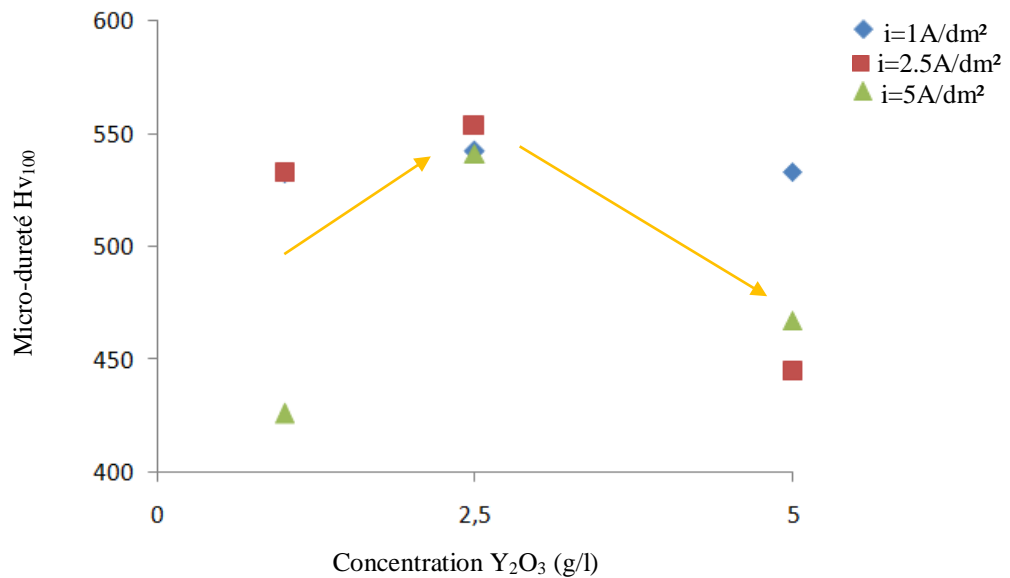


Figure III.7 Variation de la micro-dureté varie avec la concentration en Y₂O₃ pour $\omega = 440$ tr/min

La concentration en Y₂O₃ a un impact sur la micro-dureté et l'efficacité du courant des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃, comme le montrent les figures ci-dessus.

Les figures III.2, III.4 et III.6 montrent que, quelle que soit la valeur de la densité de courant et l'agitation du bain, l'efficacité du courant cathodique augmente à mesure que la concentration de nanoparticules dans le bain augmente. Cette augmentation est due à l'augmentation de pH de l'électrolyte (voir la section II.5.1).

Les figures III.3, III.5, et III.7 montrent l'influence du dosage de Y₂O₃ sur la micro-dureté du revêtement composite Ni-P-Y₂O₃. Ces figures ont la même forme. Il est clair qu'en

ajoutant plus de nanoparticule au bain, la dureté augmente jusqu'à une valeur maximale, puis diminue. D'une part, les nanoparticules de Y_2O_3 peuvent agir comme une barrière contre la déformation plastique et augmenter la micro-dureté du revêtement en empêchant le mouvement des dislocations [76, 78, 88]. D'autre part, les nanoparticules améliorent le raffinement du grain de la matrice et favorisent donc la micro-dureté plus élevée du revêtement nanocomposite [9]. Lorsque la quantité de Y_2O_3 est de 2.5 g/l, la micro-dureté est maximale. Lorsque la quantité de nanoparticules dans la solution de placage est inférieure à 2.5 g/l, à mesure que la quantité de nanoparticule augmente, la quantité de particules de Y_2O_3 déposées à la surface du substrat augmente et le risque accru d'être piégé dans le revêtement, donc que la dureté du revêtement augmente. Lorsque la teneur en nanoparticule de Y_2O_3 dans la solution de placage est trop élevée, certaines particules de Y_2O_3 peuvent couler au fond sans participer à la croissance du revêtement, ce qui entraîne un dépôt irrégulier de particules de Y_2O_3 dans le revêtement composite (figure III.20 et III.21).

III.2.2 Influence de la densité de courant sur les revêtements Ni-P- Y_2O_3

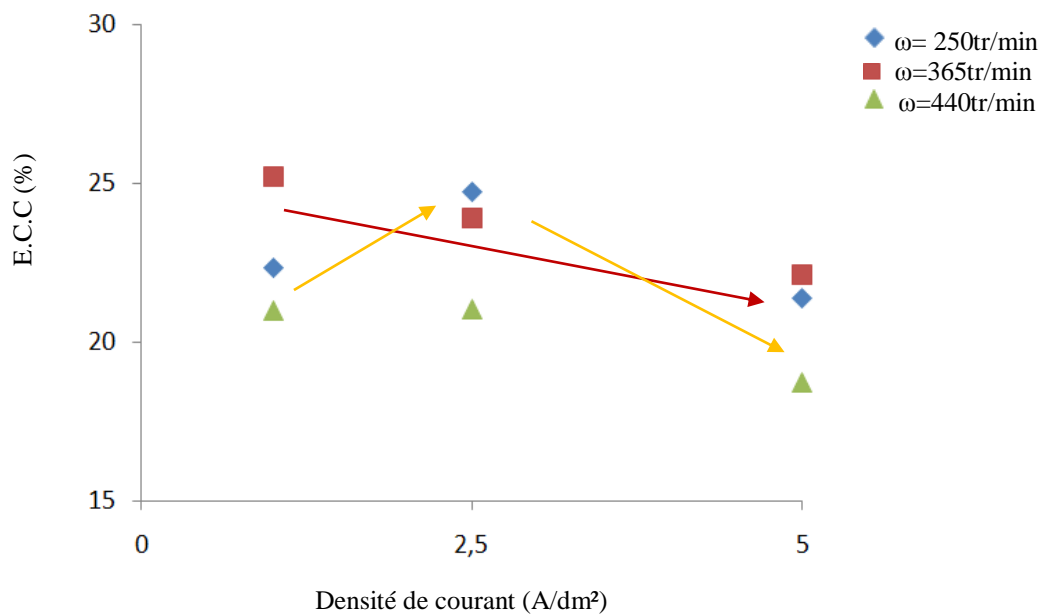


Figure III.8 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la densité du courant pour c = 1g/l

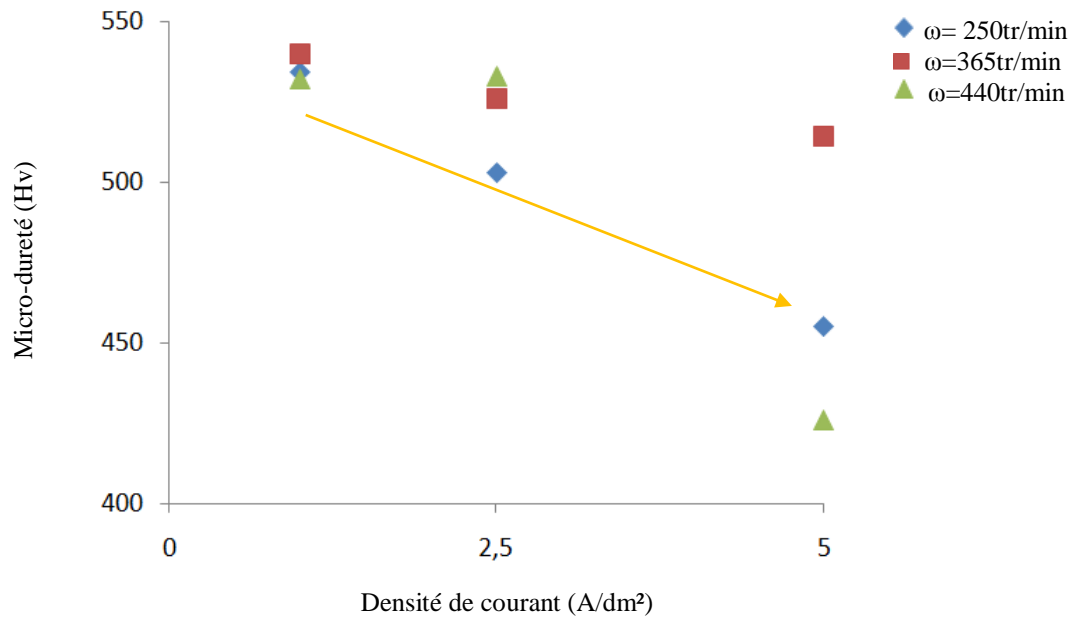


Figure III.9 Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant pour $c = 1\text{g/l}$

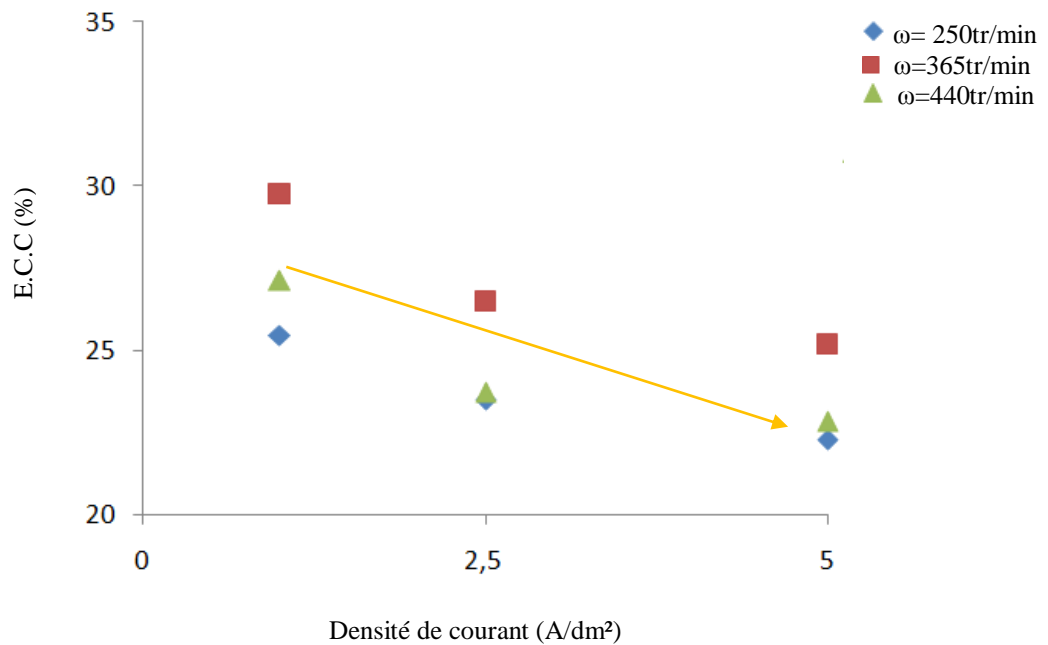


Figure III.10 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la densité du courant pour $c = 2.5\text{g/l}$

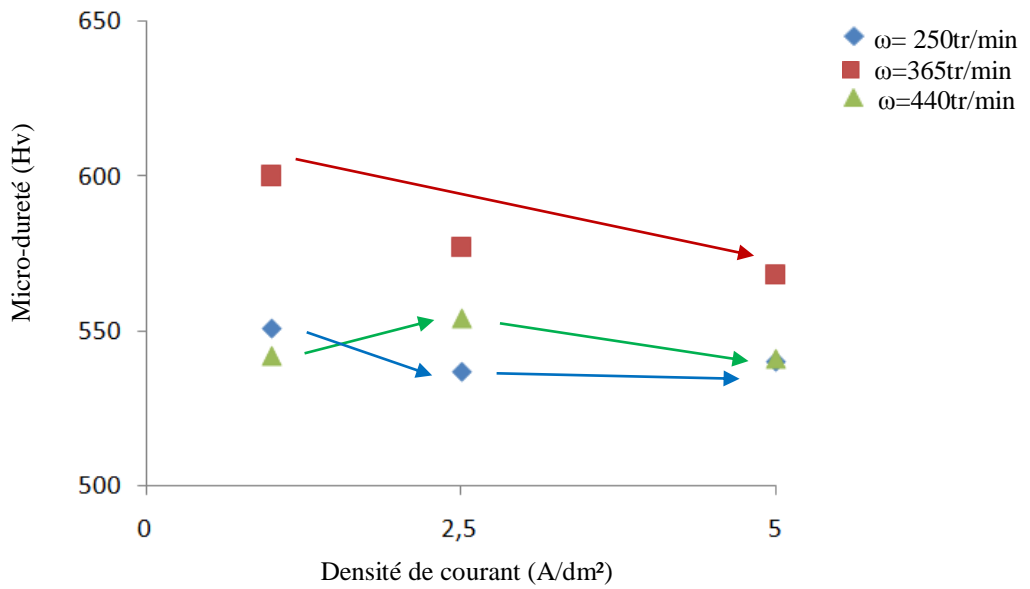


Figure III.11 Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant pour $c = 2.5$ g/l

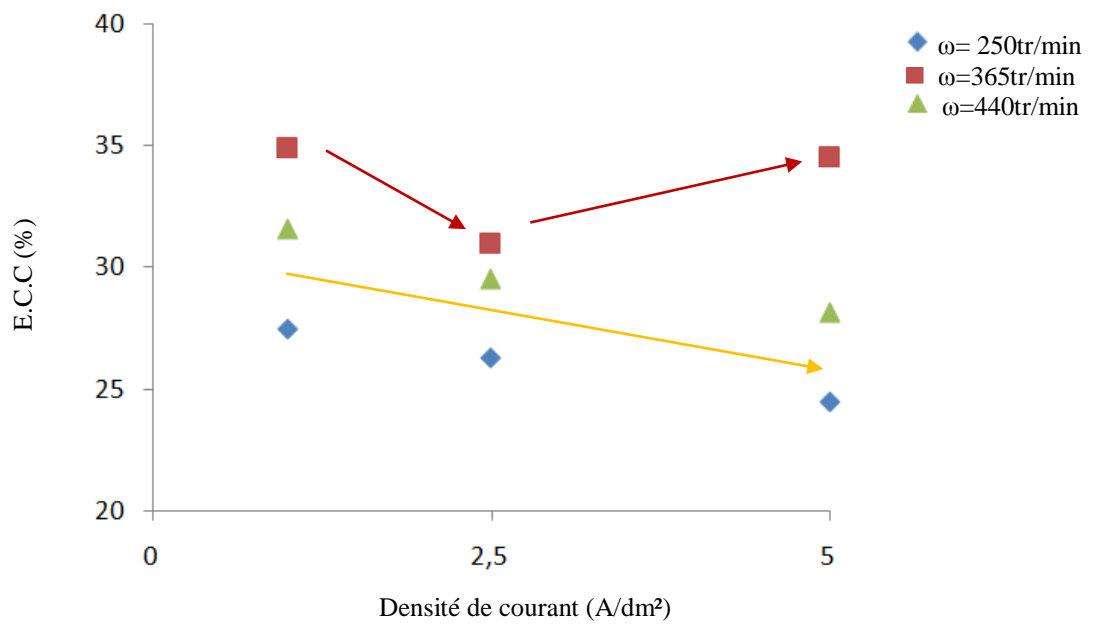


Figure III.12 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la densité du courant pour $c = 5$ g/l

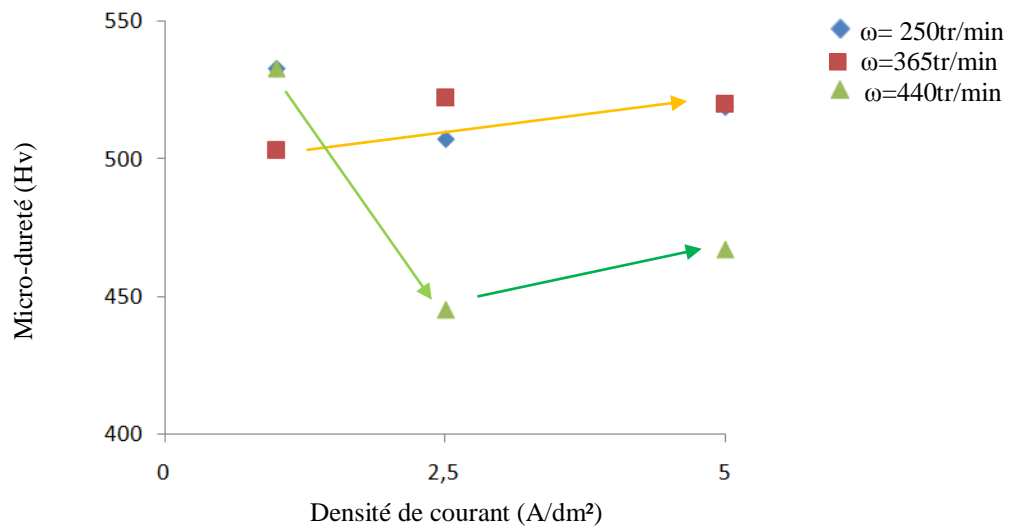


Figure III.13 Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant pour $c = 5 \text{ g/l}$

La concentration en Y_2O_3 a été fixée à 1 g/l, 2,5 g/l et 5 g/l afin d'évaluer comment le courant affectait l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté des revêtements résultants.

L'efficacité du courant cathodique du revêtement Ni-P- Y_2O_3 diminue généralement avec l'augmentation de la densité de courant (figures III.8, III.10 et III.12). Un autre composant actif qui peut avoir un impact sur l'efficacité du courant est la densité de courant. L'efficacité a été réduite en augmentant la densité de courant. Cela est dû à la réaction de décharge des ions H^+ qui entraîne la formation de bulles d'hydrogène. Cette réaction partage une plus grande partie du courant d'électrodéposition à des densités de courants totales plus élevées. En plus, les réactions impliquées dans la conversion du phosphore de la solution en phosphore dans le dépôt peuvent être interprétées différemment, ce qui peut entraîner des divergences dans l'élaboration du comportement de l'efficacité du courant de cathode. Des teneurs en P plus élevées sont obtenues à faibles potentiels. L'électrodéposition de Ni - P est fortement réduite par un vigoureux dégagement d'hydrogène, qui est le principal facteur réduisant l'efficacité du dépôt. Aux potentiels cathodiques (E.C.C) élevés, Ni est déposé préférentiellement par rapport à P, Ceci est dû au fait de la déficience en proton à l'interface peut être responsable de la baisse du taux de dépôt de P [94].

La relation entre la densité de courant et la micro-dureté du revêtement composite est illustrée dans les Figures III.9, III.11 et III.13. Le changement de la micro-dureté du revêtement devient complexe au fur et à mesure que la densité de courant augmente. La micro-dureté atteint son maximum à 1 A/dm², et lorsque la densité de courant augmente, la dureté du revêtement diminue. En fait, au fur et à mesure que la densité de courant augmente,

l'efficacité du courant s'améliore et la quantité de nanoparticules de Y_2O_3 dans la couche sédimentaire augmente par unité de temps. Une densité de courant trop élevée entraînera un taux d'intégration des nanoparticules de Y_2O_3 dans le revêtement composite plus lent que le taux de dépôt du revêtement à matrice métallique, abaissant la teneur en Y_2O_3 dans le revêtement et abaissant la micro-dureté du revêtement composites [73]. Par conséquent, 1 A/dm² devrait être la bonne densité de courant.

III.2.3 Influence de l'agitation sur les revêtements Ni-P- Y_2O_3

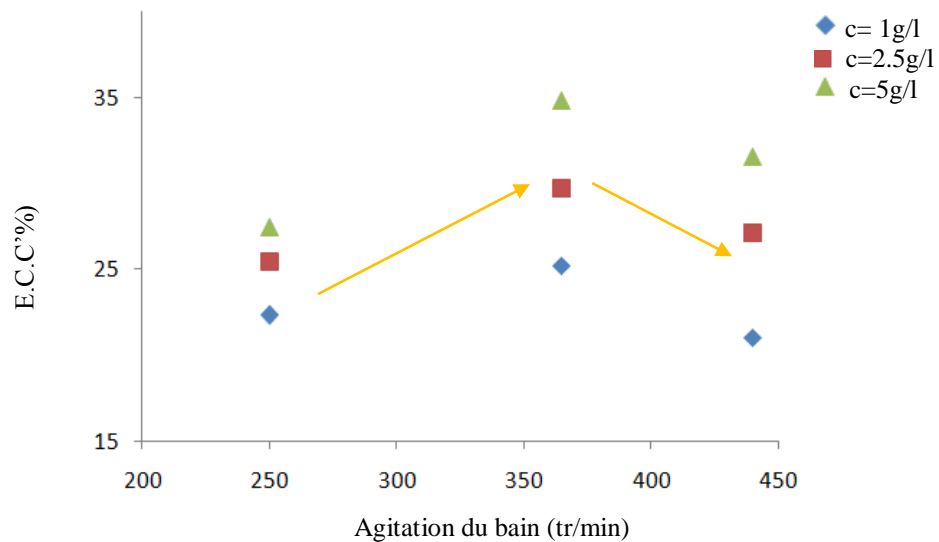


Figure III.14 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de l'agitation pour $i = 1 \text{ A/dm}^2$

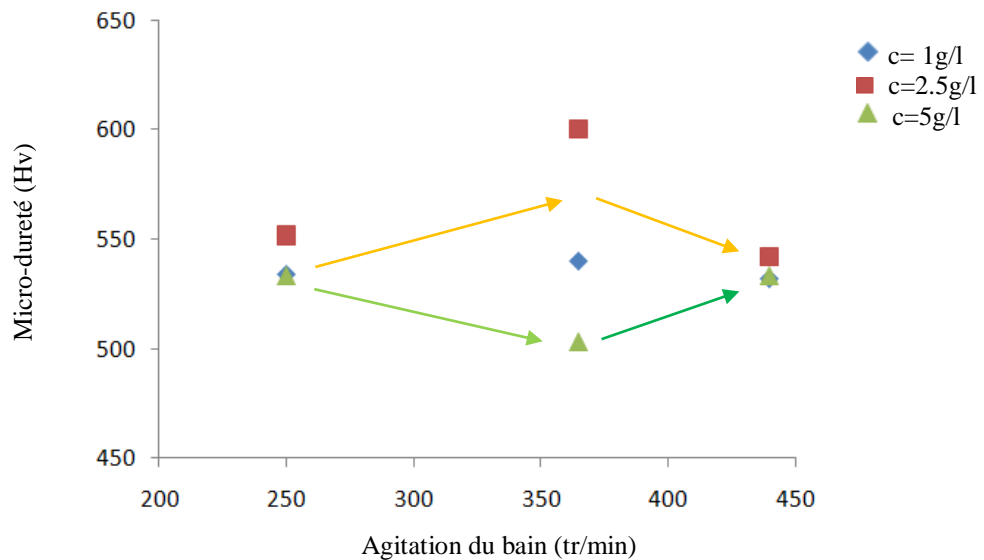


Figure III.15 Variation de la micro-dureté en fonction de l'agitation pour $i = 1 \text{ A/dm}^2$

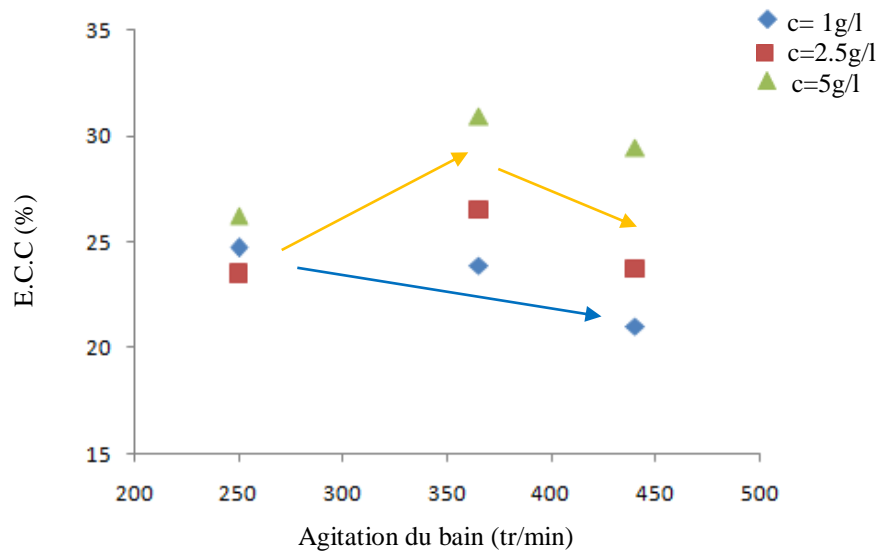


Figure III.16 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de l'agitation pour $i = 2.5 \text{ A/dm}^2$

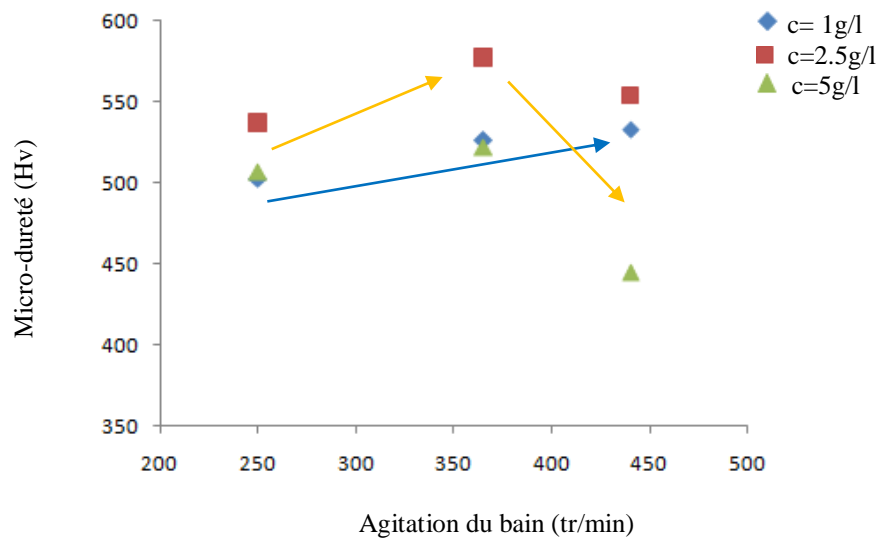


Figure III.17 Variation de la micro-dureté en fonction de l'agitation pour $i = 2.5 \text{ A/dm}^2$

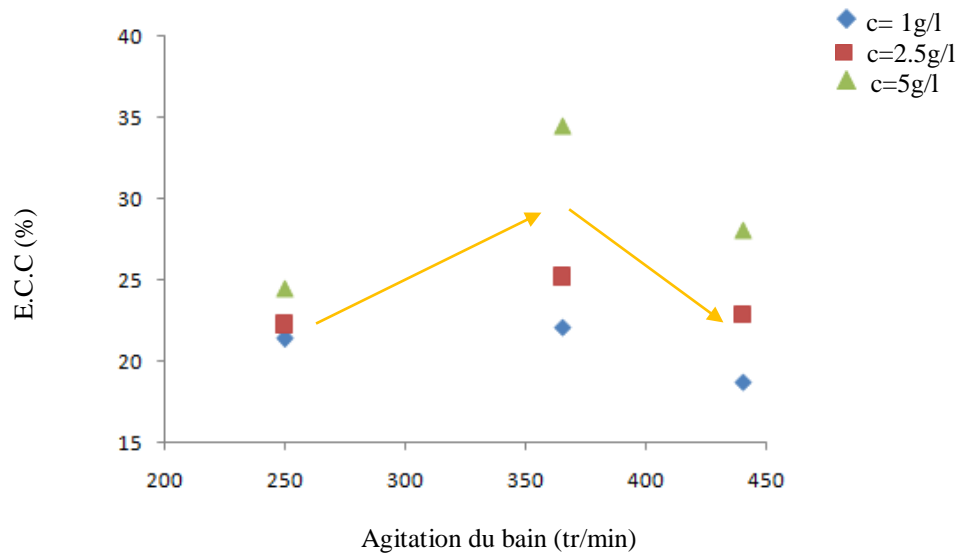


Figure III.18 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de l'agitation pour $i = 5 \text{ A/dm}^2$

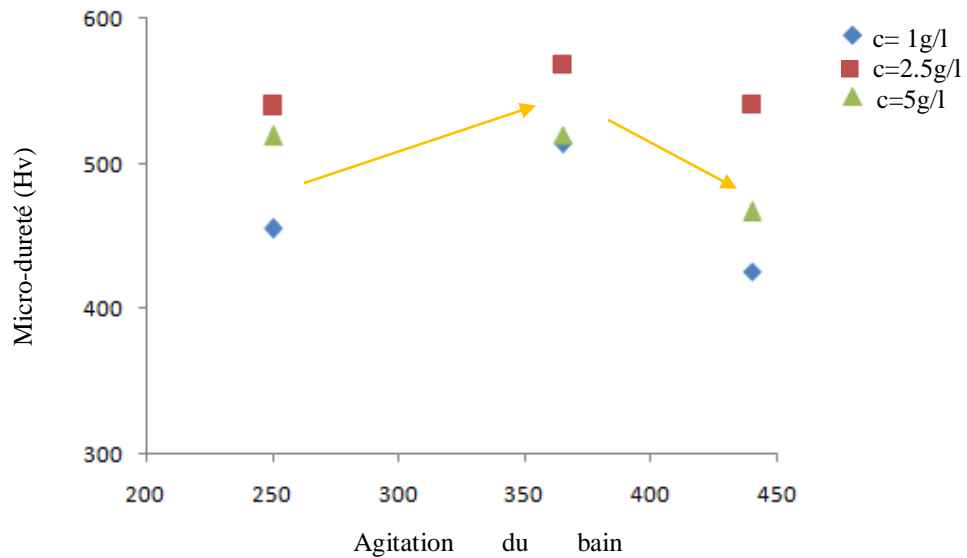


Figure III.19 Variation de la micro-dureté en fonction de l'agitation pour $i = 5 \text{ A/dm}^2$

L'influence de l'agitation du bain sur l'efficacité de courant cathodique et la micro-dureté des revêtements composites Ni- P- Y₂O₃ est illustrée dans les figures (III.14 à III.19).

Lorsque l'agitation du bain augmente, la variation de l'efficacité de courant cathodique et la micro-dureté du revêtement ne s'accordent pas. L'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté les plus élevées sont atteintes à 365 tr/min de vitesse d'agitation de l'électrolyte.

Avec l'augmentation de la vitesse d'agitation du bain, la micro-dureté diminue ce qui est due à une agitation excessive entraînant un régime d'écoulement turbulent qui peut réduire la quantité de particules dans le dépôt de métal. Cela peut s'expliquer par l'existence de forces hydrodynamiques vigoureuses dans l'électrolyte, qui éliminent les particules de la surface de la cathode avant qu'elles ne puissent être piégées dans le dépôt de métal [6]. Par conséquent, la vitesse d'agitation de l'électrolyte appropriée doit être de 365 tr/min

III.3 Analyses micrographiques

Selon le tableau III.1, la morphologie et la composition chimique de surface des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃ ont été testées sur les substrats 13 et 22. Les figures III.20 et III.21, pour les substrats 13 et 22, respectivement, montrent l'image MEB et EDX de la surface du revêtement composite dans leurs états tels que déposés.

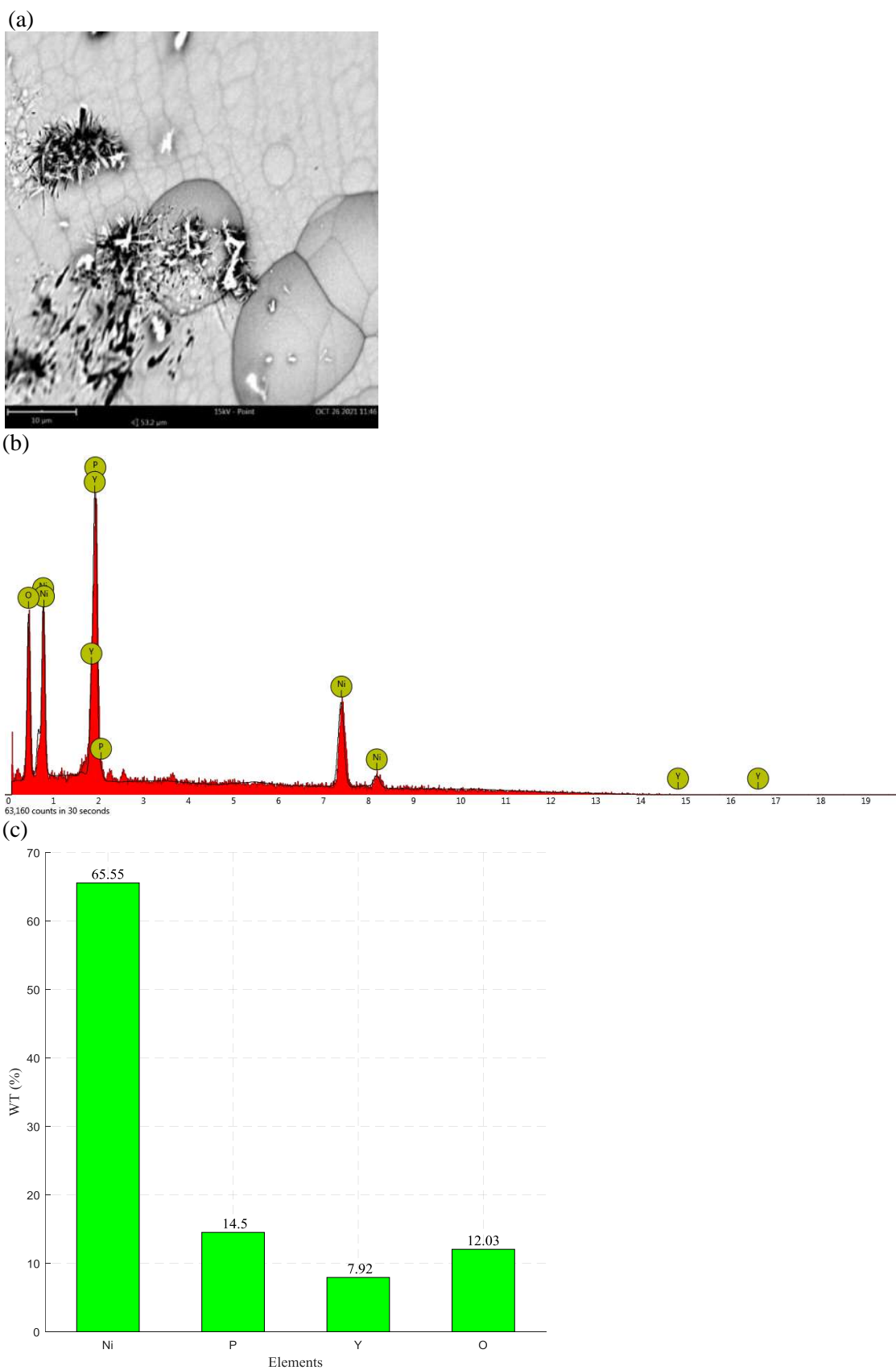


Figure III.20 Image MEB (a), spectre d'analyse EDX (b) et compositions chimiques (c) du composite Ni-P-Y₂O₃ revêtu par électrodéposition dans un électrolyte contenant 2,5g.l⁻¹ Y₂O₃, à une densité de courant de 1 A/dm² et une vitesse d'agitation de 365 tr/min

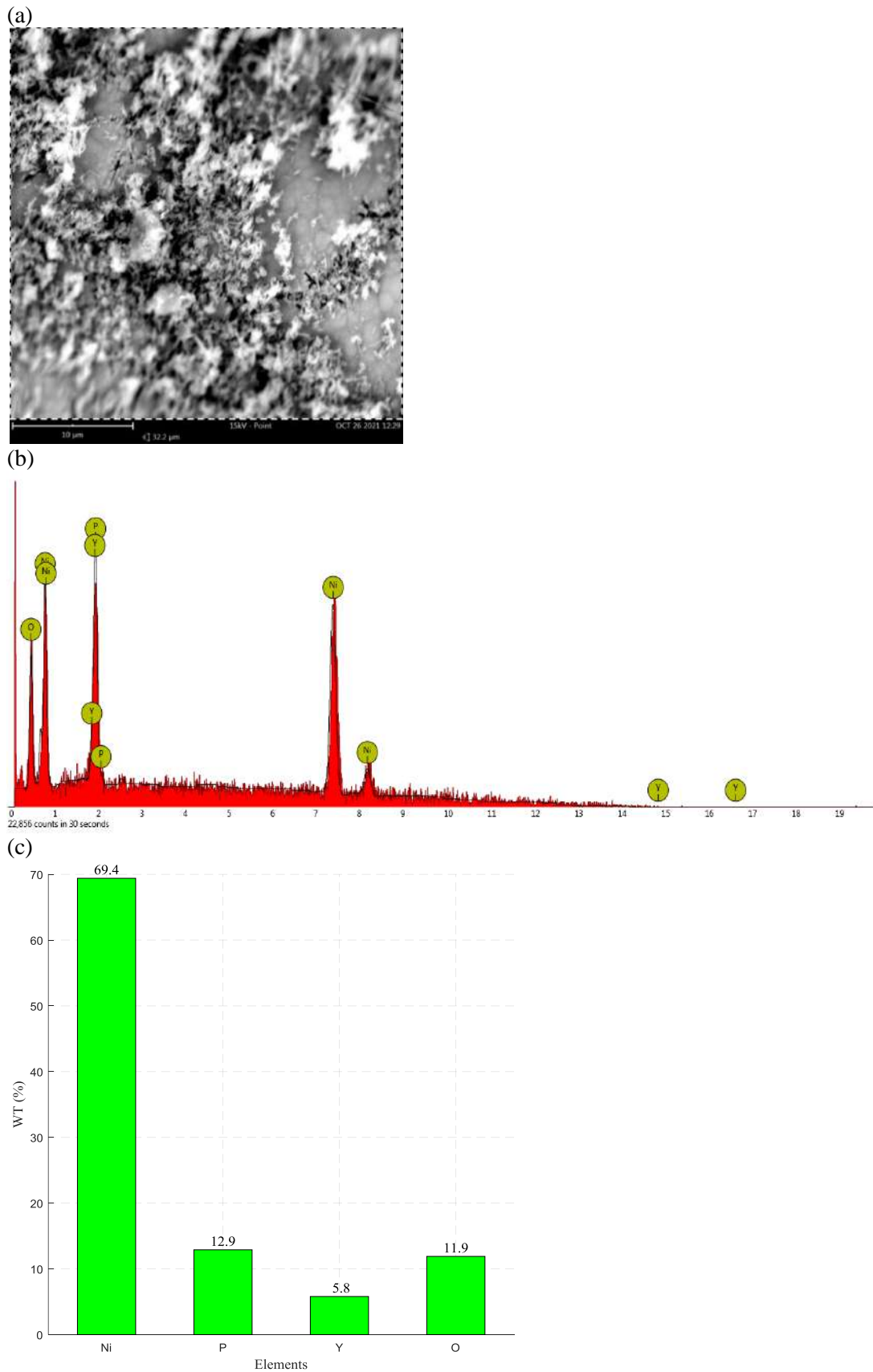


Figure III.21 Image MEB (a), spectre d'analyse EDX (b) et compositions chimiques (c) du composite Ni-P-Y₂O₃ revêtu par électrodéposition par dans l'électrolyte contenant 5 g.l⁻¹ de Y₂O₃, avec une densité de courant de 1 A/dm² et une vitesse d'agitation de 365 tr/min

Les figures III.6a et III.7a montrent une morphologie nodulaire sur les revêtements avec deux types de grains différents dans le dépôt (figure III.6a). Comme les joints de grains sont très nets sur les deux dépôts, ces dépôts devraient être cristallins. Leur structure morphologique est similaire à celle rapportée précédemment pour Ni-P-CeO₂ [40], Ni-P-Y₂O₃ [17] et Ni-P - Fe₂O₃-TiO₂ [84]. Les particules de Y₂O₃ ont été réparties de manière aléatoire sur la surface revêtue, une certaine agglomération de particules peut également être remarquée dans la microstructure, ce qui conduit à des défauts de surface tels que la porosité. Ces pores sont causés par la perte de nanoparticules faiblement adhérentes lors du post-traitement. Le même résultat a été rapporté par S. Xing et al [80]. Afin de minimiser l'accumulation de nanoparticules de Y₂O₃ dans le revêtement, il est important de contrôler soigneusement la taille et la concentration des particules, les conditions du processus de revêtement et les interactions de surface entre les particules et le substrat. Des processus de revêtement correctement conçus et contrôlés peuvent aider à assurer une répartition uniforme des particules dans le revêtement et à améliorer les performances et la durabilité du revêtement. De plus, pour éviter l'agglomération des nanoparticules dans le dépôt, il est nécessaire d'ajouter des additifs [68] et une agitation par ultrasons [10] pour produire des dépôts avec un volume d'incorporation plus élevé et une répartition plus homogène. L'épaisseur du revêtement peut également jouer un rôle dans l'accumulation de nanoparticules de Y₂O₃. Des revêtements plus épais offrent plus d'espace pour que les particules se déposent et s'accumulent, tandis que des revêtements plus minces peuvent permettre une distribution plus uniforme des particules.

Pour confirmer la présence de particules de Y₂O₃ dans la surface revêtue et la formation du nanocomposite, une analyse EDX a été effectuée à divers endroits de la surface revêtue (figures III.6b et III.7b). Les pics liés à Y et O sont le résultat de la présence de Y₂O₃ dans le revêtement. De plus, le résultat de l'analyse EDX montre que les zones blanches ont une teneur en Y₂O₃ plus élevée, suggérant qu'il s'agit de particules de Y₂O₃ fraîchement déposées. Les éléments chimiques Fe (fer) ne peuvent pas être détectés. Cela indiquait que le substrat était complètement recouvert d'un revêtement composite de Ni-P-Y₂O₃.

Les figures III.6c et III.7c montrent le pourcentage pondéral déterminant des éléments dans le composite. Le revêtement de micro-dureté maximale contenait une grande quantité d'yttrium à 7,92 % en poids et du phosphore à 14,5 % en poids par rapport aux autres revêtements, avec une concentration optimale de nanoparticules dans le bain égale à 2,5 g/l.

III.4 Conclusions

Après avoir mené les recherches décrites dans ce chapitre, nous sommes arrivés à la conclusion que les résultats des tests expérimentaux démontrent clairement l'influence des variables d'entrée, y compris la concentration de nanoparticules Y_2O_3 dans le bain, la densité de courant et le rythme auquel le bain a été agité. Ce sont des facteurs cruciaux qui influencent la micro-dureté du revêtement et l'efficacité du courant cathodique. D'après le tableau III.1, le test 13 et le test 22 correspondent aux valeurs maximales de micro-dureté de 600 Hv_{100} et d'efficacité du courant cathodique de 34,87 %, respectivement. De plus que, les analyse MEB et EDX ont été confirmés par la présence des nanoparticules dans le dépôt.

**Optimisation des
paramètres
d'élaboration des
revêtements
composites Ni-P-Y₂O₃**

IV.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de développer un modèle pour déterminer les facteurs qui affectent la façon dont les revêtements composites Ni-P-Y₂O₃ sont produits, en utilisant une méthode intelligente basée sur un système d'inférence multi-entrées-sorties qui est s'appelé la méthode de régression linéaire multiple. Les paramètres utilisés dans la modélisation comprennent la concentration en nanoparticules du bain, la densité de courant et la vitesse d'agitation de l'électrolyte. La micro-dureté et l'efficacité du courant cathodique sont les sorties du système de modélisation. En plus, les algorithmes génétiques représentent l'une des méthodes d'optimisation pour étudier les influences des paramètres de procédé. L'étude présentée dans ce chapitre a été proposée afin de remplacer une étude expérimentale beaucoup plus longue, plus coûteuse et non précis.

IV. 2 Construire des modèles empiriques

La création d'un modèle approximatif pour la surface de réponse réelle est nécessaire pour l'utilisation pratique de la méthodologie de surface de réponse (MSR). La vraie surface de réponse sous-jacente est généralement entraînée par un mécanisme physique inconnu. Le modèle d'approximation est basé sur les données observées du processus ou du système et est un modèle empirique. La régression linéaire multiple est un ensemble de techniques statistiques utiles pour construire les types de modèles empiriques requis dans MSR [85].

IV.2.1 Modèles de régression linéaire

Supposons que nous souhaitons développer un modèle empirique (y) reliant deux variables x_1 et x_2 . Un modèle de surface de réponse de premier ordre qui pourrait décrire cette relation est

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \epsilon \quad (\text{VI.1})$$

Il s'agit d'un modèle de régression linéaire multiple à deux variables indépendantes. Nous appelons souvent les variables indépendantes des variables prédictives. Le terme "linéaire" est utilisé car l'équation VI.1 est une fonction linéaire des paramètres inconnus β_0 , β_1 et β_2 . Le modèle décrit un plan dans l'espace bidimensionnel x_1 , x_2 . Le paramètre β_0 fixe l'interception du plan. Nous appelons parfois β_1 et β_2 coefficients de régression partielle, car β_1 mesure la variation attendue de y par variation unitaire de x_1 lorsque x_2 est maintenu constant, et β_2 mesure la variation attendue de y par variation unitaire de x_2 lorsque x_1 est maintenu constant.

En général, la variable de réponse y peut être liée à k variables régressives. Le modèle

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \epsilon \quad (\text{VI.2})$$

est appelé un modèle de régression linéaire multiple avec k variables de régression. Les paramètres β_j , $j=0, 1, \dots, k$, sont appelés les coefficients de régression. Ce modèle décrit un hyperplan dans l'espace k -dimensionnel des variables prédictives $\{x_j\}$. Le paramètre β_j représente la variation attendue de la réponse y par variation unitaire de x_j lorsque toutes les variables indépendantes restantes x_i ($i \neq j$) sont maintenues constantes

Les modèles qui sont plus complexes en apparence que l'équation VI.2 peut encore souvent être analysée par des techniques de régression linéaire multiple. Par exemple, à incorporer un terme d'interaction dans le modèle de premier ordre à deux variables, disons

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \epsilon \quad (\text{VI.3})$$

qui est un modèle typique de régression linéaire multiple à trois prédictives. Considérons le modèle de surface de réponse de second ordre à deux variables comme autre illustration :

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \epsilon \quad (\text{VI.4})$$

qui est un modèle de régression linéaire. En général, tout modèle de régression linéaire dans les paramètres (les valeurs β) est un modèle de régression linéaire, quelle que soit la forme de la surface de réponse qu'il génère.

Pour n observations, on peut écrire le modèle de régression linéaire multiple de l'équation VI.2 sous la forme

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 x_{i1} + \beta_2 x_{i2} + \dots + \beta_k x_{ik} + \epsilon_i$$

$$y_i = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_{ij} + \epsilon_i, \quad i = 1, 2, \dots, n \quad (\text{VI.5})$$

Le modèle en termes d'observations, l'équation VI.5, peut être écrit en notation matricielle comme

$$y = X\beta + \epsilon \quad (\text{VI.6})$$

Avec

$$y = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix}, X = \begin{bmatrix} 1 & x_{11} & x_{11} & \dots & x_{11} \\ 1 & x_{11} & x_{11} & \dots & x_{11} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ 1 & x_{11} & x_{11} & \dots & x_{11} \end{bmatrix}, \beta = \begin{bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \vdots \\ \beta_n \end{bmatrix}, \text{ et } \epsilon = \begin{bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \vdots \\ \epsilon_n \end{bmatrix}$$

En général, y est un vecteur $n \times 1$ des observations, X est une matrice de modèle $n \times p$ composée des niveaux des variables indépendantes étendues à la forme du modèle, β est un vecteur $p \times 1$ des coefficients de régression et ϵ est un $n \times 1$ vecteur d'erreurs aléatoires. Notez que X se compose des colonnes contenant les variables indépendantes plus une colonne supplémentaire de 1 pour tenir compte du terme d'interception dans le modèle.

VI.2.2 Estimation des paramètres dans les modèles de régression linéaire

La méthode des moindres carrés est généralement utilisée pour estimer les coefficients de régression dans un modèle de régression linéaire multiple. Supposons que $n > k$ observations sur la variable de réponse soient disponibles, disons y_1, y_2, \dots, y_n . Avec chaque réponse observée y_i , nous aurons une observation sur chaque variable régressive, et notons x_{ij} la $i^{\text{ème}}$ observation ou niveau de la variable x_j . Nous supposons que le terme d'erreur ε dans le modèle a $E(\varepsilon)=0$ et $Var(\varepsilon)=\sigma^2$ et que les $\{\varepsilon_i\}$ sont des variables aléatoires non corrélées.

La méthode des moindres carrés choisit les β 's dans l'équation VI.6 de sorte que la somme des carrés des erreurs, ε_i , soit minimisée. La fonction des moindres carrés est

$$L = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 = \varepsilon' \varepsilon = y'y - 2\beta'X'y + \beta'X'X\beta \quad (\text{VI.7})$$

La fonction L doit être minimisée par rapport à $\beta_0, \beta_1, \dots, \beta_k$. Les estimateurs des moindres carrés, disons b_0, b_1, \dots, b_k , doivent satisfaire

$$\left. \frac{\partial L}{\partial \beta} \right|_b = -2X'y + 2X'Xb = 0$$

qui se simplifie en

$$X'Xb = X'y \quad (\text{VI.8})$$

L'équation VI.8 est l'ensemble des équations normales des moindres carrés sous forme matricielle. Pour résoudre les équations normales, multipliez les deux côtés de l'équation VI.8 par l'inverse de $X'X$. Ainsi, l'estimateur des moindres carrés de β est

$$b = (X'X)^{-1}X'y \quad (\text{VI.9})$$

et les valeurs ajustées (ou estimées, prédites) de y ont pour expression :

$$\hat{y} = Xb \quad (\text{VI.10})$$

En notation scalaire, le modèle ajusté est

$$\hat{y}_i = b_0 + \sum_{j=1}^k b_j x_{ij}, \quad i = 1, 2, \dots, n$$

La différence entre l'observation y_i et la valeur ajustée \hat{y}_i est un résidu, disons $e_i = y_i - \hat{y}_i$. Le vecteur $n \times 1$ de résidus est noté

$$e = y - \hat{y} \quad (\text{VI.11})$$

VI.2.3 Propriétés des estimateurs des moindres carrés et estimation de σ^2

Les estimateurs des M.C. b_0, b_1, \dots, b_p sont des estimateurs sans biais : $E(b) = \beta$, et, parmi les estimateurs sans biais fonctions linéaires des y_i , ils sont de variance minimum (propriété de Gauss-Markov) ; ils sont donc (BLUE : best linear unbiased estimators). Sous hypothèse de normalité, les estimateurs du M.V., qui coïncident avec ceux des moindres

carrés, sont uniformément meilleurs ; ils sont efficaces c'est-à-dire que leur matrice de covariance atteint la borne inférieure de Cramer-Rao.

On montre que la matrice de covariance des estimateurs se met sous la forme

$$Cov(b) = \sigma^2(X'X)^{-1} \quad (VI.12)$$

Il est également généralement nécessaire d'estimer σ^2 . Pour développer un estimateur de ce paramètre, considérons la somme des carrés des résidus, disons

$$SS_E = y'y - b'X'y \quad (VI.13)$$

L'équation VI.13 est appelée erreur ou somme résiduelle des carrés, et elle a $n-p$ degrés de liberté qui lui sont associés. On peut montrer que

$$E(SS_E) = \sigma^2(n - p)$$

donc un estimateur sans biais de σ^2 est donné par

$$\hat{\sigma}^2 = \frac{SS_E}{n-p} \quad (VI.14)$$

VI.2.4 Test de signification de la régression

Le test de significativité de la régression est un test pour déterminer s'il existe une relation linéaire entre la variable de réponse y et un sous-ensemble des variables de régression x_1, x_2, \dots, x_k . Les hypothèses appropriées sont

$$H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0$$

$$H_1: \beta_j \neq 0 \text{ pendant au moins un } j \quad (VI.15)$$

Le rejet de H_0 dans l'Équation VI.15 implique qu'au moins une des variables régressives x_1, x_2, \dots, x_k contribue significativement au modèle. La procédure de test consiste à partitionner la somme totale des carrés $SS_T = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$ en une somme des carrés due au modèle (ou à la régression) et une somme des carrés due au résidu (ou à l'erreur), disons

$$SS_T = SS_R + SS_E \quad (VI.16)$$

Maintenant, si l'hypothèse nulle $H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0$ est vraie, alors SS_R/σ^2 est distribué comme χ_k^2 , où le nombre de degrés de liberté pour χ^2 est égal au nombre de variables régressives dans le modèle. De plus, nous pouvons montrer que SS_E/σ^2 est distribué comme χ_{n-k-1}^2 et que SS_E et SS_R sont indépendants. La procédure de test pour $H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0$ consiste à calculer

$$F_0 = \frac{SS_R/k}{SS_E/(n-k-1)} = \frac{MS_R}{MS_E} \quad (VI.17)$$

et de rejeter H_0 si F_0 dépasse $F_{\alpha, k, n-k-1}$. Alternativement, on pourrait utiliser l'approche de la valeur-P pour tester les hypothèses et, par conséquent, rejeter H_0 si la valeur-P pour la

statistique F_0 est inférieure à α . Le test est généralement résumé dans un tableau tel que le tableau VI.1. Cette procédure de test est appelée analyse de variance (ANOVA) car elle est basée sur une décomposition de la variabilité totale de la variable de réponse y .

Tableau VI.1 Analyse de la variance pour l'importance de la régression dans la régression multiple

Source de Variation	Somme de Carrés	Degrés de Liberté	Moyenne Carré	F_0
Régression	SS_R	k	MS_R	MS_R / MS_E
Erreur ou résiduel	SS_E	$n-k-1$	MS_E	
Total	SS_T	$n-1$		

Par conséquent, la somme des carrés de régression est

$$SS_R = b'X'y - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n} \quad (VI.18)$$

la somme des carrés de l'erreur est

$$SS_E = y'y - b'X'y \quad (VI.19)$$

et la somme totale des carrés est

$$SS_T = y'y - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n} \quad (VI.20)$$

On appelle coefficient de détermination le rapport

$$R^2 = \frac{SS_R}{SS_T} \quad (VI.21)$$

qui est donc la part de variation de Y expliquée par le modèle de régression. Ce critère n'est qu'une indication de la qualité d'ajustement du modèle mais un R^2 proche de 1 n'est pas synonyme de bonne qualité de prévision. La quantité R est encore appelée coefficient de corrélation multiple entre y et les variables explicatives, c'est le coefficient de corrélation usuel entre y et sa prédiction \hat{y} .

VI.3 Modélisation du système

Nous proposons d'appliquer l'approche de la régression linéaire multiple à une étude existante pour déterminer son efficacité à résoudre ce type de problème avant d'aborder la modélisation de l'efficacité du courant cathodique et de la micro-dureté des revêtements avec cette approche basée sur l'étude expérimentale développée au chapitre III.

Afin de prédire diverses données expérimentales sur l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃ par électrodéposition, ce travail a utilisé un modèle de régression linéaire multiple à trois entrées et deux sorties (Figure VI.1).

Les sorties du système sont l'efficacité du courant cathodique (E.C.C) et la micro-dureté (Hv_{100}), tandis que les entrées sont la densité de courant (i), la vitesse d'agitation du bain (ω) et la concentration de nanoparticules dans l'électrolyte (c).

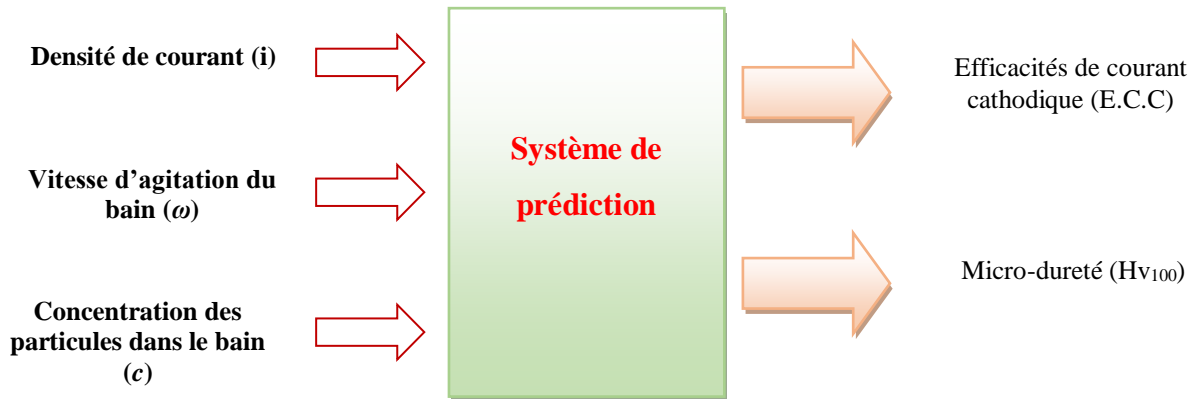


Figure VI.1 Système de prédiction

Pour mener cette étude nous avons réalisé vingt-sept (27) essais avec les paramètres mentionnés dans le tableau III.1 (voir chapitre 3). Les équations de régression pour l'efficacité du courant cathodique (équation VI.22) et la micro-dureté (équation VI.23) sont présentées ci-dessous. Ils ont été utilisés comme fonction objective pour optimiser les paramètres d'électrodeposition.

$$\begin{aligned}
 E.C.C(\%) = & -16.2076 - 1.40878 \times i + 0.263433 \times \omega - 1.05823 \times c + 0.156037 \times i^2 \\
 & - 0.000407879 \times \omega^2 - 0.0233333 \times c^2 - 0.000910339 \times i \times \omega \\
 & + 0.0334014 \times i \times c + 0.00845731 \times \omega \times c
 \end{aligned} \tag{VI.22}$$

$$\begin{aligned}
 HV_{100} = & +57.07331 - 35.02949 \times i + 2.506285 \times \omega - 110.9614 \times c \\
 & + 0.05888639 \times i \times \omega + 3.391862 \times i \times c - 0.1412421 \times \omega \times c \\
 & + 0.3161111 \times i^2 - 0.003396562 \times \omega^2 - 12.869 \times c^2
 \end{aligned} \tag{VI.23}$$

Les figures VI.2 et VI.3 montrent les réponses prédites et expérimentales. Des modèles de régression multiple et des données expérimentales ont été utilisés pour déterminer les valeurs expérimentales et prédites par rapport au nombre de tests à chaque niveau des trois variables de processus. En comparant les valeurs expérimentales et prédites de l'efficacité du courant cathodique, nous pouvons voir que le modèle prédit et les valeurs expérimentales coïncident assez bien. Bien qu'il existe peu d'endroits expérimentaux où les modèles prédits pour la micro-dureté divergent, ils sont généralement d'accord. La micro-dureté et l'efficacité du courant cathodique peuvent toutes deux être estimées à l'aide de modèles de régression,

avec des erreurs moyennes de 3,26 et 1,58 %, respectivement. L'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté ont des coefficients de détermination (R^2) qui sont respectivement de 92,27 % et 92,49 %. Les valeurs R sont supérieures à 0,92 indiquant que la prédiction est relativement précise. De plus, ces résultats indiquent la signification statique élevée et le bon ajustement du modèle. Il démontre que les valeurs expérimentales et prédites présentent un degré significatif de corrélation.

Selon les équations de régression multiple pour la micro-dureté, l'efficacité du courant cathodique sont différents. Cela peut être attribué au fait que l'effet des paramètres d'entrée (i , ω , c) ne sont pas les mêmes effets sur E.C.C et Hv_{100} .

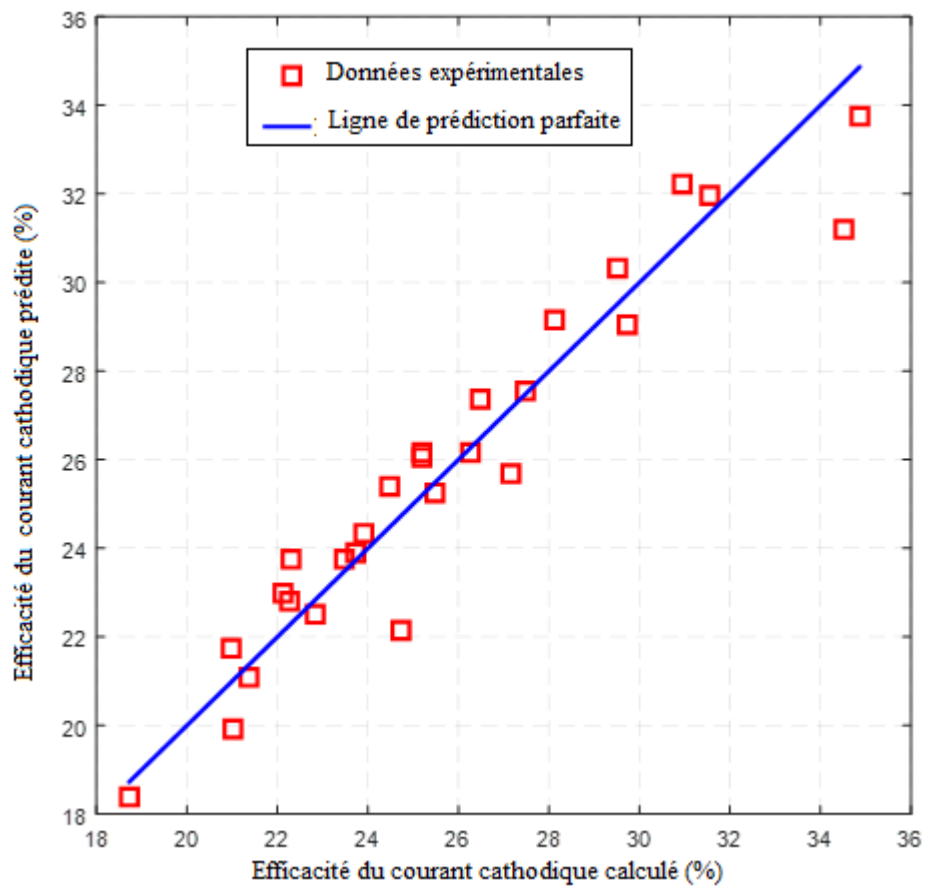


Figure VI.2 Réponse prédite par rapport à la réponse expérimentale de l'efficacité du courant cathodique

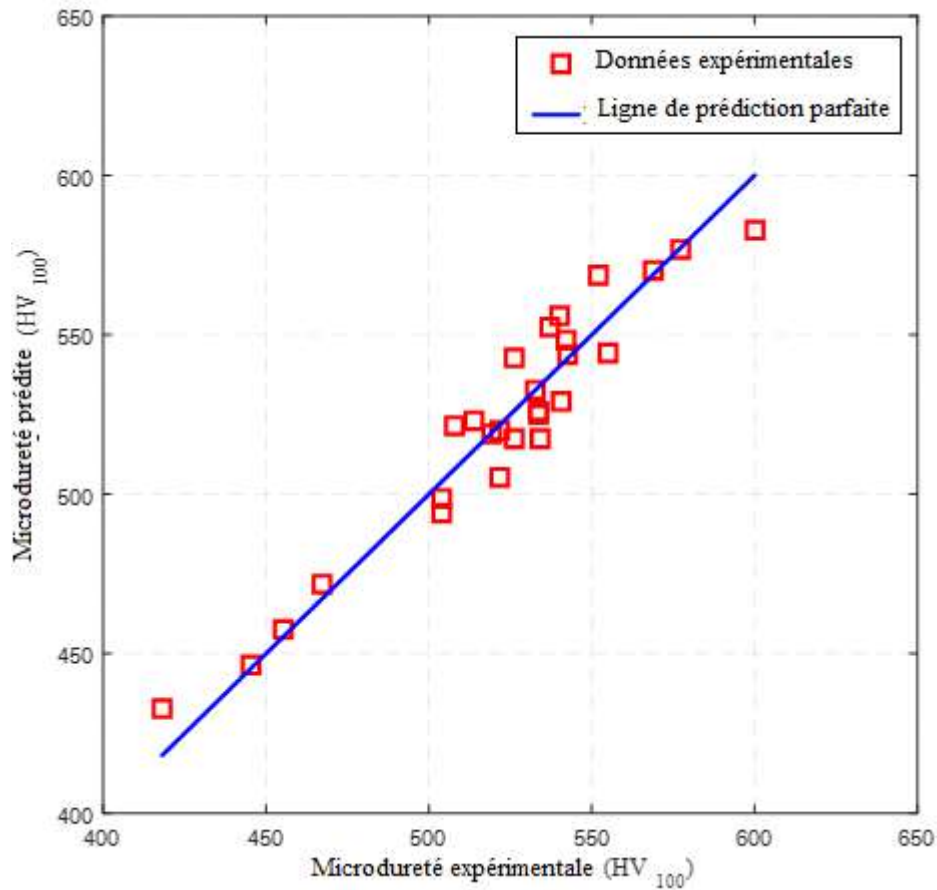


Figure VI.3 Réponse de micro-dureté prédite par rapport à expérimentale

VI.4 Résultats et discussions

Dix nouveaux tests non entrés dans le processus de création du modèle ont été réalisés. Il sera utilisé pour vérifier le modèle. Ces essais ont été réalisés dans les mêmes conditions que les essais précédents, mais avec des paramètres de procédé différents (tableau VI.2).

Tableau VI.2 Conditions expérimentales et résultats expérimentaux et valeurs de prédicat de l'efficacité du courant cathodique (E.C.C) et de la micro-dureté Vickers pour les films Ni-P-Y₂O₃.

Tests	Paramètres			(E.C.C) %		Hv ₁₀₀ (moy.)	
	i (A/dm ²)	ω (tr/min)	c (g/l)	Expérimental	Prédicat	Expérimental	Prédicat
1	1	300	1	24.25	26.0764	530±2	545.3324
2	1.75	365	1	24.59	25.1006	539±1	549.1153
3	2.5	440	1.75	22.45	21.9244	532±2	542.2954
4	5	300	2.5	24.64	25.5738	540±1	557.7921
5	2.5	250	4	24.64	25.2276	539±1	553.1835
6	2.5	400	5	33.14	31.9056	484±2	482.4218
7	4	440	2.5	24.96	25.3098	546±1	546.3687
8	3	400	2	24.88	24.7470	558±3	562.3619
9	1	275	2.5	27.69	26.9940	579±2	579.265
10	1.5	250	5	26.85	27.0024	536±1	523.5772

Le pourcentage d'erreur e_i (équation VI.24) et le pourcentage de précision A (équation VI.25) ont été utilisés comme critères pour vérifier l'exactitude des résultats, qui étaient des modèles prédits par rapport à la valeur expérimentale.

Pour calculer le pourcentage d'erreur des dix tests, nous utilisons l'équation VI.24 :

$$e_i = \left[\frac{|Output_{exp} - Output_{pred}|}{Output_{exp}} \right] \times 100 \quad (VI.24)$$

Pour calculer le pourcentage de précision des 10 tests, la formule VI.25 est utilisée :

$$A = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left[1 - \frac{|Output_{exp} - Output_{pred}|}{Output_{exp}} \right] \times 100 \quad (VI.25)$$

Où, $Output_{exp}$, $Output_{pred}$ et N sont respectivement la valeur réelle, la valeur de prédiction du modèle et le nombre de données de test.

VI.4.1 Résultats d'efficacité du courant cathodique

La figure VI.4 affiche les résultats de la régression linéaire multiple de l'efficacité du courant cathodique (E.C.C).

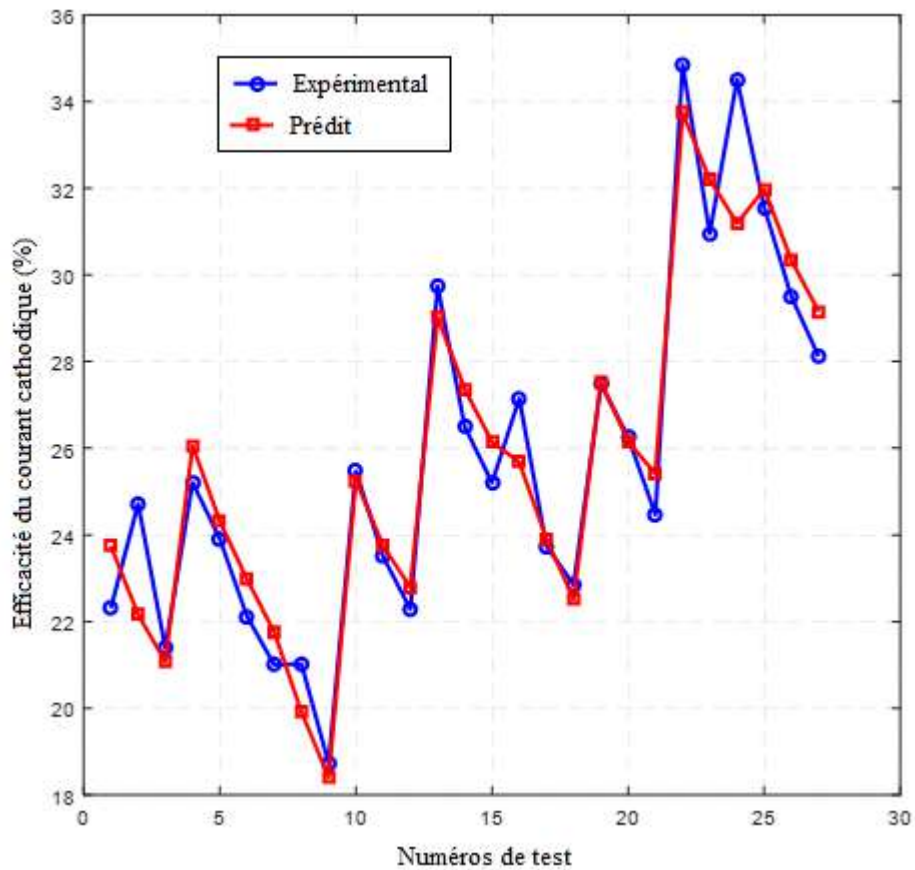


Figure VI.4 Variation du nombre de tests en fonction de l'efficacité du courant cathodique expérimental et prédit

La figure VI.4 montre la capacité du modèle de régression linéaire multiple construit à prédire l'efficacité du courant cathodique (E.C.C). De plus, l'efficacité du courant cathodique déterminée par le modèle construit et les expériences de vérification sont affichées sur la figure VI.4 pour les mêmes paramètres d'électrodéposition.

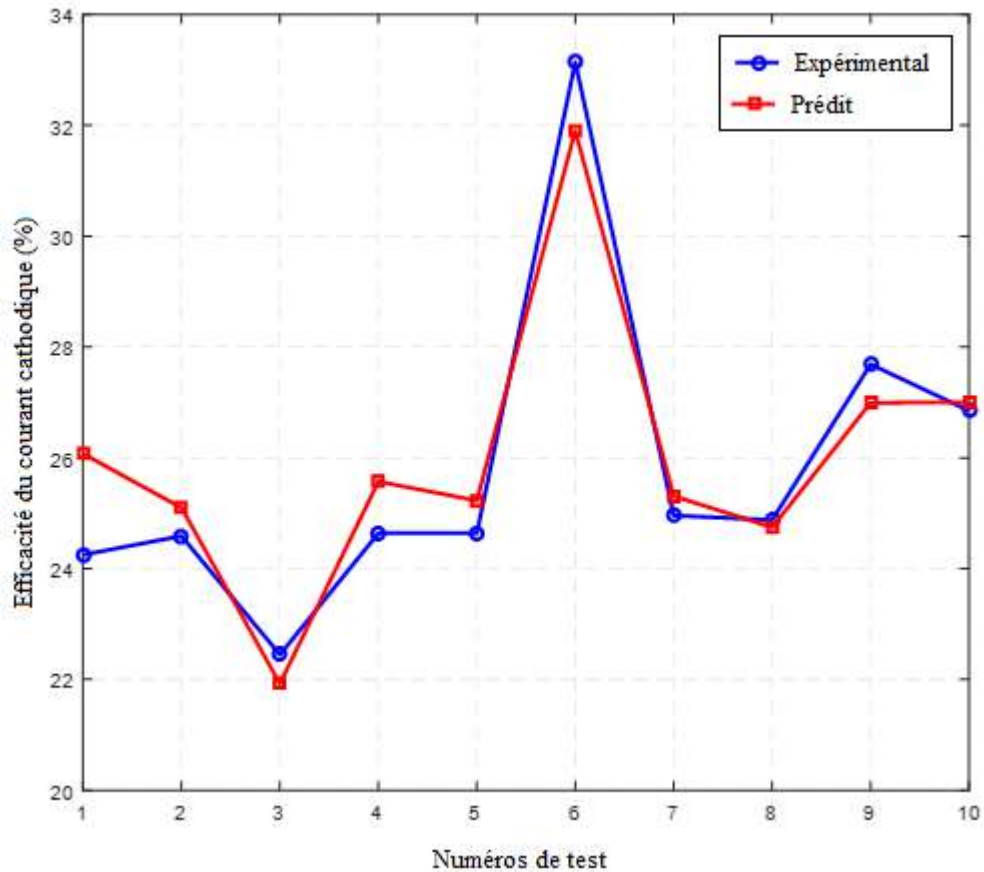


Figure VI.5 Efficacité expérimentale et prédite du courant cathodique

Les résultats des tests de confirmation ont montré que le modèle construit donne des valeurs de l'efficacité de courant cathodique (E.C.C) proches des valeurs réelles. L'erreur moyenne entre l'efficacité de courant cathodique prédit (E.C.C) et l'efficacité du courant cathodique réel (E.C.C) est de l'ordre de 3 %. La précision prédite du modèle construit est de 97,313 %.

Dans le test 3 (avec i de 2,5 A/dm², ω de 440 tr/min, et c de 1,75 g/l), l'efficacité du courant cathodique était au plus bas, alors que dans le test 6 (avec i de 2,5 A/dm², ω de 400 tr/min et c de 5 g/l), il était à son maximum, comme le montre la figure VI.5. Ces résultats nous amènent à la conclusion que lorsque la concentration en Y₂O₃ dans le bain augmente, l'efficacité du courant cathodique tend également à augmenter. Ceci s'explique par le fait qu'une augmentation du pH de l'électrolyte résulte d'une augmentation de la concentration en nanoparticules dans le bain, ce qui a un effet sur le pH de l'électrolyte. Il a été démontré que

l'augmentation du pH du bain entraîne une augmentation de l'efficacité du courant cathodique lors du dépôt d'alliages Ni-P [69, 86, 87].

VI.4.2 Résultats de la micro-dureté

La prédiction de la deuxième sortie (Hv_{100}) est illustrée dans la figure VI.6.

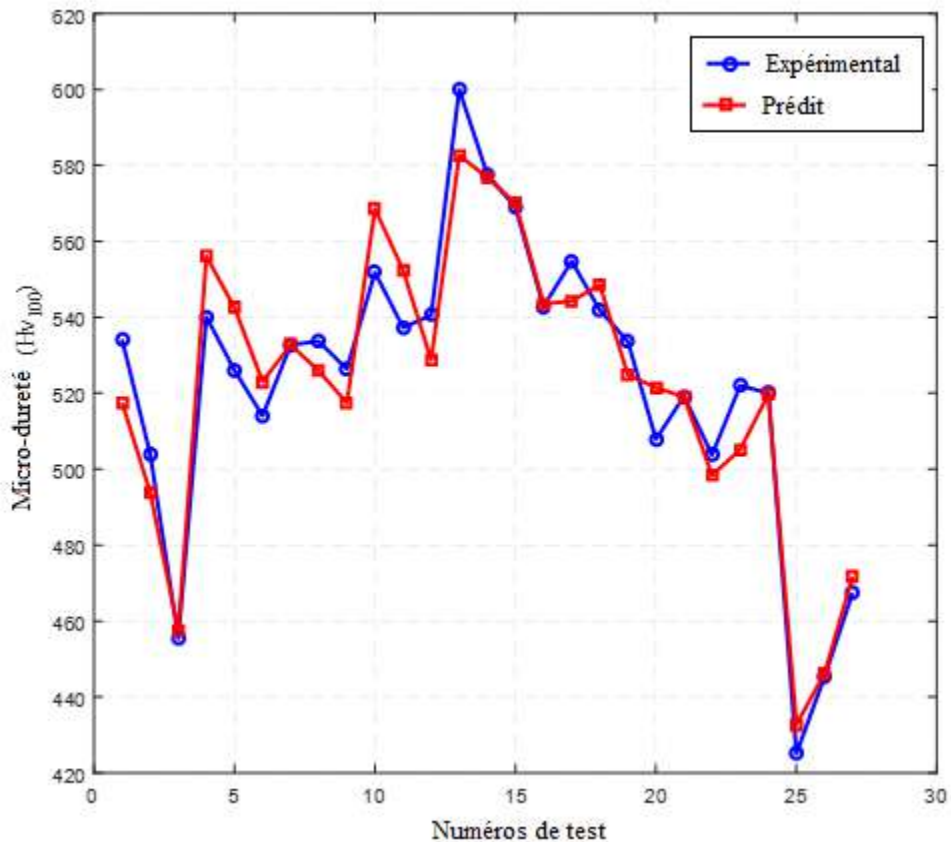


Figure VI.6 Micro-dureté expérimentale et prédite (Hv_{100})

La figure VI.7 montre à quel point le modèle créé peut prédire la micro-dureté (Hv_{100}). La micro-dureté déterminée par le modèle intégré et les tests de vérification pour les mêmes paramètres d'électrodéposition est affichée sur la figure VI.7.

Les résultats des tests de confirmation démontrent que le modèle développé fournit des valeurs de micro-dureté (Hv_{100}) qui sont raisonnablement similaires aux valeurs réelles. La différence moyenne entre les valeurs de micro-dureté prédites et les valeurs de micro-dureté expérimentales est d'environ 1,58 %. La précision de prédiction du modèle construit est de 98,412 %.

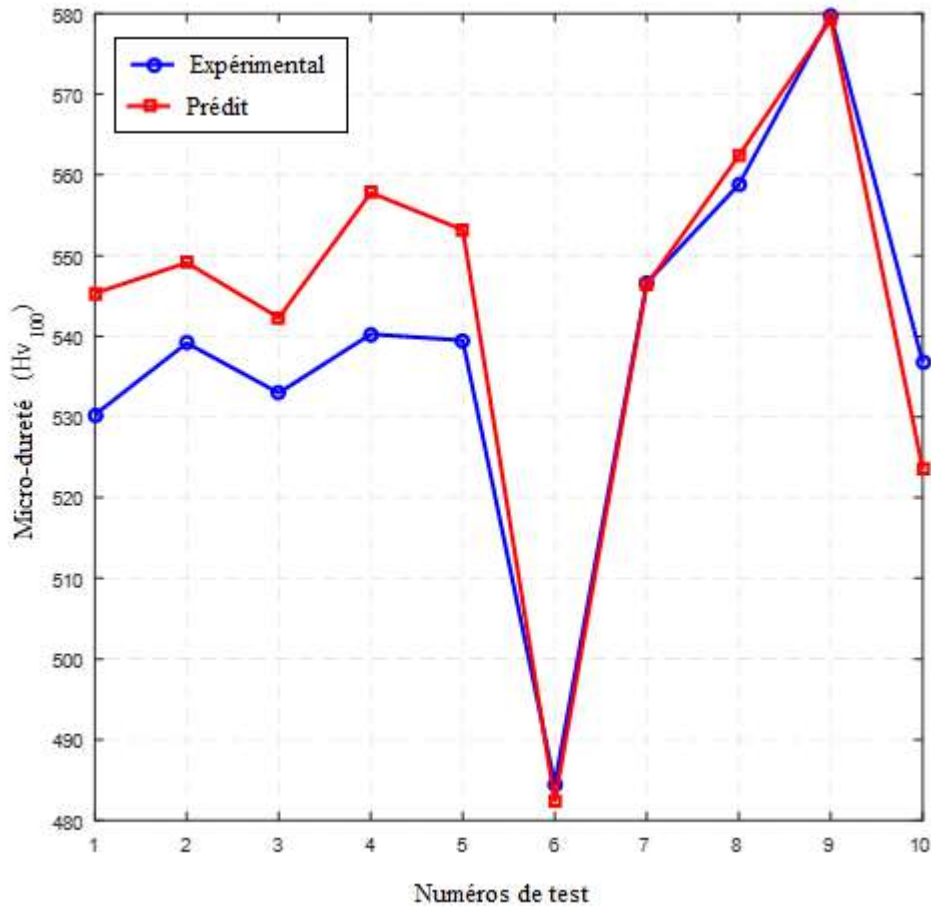


Figure VI.7 Comparaison de la micro-dureté prédite et expérimentale (Hv₁₀₀)

La figure VI.7 montre que la micro-dureté est au plus bas pour l'essai 6 (avec $i = 2,5$ A/dm², $\omega = 400$ tr/min, et $c = 5$ g/l), et au plus haut pour l'essai 9 (avec $i = 1$ A/dm², $\omega = 275$ tr/min et $c = 2,5$ g/l). Ces valeurs indiquent que les trois paramètres (i , ω , c) ont un effet significatif sur la micro-dureté. En général, des nanoparticules solides peuvent être ajoutées à la matrice métallique pour augmenter la micro-dureté des revêtements composites. La quantité de particules incorporées est directement liée à la micro-dureté des revêtements composites. Le renforcement de la dispersion de particules a joué un rôle dans cette amélioration des revêtements composites. Cependant, la dureté du revêtement composite a diminué à mesure que les charges de particules augmentaient. Cela peut être dû à des défauts de surface, à une agrégation de particules ou à une modification du rapport de co-déposition du nickel et du phosphore [76, 88, 89].

Il existe deux théories qui expliquent le lien entre la densité de courant et la micro-dureté du revêtement. Les variations des pourcentages massiques de nickel et de phosphore dans le revêtement dues aux changements de densité de courant ont un impact sur la micro-

dureté. Cela modifie également la teneur en Y_2O_3 du revêtement, ce qui affecte également la micro-dureté [36, 38, 88, 90].

De plus, la vitesse à laquelle l'électrolyte est agité affecte la variation de micro-dureté des revêtements nano-composites Ni-P- Y_2O_3 . Une étude précédente a montré que la micro-dureté des revêtements nano-composites Ni-Co/SiC est initialement augmentée en augmentant ω . Ensuite, il est diminué par une nouvelle augmentation de ω [90]. Berçoit et al. [30] ont étudié l'influence de l'effet hydrodynamique sur le taux d'incorporation. Ils ont observé un taux d'incorporation optimal qui dépend à la fois de la concentration des particules et de la vitesse de rotation. Ils ont découvert un taux d'incorporation optimal qui est affecté à la fois par la concentration en particules et le taux d'agitation. Cet aspect est examiné plus en détail à la section VI.5.3.

VI.5 Influence des paramètres de galvanoplastie sur l'efficacité du courant et la micro-dureté

Lors de la création d'un revêtement composite Ni-P- Y_2O_3 par électrodéposition, il a été possible d'étudier l'effet de facteurs pratiques sur l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté en utilisant des tracés de surface 3D. Dans ces figures, deux paramètres ont été modifiés tandis que le troisième est resté fixe.

VI.5.1 Efficacités du courant cathodique

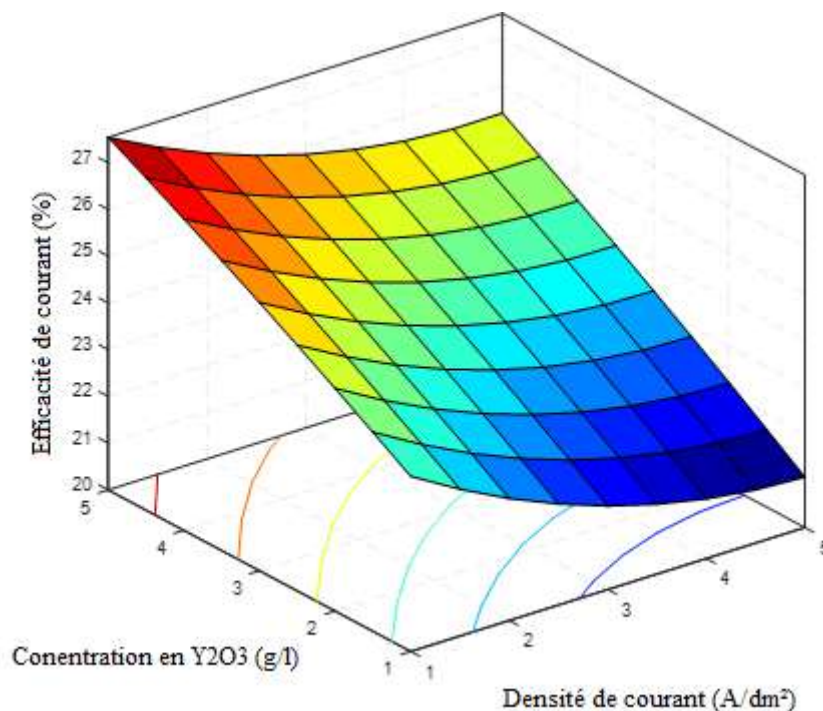


Figure IV.8 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la densité de courant et de la concentration en Y_2O_3 avec $\omega = 365$ tr/min

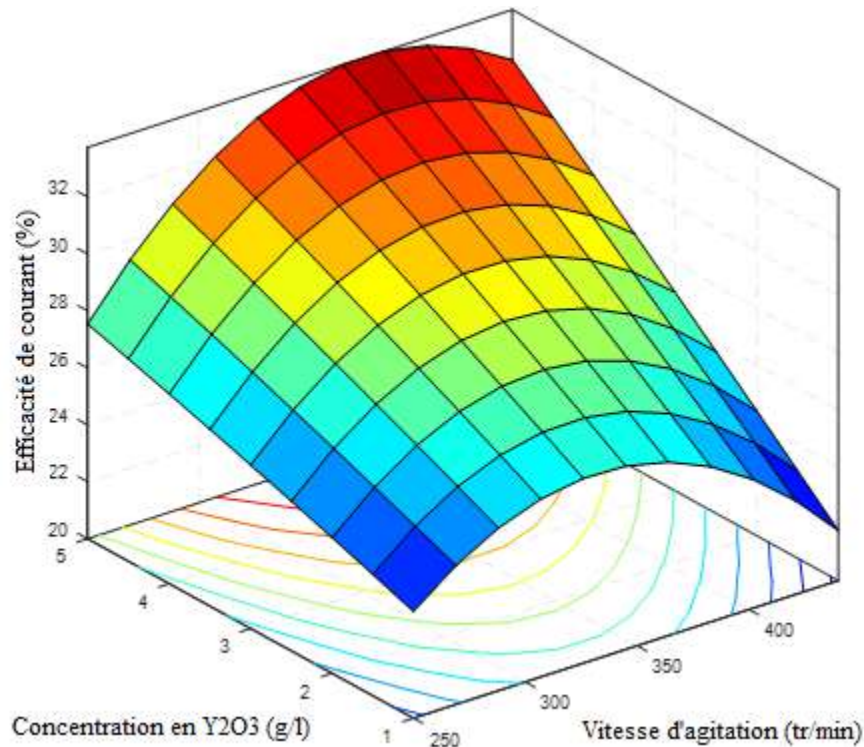


Figure IV.9 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la vitesse d'agitation du bain et de la concentration en Y_2O_3 avec $i = 2.5 \text{ A/dm}^2$

La figure VI.8 illustre le lien entre la concentration en Y_2O_3 , la densité de courant de la solution de placage et l'efficacité du courant cathodique. Les variations simultanées de la densité de courant et de la teneur en Y_2O_3 dans la solution de placage ont un impact compliqué sur l'efficacité du courant cathodique. La densité de courant a le moins contribué à l'efficacité du courant par rapport à la concentration de nanoparticules dans le bain, comme le montre le graphique. La figure montre comment l'efficacité du courant cathodique a augmenté de façon spectaculaire à mesure que la quantité de Y_2O_3 dans le bain augmentait. Une efficacité maximale peut être atteinte avec une concentration de 5g/l et une densité de courant de 1A/dm². La figure VI.9 illustre la relation entre la teneur en Y_2O_3 du bain et la vitesse d'agitation magnétique en tant que facteur d'efficacité du courant cathodique. On note que l'augmentation de la teneur en Y_2O_3 dans l'électrolyte entraîne une augmentation significative du E.C.C. Cette figure montre également la plus forte augmentation du E.C.C produit dans la région des vitesses moyennes d'agitation. De plus, on découvre que la concentration en Y_2O_3 du bain a un plus grand impact sur l'efficacité du courant cathodique que la vitesse d'agitation magnétique. La figure VI.10 affiche le tracé de surface de l'efficacité du courant en fonction

de la vitesse d'agitation magnétique et de la densité de courant. La figure VI.10 montre que des ajustements simultanés de la vitesse d'agitation magnétique et de la densité de courant n'ont pas eu d'effet clair sur l'efficacité du courant cathodique et que le changement d'efficacité du courant cathodique a été le plus affecté par le changement de la vitesse d'agitation magnétique plutôt que par la densité de courant.

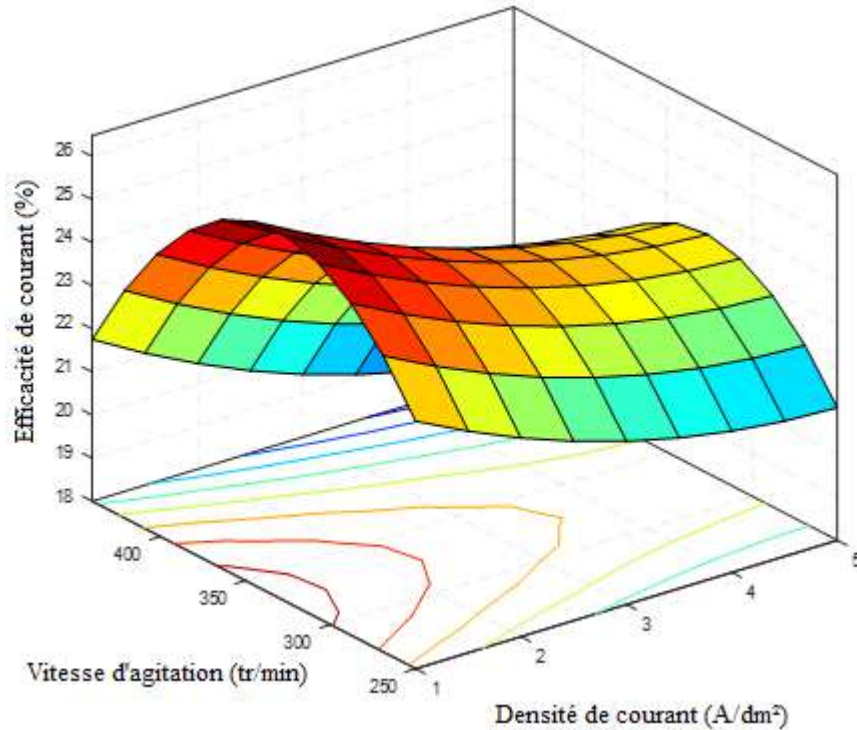


Figure IV.10 Variation de l'efficacité de courant cathodique en fonction de la densité du courant et la vitesse d'agitation du bain avec $c = 2.5 \text{ g/l}$

Le paramètre de galvanoplastie qui a le plus grand impact sur l'efficacité du courant cathodique (E.C.C) est la teneur en Y₂O₃ dans l'électrolyte, qui peut contribuer jusqu'à 56,06 % du total. Selon la littérature [69, 86, 87] les efficacités de courant pour le dépôt d'alliage Ni-P augmentent avec l'augmentation du pH du bain. La section II.5.1 indique que lorsque la concentration de nanoparticules dans le bain augmente, le pH du bain augmente également, ce qui augmente l'efficacité du courant cathodique.

VI.5.2 Vérification de l'efficacité du courant cathodique par l'approche de la section transversale

L'approche de la section transversale a été utilisée pour mesurer l'épaisseur du revêtement (S_e) afin de confirmer l'estimation de l'efficacité du courant cathodique. Dans ce cas, l'épaisseur du revêtement a été déterminée en coupant cinq substrats revêtus (Ni, Ni-P, Ni-P- 1g/l Y₂O₃, Ni-P- 2,5g/l Y₂O₃, Ni-P- 5 g/l Y₂O₃) avec une densité de courant de 1A/dm²

et une vitesse d'agitation de 365 tr/min. Le rapport d'épaisseur $Th.R$ est donné par l'équation suivante :

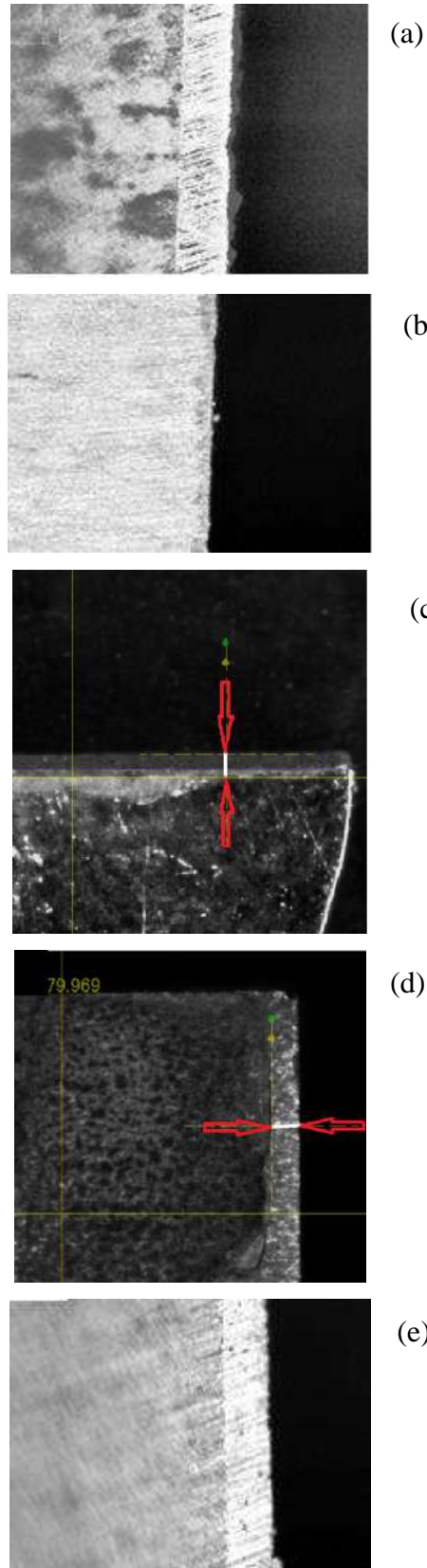


Figure VI.11 Image en microscopie optique d'un revêtement de nickel (a), Ni-P (b) et Ni-P-1g/l Y_2O_3 (c), Ni-P-2,5 g/l Y_2O_3 (d), Ni -P- 5g/l Y_2O_3 (e) section transversale sur un substrat.

$$Th.R(\%) = \frac{S_e}{S_t} \times 100 \quad (VI.26)$$

L'image en coupe transversale est représentée sur la figure VI.11. Des mesures ont été prises à 10 emplacements différents sur la coupe transversale du substrat pour chaque échantillon, et la valeur moyenne a été calculée. Toutes les épaisseurs mesurées sont répertoriées dans le tableau VI.3. Les couches composites Ni-P-Y₂O₃, l'alliage Ni-P et le nickel Ni pur présentent une bonne adhérence au substrat en acier et ont été déposées en une épaisseur de 16 à 29 µm.

Tableau VI.3 : Épaisseur mesurée par la méthode de la section transversale et l'efficacité du courant cathodique pour différents revêtements

Types de revêtement	Ni	Ni-P	Ni-P-1g/l Y ₂ O ₃	Ni-P-2.5g/l Y ₂ O ₃	Ni-P-5g/l Y ₂ O ₃
Épaisseur théorique (µm)	30.71	47.73	90.67	90.67	90.67
Épaisseur du revêtement (µm)	24	16	21	24	29
Efficacité du courant cathodique E.C.C (%) par section	78.15	33.52	23.16	26.47	31.98
Efficacité du courant cathodique E.C.C (%) par gain de poids	80.1	42.08	25.21	29.75	34.87

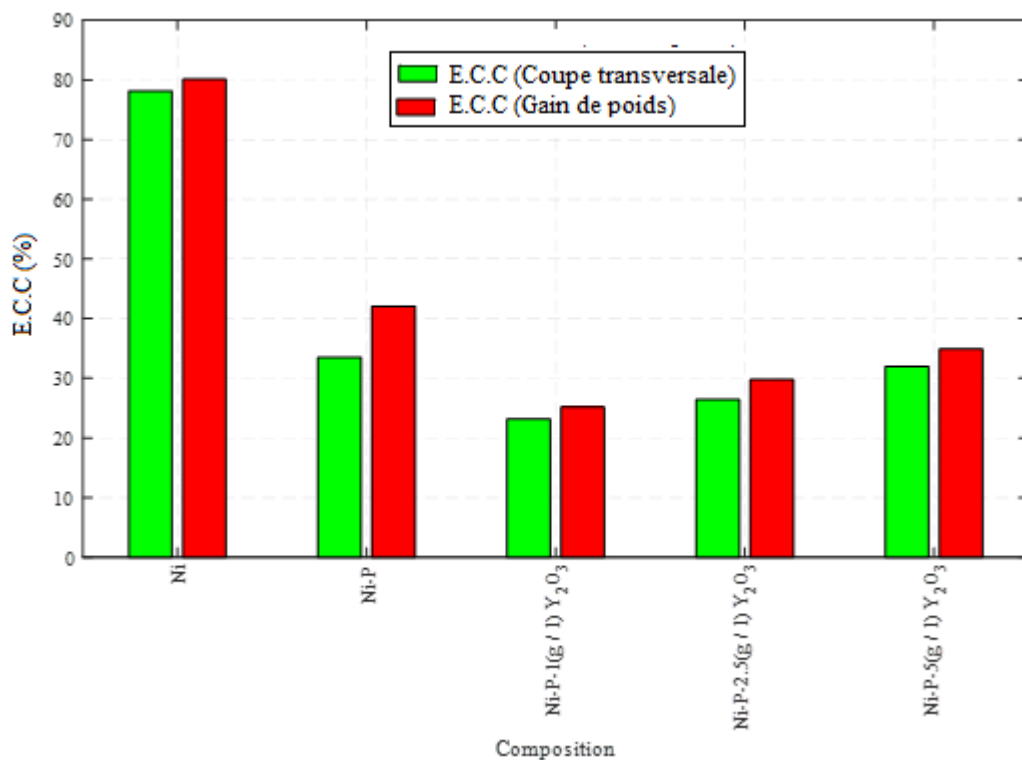


Figure VI.12 Comparaison entre les valeurs d'épaisseur déterminées par coupe transversale et l'efficacité du courant cathodique par gain de poids

La comparaison entre les valeurs d'efficacité du courant cathodique obtenues à l'aide de la technique de gain de poids et le rapport d'épaisseur obtenu à l'aide de la section transversale est illustrée à la figure VI.12. Les valeurs d'efficacité du courant cathodique et le rapport d'épaisseur sont dans la même plage, mais les valeurs mesurées par les deux les méthodes augmentent avec l'augmentation de la concentration en nanoparticules.

VI.5.3 Efficacités de la micro-dureté

La micro-dureté des revêtements Ni-P-Y₂O₃ est illustrée dans les figures VI.13, VI.14 et VI.15 en fonction de la concentration en nanoparticules Y₂O₃ du bain (1, 2.5 et 5 g/l), de la densité de courant (1, 2.5 et 5 A/dm²) et la vitesse d'agitation du bain (250, 365 et 440 tr/min). Tous les revêtements composites Ni-P/Y₂O₃ ont une micro-dureté beaucoup plus élevée que les revêtements en alliage Ni-P et le nickel pur. La variation de la micro-dureté est compliquée par les changements dans la concentration en Y₂O₃ du bain, la densité de courant et la vitesse d'agitation magnétique qui se produisent tous simultanément.

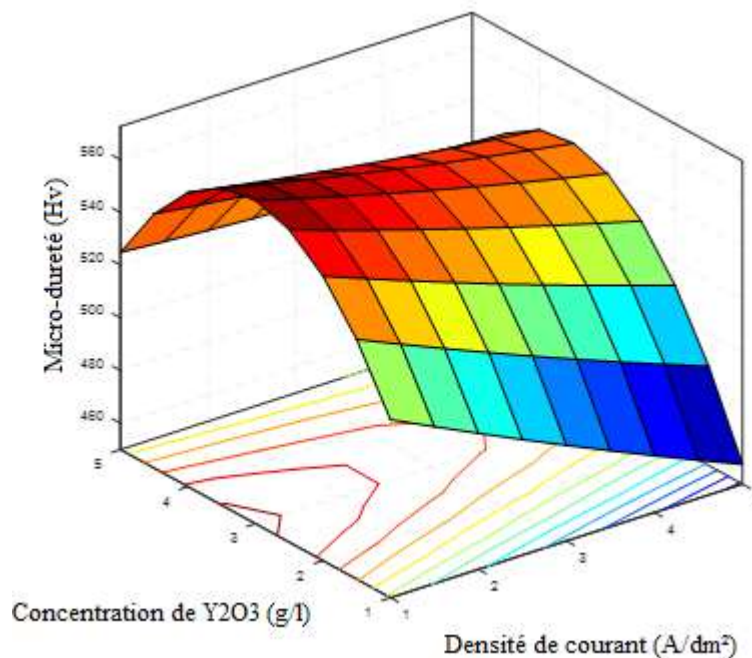


Figure VI.13 Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant et la concentration des nanoparticules dans le bain avec $\omega = 365$ tr/min

Le tracé de surface de la micro-dureté en fonction de la concentration en Y₂O₃ et de la densité de courant du bain est présenté à la figure IV.13. La micro-dureté augmente lorsqu'il y a une concentration de Y₂O₃ dans le bain comprise entre 0 et 2.5 g/l ; cependant, entre 2.5 et 5 g/l, quelle que soit la densité de courant, on observe l'effet inverse. Lorsque la concentration en Y₂O₃ dans le bain est comprise entre 0 et 2.5 g/l, l'augmentation de la micro-dureté est

attribuée à favoriser la dispersion ou à restreindre la mobilité des dislocations produites par les particules de Y_2O_3 . Cependant, lorsque les charges de particules Y_2O_3 ont été augmentées de plus de 2.5 g/l, la dureté du revêtement composite a diminué. Cela pourrait être dû au fait que les nanoparticules de Y_2O_3 se sont agglomérées dans l'électrolyte en raison de leur concentration plus élevée et de leur faible mouillabilité et de la diminution du taux d'incorporation des nanoparticules dans le dépôt. Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par S. Pouladi et al. [88] et M. Fathi et al. [89]. Lorsque l'augmentation de la densité de courant dépasse un certain seuil, la composition particulaire du dépôt diminue automatiquement, favorisant le dépôt métallique, ce qui affecte alors automatiquement la micro-dureté du revêtement [30, 88]. De plus, selon B. Bakhit et al. [90], l'augmentation de la densité de courant de dépôt augmente initialement la micro-dureté des revêtements nanocomposites à un C_{SiC} donné. La micro-dureté du revêtement diminue avec l'augmentation de C_{SiC} à une certaine densité de courant. Le revêtement nanocomposite avec le pourcentage le plus élevé de nanoparticules de SiC (8.1 % vol.) a atteint la micro-dureté la plus élevée. Les résultats de la figure VI.13 peuvent être expliqués à l'aide du modèle d'adsorption en deux étapes de Guglielmi [27, 30]. La proportion massique de nanoparticules Y_2O_3 dans les revêtements composites augmenterait conformément à cette idée, augmentant leur micro-dureté, en raison d'une augmentation de l'adsorption provoquée par une augmentation de la concentration des particules dans l'électrolyte.

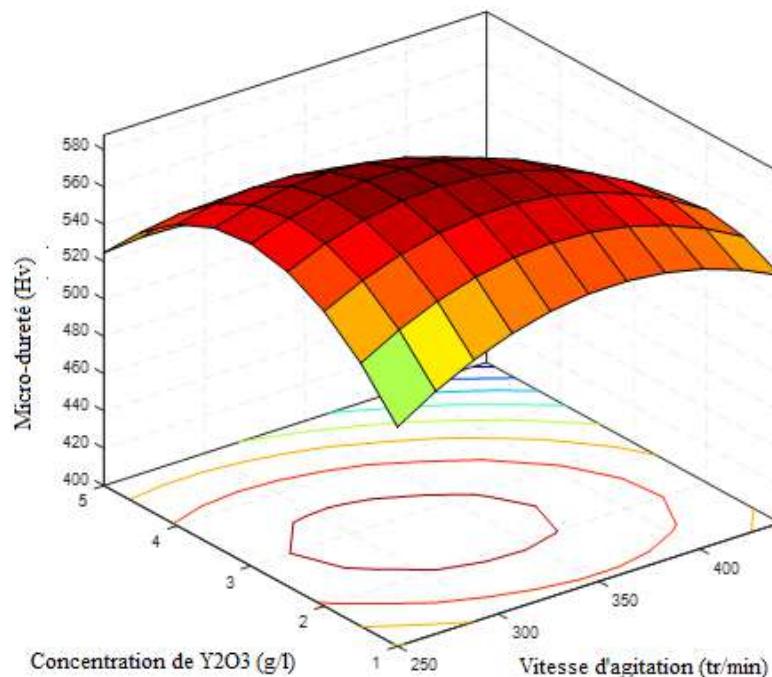


Figure VI.14 Variation de la micro-dureté en fonction de la vitesse d'agitation du bain et la concentration des nanoparticules dans le bain avec $i = 2.5 \text{ A/dm}^2$

La figure VI.14 illustre le lien entre la surface de réponse de micro-dureté, la quantité de nanoparticules dans la solution de placage et la vitesse d'agitation. Selon la figure VI.14, les concentrations de nanoparticules et les vitesses d'agitation qui fournissent la micro-dureté maximale sont les valeurs moyennes pour les deux. Ceci était similaire aux résultats obtenus par B. Bakhit et al. [90]. Un maximum de 615 Hv₁₀₀ est atteint à 350 tr/min, ce qui provoque d'abord une augmentation de la micro-dureté des revêtements nano-composites. La micro-dureté est ensuite diminuée en augmentant encore la vitesse d'agitation. Ils sont arrivés à la conclusion que la vitesse d'agitation a un effet sur la micro-dureté du revêtement et la teneur en nanoparticules de SiC. De plus, quelle que soit la concentration en particules dans le bain, le taux d'intégration chute à vitesse de rotation élevée, ce qui correspond à une agitation vigoureuse du bain [49]. Cependant, S. Pouladi et al. [88] ont découvert que les variations de vitesse d'agitation ont très peu d'effet sur la micro-dureté des revêtements.

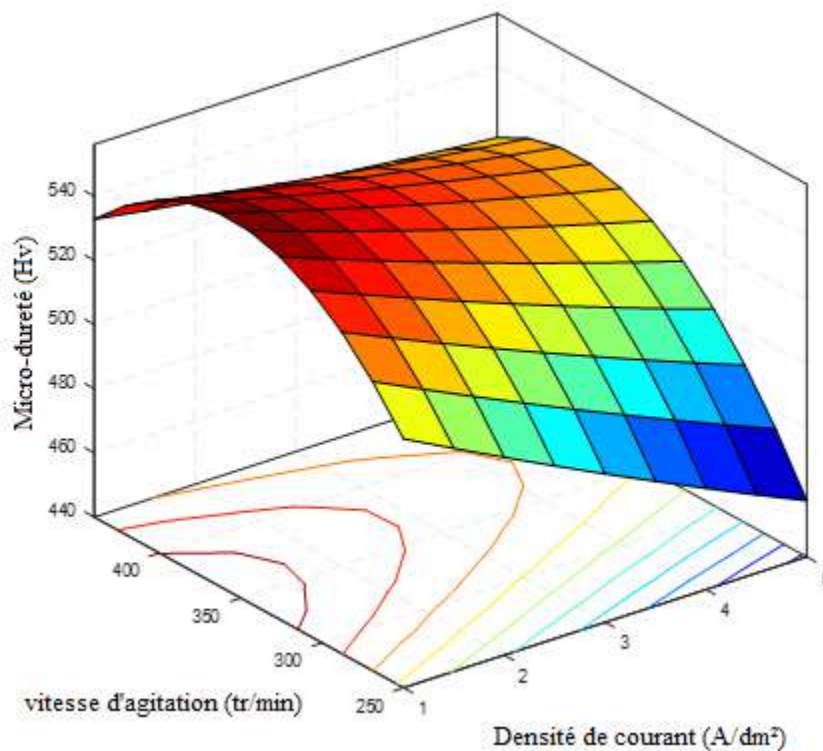


Figure VI.15 Variation de la micro-dureté en fonction de la densité du courant et la vitesse d'agitation du bain avec $c = 2.5$ g/l

La figure VI.15 illustre la relation entre la micro-dureté des dépôts et la vitesse d'agitation magnétique et la densité de courant. La micro-dureté des revêtements nano-composites est initialement augmentée en augmentant la vitesse d'agitation du bain, puis elle est diminuée par une augmentation supplémentaire de la vitesse d'agitation du bain, quelle que

soit la valeur de la densité de courant. Il y a un pic dans la courbe du contenu en particules par rapport au flux d'électrolyte qui a été décrit dans certaines publications antérieures [30, 90], où une agitation excessive réduit le co-dépôt des particules car les particules sont balayées de la surface de la cathode avant de pouvoir s'encastrent. Pour cette raison, la vitesse d'agitation du bain affecte la micro-dureté du revêtement.

La quantité de P incluse dans le revêtement déposé affecte également la micro-dureté des revêtements Ni-P-Y₂O₃. En général, l'augmentation de la teneur en P du revêtement entraîne une augmentation de la micro-dureté. En effet, P agit comme un élément durcissant en solution solide et forme des intermétalliques avec Ni, ce qui donne une structure et un revêtement plus ordonnés, ce qui à son tour affecte la dureté. Il est important de noter qu'ajouter trop de P au revêtement peut entraîner une diminution de la dureté [8]. Par conséquent, pour optimiser la micro-dureté des revêtements Ni-P-Y₂O₃, il est nécessaire de trouver la teneur optimale en P qui s'équilibre entre l'effet de durcissement en solution solide et la formation de phases fragiles. Dans notre étude, nous avons choisi une concentration de 10g/l d'acide phosphoreux (H₃PO₃). Les résultats illustrés dans les figures III.6c et III.7c indiquent que la micro-dureté des revêtements nano-composites est initialement augmentée en augmentant la teneur en Y₂O₃ dans le bain et un maximum de 600HV₁₀₀ est atteint à 2,5 g/l puis, il est réduit par une nouvelle augmentation dans la concentration des nanoparticules dans le bain. Ce n'est pas similaire aux résultats précédemment rapportés [8]. La micro-dureté la plus élevée est étroitement liée à la teneur la plus élevée en Y₂O₃ et en nanoparticules de phosphore, avec une teneur de 7.92 % en wt. et 14.5 % en wt. Cependant, lorsque la concentration de Y₂O₃ dans le bain dépasse 2.5 g/l, la teneur en Y₂O₃ (5.8 % en wt.) et en P (12.9 % en wt.) dans le dépôt diminue nettement, diminuant la micro-dureté.

La micro-dureté est fortement influencée par la densité de courant, la concentration de nanoparticules dans le bain et la vitesse à laquelle l'électrolyte est agité, avec des contributions en pourcentage de 25.16%, 24.59% et 20.56%, respectivement.

VI.6 Optimisation avec l'algorithme génétique

L'objectif principal de cette étude est de déterminer les variables du processus d'électrolyse qui produiront la micro-dureté et l'efficacité du courant cathodique les plus élevées possibles. L'algorithme génétique (AG), une méthode informatique inspirée de la biologie, est l'une des méthodologies les plus robustes et les plus efficaces pour optimiser les applications d'ingénierie, a été utilisé pour obtenir les paramètres d'électrolyse qui affectent l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté.

VI.6.1 Méthodologie des algorithmes génétiques

Divers algorithmes d'optimisation numérique ont été développés pour résoudre des problèmes d'optimisation. Malheureusement, il n'existe aucun algorithme universel qui fonctionne bien pour tous les problèmes. En effet, la convergence et l'efficacité d'un algorithme particulier dépendent du problème à résoudre. L'algorithme génétique (AG) est un algorithme de recherche conçu pour imiter les principes de l'évolution biologique dans le système génétique naturel. L'algorithme génétique a été introduit par John Holland au début des années 1970. Un algorithme génétique est une technique de recherche utilisée en informatique pour trouver des solutions exactes ou approximatives à des problèmes d'optimisation et de recherche. AG peut résoudre des problèmes linéaires et non linéaires en explorant toutes les régions de l'espace d'états et en exploitant des zones prometteuses avec un ensemble de solutions potentielles ou de chromosomes (généralement sous la forme de chaînes de bits) qui sont générés ou sélectionnés de manière aléatoire. L'ensemble de ces chromosomes constitue une population. Les chromosomes évoluent au cours de plusieurs itérations ou générations. Les nouvelles générations (progéniture) sont générées en utilisant la technique du croisement et de la mutation. Le croisement consiste à diviser deux chromosomes, puis à combiner une moitié de chaque chromosome avec l'autre paire. La mutation consiste à retourner un seul morceau d'un chromosome. Les chromosomes sont ensuite évalués en utilisant un certain critère de fitness et les meilleurs sont conservés tandis que les autres sont éliminés. Ce processus est répété jusqu'à ce que le critère de terminaison soit rempli ou qu'un chromosome ait la meilleure aptitude et soit donc considéré comme la meilleure solution au problème [91,92]. Par conséquent, un réglage optimal pour l'électrodéposition de composite Ni-P-Y₂O₃ a été identifié à l'aide de l'algorithme génétique (AG).

VI.6.2 Définition de la fonction de fitness

Des modèles mathématiques développés avec une analyse de régression sont utilisés pour construire le modèle d'optimisation. Le modèle d'optimisation construit est donné par les équations ((VI.22)) et ((VI.23)) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Maximise } C.C.E (i, \omega, c) \\ \text{Maximise } HV_{100}(i, \omega, c) \\ \text{Avec} \\ \quad 1 \leq i \leq 5 \\ \quad 250 \leq \omega \leq 440 \\ \quad 1 \leq c \leq 5 \end{array} \right. \quad (VI.27)$$

Ces fonctions ont été utilisées comme entrée dans la boîte à outils **AG** de MATLAB 2009a en tant que fonction objectif. Les limites supérieure et inférieure ont été spécifiées en fonction des niveaux des paramètres et le nombre de variables a été fixé à 3. Une taille de population initiale de 50 est prise et la moyenne des croisements et des mutations uniformes, l'intervalle de migration de 20 et la fraction de migration de 0,2 ont été défini pour l'optimisation.

VI.6.3 Reproduction

La méthode de la roulette est sélectionnée pour la reproduction ; il simule une roue de roulette avec la surface de chaque segment proportionnelle à son espérance. L'algorithme utilise alors un nombre aléatoire pour sélectionner l'une des sections avec une probabilité égale à sa surface.

VI.6.4 Croisement

Deux points sont sélectionnés pour le croisement et le taux est de 0,8, il sélectionne deux nombres entiers aléatoires m et n entre 1 et le nombre de variables. L'algorithme sélectionne des gènes numérotés inférieurs ou égaux à m à partir du premier parent, sélectionne des numéros de gènes de $m + 1$ à n à partir du second parent, et sélectionne des gènes numérotés supérieurs à n à partir du premier parent. L'algorithme concatène ensuite ces gènes pour former un seul gène.

VI.6.5 Mutation

Uniforme est la mutation sélectionnée et le taux est de 0,05. L'uniforme est un processus en deux étapes. Tout d'abord, l'algorithme sélectionne une fraction des entrées vectorielles d'un individu pour la mutation, où chaque entrée a la même probabilité que le taux de mutation d'être muté. Dans la deuxième étape, l'algorithme remplace chaque entrée sélectionnée par un nombre aléatoire sélectionné uniformément dans la plage de cette entrée.

VI.6.6 Résultat d'optimisation

La dernière étape est l'expérience de confirmation, une fois le niveau optimal des paramètres du procédé obtenu ; un test de vérification est nécessaire pour vérifier l'exactitude de l'analyse. Le but de cette expérience est de décider de la solution optimale. Elle a été réalisée en réalisant un test avec une combinaison spécifique des paramètres et des niveaux préalablement évalués. Selon l'analyse de l'algorithme génétique qui est représentée dans le tableau VI.4 et la figure VI.16, les conditions optimales pour chaque réponse ont été obtenues et le test de confirmation correspondant aux conditions optimales a été effectué. Le tableau VI.5 répertorie les valeurs de micro-dureté et d'efficacité du courant cathodique des revêtements qui ont été atteintes dans des conditions idéales.

Tableau VI.4 Détails de la valeur d'optimisation

Génération	i (A/dm ²)	ω (tr/min)	c (g/l)	Hv ₁₀₀ Max	E.C.C (%) Max
1	1.0010	373.6345	5.0000	492.8091	33.7771
2	1.0001	338.7865	2.5837	587.4752	29.2631
3	1.0006	344.4867	3.6783	570.4918	31.2021
4	1.0019	360.8292	4.5307	528.7596	32.8621
5	1.0008	345.4229	3.9633	560.8699	31.7031
6	1.0014	365.2825	4.5794	523.6977	32.9737
7	1.0005	344.7147	2.9956	584.2271	30.0209
8	1.0008	356.9402	4.3591	539.4109	32.5255
9	1.0014	342.9838	3.1598	582.3760	30.2912
10	1.0006	346.7612	3.4073	576.7973	30.7565
11	1.0011	345.9458	4.3610	544.1336	32.3889
12	1.0008	346.3799	3.7706	567.1136	31.3839
13	1.0005	350.3441	3.4683	574.3409	30.8901
14	1.0016	370.0142	4.6954	514.3142	33.1989
15	1.0007	359.8525	4.4433	533.8101	32.6988
16	1.0008	350.2733	4.2141	549.0156	32.2008
17	1.0005	339.2383	2.6784	587.3056	29.4291
18	1.0018	372.6580	4.8857	500.9609	33.5589

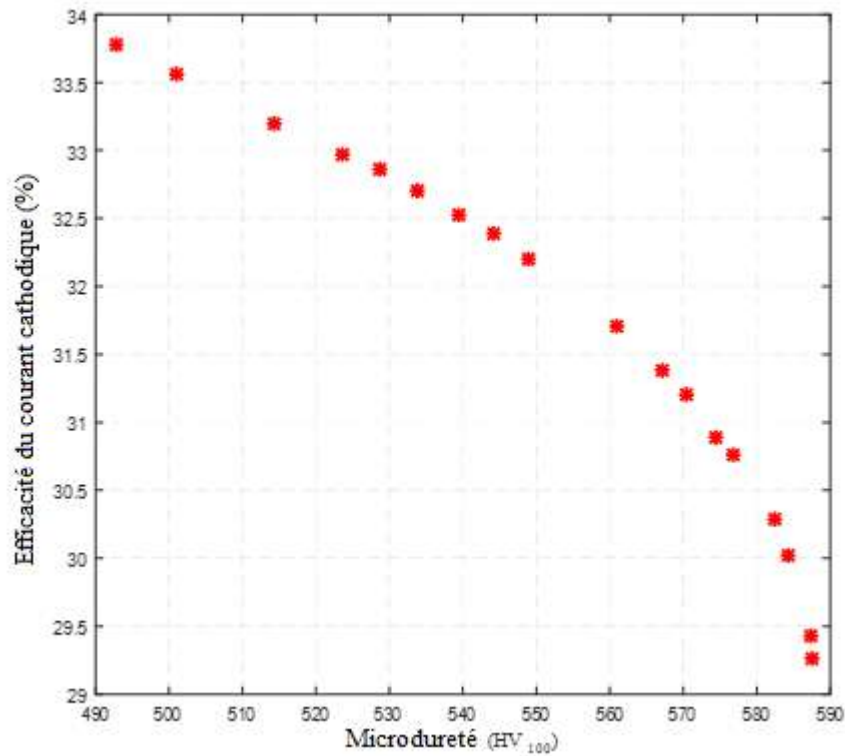


Figure VI.16 Front de Pareto

Tableau VI.5 : Condition optimale proposée par AG et les résultats des tests de confirmation

Tests	i (A/dm ²)	ω (tr/min)	c (g/l)	E.C.C (%) Max	E.C.C (%) Exp.	e (%)	Hv ₁₀₀ Max	Hv ₁₀₀ Exp.	e (%)
1	1.0010	374	5.0000	33.7771	34.0843	0.9095	492.8091	501.65	1.7939
2	1.0001	339	2.5837	29.2631	28.9553	1.0630	587.4542	594.59	1.2147
3	1.0006	347	3.4073	30.7565	31.2685	1.6645	576.7973	570.45	1.1127

Le tableau VI.5 montre la comparaison de la valeur de E.C.C et Hv₁₀₀ estimée avec E.C.C et Hv₁₀₀ réel en utilisant les paramètres optimaux. Les résultats estimés et observés présentent un excellent accord, comme on peut le voir. En d'autres termes, les résultats expérimentaux sont cohérents avec l'analyse préliminaire et prévus pour optimiser les paramètres du processus de revêtement. Dans le même temps, la combinaison optimale des paramètres de revêtement pour une efficacité maximale du courant cathodique et une microdureté sont les valeurs (1.0010 A/dm², 374 tr/min et 5.0000 g/l) et (1.0001 A/dm², 339 tr/min et 2,5837 g/l). Afin de confirmer les modèles prévus, des expériences de confirmation ont été réalisées et il a été découvert que les résultats expérimentaux étaient assez similaires aux valeurs projetées, avec des plages d'erreur maximales de 1,6645 % et 1,7939 % pour l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté, respectivement.

VI.7 Scratch test sur l'échantillon d'optimisation

Nous avons choisi comme exemple l'échantillon d'optimisation qui avait une microdureté élevée (échantillon 2 du tableau VI.5) pour évaluer l'adhérence du revêtement Ni-P-Y₂O₃ sur le substrat en acier. La figure VI.17 affiche les courbes de charge normale (L) et de coefficient de frottement (μ) par rapport aux tracés de longueur de rayure (l). L'équipement comportait un microscope optique capable de prendre des photos, ce qui nous donnait accès à des données graphiques à haute résolution. Nous avons estimé les points de mode de défaillance à l'aide d'émissions acoustiques et nous avons vérifié visuellement ces points à l'aide d'images de la rayure. Cette technique a d'abord été utilisée sur des revêtements composites obtenus par le procédé d'électrodéposition.

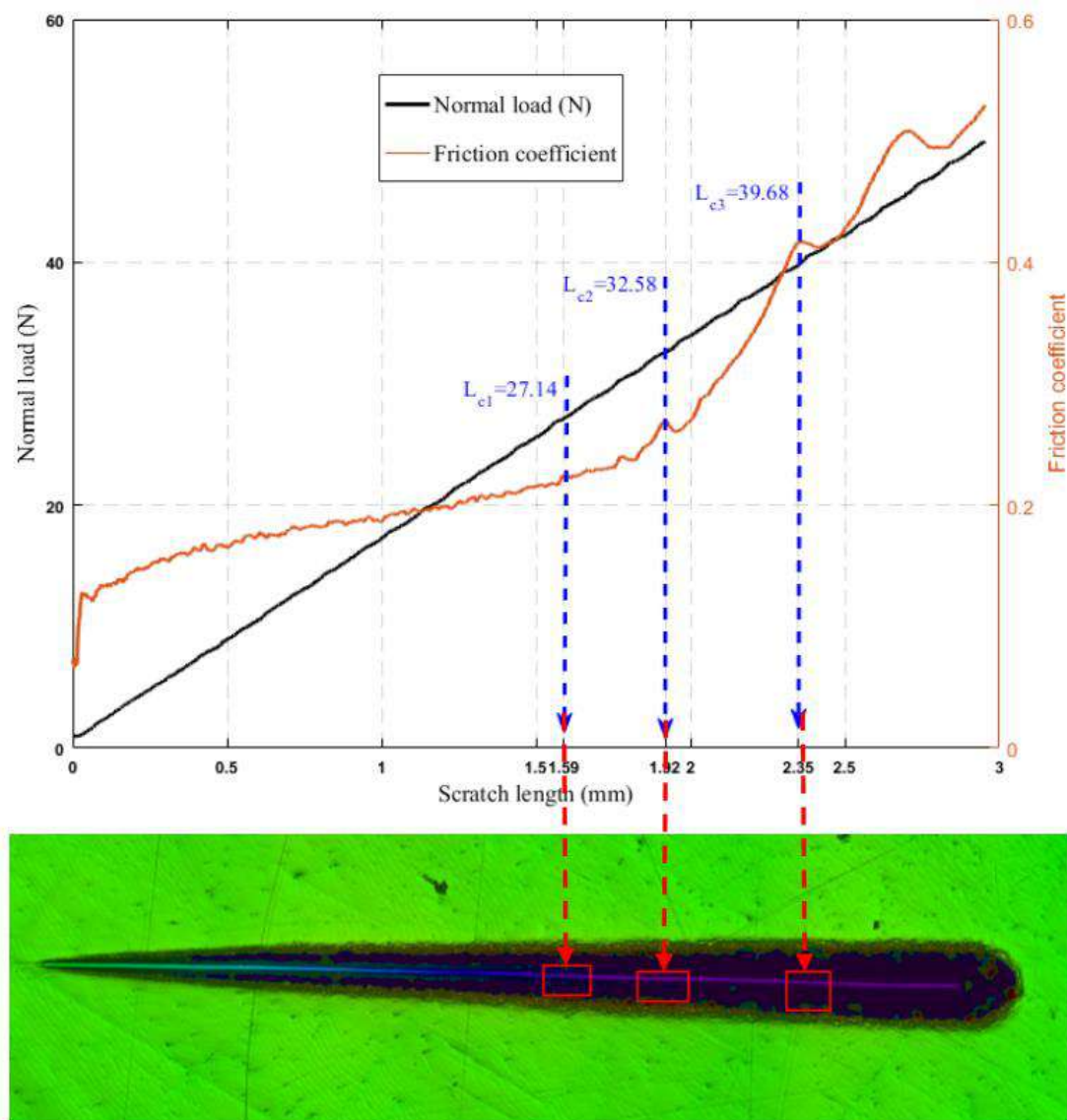


Figure VI.17 Diagramme de test et photographie panoramique de la rainure de rayure pour un revêtement composite Ni-P-Y₂O₃ optimal

Nous avons déterminé les trois charges de rayure critiques. La première force normale critique L_{c1} égale à 27.14 N est associée à l'apparition de microfissures de traction en chevron avant en bordure de la piste de rayure. Des microfissures sont initiées des deux côtés de la fissure, qui se propagent à mesure que le pénétrateur avance. La force L_{c1} indique une rupture cohésive dans le revêtement. La deuxième force L_{c2} égale à 32.58 N est associée à des fissures de flambement de type conforme et à une spallation inter-faciale locale. Ceci est identifié par les régions dans lesquelles le revêtement lâche le long des deux côtés de la rainure apparaît. Le L_{c2} témoigne du défaut d'adhésion entre le revêtement et le substrat. La troisième force moyenne L_{c3} (39.69 N) est associée à une perforation continue du revêtement. Le revêtement commence à se détacher du substrat. Vers la fin de la rayure, une spallation rugueuse se produit finalement qui montre des sections de revêtement lâche à l'intérieur et s'étendant au-delà de la rainure. Toutes les forces critiques représentent l'adhérence pratique mais les L_{c2} ou L_{c3} sont principalement considérées comme une adhérence pratique.

Ce mode de rupture est caractéristique des revêtements à fort pouvoir adhésif et possédant de faibles contraintes résiduelles de compression par rapport au revêtement Ni-P ($L_{c3} = 0.9N$) [93]. La valeur du coefficient de frottement (μ) montre également une passer de 0.23 à L_{c1} à 0.42 à L_{c3} . La raison en est qu'après la fissuration initiale, à mesure que le pénétrateur avance, de petites particules détachées du revêtement se déplacent le long de la rayure, entravant le mouvement du pénétrateur et augmentant le coefficient de frottement.

VI.8 Conclusion

Sur la base du travail expérimental effectué au chapitre III, nous avons créé un modèle mathématique dans ce chapitre pour la modélisation prédictive de l'efficacité du courant cathodique et de la micro-dureté du revêtement composite Ni-P-Y₂O₃. Avec un pourcentage d'erreur moyen de 3 % pour le calcul de l'efficacité du courant cathodique et de 1.58 % pour le calcul de la micro-dureté du revêtement composite Ni-P-Y₂O₃, les valeurs prédites sont en bon accord avec les valeurs expérimentales réelles. En même temps, l'algorithme génétique détermine la combinaison optimale des paramètres de revêtement pour une efficacité, du courant cathodique et une micro-dureté, maximales, avec des plages d'erreurs maximales de 1.6645 % et 1.7939 % respectivement.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

En utilisant le processus d'électrodéposition, des revêtements composites Ni-P-Y₂O₃ de dureté élevée sont produits avec une efficacité de courant cathodique améliorée grâce à un bain de sulfate contenant des particules de Y₂O₃ dans différentes conditions. Les effets des paramètres de processus tels que la densité de courant, la vitesse d'agitation et la concentration de nanoparticules sont étudiés à l'aide de plans expérimentaux complets regroupant 27 expériences. Les résultats des tests serviront à développer des modèles mathématiques reliant les performances du processus de galvanoplastie et ses paramètres ainsi que les résultats de la modélisation analysés par ANOVA. L'optimisation avec AG est effectuée pour déterminer les paramètres optimaux du processus d'électrodéposition qui garantissent une micro-dureté maximale des revêtements produits avec une efficacité de courant maximale lors de la production de ces revêtements. Les conclusions suivantes sont déduites :

1. La concentration de nanoparticules dans le bain affecte les paramètres du procédé. Lorsque des nanoparticules sont ajoutées, le pH du bain augmente (1 à 5 g/l de Y₂O₃), ce qui limite le choix de la valeur de la densité de courant et de la vitesse d'agitation de 1 à 5 A/dm² et de 250 à 440 tr/min, respectivement.
2. La fabrication d'un composite Ni-P-Y₂O₃ avec i de 1 A/dm², ω de 365 tr/min et c de 5 g/l a conduit à l'efficacité de courant cathodique la plus élevée d'environ 34.87 %. Selon la technique destructive utilisée pour vérifier les valeurs d'efficacité du courant cathodique, la micro-dureté a été considérablement améliorée de ~276 HV100 du revêtement Ni et ~458 HV100 du revêtement Ni-P à ~600 HV100 du revêtement composite avec les mêmes conditions ($i=1\text{A/dm}^2$, $\omega=365\text{tr/min}$, $c=2.5\text{ g/l}$).
3. Des investigations EDS ont été réalisées pour confirmer la présence de Y₂O₃ dans la matrice Ni-P. En ce qui concerne la composition, nous avons remarqué que la micro-dureté maximale affiche une teneur en P de 14.5 % en wt., et Y de 7.9 % en wt. et une efficacité de courant cathodique maximale par une teneur en P de 12.9 % en poids et Y de 5.8 % en wt., malgré une concentration en nanoparticules dans le bain (5 g/l) supérieure à celle utilisée dans le bain de micro-dureté maximale (2.5 g/l).

4. Des modèles de régression multiple à ajustement linéaire sont également obtenus pour chaque réponse. La valeur R^2 , qui est utilisée pour évaluer chaque modèle, s'est avérée proche de 1 dans les deux situations. Les niveaux de précision pour la micro-dureté (Hv_{100}) et l'efficacité du courant cathodique (E.C.C) sont respectivement de 92.49 % et 92.27 %. Des expériences de confirmation ont été menées pour valider les modèles prédits, et les résultats expérimentaux se sont avérés proches des valeurs prédites avec une erreur de 3.26 % pour (E.C.C) et de 1.58 % pour Hv_{100} , ce qui confirme que le modèle est précis.
5. Nous avons étudié à l'aide de l'ANOVA comment les variables du processus affectent l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté. Parmi les trois variables du processus, la concentration de nanoparticules dans l'électrolyte, avec une contribution maximale de 56.06 %, a le plus grand effet sur l'efficacité du courant cathodique. La densité de courant et la concentration de nanoparticules dans l'électrolyte contribuent le plus à la micro-dureté, avec des contributions de l'ordre de 25.16 % et 24.59 %, respectivement.
6. AG pourrait être utilisée pour estimer avec précision l'efficacité du courant cathodique et la micro-dureté. Les paramètres d'électrodéposition sont ajustés en combinant deux objectifs (maximisation de l'efficacité du courant et de la micro-dureté). Les valeurs optimales des paramètres sont 1.0006 A/dm² pour la densité de courant, 347 tr/min pour la vitesse d'agitation et 3.4073 g/l pour la concentration en particules Y_2O_3 .
7. D'après les résultats expérimentaux des tests de rayure, l'ajout de nanoparticules dans le dépôt de l'alliage Ni-P a augmenté la valeur critique L_{c3} à une valeur de 40N par rapport à l'alliage Ni-P de la valeur 0.9N. En d'autres termes, l'échantillon du composite Ni-P- Y_2O_3 a montré une adhérence significativement meilleure par rapport à l'alliage Ni-P.

Perspectives

Bien que la recherche indique que le co-dépôt de particules dans la matrice Ni-P par galvanoplastie peut être optimisé pour répondre aux demandes croissantes de simplicité de procédé et de multifonctionnalité des dépôts résultants, il est généralement observé que l'étude des composites Ni-P produits par électrodéposition reste encore loin derrière les progrès réalisés dans l'étude des composites obtenus par dépôt non électrolytique.

Il est important de rappeler qu'il est crucial d'obtenir une dispersion constante des particules de renforcement non agglomérées et que des recherches supplémentaires sont nécessaires pour examiner et gérer ce problème.

Lorsque la variabilité de toutes les variables et paramètres pertinents est encore plus prononcée et se traduit par une combinaison complexe sur la structure et les propriétés du dépôt, il est encore nécessaire d'étudier les effets de l'hydrodynamique et du transport de masse, surtout à plus grande échelle.

La modélisation de l'électrodéposition des composites a fait quelques progrès, mais pas suffisamment. Enfin, il reste un fossé substantiel entre l'industrie et la recherche scientifique, et des efforts futurs doivent être faits pour combler ce fossé et forger un lien durable entre les deux secteurs.

Les données rapportées démontrent le potentiel élevé des composites Ni-P dans les applications de protection. Dans le même temps, une étude plus approfondie des propriétés des revêtements en termes de structure et de composition est nécessaire en vue de développer une technologie optimale de dépôt.

Dans un travail futur nous proposons :

- d'élargir cette étude sur d'autre type de matériaux,
- d'étudier l'effet des paramètres d'élaborations des électrodes sur les performances d'usinage,
- d'étudier l'effet des diélectriques utilisés et leur écoulement sur les performances d'usinage.

Par conséquent, il existe de grandes opportunités de recherche impliquant les performances d'usinage par électroérosion, et leurs effets sur les processus de production mécanique.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1]. Holmberg, K., & Erdemir, A. (2017). Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions. *Friction*, 5(3), 263-284. <https://doi.org/10.1007/s40544-017-0183-5>
- [2]. Lelevic, A., & Walsh, F. C. (2019). Electrodeposition of Ni P alloy coatings: A review. *Surface and Coatings Technology*, 369, 198-220. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.03.055>
- [3]. Daly, B. P., & Barry, F. J. (2003). Electrochemical nickel–phosphorus alloy formation. *International Materials Reviews*, 48(5), 326-338. <https://doi.org/10.1179/095066003225008482>
- [4]. Luke, D. A. (1986). Nickel-phosphorus electrodeposits. *Transactions of the IMF*, 64(1), 99-104. <https://doi.org/10.1080/00202967.1986.11870744>
- [5]. Dini, J. (1997). Properties of Coatings: Comparisons of Electroplated, Physical Vapor Deposited, Chemical Vapor Deposited, and Plasma Sprayed Coatings. *Materials and Manufacturing Processes*, 12(3), 437-472. <https://doi.org/10.1080/10426919708935157>
- [6]. Lelevic, A. & Walsh, F. C. (2019). Electrodeposition of Ni P composite coatings: A review. *surface and Coatings Technology*, 378, 124803. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.07.027>
- [7]. Sadeghi, A. (2016). Microstructure evolution and strengthening mechanism in Ni-based composite coatings. PhD thesis. Technische Universität Chemnitz, p. 128
- [8]. Bahgat Radwan, A., Ali, K., Shakoor, R., Mohammed, H., Alsalama, T., Kahraman, R., Yusuf, M. M., Abdullah, A. M., Fatima Montemor, M., & Helal, M. (2018). Properties enhancement of Ni-P electrodeposited coatings by the incorporation of nanoscale Y₂O₃ particles. *Applied Surface Science*, volume 457, pages 956-967. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.06.241>
- [9]. Shakoor, R., Waware, U., Ali, K., Kahraman, R., Popelka, A., Yusuf, M., & Hasan, A. (2017). Novel Electrodeposited Ni-B/Y₂O₃ Composite Coatings with Improved Properties. *Coatings*, 7(10), 161. <https://doi.org/10.3390/coatings7100161>
- [10]. Xue, Y. J., Shen, C., Li, J. S., Li, H., & Si, D. H. (2010). Corrosion resistance of Ni-Y₂O₃ composite coating prepared by electrodeposition under ultrasonic condition. *Advanced Materials Research*, 97-101, 1235-1238. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.97-101.1235>
- [11]. Tian, L., & Xu, J. (2011). Electrodeposition and characterization of Ni–Y₂O₃ composite. *Applied Surface Science*, 257(17), 7615-7620. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.03.140>

- [12]. Low, C., Wills, R., & Walsh, F. (2006). Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit. *Surface and Coatings Technology*, 201(1-2), 371-383. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.11.123>
- [13]. Walsh, F. C., & Ponce De Leon, C. (2014). A review of the electrodeposition of metal matrix composite coatings by inclusion of particles in a metal layer: an established and diversifying technology. *Transactions of the IMF*, 92(2), 83-98. <https://doi.org/10.1179/0020296713z.000000000161>
- [14]. Madhan, G. M.M., Vishnu, P. S., Jeyaraj, S., Arulshri, K. P. (2015). Influence of process parameters on Electrodeposited Ni-Al₂O₃ composites by conventional and sediment type of co-deposition by Grey Scale Analysis. *International Journal of Engineering and Applied Sciences (IJEAS)*, ISSN: 2394-3661, Volume-2, Issue-8.
- [15]. Aruna, S. T., Srikanth, P. V. K., Ahamad, M. J., Latha, S., & Rajam, K. S. (2011). Optimization of the Properties of Electrodeposited Ni-YSZ Composites Using Taguchi Method and Regression Analysis. *Portugaliae Electrochimica Acta*, 29(1), 23-37. <https://doi.org/10.4152/pea.201101023>
- [16]. Raghavendra, C. R., Basavarajappa, S., & Sogalad, I. (2020). Study on dry sliding wear behaviour of nanocomposite coatings – an extended Taguchi’s method. *Tribology - Materials, Surfaces & Interfaces*, 15(3), 201-212. <https://doi.org/10.1080/17515831.2020.1838097>
- [17]. Jeyaraj, S., Sudhambarish, V., Karthik, V. S., & Arulshri, K.P. (2015). Effects of Process parameters on Microhardness of Electrodeposited Ni-Fly ash-SiC Composite Coatings using Taguchi approach. *International Journal of Engineering and Technical Research (IJETR)* ISSN: 2321-0869, 3(3), 283-288
- [18]. Zeraati, M. , Chauhan, N. P. S., & Sargazi, G. (2021). Application of artificial neural networks for corrosion behavior of Ni-Zn electrophosphate coating on galvanized steel and gene expression programming models. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-937785/v1>
- [19]. Khedekar, D., Gosavi, V., Gogte C., & Brahmanekar, P. (2016). Optimization of Process Parameters of Nickel – Chromium Electroplating for Thickness Variation using Genetic Algorithm. *Advances in Intelligent Systems Research*. 137, 41-47.
- [20]. Dehestani, M., Khayati, G. R., & Sharafi, S. (2021). An improved optimization model to predict the microhardness of Ni/Al₂O₃ nanocomposite coatings prepared by electrodeposition: A hybrid artificial neural network-modified particle swarm optimization approach. *Measurement*, 179, 109423. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109423>
- [21]. Wang, S., Zhou, N. & Walsh, F. C. (2016). Diverse electrodeposits from modified acid sulphate (Watts nickel) baths. *Transactions of the IMF*, 94:5, 274-282. <http://dx.doi.org/10.1080/00202967.2016.1208383>
- [22]. HOVESTAD, A., JANSSEN, L. J. J. (1994). Electrochemical codeposition of inert particles in a metallic matrix. *JOURNAL OF APPLIED ELECTROCHEMISTRY* 25 519-527.

- [23]. Brenner, A., & Riddel, G. E., (1950). Nickel plating by chemical reduction. U.S. Patent 2532283a.
- [24]. Brenner, A., (1963). *Electrodeposition of Alloys: Principles and Practice*, vol. 1, Academic Press, p. ii, <https://doi.org/10.1016/B978-1-4831-9807-1.50001-5>
- [25]. Brenner, A., Couch, D., & Williams, E., (1950). Electrodeposition of alloys of phosphorus with nickel or cobalt, *J. Res. Natl. Bur. Stand.* 44 (1) 109, <https://doi.org/10.6028/jres.044.009>.
- [26]. Ratzker, M., Lashmore, D.S., Pratt, K.W., (1986). Electrodeposition and corrosion performance of nickel-phosphorus amorphous alloys, *Plat. Surf. Finish.* 73 (9) 74–82.
- [27]. Guglielmi, N. (1972). Kinetics of the Deposition of Inert Particles from Electrolytic Baths. *Journal of The Electrochemical Society*, 119(8), 1009. <https://doi.org/10.1149/1.2404383>
- [28]. Vereecken, P. M., Shao, I. & Searson, P. C. (2000). Particle Codeposition in Nanocomposite Films. *Journal of The Electrochemical Society*, 147(7), 2572. <https://doi.org/10.1149/1>.
- [29]. Lapinski, J., Pletcher, D. & Walsh, F. C. (2011). The electrodeposition of nickel–graphite composite layers. *Surface and Coatings Technology*, 205(21-22), 5205-5209. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.05.030>
- [30]. Berçot, P., Peña-Muñoz, E., & Pagetti, J. (2002). Electrolytic composite Ni–PTFE coatings : an adaptation of Guglielmi’s model for the phenomena of incorporation. *Surface and Coatings Technology*, 157(2-3), 282-289. [https://doi.org/10.1016/s0257-8972\(02\)00180-9](https://doi.org/10.1016/s0257-8972(02)00180-9)
- [31]. Zoikis-Karathanasis, A., Pavlatou, E., & Spyrellis, N. (2010). Pulse electrodeposition of Ni–P matrix composite coatings reinforced by SiC particles. *Journal of Alloys and Compounds*, 494(1-2), 396-403. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.01.057>
- [32]. Hou, K. H., Hwu, W. H., Ke, S. T., & Ger, M. D. (2006). Ni–P–SiC composite produced by pulse and direct current plating. *Materials Chemistry and Physics*, 100(1), 54-59. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2005.12.016>
- [33]. Wang, Q., Callisti, M., Greer, J., McKay, B., Milickovic, T. K., Zoikis-Karathanasis, A., Deligkiozi, I., & Polcar, T. (2016). Effect of annealing temperature on microstructure, mechanical and tribological properties of nano-SiC reinforced Ni-P coatings. *Wear*, 356-357, 86-93. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.03.011>
- [34]. Zhou, Y. R., Zhang, S., Nie, L. L., Zhu, Z. J., Zhang, J. Q., Cao, F. H., & Zhang, J. X. (2016). Electrodeposition and corrosion resistance of Ni–P–TiN composite coating on AZ91D magnesium alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26(11), 2976-2987. [https://doi.org/10.1016/s1003-6326\(16\)64428-x](https://doi.org/10.1016/s1003-6326(16)64428-x)
- [35]. Gierlotka, D., Ro’winski, E., Budniok, A., & Lagiewka, E. (1997). Production and properties of electrolytic Ni-P-TiO₂ composite layers. *Journal of Applied Electrochemistry*, 27(12), 1349-1354. <https://doi.org/10.1023/a:1018416927715>

- [36]. Safavi, M. S., & Rasooli, A. (2019). Ni-P-TiO₂ nanocomposite coatings with uniformly dispersed Ni₃Ti intermetallics: Effects of current density and post heat treatment. *Surface and Coatings Technology*, 372, 252-259. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.05.058>
- [37]. Zoikis-Karathanasis, A., Pavlatou, E., & Spyrellis, N. (2009). The effect of heat treatment on the structure and hardness of pulse electrodeposited Ni-P-WC composite coatings. *Electrochimica Acta*, 54(9), 2563-2570. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2008.07.027>
- [38]. Sheu, H. H., Huang, P. C., Tsai, L. C., & Hou, K. H. (2013). Effects of plating parameters on the Ni-P-Al₂O₃ composite coatings prepared by pulse and direct current plating. *Surface and Coatings Technology*, volume 235, pages 529-535. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.08.020>
- [39]. Bernasconi, R., Allievi, F., Sadeghi, H., & Magagnin, L. (2017). Codeposition of nickel-phosphorus alloys reinforced with boron carbide microparticles: direct and pulse plating. *Transactions of the IMF*, 95(1), 52-59. <https://doi.org/10.1080/00202967.2017.1263477>
- [40]. Zhou, X. W., Shen, Y. F., Jin, H. M., & Zheng, Y. Y. (2012). Microstructure and depositional mechanism of Ni-P coatings with nano-ceria particles by pulse electrodeposition. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22(8), 1981-1988. [https://doi.org/10.1016/s1003-6326\(11\)61417-9](https://doi.org/10.1016/s1003-6326(11)61417-9)
- [41]. Low, C., & Walsh, F. (2015). Multifunctional nanostructured metallic coatings by electrodeposition. (Dans initial) Wood, R. J. K. (dirs.) *Multifunctional Materials for Tribological Applications* (pp. 227-258). Pan Stanford. <https://doi.org/10.1201/b18311>
- [42]. Wang, L., Gao, Y., Xue, Q., Liu, H., & Xu, T. (2006). A novel electrodeposited Ni-P gradient deposit for replacement of conventional hard chromium. *Surface and Coatings Technology*, 200(12-13), 3719-3726. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.10.016>
- [43]. Wang, H., Yao, S. & Matsumura, S. (2004). Electrochemical preparation and characterization of Ni/SiC gradient deposit. *Journal of Materials Processing Technology*, 145(3), 299-302. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2003.07.008>
- [44]. He, Y., Sun, W., Wang, S., Reed, P. & Walsh, F. (2017). An electrodeposited Ni-P-WS₂ coating with combined super-hydrophobicity and self-lubricating properties. *Electrochimica Acta*, 245, 872-882. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.05.166>
- [45]. He, Y., Wang, S., Walsh, F., Chiu, Y. L. & Reed, P. (2016). Self-lubricating Ni-P-MoS₂ composite coatings. *Surface and Coatings Technology*, 307, 926-934. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.09.078>
- [46]. Wang, Q., Callisti, M., Miranda, A., McKay, B., Deligkiozi, I., Milickovic, T. K., Zoikis-Karathanasis, A., Hrissagis, K., Magagnin, L. & Polcar, T. (2016). Evolution of structural, mechanical and tribological properties of Ni-P/MWCNT coatings as a function of annealing temperature. *Surface and Coatings Technology*, 302, 195-201. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.06.011>

- [47]. Kariapper, A. & Foster, J. (1974). Further Studies on the Mechanism of Formation of Electrodeposited Composite Coatings. *Transactions of the IMF*, 52(1), 87-91. <https://doi.org/10.1080/00202967.1974.11870311>
- [48]. Celis, J.P., Roos, J. R. & Buelens, C. (1987). A Mathematical Model for the Electrolytic Codeposition of Particles with a Metallic Matrix. *J. Electrochem. Soc.*,134, 1402–1408
- [49]. Fransaer, J., Celis, J. P., & Roos, J. R. (1992). Analysis of the Electrolytic Codeposition of Non-Brownian Particles with Metals. *Journal of The Electrochemical Society*, 139(2), 413-425. <https://doi.org/10.1149/1.2069233>
- [50]. Hwang, B. J. & Hwang, C. S. (1993). Mechanism of Codeposition of Silicon Carbide with Electrolytic Cobalt. *J. Electrochem. Soc.* 1993, 140, 979–984.
- [51]. Bahadormanesh, B., & Dolati, A. (2010). The kinetics of Ni–Co/SiC composite coatings electrodeposition. *Journal of Alloys and Compounds*, 504(2), 514-518. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.05.154>
- [52]. Mohamed, A. M., & Golden, T. D. (2016b). *Electrodeposition of Composite Materials*. <https://doi.org/10.5772/60892>
- [53]. Crousier, J., & Hanane, Z. (1994b). Electrodeposition of Ni-P amorphous alloys. A multilayer structure. *Thin Solid Films*, 248(1), 51-56. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(94\)90210-0](https://doi.org/10.1016/0040-6090(94)90210-0)
- [54]. McMahan, G., & Erb, U. (1989b). Structural transitions in electroplated Ni-P alloys. *Journal of Materials Science Letters*, 8(7), 865-868. <https://doi.org/10.1007/bf01730163>
- [55]. Jeong, D., Erb, U., Palumbo, G., & Aust, K. (2003c). Effect of Heat Treatment on the Wear Properties of Electrodeposited Nanocrystalline Ni-P Coatings. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, 15-16, 635-642. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/jmmn.15-16.635>
- [56]. REZGUI, I. (2018). Détermination de Paramètres Optimums des Dépôts Composites Ni-Al₂O₃ pour une Amélioration de la Résistance à la Corrosion. Thèse de Doctorat, UNIVERSITE DE BATNA 2.
- [57]. Suzuki, Y., Arai, S., & Endo, M. (2010). Electrodeposition of Ni–P Alloy–Multiwalled Carbon Nanotube Composite Films. *Journal of The Electrochemical Society*, 157(1), D50-D53. <https://doi.org/10.1149/1.3254180>
- [58]. Zadeh, K. M., Shakoor, R. A., & Elwakil, A. S. (2016b). Structural and Electrochemical Properties of Electrodeposited Ni–P nanocomposite Coatings Containing Mixed Ceramic Oxide Particles. *International Journal of Electrochemical Science*, 7020-7030. <https://doi.org/10.20964/2016.08.42>

- [59]. Ehrhardt, J. (1985b). Composite electroplating by using brush technique. *Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development*. <https://doi.org/10.1021/i300020a016>
- [60]. Chen, E., Lakshminarayanan, G. R., & Sautter, F. K. (1971). The codeposition of alumina and titania with copper. *Metallurgical transactions*. <https://doi.org/10.1007/bf02664222>
- [61]. Surviliene, S., Orlovskaja, L., Bikulčius, G., & Biallozor, S. (2001). Effect of MoO₂ and TiO₂ on electrodeposition and properties of chromium coating. *Surface & Coatings Technology*, 137(2-3), 230-234. [https://doi.org/10.1016/s0257-8972\(00\)01065-3](https://doi.org/10.1016/s0257-8972(00)01065-3)
- [62]. F.K. Sautter, J. Electrochem. Soc. 110 (1963) 557.
- [63]. Verelst, M., Bonino, J., & Rousset, A. (1991b). Electroforming of metal matrix composite : dispersoid grain size dependence of thermostructural and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 135, 51-57. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(91\)90536-v](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90536-v)
- [64]. Narayan, R. K., & Narayana, B. H. (1981). Electrodeposited Chromium-Graphite Composite Coatings. *Journal of The Electrochemical Society*, 128(8), 1704-1708. <https://doi.org/10.1149/1.2127714>
- [65]. Narayan, R. K., & Chattopadhyay, S. (1982b). Electrodeposited Cr-Al₂O₃ composite coatings. *Surface Technology*, 16(3), 227-234. [https://doi.org/10.1016/0376-4583\(82\)90113-3](https://doi.org/10.1016/0376-4583(82)90113-3)
- [66]. Bapu, G. R., & Yusuf, M. (1993d). Electrodeposition of nickel-vanadium pentoxide composite and its corrosion behaviour. *Materials Chemistry and Physics*, 36(1-2), 134-138. [https://doi.org/10.1016/0254-0584\(93\)90020-m](https://doi.org/10.1016/0254-0584(93)90020-m)
- [67]. T.W. Tomaszewski, L. C. Tomaszewski and H. Brown, *Plating* 56 (1969) 1234.
- [68]. Narasimman, P., Pushpavanama, M., & Periasamyb, V. (2012). Effect of Surfactants on the Electrodeposition of Ni-SiC Composites. *Portugaliae Electrochimica Acta*, 30(1), 1-14. <https://doi.org/10.4152/pea.201201001>
- [69]. Lin, C., Lee, C., Chen, F., & Li, W. (2005b). Structural Evolution and Internal Stress of Nickel- Phosphorus Electrodeposits. *Journal of The Electrochemical Society*, 152(6), C370. <https://doi.org/10.1149/1.1901064>
- [70]. Kumar, S., Pande, S., & Verma, P. (2015). Factor Effecting Electro-Deposition Process. *International Journal of Current Engineering and Technology*, Vol.5(No.2), E-ISSN 2277 – 4106. <http://inpressco.com/category/ijcet>

- [71]. Yeh, S. H., & Wan, C. C. (1994). Codeposition of SiC powders with nickel in a Watts bath. *Journal of Applied Electrochemistry*, 24(10), 993-1000. <https://doi.org/10.1007/bf00241190>
- [72]. Berkh, O., Bodnevas, A., & Zahavi, J. (1995). Electrodeposited Ni-P-SiC composite coatings. *Plating and Surface Finishing*, 82(11), 62-66.
- [73]. Li, Y., Zhang, K., Zhang, M., Zhang, Y., Wu, T., Zhao, H., Su, J., Wang, Z., & Wang, J. (2020). Preparation of Sol-Enhanced Ni-P-Al₂O₃ Nanocomposite Coating by Electrodeposition. *Journal of Nanomaterials*. <https://doi.org/10.1155/2020/5239474>
- [74]. Xue, Y. J., Shen, C., Li, J. S., Li, H., & Si, D. H. (2010). Corrosion resistance of Ni-Y₂O₃ composite coating prepared by electrodeposition under ultrasonic condition. *Advanced Materials Research*, 97-101, 1235-1238. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.97-101.1235>
- [75]. Zhou, Y. B., Zhang, H. J., & Wang, Y. D. (2008). Effect of Y₂O₃ on microstructure and oxidation of chromizing coating. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 18(5), 1122-1127. [https://doi.org/10.1016/s1003-6326\(08\)60192-2](https://doi.org/10.1016/s1003-6326(08)60192-2)
- [76]. Cai, F., Jiang, C., Zhang, Z., & Ji, V. (2014). Synthesis and characterization of Ni-Al-Y₂O₃ composite coatings with different Y₂O₃ particle content. *Ceramics International*, 40(9), 15105-15111. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.06.123>
- [77]. Zhou, X., Wang, Y., Liang, Z., & Jin, H. (2018). Electrochemical Deposition and Nucleation/Growth Mechanism of Ni-Co-Y₂O₃ Multiple Coatings. *Materials*, 11(7), 1124. <https://doi.org/10.3390/ma11071124>
- [78]. Fathi, M., Safavi, M. S., Mirzazadeh, S., Ansariyan, A., & Ahadzadeh, I. (2019). A Promising Horizon in Mechanical and Corrosion Properties Improvement of Ni-Mo Coatings Through Incorporation of Y₂O₃ Nanoparticles. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51(2), 897-908. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05559-5>
- [79]. Safavi, M. S., Babaei, F., Ansarian, A., & Ahadzadeh, I. (2019). Incorporation of Y₂O₃ nanoparticles and glycerol as an appropriate approach for corrosion resistance improvement of Ni-Fe alloy coatings. *Ceramics International*, 45(8), 10951-10960. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.02.177>
- [80]. Xing, S., Wang, L., Jiang, C., Liu, H., Zhu, W., & Ji, V. (2020). Influence of Y₂O₃ nanoparticles on microstructures and properties of electrodeposited Ni-W-Y₂O₃ nanocrystalline coatings. *Vacuum*, 181, 109665. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109665>
- [81]. Safavi, M. S., Fathi, M., Mirzazadeh, S., Ansarian, A., & Ahadzadeh, I. (2020). Perspectives in corrosion-performance of Ni-Cu coatings by adding Y₂O₃ nanoparticles. *Surface Engineering*, 37(2), 226-235. <https://doi.org/10.1080/02670844.2020.1715543>
- [82]. Li, B., Zhang, W., Mei, T., & Miao, Y. (2020). Fabrication of Ni-B/TiC-Y₂O₃ nanocomposites by one-step electrodeposition at different duty cycle and evaluation of structural, surface and performance as protective coating. *Journal of Alloys and Compounds*, 823, 153888. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.153888>

- [83]. Sharifalhoseini, Z., Entezari, M. H., & Shahidi, M. (2016). Mechanistic investigation of the influence of phosphoric and boric acids in the formation of homogeneous Ni-P/ZnO-SiO₂ coatings. *Journal of Colloid and Interface Science*, 464, 291-300. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2015.11.023>
- [84]. Shibli, S., & Sebeelamol, J. (2013). Development of Fe₂O₃-TiO₂ mixed oxide incorporated Ni-P coating for electrocatalytic hydrogen evolution reaction. *International Journal of Hydrogen Energy*, 38(5), 2271-2282. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2012.12.009>
- [85]. Myers, R. H., Montgomery, D. C., & Anderson-Cook, C. M. (2016). *Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments*. John Wiley & Sons.
- [86]. Morikawa, T., Nakade, T., Yokoi, M., Fukumoto, Y., & Iwakura, C. (1997). Electrodeposition of Ni-P alloys from Ni-citrate bath. *Electrochimica Acta*, 42(1), 115-118. [https://doi.org/10.1016/0013-4686\(96\)00173-9](https://doi.org/10.1016/0013-4686(96)00173-9)
- [87]. Chang, L., Chen, C. H., & Fang, H. (2008). Electrodeposition of Ni-P Alloys From a Sulfamate Electrolyte. *Journal of The Electrochemical Society*, 155(1), D57. <https://doi.org/10.1149/1.2803516>
- [88]. Pouladi, S., Shariat, M., & Bahrololoom, M. (2012). Electrodeposition and characterization of Ni-Zn-P and Ni-Zn-P/nano-SiC coatings. *Surface and Coatings Technology*, 213, 33-40. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.10.011>
- [89]. Fathi, M., Safavi, M. S., Mirzazadeh, S., Ansariyan, A., & Ahadzadeh, I. (2019). A Promising Horizon in Mechanical and Corrosion Properties Improvement of Ni-Mo Coatings Through Incorporation of Y₂O₃ Nanoparticles. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51(2), 897-908. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05559-5>
- [90]. Bakhit, B., & Akbari, A. (2013). Synthesis and characterization of Ni-Co/SiC nanocomposite coatings using sediment co-deposition technique. *Journal of Alloys and Compounds*, 560, 92-104. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.01.122>
- [91]. Sharma, M., Husian, M., Upreti, N., & Gupta, D. (2010). Genetic Algorithm : Review and Application. *Social Science Research Network*. <https://doi.org/10.2139/ssrn.3529843>
- [92]. Tzeng, C., & Chen, R. (2013). Optimization of electric discharge machining process using the response surface methodology and genetic algorithm approach. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, 14(5), 709-717. <https://doi.org/10.1007/s12541-013-0095-x>
- [93]. KUTILEK1, P., & MIKSOVSKY, J. (2011). The procedure of evaluating the practical adhesion strength of new biocompatible nano- and micro-thin films in accordance with international standards. *Acta of Bioengineering and Biomechanics*. Vol. 13, No. 3.
- [94]. Carbajal, J., & White, R. E. (1988). Electrochemical Production and Corrosion Testing of Amorphous Ni-P. *Journal of The Electrochemical Society*, 135(12), 2952-2957. <https://doi.org/10.1149/1.2095468>

Résumé

La nature et la complexité du processus de fabrication des revêtements composites rendent difficile la prévision voire la mesure des performances technico-économiques de la fabrication, c'est pourquoi une grande attention a été portée aux méthodologies de fabrication de ces revêtements et à leurs propriétés, notamment mécaniques. Dans ce travail, une approche expérimentale pour la fabrication de revêtements composites Ni-P-Y₂O₃ par voie cathodique à partir de bains d'électrodéposition à base de sulfate a été présentée. Cette approche peut améliorer les propriétés mécaniques du revêtement et le rendement du processus d'élaboration présenté par l'efficacité du courant cathodique. Une nouvelle technique d'identification des paramètres de traitement à l'aide d'un système multi-entrées-sorties basée sur la technique de la régression linéaire multiple a été proposée. L'objectif était de déterminer l'influence des paramètres d'électrodéposition sur la qualité des revêtements développés afin de procéder à une optimisation, basée sur l'algorithme génétique, de ces paramètres qui assure l'obtention d'un revêtement de haute micro-dureté, avec le maximum possible efficacité de la cellule d'électrodéposition. Il est montré que le modèle élaboré est capable de donner des résultats fournissant une très bonne corrélation entre les valeurs réelles et prédites : 1.95% pour l'efficacité du courant cathodique et 1.58% pour la micro-dureté. Les valeurs utilisées pour la validation des modèles élaborés diffèrent des valeurs utilisées pour la construction des règles floues. La nouvelle stratégie d'optimisation utilisée dans cette étude a permis de déterminer les valeurs optimales permettant d'obtenir un revêtement à haute micro-dureté (592 Hv) par rapport aux autres revêtements de la même famille à haut rendement de cellule d'électrodéposition.

Mots clefs : dépôt électrolytique ; Efficacité du courant cathodique ; Micro-dureté ; Revêtement nanocomposite Ni-P-Y₂O₃ ; Optimisation; Algorithme génétique.

Abstract

The nature and complexity of the manufacturing process for composite coatings make it difficult to predict or even measure the technical and economic performance of manufacturing that is why great attention was paid to the manufacturing methodologies of these coatings and their properties, in particular the mechanical properties. In this work, an experimental approach for the manufacture of Ni-P-Y₂O₃ composite coatings by cathodic process from sulfate-based electrodeposition baths was presented. This approach can improve the mechanical properties of the coating and the yield of the elaboration process exhibited by the cathode current efficiency. A new technique for identifying processing parameters using a multi-input-output system based on the technique of multiple linear regression has been proposed. The objective was to determine the influence of the electrodeposition parameters on the quality of the coatings developed in order to conduct an optimization, based on the genetic algorithm, of these parameters which ensures the obtaining of a high micro-hardness coating, with the maximum possible efficiency of the electrodeposition cell. It is shown that the elaborated model is able to give results providing a very good correlation between the real and predicted values: 1.95% for cathode current efficiency and 1.58% for micro-hardness. The values used for the validation of the elaborated models differ from the values used for the construction of the fuzzy rules. The new optimization strategy used in this study made it possible to determine the optimal values that allow obtaining a coating with high micro-hardness (592 Hv) compared to other coatings of the same family with a high efficiency of electrodeposition cell.

Key words: Electrodeposition; Cathode current efficiency; Microhardness; Ni-P-Y₂O₃ nano-composite coating; Optimization; Genetic algorithm.

ملخص

تجعل طبيعة وتعقيد عملية تصنيع الطلاءات المركبة من الصعب التنبؤ أو حتى قياس الأداء التقني والاقتصادي للتصنيع ، ولهذا السبب تم إيلاء اهتمام كبير لمنهجيات تصنيع هذه الطلاءات وخصائصها ، ولا سيما الميكانيكية الخصائص. في هذا العمل ، تم تقديم نهج تجريبي لتصنيع الطلاءات المركبة Ni-P-Y₂O₃ بالعملية الكاثودية من حمامات الترسيب الكهربائي القائمة على الكبريتات. يمكن أن يؤدي هذا النهج إلى تحسين الخواص الميكانيكية للطلاء وعائد عملية التفصيل التي تظهرها كفاءة تيار الكاثود. تم اقتراح تقنية جديدة لتحديد معلمات المعالجة باستخدام نظام متعدد المدخلات والمخرجات يعتمد على تقنية الانحدار الخطي المتعدد. كان الهدف هو تحديد تأثير معلمات الترسيب الكهربائي على جودة الطلاءات المطورة من أجل إجراء تحسين ، بناءً على الخوارزمية الجينية ، لهذه المعلمات التي تضمن الحصول على طلاء عالي الصلابة الدقيقة ، بأقصى قدر ممكن كفاءة خلية الترسيب الكهربائي. يتضح أن النموذج المفصل قادر على إعطاء نتائج توفر علاقة ارتباط جيدة جدًا بين القيم الحقيقية والمتوقعة: 1.95٪ لكفاءة تيار الكاثود و 1.58٪ للصلابة الدقيقة. تختلف القيم المستخدمة للتحقق من صحة النماذج المفصلة عن القيم المستخدمة لبناء القواعد الغامضة. أتاحت استراتيجية التحسين الجديدة المستخدمة في هذه الدراسة تحديد القيم المثلى التي تسمح بالحصول على طلاء بصلابة دقيقة عالية (Hv 592) مقارنةً بالطلاءات الأخرى من نفس العائلة ذات الكفاءة العالية لخلية الترسيب الكهربائي .

الكلمات المفتاحية: ترسيب كهربائي؛ كفاءة تيار الكاثود؛ الصلابة؛ طلاء مركب نانو Ni-P-Y₂O₃؛ تحسين؛ الخوارزمية الجينية.