

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



**UNIVERSITÉ FERHAT ABBAS - SETIF1**

**FACULTÉ DE TECHNOLOGIE**

## **THÈSE**

**Présentée à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision**

**Pour l'obtention du diplôme de**

**DOCTORAT 3<sup>ème</sup> CYCLE LMD**

**Domaine : Sciences et Techniques**

**Filière : Optique et Mécanique de  
Précision**

**Option : Matériaux et  
Engineering**

**Par**

**KRIM Samah**

## **THÈME**

**Amélioration de comportement tribologique d'un  
alliage d'aluminium par un alliage de surface déposé  
par voie électrochimique**

**Soutenue le 10/Avril/2025 devant le Jury :**

<b>OSMANI Hocine</b>	<b>Pr.</b>	<b>Univ. Ferhat Abbas Sétif 1</b>	<b>Président de jury</b>
<b>LOUCIF Kamel</b>	<b>Pr.</b>	<b>Univ. Ferhat Abbas Sétif 1</b>	<b>Directeur de thèse</b>
<b>PAC Marie-José</b>	<b>Pr.</b>	<b>Univ. Haute Alsace</b>	<b>Co-encadrante</b>
<b>BOUMERZOUG Zakaria</b>	<b>Pr.</b>	<b>Univ. Mohamed Khider Biskra</b>	<b>Examineur</b>
<b>LAOUAMRI Hind</b>	<b>MCA.</b>	<b>Univ. Ferhat Abbas Sétif 1</b>	<b>Examineur</b>

# Table des matières

Remerciements .....	i
Listes des figures .....	iii
Listes des tableaux.....	vii
Introduction générale .....	1

## Chapitre I : Aluminium et ses alliages

I. Synthèse bibliographique .....	4
I.1. Généralité .....	4
I.2. Alliages d'aluminium de la série 5xxx.....	5
I.3. Principaux alliages Al-Mg pour usage général .....	7
II. Comportement surfacique des alliages d'aluminium .....	8
II. 1. Traitements de surface .....	8
II.2. Electrodeposition .....	9
III.2.1. Principe d'électrodeposition.....	10
II.2.2. Mécanisme d'électrodeposition .....	11
II.3. Dépôt de nickel électrolytique .....	12
II.3.1. Alternative et applications .....	12
III.3.2. Bains d'électrodeposition des dépôts de nickel .....	13
II.3.3 Influence des conditions d'électrodeposition sur la microstructure des dépôts de nickel .....	15
III. Alliage de surface Al-Ni .....	18
III.1. Importance et débouchés .....	18
III.2. Diagramme d'équilibre Al-Ni .....	19
III.3. Mécanisme de formation de l'alliages de surfaces de type Al-Ni .....	20
IV. Synthèse .....	23

## Chapitre II : Comportement mécanique et tribologique

I. Comportement mécanique en volume .....	24
II. Comportement mécanique des dépôts de nickel électrolytiques .....	24
II.1 Propriétés mécaniques .....	24
III. Tribologie de l'aluminium et ses alliages.....	26

III.1. Notions fondamentales .....	26
III.1.1. Système tribologique .....	26
III.1.2. Frottement.....	27
III.1.3. Usure.....	28
III.1.4. Mécanismes d'usure .....	29
III.1.4. 1. Usure abrasive .....	29
III.1.4.2. Usure adhésive.....	30
III.1.4.3. Usure par fatigue .....	30
III.1.4.4. Usure tribochimique .....	31
III.2. Tribologie des alliages d'aluminium .....	31
III.2.1. Comportement tribologique de l'aluminium .....	32
III.2.2. Comportement tribologique du dépôt Ni .....	33
III.2.3. Comportement tribologique du dépôt Ni traité thermiquement .....	35
IV. Synthèse.....	38

### **Chapitre III : Techniques expérimentales**

I. Introduction .....	39
II. Elaboration de l'alliage de surface Al-Ni .....	39
II.1. Elaboration des revêtements de nickel.....	39
II.1.1. Caractéristique et préparation du substrat .....	39
II.1.2. Caractéristique et préparation de la contre-électrode .....	41
II.1.3. Caractéristique du bain d'électrodéposition .....	42
II.1.4. Conditions expérimentales d'électrodéposition.....	42
II.1.5. Procédé d'électrodéposition et caractéristique du dispositif expérimental .....	43
II.2. Traitement thermique des dépôts de nickel .....	44
III. Caractérisation profilmétrique .....	44
III.1 Rugosimétrie .....	44
III.2 Mesure d'épaisseur.....	46
III.2.1 Épaisseur théorique .....	46
III.2.2 Mesure d'épaisseur par profilomètre mécanique .....	46
IV. Caractérisation microstructurale .....	48
IV.1. Spectrométrie de fluorescence X à dispersion de longueur d'onde (WD-XRF) .....	48
IV.2. Diffraction des rayons X (DRX).....	49

IV.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	51
V. Caractérisation mécanique et tribologique .....	52
V.I. Essai de micro-indentation instrumentée .....	52
V.1.1. Généralités .....	52
V.1.2. Courbe force-déplacement .....	53
V.1.3. Conditions expérimentales des essais .....	57
V.2. Essai d'usure .....	58

## **Chapitre IV : Elaboration et caractérisation microstructurale et morphologique de l'alliage de surface Al-Ni**

I. Introduction .....	60
II. Elaboration et caractérisations des dépôts de nickel .....	60
II.1. Electrodeposition des dépôts de nickel .....	60
II.2. Evaluation de la composition chimique .....	64
II.3. Caractérisation microstructurale .....	65
II.4. Caractérisation morphologique .....	67
III. Caractérisations des dépôts après traitements .....	69
III.1. Elaboration de l'alliage de surface Al-Ni .....	69
III.2. Evaluation de la composition chimique .....	70
III.3. Caractérisation microstructurale .....	72
III.4. Caractérisation morphologique .....	75
IV. Synthèse .....	81

## **Chapitre V : Caractérisation mécanique et tribologique de l'alliage de surface Al-Ni**

I. Introduction .....	82
II. Essais de microindentation .....	82
II.1. Analyse des courbes de microindentation .....	82
II.2. Mesure de la microdureté et du module d'élasticité de substrat et des dépôts de nickel avant traitement thermique .....	83
II.3. Influence du traitement thermique .....	84
III. Comportement tribologique .....	86
III.1. Etude du coefficient de frottement .....	86
III.1.1. Cas du substrat .....	86

III.1.2. Cas de l'alliage de surface .....	87
III.2. Influence des conditions mécaniques .....	88
III.3. Usure de l'alliage de surface .....	90
IV. Synthèse .....	93
Conclusion générale et perspectives .....	94
Références bibliographiques .....	96

## Remerciements

Avant tout, Je voudrais remercier DIEU (Allah) le tout-puissant qui m'a accordé le courage, la persévérance et l'espoir qui m'ont permis de réaliser cette thèse au cours de ces nombreuses années d'études.

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire des Matériaux non Métalliques (LMNM) de l'Institut d'Optique et de Mécanique de Précision de l'Université Ferhat Abbas Sétif 1. Il a été mené en étroite collaboration avec le Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT) de l'Université de Haute Alsace (Mulhouse), dans le cadre d'une bourse franco-algérienne PROFAS B+ en co-encadrement de thèse. Je tiens à souligner que ce travail n'aurait pu voir le jour sans le soutien financier du programme PROFAS B+ auquel je suis reconnaissante pour la bourse qui m'a été accordée.

Toute ma reconnaissance à l'Université de Haute Alsace et plus particulièrement au Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT) pour leur accueil et leur accompagnement.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et mes sincères remerciements à mon directeur de thèse, le Professeur Kamel LOUCIF. Son aide, ses encouragements constants, les discussions scientifiques enrichissantes, ainsi que les connaissances qu'il m'avait apportées ont été d'une inestimable valeur. Son accompagnement, ses judicieux conseils et sa sagesse, ont été une source inestimable de soutien tout au long de mon parcours. J'ai été assez chanceuse pour travailler sous sa direction, je lui suis particulièrement reconnaissante de m'avoir accordé sa confiance.

Je tiens également à exprimer ma profonde gratitude envers Madame le Professeur Marie José PAC, qui a accepté de co-encadrer ma thèse et de m'avoir accueilli dans son équipe. Grâce à ses compétences, son soutien continu, sa disponibilité et ses conseils précieux, elle a contribué de manière significative à la réussite de ce travail. Je mesure la chance exceptionnelle que j'ai eue de pouvoir bénéficier de son expertise et de son dynamisme pendant mon séjour à Mulhouse.

J'adresse mes sincères remerciements aux membres du jury pour avoir accepté d'évaluer mes travaux de thèse : Pr. OSMANI Hocine d'avoir accepté de présider ce jury de thèse, Pr. BOUMERZOUG Zakaria et Madame LAOUAMRI Hind, Maître de Conférences A, de m'avoir fait l'honneur d'être rapporteur de ce travail. Je leur remercie également pour leurs remarques pertinentes et commentaires très utiles lors de la soutenance ainsi que pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail.

Je tiens également à remercier chaleureusement Sylvain GILJEAN, Maître de Conférences et Cyril MARSQUET, Docteur et Ingénieur Assistant. Collaborer avec eux a été un réel plaisir, et leur soutien a joué un rôle essentiel dans la réalisation de ce travail. Sans leur précieuse contribution, l'étude mécanique des échantillons n'aurait jamais été complète. Je les remercie sincèrement pour leur serviabilité, les discussions scientifiques enrichissantes que nous avons eues, ainsi que pour leurs compétences et leur esprit critique qui ont grandement enrichi la qualité de cette recherche. Leur contribution mérite toute ma reconnaissance.

Je remercie ensuite Laure MICHELIN, assistante ingénieur à l'IS2M de l'UHA, pour sa contribution essentielle à la caractérisation par diffraction aux rayons X de mes échantillons.

J'adresse mes remerciements aux techniciens et ingénieurs de laboratoire LMNM, URME ET CRTI-URFA, ainsi qu'à tous ceux qui ont contribué, que ce soit directement ou indirectement, à la réalisation de ma thèse. Il est pour moi un devoir agréable de mentionner et remercier tout particulièrement Mohamed HAMIDOUCHE, Ahmed BENKHELIF, Abdelghani Kanzour et Ilham GUEDJALI pour leurs précieuses contributions.

Pendant mon séjour en France, j'ai passé des moments inoubliables en compagnie de personnes que je tiens à remercier du fond du cœur. Mes proches, Saouacène, Mounia et Sédick, qui n'ont eu de cesse de m'aider, de m'encourager et de me soutenir. Il est difficile de mettre en mots toute la gratitude que je ressens pour tout ce qu'ils ont fait pour moi.

Ces remerciements ne sauraient être complets sans l'inclusion de ma famille, en particulier mes parents, qui ont toujours été un soutien sans faille et dont la fierté se lit dans leurs yeux. À ma chère sœur Widad, ainsi qu'à mes chers frères, Youcef, Hichem, à mon mari, Samy et à mon cher fils Ayhem, je vous souhaite une vie remplie de joie, de bonheur et de réussite.

## Listes des figures

<b>Figure I.1:</b> Résistance mécanique des alliages Al-Mg en fonction de leur teneur en magnésium (état recuit 0) .....	6
<b>Figure I.2 :</b> Quelques applications des alliages d'aluminium-magnésium .....	8
<b>Figure I.3 :</b> Classification générale des différentes techniques de revêtement de surface	9
<b>Figure I.4 :</b> Schéma d'une installation d'électrodéposition à deux électrodes.....	11
<b>Figure I.5 :</b> Représentation de diverses phases du transfert de charge .....	12
<b>Figure I.6 :</b> Différents domaines d'application des revêtements en nickel .....	13
<b>Figure I.7 :</b> Morphologies des revêtements de Ni microcristallins électrodéposés à différents modes de courant appliqué : (a) DC, (b) PC et (c) PRC .....	16
<b>Figure I.8 :</b> Évolution de la morphologie de la surface des revêtements de nickel électrolytiques en fonction de la densité de courant pour (a) 100 A/m <sup>2</sup> , (b) 500 A/m <sup>2</sup> et (c) 1000 A/m <sup>2</sup> .....	17
<b>Figure I.9 :</b> Évolution de la morphologie de la surface en fonction de la température croissante de la solution pour les revêtements de nickel électrolytiques pour (a) 30°C, (b) 50°C, (c) 70°C et (d) 90°C.....	17
<b>Figure I.10 :</b> Variation de la granulométrie des dépôts de nickel selon de la teneur en saccharine .....	18
<b>Figure I.11 :</b> Influence de l'agitation de la solution sur la morphologie de surface des films de nickel électrolytique déposés sur des substrats amorphes à partir d'un bain de chlorure, pour différentes vitesses d'agitation : (a) 0 R/min <sup>-1</sup> , (b) 100 R/ min <sup>-1</sup> , (c) 250 R/ min <sup>-1</sup> et (d) 500 R/ min <sup>-1</sup> .....	19
<b>Figure I.12 :</b> Diagramme binaire du système Al-Ni .....	21
<b>Figure I.13 :</b> Micrographies du revêtement de nickel sur aluminium suivi d'un recuit de 10h à 520°C : image MEB ; (b) observation par microscopie optique après attaque chimique.....	22
<b>Figure I.14 :</b> Micrographies MEB de revêtements composites Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> électrodéposés sur des substrats d'aluminium après un traitement thermique: (a) à 500 °C/24h [111] ; (b) à 450 °C/4h.....	23
<b>Figure II.1 :</b> Evolution de la dureté des dépôts de nickel électrolytiques et ses alliages en fonction de la taille de grains en se basant sur les travaux de Schuh et al. Ainsi que les données dans la littérature.....	25
<b>Figure II.2 :</b> Représentation schématique d'un système tribologique .....	27

<b>Figure II.3</b> : Représentation schématique d'un contact en glissement .....	28
<b>Figure II.4</b> : Différents mécanismes d'usure .....	29
<b>Figure II.5</b> : Schéma montrant le mécanisme d'usure abrasive (a) abrasion à deux corps (b) abrasion à trois corps.....	29
<b>Figure II.6</b> : Usure adhésive.....	30
<b>Figure II.7</b> : Usure par fatigue.....	31
<b>Figure II.8</b> : Usure tribochimique .....	31
<b>Figure II.9</b> : Résistance relative d'usure des métaux .....	32
<b>Figure II.10</b> : comportement mécanique et tribologiques pour différentes états .....	33
<b>Figure II.11</b> : Variation du taux d'usure en fonction de la dureté (a) et coefficient de friction en fonction de la taille des grains des dépôts de nickel électrolytiques (b) .....	34
<b>Figure II.12</b> : Morphologie de la surface usée des dépôts de nickel électrolytiques, variant avec la taille des grains (a) 3 $\mu\text{m}$ , (b) 250 nm et (c) 16 nm .....	35
<b>Figure II.13</b> : Variation de la microdureté mesurée dans la section transversale des couches alliées (a) et Variation du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement pour le substrat et les couches alliées (Al-Ni) de différentes épaisseurs 20 et 50 $\mu\text{m}$ .....	37
<b>Figure II.14</b> : Micrographie MEB des surfaces usées des couches alliées (Al-Ni) pour différentes épaisseurs (a) 20 $\mu\text{m}$ et (b) 50 $\mu\text{m}$ .....	37
<b>Figure II.15</b> : DRX et COF de différents états du Ni-graphite pulvérisé sur l'alliage Al- 5Mg.....	38
<b>Figure III.1</b> : Profil de rugosités de la surface de substrat .....	40
<b>Figure III.2</b> : Montage expérimental d'électrodéposition .....	44
<b>Figure III.3</b> : Instruments de mesure de rugosité utilisés - (a) profilomètre optique, (b) rugosimètre mécanique .....	46
<b>Figure III.4</b> : Profil pour mesurer l'épaisseur d'un dépôt.....	47
<b>Figure III.5</b> : Mesure de l'épaisseur du dépôt : (a) Principe de mesure, (b) Photographie de la surface de dépôt Ni.....	47
<b>Figure III.6</b> : Spectromètre de fluorescence aux rayons X : (a) Schéma du principe de fonctionnement, (b) Photographie de l'appareil utilisé .....	49
<b>Figure III.7</b> : (a) Schéma illustratif de loi de Bragg, (b) Principe de fonctionnement du diffractomètre à rayon X.....	50
<b>Figure III.8</b> : Diffractomètre à rayons X PANalytical X'Pert PRO .....	50

<b>Figure III.9 :</b> Schéma d présentant le principe du fonctionnement d'un microscope électronique à balayage.....	52
<b>Figure III.10 :</b> Principaux indenteurs .....	53
<b>Figure III.11 :</b> Courbe d'indentation instrumentée : (a) Profil de chargement en fonction du temps, (b) Courbe force-déplacement P(h) en indentation instrumentée .....	54
<b>Figure.III.12 :</b> Représentation schématique de la profondeur de contact $h_c$ selon les modèles (a) d'Oliver et Pharr et (b) de Loubet .....	56
<b>Figure III.13 :</b> (a) Schéma du système d'indentation instrumentée, (b) Photographie du micro-indenteur Micro-Combi-Tester – CSM .....	58
<b>Figure III.14 :</b> Schéma de principe du frottement .....	59
<b>Figure IV.1 :</b> Photographie des dépôts de nickel électrodéposés sur des substrats Al-5Mg .....	61
<b>Figure IV.2 :</b> Photographie des dépôts de nickel obtenus sous des conditions dépassant les valeurs optimales.....	61
<b>Figure IV.3 :</b> Variation de l'épaisseur des revêtements de nickel en fonction de la durée de déposition .....	62
<b>Figure IV.4 :</b> Images de profilométrie optique de surface des revêtements de nickel déposés à différentes durées de déposition : (a) 10 min, (b) 15 min, (c) 20 min et (d) 30 min .....	63
<b>Figure IV.5 :</b> Teneurs en nickel en surface des revêtements de nickel à différents temps de déposition .....	63
<b>Figure IV.6 :</b> Spectres de diffraction de rayons X (a) du substrat Al-5Mg et (b) du Ni déposé pendant 10 min.....	66
<b>Figure IV.7 :</b> Micrographies en surface des revêtements de nickel à différents temps de dépôt : (a) 10 min, (b) 15 min, (c) 20 min et (d) 30 min .....	67
<b>Figure IV.8 :</b> Observations MEB en sections transversales des revêtements de nickel déposés à différents temps : (a) 10 min et (b) 15 min.....	68
<b>Figure IV.9 :</b> Cartographie des éléments par EDS réalisé à la coupe transverse du dépôt de nickel .....	69
<b>Figure IV.10 :</b> Teneurs en nickel en surface des revêtements de nickel après différents traitements thermiques.....	71
<b>Figure IV.11 :</b> Diffractogrammes de diffraction des rayons X des revêtements de nickel soumis à un recuit à 450°C (10/450_24 et 10/450_40) pendant : (a) 24 h et (b) 40 h .....	73

<b>Figure IV.12 :</b> Diffractogrammes de diffraction des rayons X enregistrés pour : un dépôt de nickel de 10 min suivi d'un recuit à 500°C pendant 5 h (a) et 10 h (b) et un dépôt de nickel de 15 min suivi d'un recuit à 500°C pendant 5 h (c) .....	74
<b>Figure IV.13 :</b> Diffractogrammes de diffraction des rayons X enregistrés pour un dépôt de nickel de 10 min (a) et de 15 min (b), suivi d'un recuit à 550°C pendant 1 h.....	75
<b>Figure IV.14 :</b> Micrographies MEB des sections transversales obtenues après recuit à 450°C pendant : (a) 24 h et (b) 40 h .....	76
<b>Figure IV.15 :</b> Cartographies EDS montrant la diffusion de l'aluminium et le nickel à l'interface revêtement/substrat après un recuit à 450°C pendant 40 h.....	78
<b>Figure. IV.16 :</b> Micrographies MEB des sections transversales effectuées pour : un dépôt de nickel de 10 min suivi d'un recuit à 500°C pendant 5 h (a) et 10 h (b) et un dépôt de nickel de 15 min suivi d'un recuit à 500°C pendant 5 h (c) .....	79
<b>Figure IV.17 :</b> Micrographies MEB des sections transversales effectuées pour un dépôt de nickel de 10 min (a) et de 15 min (b), suivi d'un recuit à 550°C pendant 1 h.....	80
<b>Figure. V.1 :</b> Courbes charge-déplacement enregistrées à 100 mN pour les échantillons avant et après traitement thermique à différentes températures et différents temps .....	83
<b>Figure V.2 :</b> Propriétés mécaniques du substrat et du revêtement de nickel non recuit : (a) module d'élasticité ( $E_{IT}$ ) et (b) microdureté ( $H_{IT}$ ) .....	84
<b>Figure IV.3 :</b> Variation du coefficient de frottement du substrat Al-5%Mg en fonction du nombre de cycles .....	87
<b>Figure V.4 :</b> Variation du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles des dépôts de nickel après les différents traitements thermiques .....	88
<b>Figure V.5 :</b> Variation du coefficient de frottement des dépôts de nickel recuits à 450°C pendant 40 et 24 h (10/450_40 et 10/450_24 h) sous différentes charges appliquées à une vitesse de glissement constante à 30 mm/mn.....	89
<b>Figure V.6 :</b> Variation du coefficient de frottement des dépôts de nickel recuits à 450°C pendant 40 et 24 h (10/450_40 et 10/450_24 h) sous différentes vitesses de glissement sous une charge de 10 N .....	90
<b>Figure V.7 :</b> Micrographies MEB des pistes d'usure des échantillons traités thermiquement à 450 °C pendant : (a-c) 40 h et (d-f) 24 h à différentes vitesses de glissement.....	91
<b>Figure V.8 :</b> Analyse EDS de la piste d'usure du revêtement de nickel traité thermiquement à 450 °C pendant 40 h glissement .....	92

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b> : Propriétés mécaniques de l'aluminium à la température ambiante .....	4
<b>Tableau I.2</b> : Désignation des alliages d'aluminium corroyés et de la fonderie (Aluminium Association) .....	5
<b>Tableau I.3</b> : Différents bains utilisés pour l'électrodéposition de nickel .....	14
<b>Tableau I.4</b> : Données cristallographiques et thermodynamiques des alliages Al-Ni .....	20
<b>Tableau III.1</b> : Composition chimique du substrat Al-%pds Mg .....	39
<b>Tableau III.2</b> : Composition du bain de décapage chimique .....	41
<b>Tableau III.3</b> : Composition chimique et fonction des éléments constitutifs du bain d'électrodéposition .....	42
<b>Tableau III.4</b> : Conditions expérimentales pour réaliser les dépôts de nickel .....	43
<b>Tableau IV.1</b> : Paramètres de rugosité des dépôts de nickel mesurés à l'aide de deux méthodes : mécanique et optique .....	62
<b>Tableau IV.2</b> : Teneur (en % masse) en impuretés pour chaque dépôt de nickel .....	65
<b>Tableau IV.3</b> : Composition en éléments dans la zone de dépôt et la zone de substrat indiquées dans la Figure IV.8 (a) et (b) (en % de Ni et Al) .....	68
<b>Tableau IV.4</b> : Nom des échantillons élaborés à différents temps de dépôt et soumis à des traitements thermiques à diverses températures et durées .....	70
<b>Tableau IV.5</b> : Concentration en impuretés des dépôts de nickel déposés à 10 et 15 min, puis recuits à différentes températures et différents temps .....	72
<b>Tableau IV.6</b> : Composition des éléments dans les régions A, B et C (en % de Ni et Al) de la section transversale et des phases correspondantes (les valeurs sont données dans une gamme de $\pm 0,5$ ) .....	77
<b>Tableau V.1</b> : Microdureté des alliages de surfaces formés après des traitements thermiques à diverses températures et durées .....	85

# **Introduction générale**

## **Introduction générale**

Les surfaces des pièces mécaniques sont fréquemment sujettes à des endommagements dus à des contraintes mécaniques, des frottements, à l'usure et à d'autres facteurs opérationnels. Ces incidents peuvent entraîner des défaillances mécaniques qui affectent négativement la production ou conduisent à des arrêts de production ciblés, nécessitant une vérification de leur état de fonctionnement ou une restauration de leur efficacité.

Aujourd'hui, la production des pièces mécaniques avec de meilleures propriétés mécaniques et chimiques est devenue une exigence industrielle pour prolonger la fonctionnalité et la durée de vie des équipements et des systèmes mécaniques. Cependant, il reste un défi complexe de trouver des matériaux adéquats pour résoudre le problème d'endommagements superficiels causés par les frottements et l'usure, en particulier pour les équipements en alliages d'aluminium, tout en satisfaisant toutes les exigences. Au fil des dernières décennies, les traitements de surface, notamment les procédés de revêtement ont été considérés comme les meilleures solutions pour lutter contre la détérioration de la surface des matériaux, tout en améliorant leurs propriétés mécaniques, tribologiques et d'anti-corrosion. Parmi les différentes techniques envisageables, l'électrodéposition est un procédé de fabrication économiquement intéressant, qui consiste à revêtir une pièce avec un matériau spécifique afin d'améliorer ses caractéristiques de surface et par conséquent ses performances.

Les alliages de surface élaborés par électrodéposition à base de composés d'aluminure de nickel NiAl présentent un meilleur compromis entre les caractéristiques mécaniques et chimiques. Ces composés sont très répandus dans de nombreux secteurs industriels, particulièrement dans les industries chimiques, l'aéronautique, la production d'énergie et l'automobile, en raison de leurs propriétés spécifiques élevées, telles que le point de fusion élevé, la faible densité, l'excellente tenue à la corrosion, et à l'oxydation à température élevée, la bonne conductivité thermique et électrique et leur dureté et résistance à l'usure exceptionnelles. La combinaison de ces propriétés rend ces matériaux qu'ils soient en volume ou en surface prometteurs pour les applications industrielles qui font face aux différentes sollicitations extérieures d'origine mécaniques ou physicochimiques appliquées à la surface du matériau.

Dans ce contexte, l'un des principaux objectifs de la thèse est de réaliser des revêtements de nickel pur par électrodéposition sur des substrats Al-5Mg, ce qui est généralement recommandé dans l'industrie marine et aérospatiale. Pour cela une considération spécifique a été apportée à l'étape d'élaboration. Le second objectif a été focalisé sur l'étude de l'influence

## *Introduction générale*

du traitement thermique sur le comportement mécanique et tribologique des revêtements de nickel à différentes températures pendant différentes durées allant d'une à quarante heures afin de réaliser un alliage de surface Ni-Al. Cette méthode (électrodéposition suivie d'un traitement thermique) vise à la formation de phases intermétalliques de types  $Al_xNi_y$  par l'interdiffusion du nickel formant le revêtement et l'aluminium formant le substrat. En conséquence, on aboutira à un matériau léger, conservant les propriétés intrinsèques du matériau de base et acquérant des caractéristiques tribologiques meilleures. Ainsi, nous visons à mieux comprendre la relation entre la microstructure et le comportement tribologique ou le couplage entre les phases intermétalliques formées et l'amélioration de la dureté et le comportement en frottement de l'alliage de surface.

Ce manuscrit se divise en cinq chapitres :

Le premier chapitre fournit une revue bibliographique qui se décompose en trois sections distinctes : la première section introduit quelques connaissances générales sur l'aluminium et ses alliages, en mettant particulièrement l'accent sur les alliages d'aluminium-magnésium de la série 5XXX. Dans la deuxième section, l'attention se porte spécifiquement sur la technique d'électrodéposition en tant que solution visant à améliorer les propriétés de surface des matériaux métalliques. Cette section offre une brève description des aspects généraux de l'électrodéposition, avec un intérêt particulier porté sur les revêtements électrolytiques de nickel et les différents bains de nickelage. De plus, une analyse de l'effet des divers paramètres d'électrodéposition sur la microstructure des revêtements de nickel est exposée. Pour conclure, ce chapitre, la dernière section expose une étude bibliographique sur le système Al-Ni et le mécanisme de formation des phases intermétalliques de type  $Al_xNi_y$ . Cette section présente également une étude métallurgique pour une meilleure compréhension de la relation microstructure comportement mécanique et tribologique de cet alliage.

Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté une synthèse bibliographique du comportement mécanique et tribologique de l'alliage de surface Al-Ni. Nous avons mis l'accent sur le comportement tribologique, avec des rappels sur les mécanismes fondamentaux mis en œuvre afin de mettre en évidence les mécanismes qui contrôlent l'usure, la friction et les améliorations apportées au substrat lorsque a subi certains traitements.

Le troisième chapitre de la thèse se consacre à la description complète de la méthodologie expérimentale, détaillant les protocoles de préparation suivis pour élaborer les revêtements de nickel sur des substrats d'aluminium Al-5Mg par électrodéposition en courant continu. Il

## *Introduction générale*

expose également les diverses techniques d'analyse et de caractérisation appliquées aux revêtements de nickel et à l'alliage de surface réalisées durant ce travail de recherche.

Le quatrième chapitre se focalise sur l'élaboration des échantillons sous différentes conditions et leurs caractérisation microstructurale et topographique. La relation entre les conditions d'élaboration et les caractéristiques des alliages élaborés a été discutée. La partie concernant l'apport des traitements thermiques a été exposée dans ce chapitre.

Le dernier chapitre porte sur une étude plus approfondie de la caractérisation mécanique et tribologique des dépôts de nickel, avant et après la formation de l'alliage de surface Ni-Al à divers traitements thermiques. Deux aspects essentiels sont abordés :

- la microdureté, évaluée par microindentation instrumentée,
- les frottements et l'usure,

Enfin, cette étude est clôturée par une conclusion générale présentant les résultats majeurs obtenus au cours de ce travail de recherche.

**Chapitre I :**  
**Aluminium et ses alliages**

## I. Synthèse bibliographique

### I.1. Généralités

En 1825, l'aluminium a été découvert, ce métal étant le troisième constituant le plus répandu dans la croûte terrestre, après le silicium et l'oxygène. La production mondiale d'aluminium atteint environ 25 millions de tonnes par an. En revanche, l'utilisation de l'aluminium pur est très limitée à cause de ses propriétés mécaniques médiocres, comme le montre le tableau I.1. Néanmoins, des éléments d'addition sont alliés à l'aluminium dans le but d'améliorer une performance donnée et ainsi d'étendre son utilisation à une plus grande gamme de sollicitations. Les alliages d'aluminium offrent un bon compromis entre légèreté (masse volumique de  $2,7 \text{ g/cm}^3$ ), faible coût, forte conductivité thermique et électrique, excellente protection contre la corrosion et enfin bonne formabilité. Ces propriétés attrayantes ont suscité un intérêt croissant dans des plusieurs secteurs tels que l'aéronautique, l'automobile, la construction, l'agro-alimentaire, les machines électriques etc [1], [2], [3]. Une conséquence majeure est que les alliages d'aluminium ont été le sujet de travaux très poussés en transformation microstructurale (précipitation, durcissement, restauration, recristallisation), solidification (casting, refroidissement rapide), tenue à la corrosion, comportement mécanique [4].

<b>Pureté (%)</b>	<b>Limite d'élasticité (MPa)</b>	<b>Résistance à la rupture (MPa)</b>	<b>Allongement (%)</b>
99,99	10	45	50
99,8	20	60	45
99,6	30	70	43

**Tableau I.1 :** Propriétés mécaniques de l'aluminium à la température ambiante [4]

Un alliage d'aluminium est une composition chimique dans laquelle des éléments supplémentaires sont introduits dans l'aluminium pour améliorer ses propriétés, visant principalement à accroître sa résistance mécanique. Ces constituants incluent le fer, le silicium, le cuivre, le magnésium, le manganèse et le zinc et ils peuvent être présents en combinaison jusqu'à un total de 15 % de la masse de l'alliage. Les alliages sont distingués par un numéro à quatre chiffres, où le premier chiffre indique l'élément d'alliage le plus important. La désignation de ces alliages est présentée dans le tableau I.2 aux normes de l'Aluminium

Association qui les classé en deux grandes catégories : les alliages corroyés et les alliages de fonderie.

La famille d'alliages d'aluminium corroyés a été destinée à être transformée par des techniques de mise en forme, contrairement aux alliages d'aluminium de fonderie. Dans les alliages d'aluminium corroyés, on distingue deux types d'alliages : les alliages non trempant qui ne peuvent subir aucun durcissement structural. Leurs propriétés mécaniques sont améliorées par la mise en solution solide d'éléments ajoutés, la précipitation de phases secondaires dispersées et l'écroutissage. Ils appartiennent aux séries 1xxx, 3xxx et 5xxx.

Ainsi que, les alliages trempant à durcissement structural, leurs propriétés mécaniques étant améliorées par un traitement thermique conduisant à la formation de précipités de durcissement. Ces alliages se trouvent dans les séries 2xxx, 6xxx et 7xxx [5].

Séries d'alliages corroyés	Eléments d'alliages	Séries d'alliages de fonderie	Eléments d'alliages
1xxx	>99,00% Al	1xx.x	>99,00% Al
2xxx	Cu	2xx.x	Cu
3xxx	Mn	3xx.x	Si + Cu et /ou Mg
4xxx	Si	4xx.x	Si
5xxx	Mg	5xx.x	Mg
6xxx	Mg et Si	7xx.x	Zn
7xxx	Zn	8xx.x	Sn
8xxx	Autres	9xx.x	Autres

**Tableau I.2 :** Désignation des alliages d'aluminium corroyés et de la fonderie (Aluminium Association) [6]

## I.2. Alliages d'aluminium de la série 5xxx

Dans le cadre de cette étude, nous portons une attention particulière à la série 5xxx (Al-Mg). Les alliages Al-Mg sont principalement composés de magnésium variant de 0,5 à 5,5 % en masse. Ils ne sont pas traitables thermiquement, mais ils peuvent être durcis par déformation (écrouissage). Dans ces alliages, 2,8% de magnésium est en solution solide, tandis que le reste se trouve sous forme de précipités de  $Al_3Mg_2$ . Ces alliages constituent une série graduelle d'alliages, présentant une très bonne protection contre la corrosion dans des conditions environnementales naturelles, industrielles et marines, que les alliages soient soudés ou non.

Cette propriété peut être renforcée grâce à des traitements d'anodisation protecteurs. Ils sont également caractérisés par une grande ténacité et une excellente capacité à être déformés à chaud comme à froid, avec une meilleure performance lorsque la teneur en magnésium est plus faible. La figure I.1 présente la résistance mécanique des alliages Al-Mg en fonction de leur teneur en magnésium (état recuit 0). En outre, ces alliages présentent une excellente soudabilité à la fois opérationnelle et métallurgique, où la résistance mécanique des soudures est presque équivalente à celle du métal de base à l'état recuit. Cette caractéristique, associée à la précédente, explique la multitude application des alliages Al-Mg dans le secteur de la chaudronnerie-soudage. Des nuances de ces alliages peuvent atteindre des caractéristiques mécaniques proches de celles des aciers [7].

En raison de ces propriétés, ces alliages sont vivement recommandés pour des applications liées à la construction structurale, notamment les bâtiments et les ponts, l'industrie maritime et automobile, l'aérospatiale et divers autres domaines [8], [9], [10], [11], [12], [13].

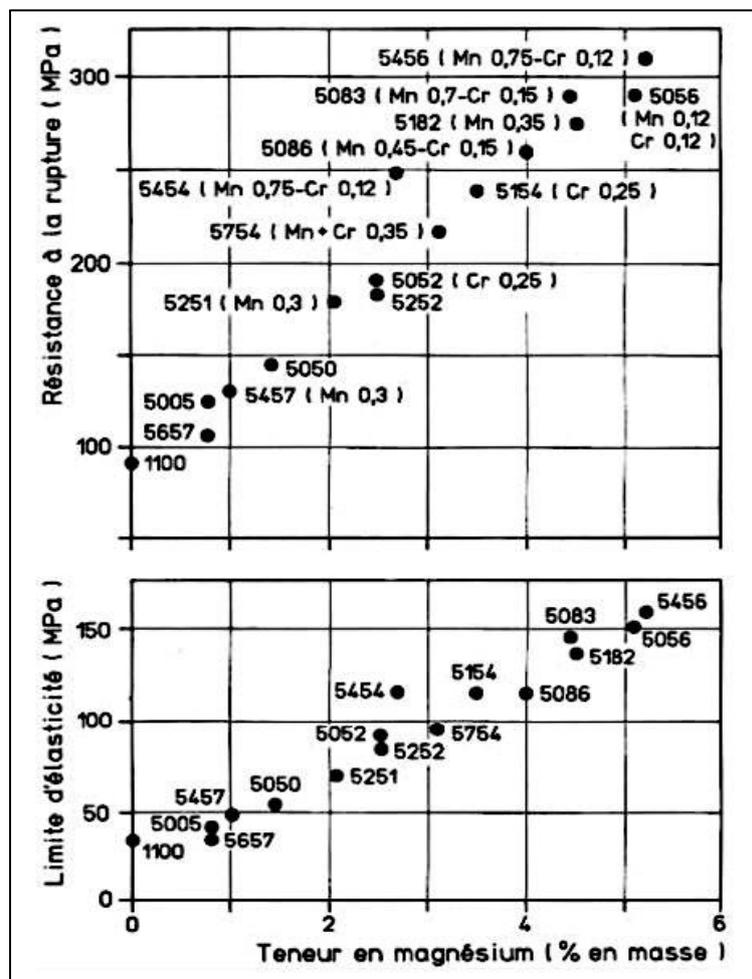


Figure I.1 : Résistance mécanique des alliages Al-Mg en fonction de leur teneur en magnésium (état recuit 0) [13]

### **I.3. Principaux alliages Al-Mg pour un usage général**

Les principaux alliages Al-Mg destinés à un usage général offrent une combinaison idéale de faible poids, de résistance mécanique et de tenue à la corrosion, rendant ces matériaux polyvalents dans de nombreuses industries. Voici quelques exemples courants d'applications d'alliages (Figure I.2) :

- **L'alliage 5005** : Il est utilisé en substitution de l'aluminium non allié lorsque des améliorations légères des propriétés sont requises. Il trouve son application dans des domaines tels que l'emboutissage, la chaudronnerie pour les feuilles anodisées dans le domaine architectural et la fabrication de mobilier métallique.
- **L'alliage 5050** : Il est employé sous forme de produits étirés et laminés dans une multitude de secteurs. Il trouve des applications diverses, notamment dans le domaine de la construction (pour les chéneaux, tuyaux, etc.), de l'électroménager (machines à laver, etc.) et des transports (comme les remorques automobiles et les bateaux).
- **L'alliage 5251** : Il trouve une utilisation particulière sous la forme de produits étirés tels que barres, fils et tubes, ainsi que dans la fabrication de tubes soudés destinés à l'irrigation.
- **L'alliage 5052** : Cet alliage occupe une position intermédiaire en terme de résistance mécanique au sein de la gamme des alliages Al-Mg. Il présente l'avantage de conjuguer une excellente aptitude au façonnage, une bonne résistance à la fatigue et une excellente tenue à la corrosion. Il trouve une multitude d'applications, en particulier dans la fabrication de réservoirs et de conduites dans le secteur de la chaudronnerie pour les industries chimique, pétrolière, ainsi que maritime et aéronautique.
- **Les alliages 5454, 5754 et 5154** offrent des caractéristiques légèrement supérieures à celles des précédents tout en maintenant une grande sécurité, surtout en terme de tenue à la corrosion. Ils sont adaptés pour les domaines de la construction, du génie civil, du transport et des industries mécaniques.
- **Les alliages 5086 et 5083** sont des alliages Al-Mg enrichis en magnésium par rapport aux types précédents. Ils sont privilégiés lorsque des propriétés générales des alliages Al-Mg ainsi qu'une résistance mécanique élevée sont recherchées. Ils sont utilisés dans les applications suivantes :
  - ✓ Transports terrestres : semi-remorques, réservoirs,
  - ✓ Navigation maritime : structures supérieures de navires,
  - ✓ Génie civil : équipements de levage, grues mobiles,
  - ✓ Secteur de la mécanique : équipements ménagers, équipement pour l'industrie textile,

- ✓ Industries chimique et cryogénique : systèmes de liquéfaction, de gazéification, réservoirs pour gaz liquéfiés, réservoirs de transport et de conservation de méthane liquide. Ces alliages sont particulièrement adaptés aux installations cryogéniques en raison de leurs excellentes performances même à des températures très basses.
- **Les alliages 5056 et 5456** : Ils se distinguent comme les alliages les plus performants au sein de cette série. Cependant, leur utilisation est restreinte en raison de leur sensibilité à la corrosion intergranulaire et corrosion sous tension. De ce fait, ils sont souvent remplacés par les alliages **5086** et **5083** qui offrent une meilleure sécurité. Malgré ces limitations, on peut citer quelques exemples d'applications pour ces alliages, notamment dans la fabrication de vis, de rivets et de structures en forme de nids d'abeilles [13], [14].



**Figure I.2 :** Quelques applications des alliages d'aluminium-magnésium [15]

## II. Comportement surfacique des alliages d'aluminium

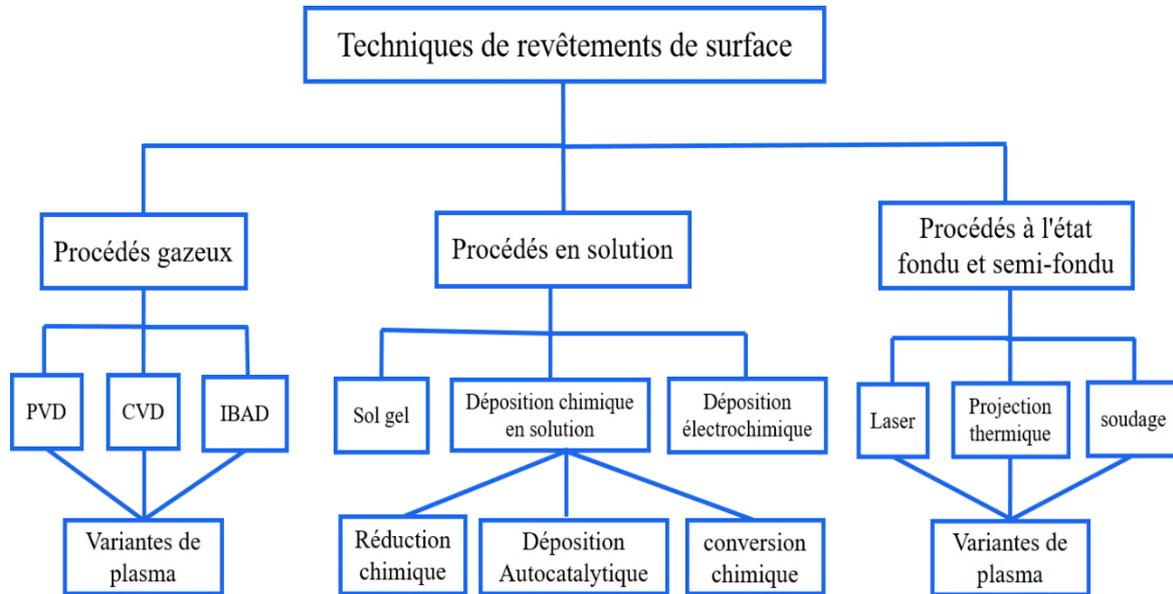
Quoiqu'on puisse dire des performances mécaniques et physicochimiques des alliages d'aluminium, ces derniers présentent des propriétés surfaciques médiocres. En effet, s'ils possèdent une bonne tenue à la corrosion à cause de la couche d'oxyde d'aluminium  $Al_2O_3$  qui se forme à la surface et dont l'épaisseur peut atteindre quelques micromètres [16], le comportement mécanique et tribologique en surface est loin d'être satisfaisant. Cette insuffisance a été remédiée par des traitements de surfaces qui font le sujet de notre travail.

### II. 1. Traitements de surface

Les alliages d'aluminium ont été le sujet de plusieurs techniques de traitement de surfaces allant de couches très minces (quelques nanomètres) à des revêtements qui peuvent atteindre quelques millimètres. Ceci est dû à l'aptitude de l'aluminium aux différentes techniques et la valeur ajoutée de la technique aux propriétés de volume. La figure I.3 présente les différentes

techniques de revêtement de surface. On peut dire que toutes les techniques ont été utilisées pour le revêtement de l'aluminium et ses alliages. La bibliographie est très riche dans ce sens [17].

Dans le présent travail, nous nous limitons à l'exposé du principe de l'électrodéposition qui sera la technique utilisée de revêtement.



**Figure I.3 :** Classification générale des différentes techniques de revêtement de surface [18]

## II.2. Electrodeposition

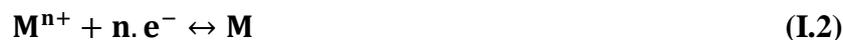
Parmi les différentes méthodes de revêtements, l'électrodéposition est la méthode la plus couramment employée et préférée par rapport aux autres méthodes. Cela est principalement dû à son coût relativement faible en terme d'équipements, comparé aux procédés PVD et CVD. L'électrodéposition ne nécessite ni vide ni hautes températures pour produire des dépôts de qualité, ce qui la distingue des autres techniques. L'électrodéposition présente plusieurs avantages. Elle offre une grande capacité à revêtir des substrats de géométrie complexe et de grandes surfaces, avec une homogénéité d'épaisseur variant du nanomètre jusqu'à des dizaines de micromètres. Elle permet également un contrôle rigoureux de la microstructure et de la composition du dépôt, ce qui permet de produire des dépôts de haute pureté sans les problèmes d'oxydation des particules déposées que l'on rencontre avec les procédés à haute température, tels que ceux utilisés dans la projection thermique. Elle permet également de produire des dépôts de métaux et d'alliages à point de fusion élevé, tels que le chrome (1907°C), le nickel (1455°C) et le molybdène (2623°C). De plus, elle permet également le dépôt de céramiques, verres, polymères et composites. Elle permet l'élaboration de films multicomposants

nanostructurés avec une uniformité d'épaisseur et contribue à la réduction des déchets [19], [20], [21], [22].

L'électrodéposition offre une vaste gamme d'applications dans le domaine industriel, en particulier dans le secteur des revêtements. Elle joue un rôle essentiel dans la décoration, notamment dans les domaines de la bijouterie et de la quincaillerie de construction. Par ailleurs, dans le domaine de la fabrication, elle est utilisée pour créer des revêtements de protection contre la corrosion sur des pièces métalliques exposées à des environnements agressifs, ainsi que pour la préservation des surfaces de pièces soumises à l'usure, ce qui contribue à prolonger leur durée de vie opérationnelle. De plus, l'électrodéposition est couramment utilisée dans le processus d'électroformage, permettant ainsi la fabrication de micro-pièces d'une grande précision utilisées dans les dispositifs MEMS [23], [24], [25].

### II.2.1. Principe de l'électrodéposition

L'électrodéposition est un processus électrochimique qui vise à déposer un métal sur la surface d'un matériau conducteur en réduisant les ions métalliques  $M^{n+}$  en atomes  $M$  provenant d'électrolytes aqueux, organiques ou de sels fondus. Ce dépôt est obtenu en appliquant un courant ou une tension externe à travers deux électrodes : une cathode, où se produit la réduction des ions métalliques sur le substrat, et une anode soluble, où l'oxydation se produit afin de prévenir la diminution des cations métalliques dans la solution pendant la déposition [26-28]. Les réactions d'oxydo-réduction dans une solution aqueuse se traduisent par les réactions suivantes (Eq I.1 et I.2) :



Le schéma de principe illustrant les différents éléments d'un dispositif d'électrodéposition est illustré par la Figure I.4.

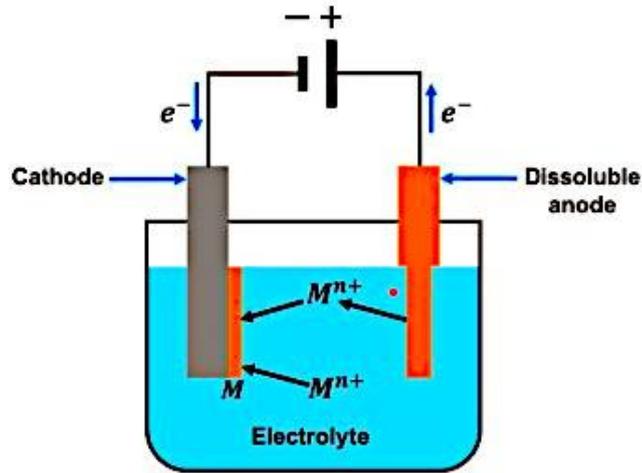
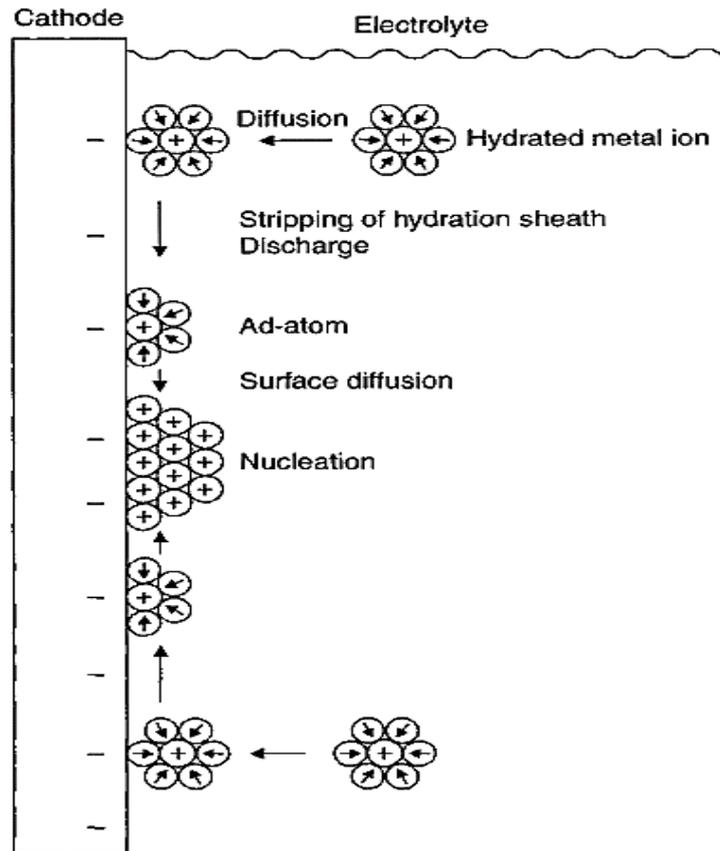


Figure I.4 : Schéma d'une installation d'électrodéposition à deux électrodes

### II.2.2. Mécanisme d'électrodéposition

La déposition d'un revêtement métallique à partir des ions métalliques jusqu'à leur réduction sur la surface d'un substrat se déroule en trois étapes successives : transport de masse, transfert de charge, cristallisation.

- **Transport de masse** : Dans ce processus, le transport des ions hydratés ou complexés au sein de la solution vers la cathode se fait par intervention de trois phénomènes : migration, diffusion et convection.
- **Transfert de charge** : Les ions présents dans la double couche de Helmholtz à l'interface électrode-électrolyte perdent leur hydratation puis ils s'adsorbent sur le substrat. Ensuite, ils se déchargent simultanément en se combinant avec les électrons de la cathode et deviennent des atomes neutres, dites adions ou adatoms. Ils diffusent superficiellement à la surface de la cathode afin d'incorporer dans les imperfections du réseau cristallin (dislocations, lacunes, marches, ...) [29-30].



**Figure I.5 :** Représentation de diverses phases du transfert de charge [30]

- **Cristallisation :** Ce processus se fait par l'incorporation des adatoms dans les sites actifs sur la surface du substrat en construisant un édifice cristallin par germination et croissance. La compétition de ces deux phénomènes conditionne la cinétique de dépôt et donne sa qualité [31], [32].

Par ailleurs, plusieurs paramètres peuvent affecter le processus d'électrodéposition et donc influencer la microstructure, la forme, la qualité, ainsi que les caractéristiques physico-chimiques et structurales du dépôt, y compris le mode de courant imposé (continu, pulsé) [33], [34], la température du bain [35], le pH, l'agitation du bain [36], la concentration en particules et la composition (présence d'additifs organiques ou métalliques) du bain électrolytique [37].

### II.3. Dépôt de nickel électrolytique

#### II.3.1. Alternative et applications

Il existe plusieurs revêtements métalliques électrolytiques couramment employés pour renforcer les propriétés mécaniques et tribologiques de l'aluminium. Parmi les plus connus, on trouve les revêtements :

- en cuivre pour offrir une meilleure conductivité électrique et thermique, tout en offrant une certaine résistance à l'usure de l'aluminium [38], [39].
- En chrome pour des propriétés attrayantes notamment dans l'ingénierie de surface. Ces dépôts présentent une dureté élevée, une grande résistance à l'usure et à la corrosion avec un bon aspect de surface [40-42]. Cependant, au cours de ces deux dernières décennies, l'utilisation des dépôts de chrome électrolytique conventionnels est limitée à cause de ses inconvénients sur l'environnement et la santé humaine [43-45].
- en nickel par ses solutions alternatives aux revêtements conventionnels du chrome en raison de leurs propriétés chimiques, mécaniques et électriques intéressantes telles que la résistance à l'usure, la dureté élevée, la superplasticité et leur bonne tenue à la corrosion et à l'oxydation aux faibles et hautes températures [46-48]. De plus, les revêtements de nickel sont moins toxiques, plus écologiques [49] et sont adaptés à des applications dans divers secteurs technologiques : électronique, automobile, aéronautique et chimique [50]. Cette application du nickel dans ces secteurs industriels contribue à maintenir la sécurité, la fiabilité et la durabilité des installations et des équipements en contact avec des substances chimiquement agressives (Figure I.6).

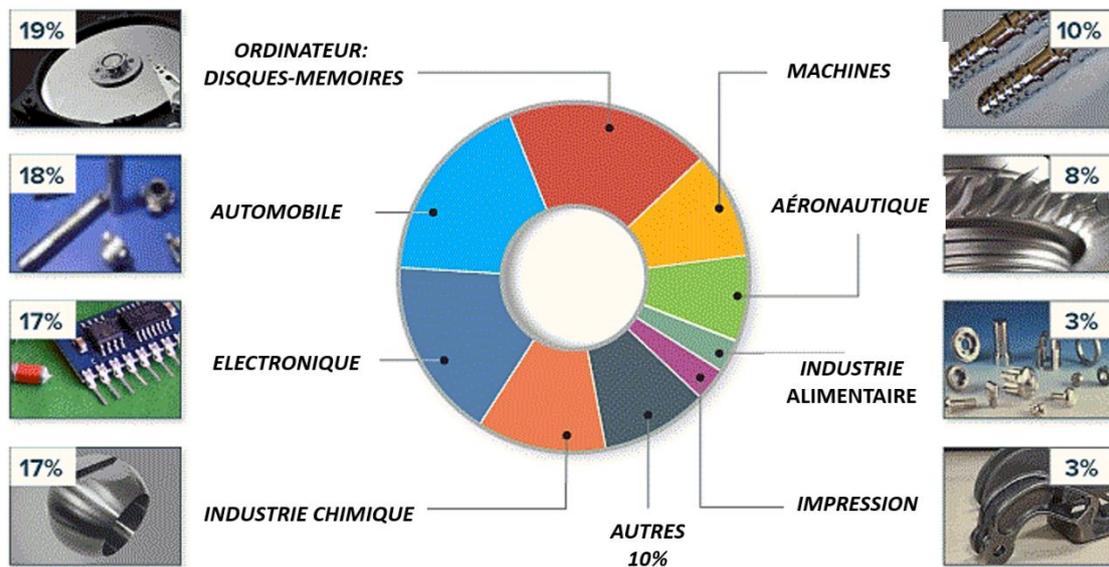


Figure I.6 : Différents domaines d'application des revêtements en nickel [51]

### III.3.2. Bains d'électrodéposition des dépôts de nickel

Différents bains électrolytiques mentionnés dans la littérature doivent être préparés pour réaliser les dépôts de nickel. On cite : le bain de Watts, le bain de Nickel Sulfamate, le bain de Chlorure et le bain de Fluoborate (Tableau I.3).

Ces solutions sont essentiellement constituées du sel métallique de nickel. Les dépôts de nickel s'effectuent dans un milieu acide avec un pH variant de 2 à 5, à des températures allant de 40 à 80°C et à une gamme de densité de courant variant entre 2 à 30 A.dm<sup>-2</sup>. La composition chimique de chaque bain est présentée dans le tableau (Tableau I.3).

Dans le cadre de ce travail, on s'intéresse à l'électrodéposition du nickel à partir du bain de Watt, ce bain contient principalement trois constituants, sulfate de nickel, chlorure de nickel et acide borique. Le rôle de chaque composant de cette solution est décrit ci-dessous :

- **Le sulfate de nickel (NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O) :** Il est le constituant principal du bain. L'augmentation de la concentration du sulfate de nickel conduit à l'augmentation de la densité de courant limite ce qui permet d'augmenter la vitesse de déposition.
- **Le chlorure de nickel (NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O) :** Il est connu qu'à la présence de sulfates, un oxyde de nickel sera formé sur les anodes en nickel provoquant leur passivation. Pour éviter ce phénomène, le chlorure de nickel sera ajouté au bain. L'ajout de ce constituant conduit à la dissolution anodique en diminuant la passivation anodique, l'augmentation de la conductibilité du bain, l'augmentation des contraintes internes dans le dépôt affectant également la structure des dépôts.
- **L'acide borique (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) :** Au cours de la réaction cathodique, il est nécessaire de maintenir le pH à une valeur constante au-dessous de 5 pour prévenir la formation d'hydroxyde de nickel Ni(OH)<sub>2</sub> qui se forme à cause du dégagement d'hydrogène. Par conséquent, l'introduction d'acide borique est requise pour agir comme agent tampon dans les bains de nickelage et en ayant également un rôle catalytique en réduisant la surtension lors la déposition du nickel [52-53].

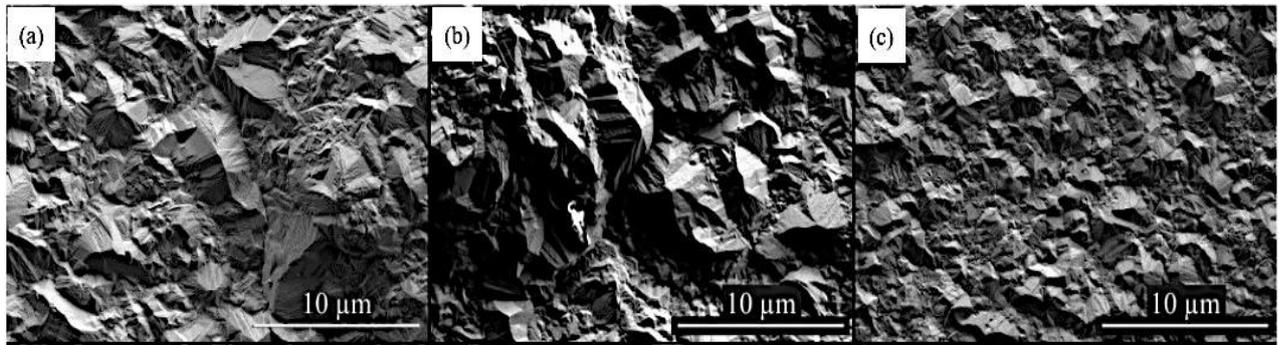
Type de bain	Composition et paramètres	
<b>Bain de Watt</b>	Sulfate de nickel ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )	220 à 280 g/L
	Chlorure de nickel ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )	35 à 65 g/L
	Acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )	35 à 45 g/L
	Température	45 à 55 °C
	Densité de courant cathodique	2 à 10 A/dm <sup>2</sup>
	pH	3 à 5
<b>Bain au Sulfamate de nickel</b>	Sulfamate de nickel $\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	250 à 450 g/L
	Chlorure de nickel ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )	5 à 30 g/L
	Acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )	30 à 40 g/L
	Température	40 à 60 °C
	Densité de courant cathodique	5 à 20 A/dm <sup>2</sup>
	pH	3,5 à 4,5
<b>Bain au Chlorure</b>	Chlorure de nickel ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )	280 à 300 g/L
	Acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )	28 à 30 g/L
	Température	60 à 65 °C
	Densité de courant cathodique	3 à 8 A/dm <sup>2</sup>
	pH	2 à 2,3
<b>Bain au Fluoborate</b>	Fluoborate de nickel $\text{Ni}(\text{BF}_4)_2$	200 à 480 g/L
	Acide fluoborique $\text{HBF}_4$	5 à 40 g/L
	Acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )	30 à 40 g/L
	Température	40 à 80 °C
	Densité de courant cathodique	Jusqu'à 30 A/dm <sup>2</sup>
	pH	2 à 3,5

**Tableau I.3 :** différents bains utilisés pour l'électrodéposition de nickel [52]

Généralement, le bain de Watt est plus utilisé dans l'industrie que les autres bains. Ce choix se justifie par l'efficacité reconnue du bain de Watt pour l'électrodéposition du nickel, qui permet d'obtenir des dépôts de bonnes propriétés mécaniques, avec une dureté allant de 100 à 250 HV, une excellente adhérence au substrat et des contraintes internes réduites.[52]. Selon Tury et al. [54], les dépôts de Ni-Co issus du bain de Watt présentent une granulométrie réduite et une dureté supérieure par rapport aux bains au Sulfamate de nickel.

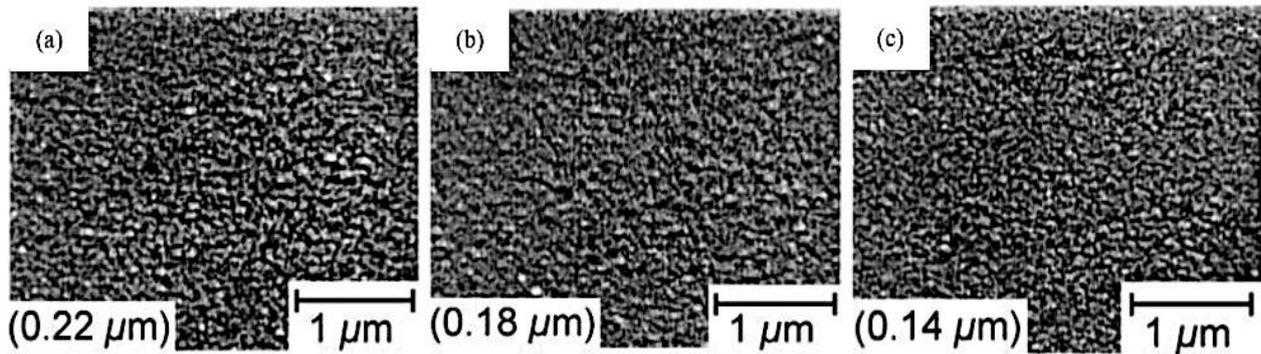
### II.3.3. Influence des conditions d'électrodéposition sur la microstructure des dépôts de nickel

Il est bien connu que la morphologie et la structure des revêtements électrolytiques de nickel sont considérablement affectées par le type et la composition de l'électrolyte, de même que par les conditions d'électrodéposition (mode de courant imposé, densité de courant, température, pH, agitation, etc.). Les revêtements de nickel microcristallins montrent typiquement une surface présentant une morphologie pyramidale [55-57]. La Figure I.7 illustre cette morphologie pour des revêtements de nickel microcristallins obtenus par électrodéposition dans un bain de Watts, en utilisant différents modes de courant appliqué : électrodéposition en courant continu, en courant pulsé et en courant pulsé inversé.



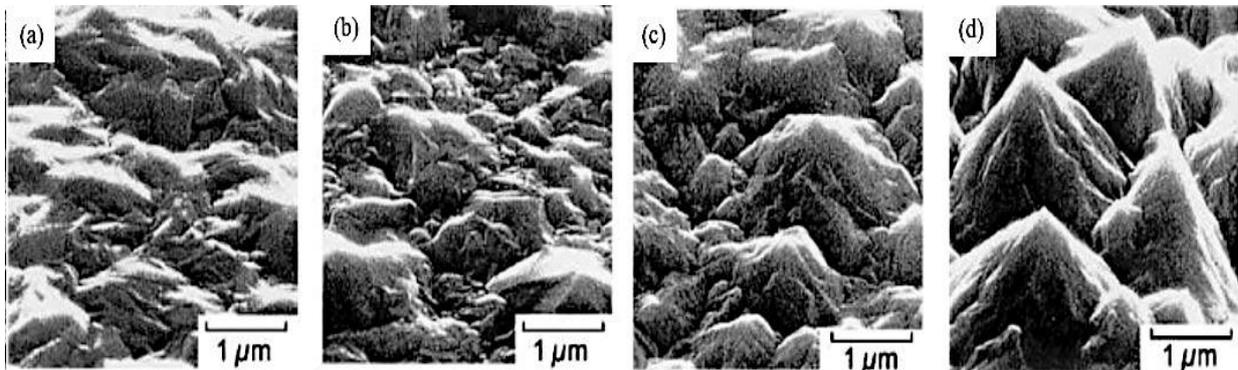
**Figure I.7 :** Morphologies des revêtements de Ni microcristallins électrodéposés à différents modes de courant appliqué : (a) courant continu, (b) courant pulsé et (c) courant pulsé inversé [58]

L'augmentation de la densité de courant (Figure I.8) donne un effet favorable aux dépôts qui conduit à l'augmentation de la vitesse de formation des germes sans modifier la vitesse de croissance de ceux-ci [59]. De nombreuses études [60-61] ont trouvé que l'augmentation de courant provoque une diminution de la taille des grains de nickel, ce qui favorise un dépôt de uniforme sur toute la surface de la pièce à revêtir. Cependant, il convient de mentionner que des densités de courant trop élevées peuvent entraîner une croissance irrégulière des cristaux, et conduire à la formation de dépôts pulvérulents. Ces dépôts peuvent présenter des problèmes d'adhérence, tels que l'écaillage ou la fissuration [59].



**Figure I.8 :** Évolution de la morphologie de la surface des revêtements de nickel électrolytiques en fonction de la densité de courant pour (a) 100 A/m<sup>2</sup>, (b) 500 A/m<sup>2</sup> et (c) 1000 A/m<sup>2</sup> [29]

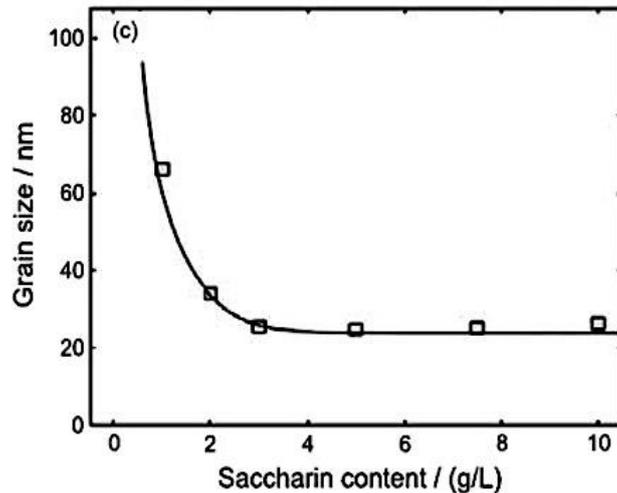
La température de la solution électrolytique est l'un des facteurs qui influence la microstructure et la morphologie des dépôts lors de l'électrodéposition. L'augmentation de la température du bain électrolytique favorise une augmentation de la vitesse de diffusion des ions métalliques. Cela entraîne la formation de grains plus gros et accroît les irrégularités de la surface, comme illustré sur la figure I.9.



**Figure I.9 :** Évolution de la morphologie de la surface en fonction de la température croissante de la solution pour les revêtements de nickel électrolytiques pour (a) 30°C, (b) 50°C, (c) 70°C et (d) 90°C [29]

L'utilisation des additifs est cruciale dans la formulation des revêtements de nickel par électrodéposition, afin d'améliorer leurs qualités, leurs microstructures ainsi que leurs propriétés mécaniques, physiques et électrochimiques. De nature organique ou inorganique, les agents sont ajoutés aux solutions avec des quantités relativement faibles. Ils conduisent à des changements dans les mécanismes d'électrodéposition en agissant sur la cinétique de déposition. A titre d'exemple, l'ajout des additifs organiques de type affineurs-brillanteurs conduit à la réduction de la taille de grain par l'augmentation du nombre de sites de germination créés

ou bien par le ralentissement de la cinétique de croissance lorsqu'ils s'adsorbent à la surface de la cathode. Ils ne permettent pas seulement l'affinement de la taille des grains, mais aussi de réduire les contraintes résiduelles tout en conférant une brillance au dépôt, comme c'est le cas avec l'utilisation de la saccharine (Figure I.10). Cependant, l'ajout de la saccharine augmente la teneur en soufre dans le dépôt ce qui le rend fragile à partir de 200°C [20,52].

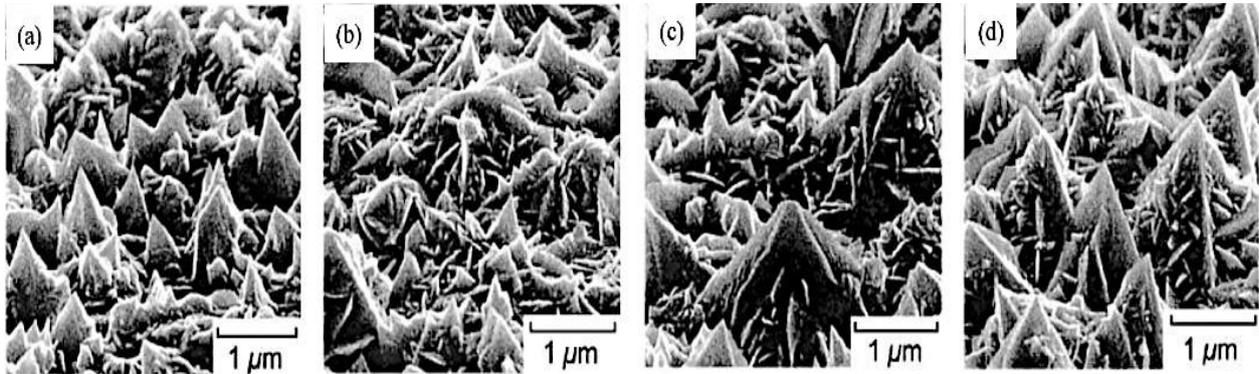


**Figure I.10 :** Variation de la granulométrie des dépôts de nickel en fonction de la teneur en saccharine [61]

Les bains de nickel électrolytiques contenant des sulfates sont particulièrement sensibles aux variations du pH pendant le processus d'électrolyse, en raison des réactions cathodiques qui ont lieu. Lorsque le pH de la solution est supérieur à sa valeur optimale, une précipitation d'hydroxyde de nickel se produit en raison du dégagement d'hydrogène. En revanche, si le pH diminue, la concentration en ions de nickel diminue également, entraînant une baisse de rendement cathodique. Pour prévenir ces phénomènes nuisibles à la qualité des dépôts, il est essentiel de contrôler régulièrement ce paramètre. L'augmentation du pH de 3 à 5 entraîne un raffinement de la taille de grain [52,62] et une augmentation du pH partir de 5,0 conduit à l'augmentation de la dureté, de la résistance à la traction, des contraintes internes, et la diminution du taux d'allongement [53].

Les conditions hydrodynamiques de la solution aqueuse jouent également un rôle important lors du processus d'électrodéposition du nickel, L'agitation de l'électrolyte a un impact significatif sur la concentration en ions métalliques au niveau de la cathode, car une agitation excessive peut provoquer des turbulences qui pourraient entraîner des problèmes tels que des dépôts irréguliers, rugueux et non uniformes, comme il est montré sur la Figure I.11. C'est pour cela qu'il est recommandé de maintenir une agitation appropriée pour homogénéiser la

concentration en ions dans la solution électrolytique et faciliter la diffusion des ions et par conséquent garantir un dépôt adhérent et de haute qualité.



**Figure I.11 :** Influence de l'agitation de la solution sur la morphologie de surface des films de nickel électrolytique déposés sur des substrats amorphes à partir d'un bain de chlorure, pour différentes vitesses d'agitation : (a) 0 rpm/min<sup>-1</sup>, (b) 100 rpm/ min<sup>-1</sup>, (c) 250 rpm/ min<sup>-1</sup> et (d) 500 rpm/ min<sup>-1</sup> [29]

Par conséquent, il est crucial de contrôler avec précision tous les paramètres d'élaboration lors du processus d'électrodéposition du nickel pour éviter ces problèmes et obtenir des dépôts de nickel de haute qualité.

### III. Alliage de surface Al-Ni

#### III.1. Importance et débouchés

Les alliages Al-Ni présentent un grand intérêt technologique en raison de leurs propriétés spécifiques remarquables, notamment :

- Leur faible densité,
- Leur point de fusion élevé,
- Leur excellente résistance à l'oxydation et à la corrosion à haute température, due à la formation d'une couche protectrice d'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>),
- Leur bonne dureté et leur résistance à l'usure [63-66].

La combinaison de ces propriétés rend les alliages AlNi prometteurs pour les hautes températures dans des applications industrielles, soient en volume ou en revêtement. Ils sont l'objet d'attention pour un certain nombre de secteurs industriels, notamment l'aérospatiale (turbo-réacteurs), l'automobile, la production d'énergie, la microélectronique (contacts métalliques à épitaxies sur semi-conducteurs). Ils pourraient éventuellement trouver des

applications dans le domaine du magnétisme des couches minces en raison de leur nature ferromagnétique [67-71].

Sous forme de revêtements, les alliages Al-Ni sont souvent mis en œuvre par :

- dépôt physique ou chimique en phase vapeur (CVD, PVD) [72-74],
- projection thermique [75-76],
- synthèse par combustion [77],
- électrodéposition soit par la co-déposition du nickel avec les particules d'aluminium à partir de la solution électrolytique [66,78].

Par électrodéposition, des dépôts de nickel sur des substrats d'aluminium suivis de traitements thermiques constituent une alternative permettant de produire un alliage de surface Al-Ni par diffusion du nickel dans l'aluminium en formant de phases intermétalliques en couches. Ces phases intermétalliques renforcent l'adhérence entre le dépôt et le substrat, et améliore leurs propriétés finales [79-81].

### III.2. Diagramme d'équilibre binaire Al-Ni

Le diagramme de phase Al-Ni (Figure I.12) montre que le système est relativement simple contenant quatre phases intermétalliques ( $\text{Al}_3\text{Ni}$ ,  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ ,  $\text{AlNi}$ ,  $\text{Al}_3\text{Ni}_5$  et  $\text{AlNi}_3$ ). Les données cristallographiques et thermodynamiques de ces phases sont présentées dans le tableau I.4.

Sur ce diagramme de phase binaire du système Al-Ni, deux transformations péritectiques successives apparaissent :

- La première transformation ( $\text{liquide} + \text{AlNi} \rightarrow \text{Al}_3\text{Ni}_2$ ) à la température de  $1133^\circ\text{C}$  ;
- La deuxième transformation ( $\text{liquide} + \text{Al}_3\text{Ni}_2 \rightarrow \text{Al}_3\text{Ni}$ ) à la température de  $854^\circ\text{C}$  et se termine par une transformation eutectique ( $\text{liquide} \rightarrow \text{Al}_3\text{Ni} + \text{Al}$ ) à la température de  $639,9^\circ\text{C}$ .

La gamme de composition de la phase  $\text{Al}_3\text{Ni}$  est étroite, en revanche les trois phases  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ ,  $\text{AlNi}$  et  $\text{AlNi}_3$  présentent des gammes de composition étendues, par exemple  $\text{AlNi}$  est un congruent ayant une gamme de composition de 45-60 at.% Al. Le diagramme montre également une cinquième phase intermétallique,  $\text{Al}_3\text{Ni}_5$  [82], bien qu'elle ne soit pas encore bien établie. Au cours de cette étude, comme le substrat est en aluminium, nous nous concentrerons sur la partie riche en aluminium en particulier aux alliages basés sur les composés stœchiométriques  $\text{AlNi}$ ,  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ .

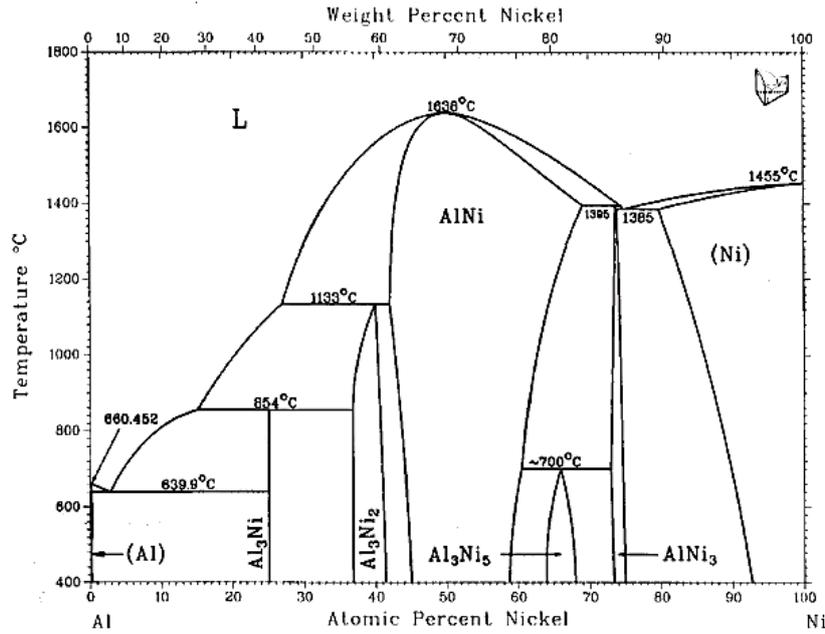


Figure I.12 : Diagramme binaire du système Al-Ni [83]

	Al <sub>3</sub> Ni	Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub>	AlNi	AlNi <sub>3</sub>
<b>Structure cristallographique</b>	Orthorhombique	Hexagonale	Cubique centrée	Cubique face centrée
<b>Paramètre de maille (Å)</b>	a = 6,611 b = 7,366 c = 4,812	a = 4,036 c = 4,896	a = 2,887	a = 3,561
<b>Température de fusion (K)</b>	1127	1406	1909	1728

Tableau I.4 : Données cristallographiques et thermodynamiques des alliages Al-Ni [68]

### III.3. Mécanisme de formation de l'alliage de surface de type Al-Ni

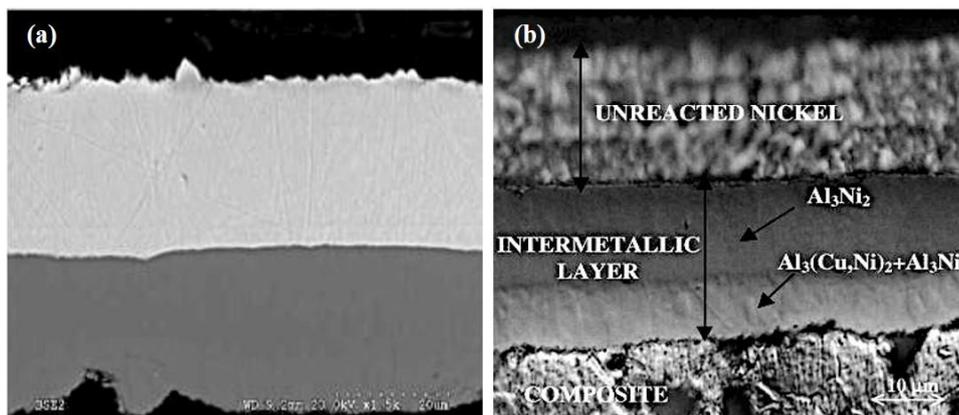
Plusieurs études ont été menées pour étudier et examiner la cinétique de croissance et les séquences de formation des phases intermétalliques dans le système binaire Al-Ni, notamment Al<sub>3</sub>Ni, Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>, AlNi, Al<sub>3</sub>Ni<sub>5</sub>, AlNi<sub>3</sub>, en utilisant des couples de diffusion [67,80,84,85].

D'après plusieurs études, dans le système de diffusion Al-Ni, il a été constaté que la phase Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> est thermodynamiquement beaucoup plus stable que la phase Al<sub>3</sub>Ni. Cependant, il est intéressant de noter que la première phase intermétallique à se cristalliser et à être observée expérimentalement est la phase Al<sub>3</sub>Ni, tandis que les autres phases émergent au détriment de celle-ci [36]. Néanmoins, Colgan et al. [86] ont rapporté que selon le calcul de l'énergie libre

de Gibbs ( $\Delta G$ ), la phase AlNi serait la plus privilégiée et serait la première à se former dans le système de diffusion Al-Ni.

Selon Molina et al. [36] dans le système de diffusion Al-Ni, des évènements séquentiels se déroulent de la manière suivante :

- La dissolution du nickel dans l'aluminium ;
- Lorsque la saturation en nickel (éventuellement locale) est atteinte,  $\text{Al}_3\text{Ni}$  précipite à l'interface Al-Ni ;
- L'intermétallique  $\text{Al}_3\text{Ni}$  interagit avec le nickel pour former une couche d' $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  ;
- La diffusion du nickel vers la couche d' $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  provoque le développement continu d' $\text{Al}_3\text{Ni}$  ;
- L'épaisseur de la couche d' $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  augmente tandis que la couche d' $\text{Al}_3\text{Ni}$  maintient une épaisseur d'équilibre. Le fait que la phase  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  se forme à partir de la diffusion du nickel dans l'aluminium peut expliquer le développement principalement orienté de la couche d' $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  vers la matrice du composite en Al (Figure I.13).



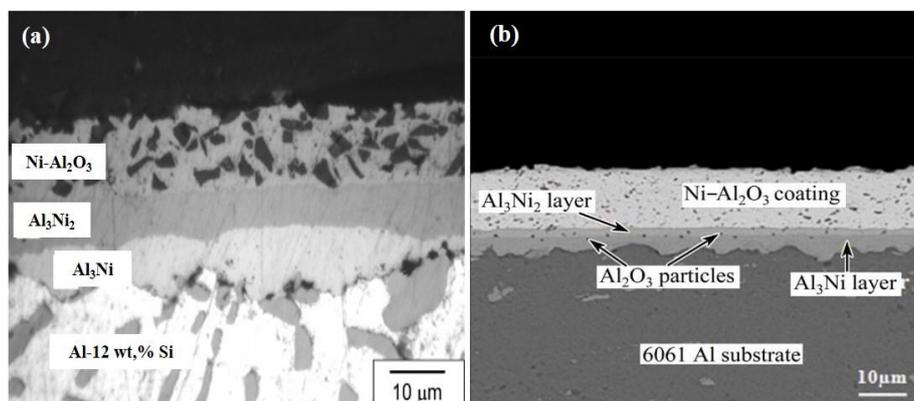
**Figure I.13 :** Micrographies du revêtement de nickel sur aluminium suivi d'un recuit de 10h à 520°C : image MEB ; (b) observation par microscopie optique après attaque chimique [36]

Par ailleurs, la formation des phases intermétalliques dans le système binaire Al-Ni peut être influencée par divers facteurs, notamment le type de couple de diffusion (Al-Ni, AlNi-Ni,  $\text{Al}_3\text{Ni}$ -Ni), l'épaisseur de la zone réactionnelle, la température et la durée du recuit. Par exemple, dans le cas d'une diffusion en volume, suite à un recuit de 340h à 600°C dans un couple de diffusion Al-Ni avec une épaisseur de dépôt de nickel de 100μm, quatre types de phases intermétalliques ont été identifiées ( $\text{Al}_3\text{Ni}$ ,  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , AlNi et  $\text{AlNi}_3$ ) [80,82]. En revanche, lors

d'une diffusion dans une fine couche d'un dépôt de nickel de 100nm, un seul type de phase intermétallique, à savoir  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , a été observé après un recuit à  $300^\circ\text{C}$  [86].

Ces phases intermétalliques, qu'elles se forment en volume ou en couche mince, entraînent une évolution du couple de diffusion latérale Al-Ni. L'épaisseur de la couche intermétallique peut augmenter jusqu'à atteindre  $10\mu\text{m}$ , avec la possibilité additionnelle de la formation d'autres phases intermétalliques grâce à l'apport illimité d'atomes provenant à la fois de la phase intermétallique déjà formée et du couple de diffusion latérale Al-Ni [87]. Liu et al. [88] ont observé qu'après un recuit à des températures comprises entre  $350$  et  $425^\circ\text{C}$ , deux phases intermétalliques,  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , ont augmenté simultanément dans le cas du couple de diffusion latérale Al-Ni.

Pour examiner les mécanismes de formation des composés intermétalliques dans le système binaire Al-Ni lors du traitement thermique, il est nécessaire de déterminer préalablement l'élément prédominant de diffusion lors de la formation de ces phases. Des informations contradictoires ont été rapportées quant à l'élément diffusant prédominant dans le couple de diffusion Al-Ni. D'après Colgan et al. [86], l'aluminium a été identifié comme l'élément principal de diffusion lors de la formation des composés  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  dans le couple Al-Ni. Cependant, Vojtech et al. [89] ainsi qu'Adabi et al. [80] ont introduit des particules d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  dans les bains électrolytiques (Figure I.14) afin de clarifier l'élément de diffusion prédominant dans le couple Al-Ni après le traitement thermique. Vojtech et al. [89] ont conclu dans le couple Al/Ni-P/ que le nickel était l'élément dominant de diffusion lors de la formation des composés  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  (Figure I.24 (a)). En revanche, les travaux d'Adabi et al. [80] ont révélé que l'aluminium jouait le rôle principal d'élément diffusant lors de la formation d' $\text{Al}_3\text{Ni}$ , tandis que la diffusion du nickel était dominante lors de la formation de la phase  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  (Figure I.24 (b))



**Figure I.14 :** Micrographies MEB de revêtements composites Ni- $\text{Al}_2\text{O}_3$  électrodéposés sur des substrats d'aluminium après un traitement thermique :

(a) à  $500^\circ\text{C}/24\text{h}$  [89] ; (b) à  $450^\circ\text{C}/4\text{h}$  [80]

Les résultats de certaines recherches [36, 80] indiquent que les longues durées de traitement thermique réduisent l'adhérence du revêtement au substrat, ce qui entraîne le détachement du revêtement du substrat. Des constatations analogues [89] concernant des revêtements Ni-P sur des substrats en aluminium ont été rapportées, après des traitements thermiques variant de 200 à 550°C pendant 1 à 24 heures, en fonction de la température de diffusion.

#### **IV. Synthèse**

En conclusion, il apparaît que les alliages d'aluminium, en particulier ceux de la série 5xxx, bien qu'appréciés pour leur légèreté et leurs bonnes propriétés physico-chimiques, présentent des limitations majeures en termes de dureté et de résistance à l'usure aux contacts. Cette insuffisance pourra être contournée par l'élaboration d'un alliage de surface Al-Ni par électrodéposition de nickel, suivie de traitements thermiques. La formation de composés intermétalliques à la surface améliore les caractéristiques tribologiques sans pour autant nuire aux propriétés intrinsèques de l'alliage d'aluminium. Cette méthode, électrodéposition traitement, constitue une solution efficace et accessible, permettant de renforcer les performances des alliages d'aluminium sans avoir appel aux moyens onéreux ou complexes.

**Chapitre II :**  
**Comportement mécanique et**  
**tribologique**

## *Chapitre II : Comportement mécanique et tribologique*

L'alliage Al-Mg est un alliage qui a fait son empreinte pour les applications d'ingénierie dans un large éventail de secteurs tels que l'électroménager, l'aéronautique, l'automobile et le médical. Sa résistance spécifique (ratio limite élastique/masse volumique) le rend particulièrement adapté à des secteurs tels que les transports, permettant de réduire le poids, la consommation de carburant et les émissions dans l'atmosphère.

### **I. Comportement mécanique en volume**

Cet alliage forme, en fonction de sa teneur en magnésium, une gamme d'alliages présentant un poids industriel important en raison de sa réponse positive à une panoplie d'exigences parfois complexes. On cite [90] :

- Résistance mécanique variable avec la teneur en magnésium,
- Bon comportement aux basses températures,
- Bonne résistance à la corrosion à l'état soudé ou non en particulier en atmosphère marine,
- Aptitude à l'usinage,
- Bonne aptitude à l'anodisation de protection et de décoration.

Ces performances sont dues aux effets du magnésium qui [91] :

- En faible teneur (<5%), il peut former de faibles quantités de la phase eutectique  $Al_8Mg_5$ , responsable de l'augmentation de la limite élastique.
- En teneur importante, la phase  $Al_8Mg_5$  devient importante et se forme le long des joints de grains, stabilise la microstructure et améliore la sensibilité inter cristalline à la corrosion.

En présence d'autres impuretés de faibles solubilités (Fe, Zn, Si, Cu), le magnésium peut se combiner avec ces éléments pour former des phases plus complexes telles que  $Mg_2Si$ .

### **II. Comportement mécanique des dépôts de nickel électrolytiques**

#### **II.1 Propriétés mécaniques**

Les propriétés mécaniques des revêtements de nickel électrolytiques, notamment leur dureté reflétant leur capacité à résister à la déformation plastique, dépend largement de la taille des grains qui est elle-même fortement influencée par les conditions d'électrodéposition. Les résultats des études portant sur la taille des grains ont été présentés dans le chapitre précédent, qui exposent comment la taille des grains dans les dépôts de nickel varie en fonction des paramètres d'électrodéposition. La figure II.1 montre que la dureté du dépôt augmente avec la diminution de la taille des grains jusqu'à une valeur critique à partir de laquelle la dureté

## Chapitre II : Comportement mécanique et tribologique

commence à diminuer. Elle donne une taille critique de l'ordre de 10nm [92]. Ce résultat est en bonne cohérence avec la relation de Hall – Petch. En effet, l'effet Hall – Petch exprime une relation entre la limite élastique  $\sigma$  et la taille des grains  $d$  d'un matériau polycristallin, exprimée par l'expression suivante [93-94]:

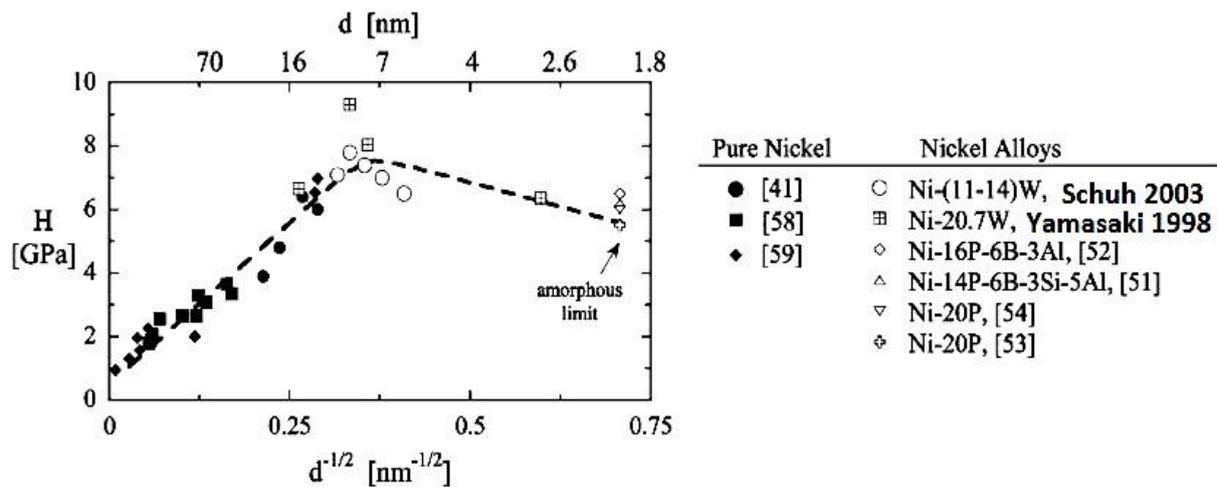
$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (\text{II.1})$$

Où  $\sigma_0$  est la contrainte de frottement qui résiste au mouvement de la dislocation glissante et  $K$  désigne la constante spécifique du matériau exprimée en  $(\text{MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2})$ .

Analogiquement avec la limite élastique, la relation de Hall-Petch peut exprimer le durcissement des films électrodéposés comme suit :

$$H = H_0 + kd^{-1/2} \quad (\text{II.2})$$

$H$  désigne la dureté,  $H_0$  et  $k$  : sont des constantes déterminées expérimentalement.



**Figure II.1** : Evolution de la dureté des dépôts de nickel électrolytiques et ses alliages en fonction de la taille de grains [92]

De nombreuses études [95-97] se sont concentrées sur l'effet de la variation de la taille des grains sur la microdureté des revêtements de nickel. Ces recherches visent à mieux comprendre et optimiser les propriétés mécaniques des revêtements électrolytiques, en vue d'applications industrielles diverses où une dureté élevée est nécessaire.

La diminution de la dureté quand la taille des grains décroît en dessous de 10nm est expliqué par l'effet Hall-Petch inverse (Figure II.1). Dans ce cas, il est considéré que les mécanismes de déformation plastique au niveau des joints de grains jouent un rôle prédominant. Bien que cet effet inverse ait été étudié en détail, les explications suggérées restent sujettes à débat. Parmi

les mécanismes avancés plusieurs suggèrent que cet effet pourrait être lié à plusieurs facteurs, notamment le glissement des joints de grains, leur rotation et la présence de lacunes [98].

### **III. Tribologie de l'aluminium et ses alliages**

Avant de mettre le point sur la tribologie de l'aluminium et ses alliages, faisons un tour d'horizon sur la tribologie.

La tribologie constitue une discipline qui étudie les interactions et les phénomènes se produisant entre les surfaces en contact lorsque celles-ci sont en mouvement relatif. Cette discipline englobe trois aspects fondamentaux :

- Le frottement, qui représente la résistance à un mouvement imposé ;
- L'usure, qui englobe la détérioration des surfaces et la perte de matière ;
- La lubrification, qui implique l'introduction d'un fluide entre les deux corps en contact dans le but de réduire les phénomènes de frottement.

Par conséquent, la tribologie se profile comme une discipline multidisciplinaire faisant appel à diverses sciences fondamentales telles que la mécanique des solides, la mécanique des fluides, la physico-chimie et la science des matériaux en général [99].

#### **III.1. Notions fondamentales**

##### **III.1.1. Système tribologique**

Un système tribologique, également connu sous le nom de tribosystème, est conceptualisé comme une entité englobant des éléments en interaction, que ce soit à l'état statique ou dynamique. De manière générale, un système tribologique se compose de quatre éléments primordiaux, tels qu'illustrés dans la figure II.2 :

- Les deux premiers corps : à savoir le corps principal et le corps opposé en contact, subissent l'influence de torseurs cinématiques (les vitesses) et statiques (les forces),
- Le troisième élément intermédiaire (connu sous le nom de "troisième corps") : Son origine en tant que milieu interfacial peut être externe, à travers l'utilisation de lubrifiants solides ou liquides, ou interne par une formation in situ (par exemple, le détachement de particules des premiers corps). Ce troisième élément peut partiellement ou complètement séparer les deux premiers corps en contact,
- L'environnement : Un espace où les interactions entre le milieu environnant et le contact peuvent se produire en fonction de sa composition, de sa température et d'éventuelles sources de pollution.

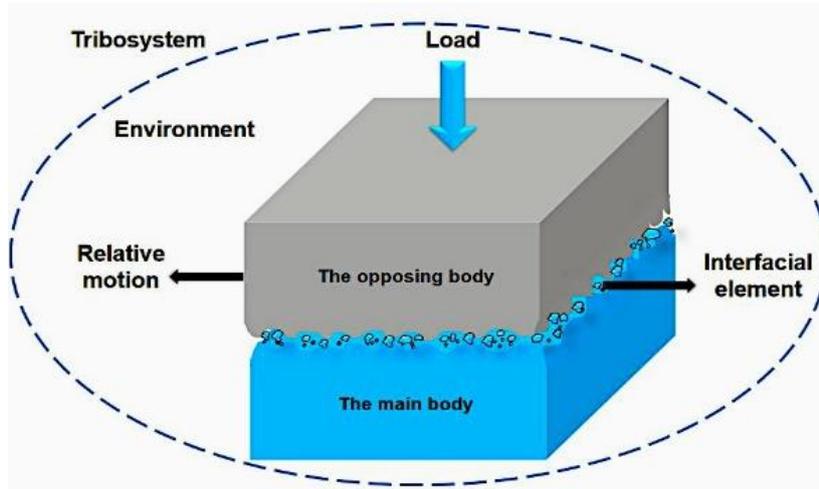


Figure II.2 : Représentation schématique d'un système tribologique [23]

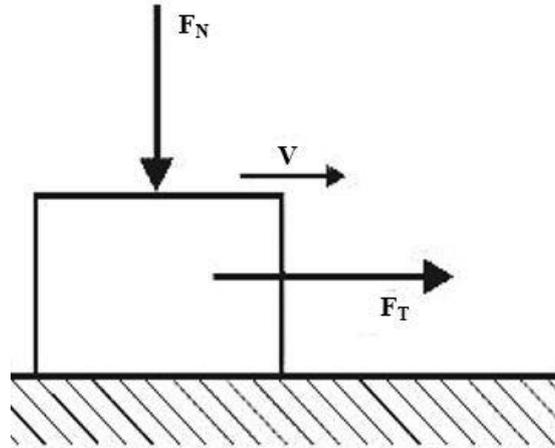
### III.1.2. Frottement

Le frottement se caractérise par la résistance au déplacement. Il génère un effort qui s'oppose au mouvement d'un solide lorsqu'il est déplacé de manière tangentielle sur la surface d'un autre corps avec lequel il entre en contact, que ce soit par glissement ou par roulement [18,100]. Notre attention se concentre spécifiquement sur le frottement de glissement. Ainsi, pour déplacer un objet en le faisant glisser sur la surface d'un corps, il faut appliquer une force tangentielle sur la zone de contact. Cette force doit avoir une intensité suffisante pour surmonter la résistance exercée par le frottement. Typiquement, la force tangentielle nécessaire pour démarrer le mouvement est supérieure à celle requise pour maintenir le mouvement continu.

On distingue deux catégories principales de frottements :

- **Frottement statique** : Ce type de frottement se manifeste lorsque les surfaces en contact restent immobiles sans glisser l'une contre l'autre. Prenez l'exemple d'un objet posé sur une surface plane inclinée, celui-ci ne se met en mouvement que lorsque l'inclinaison de la surface atteint un angle critique,  $\theta$ . À cet instant, le coefficient de frottement statique, noté  $\mu_s$ , peut être exprimé comme la tangente de cet angle :  $\mu_s = \tan \theta$ .
- **Frottement dynamique (Figure II.3)** : Ce phénomène se produit lorsque les surfaces en contact sont déjà en mouvement relatif, c'est-à-dire qu'elles glissent l'une sur l'autre. Le coefficient de frottement dynamique, noté  $\mu$ , est calculé en divisant la force tangentielle  $F_T$  par la force normale  $F_N$ , comme indiqué dans l'équation (Éq. II.3) :

$$\mu = F_T / F_N \quad \text{(II.3)}$$



**Figure II.3** : Représentation schématique d'un contact en glissement

Selon la loi d'Amontons-Coulomb, qui régit cette relation, le coefficient de frottement  $\mu$  ne dépend pas de la surface apparente partagée par les deux solides en contact.

Il convient de souligner que le coefficient de frottement ne découle pas exclusivement des propriétés des matériaux en contact, mais plutôt d'une réponse de l'ensemble du système tribologique [101]. En d'autres termes, il n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux antagonistes.

### **III.1.3. Usure**

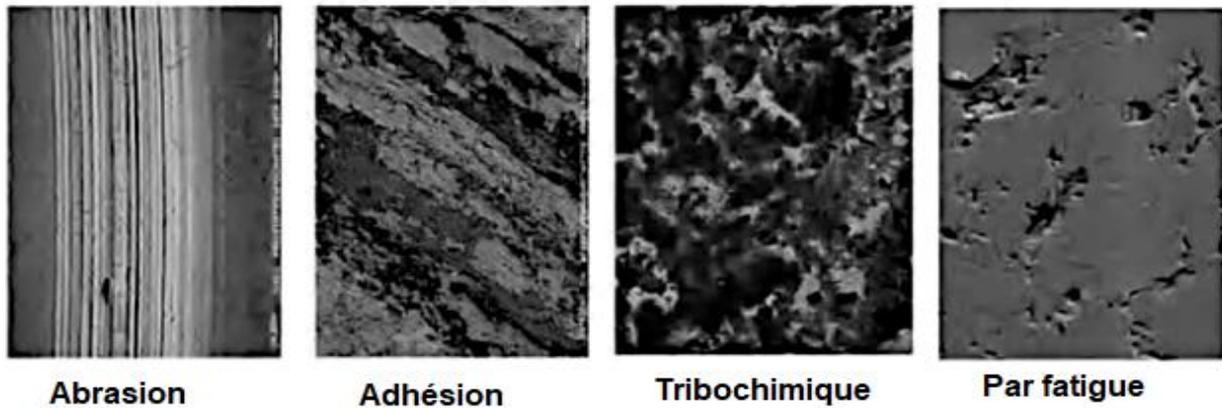
L'usure désigne la dégradation des composants résultant de leur utilisation, traduite par la perte progressive de matière de la surface de travail d'un corps résultant d'un mouvement relatif à la surface, lorsque deux surfaces solides entrent en contact. En effet, l'usure regroupe un ensemble complexe de phénomènes qui s'avèrent délicats à quantifier. Souvent, l'évaluation de l'usure se fait à travers le taux d'usure (Eq. II.4), qui se caractérise par la perte de masse, de volume ou de profondeur du matériau perdu, mesurée par unité de temps ou de distance parcourue, conformément à la loi d'Archard [102] :

$$U = K \frac{F_N D}{H} \quad (\text{II.4})$$

$U$  correspond au volume de la matière enlevée,  $D$  est la distance de glissement,  $F_N$  représente la force normale,  $K$  correspond au coefficient d'usure sans dimension et  $H$  est la dureté de la surface usée.

### III.1.4. Mécanismes d'usure

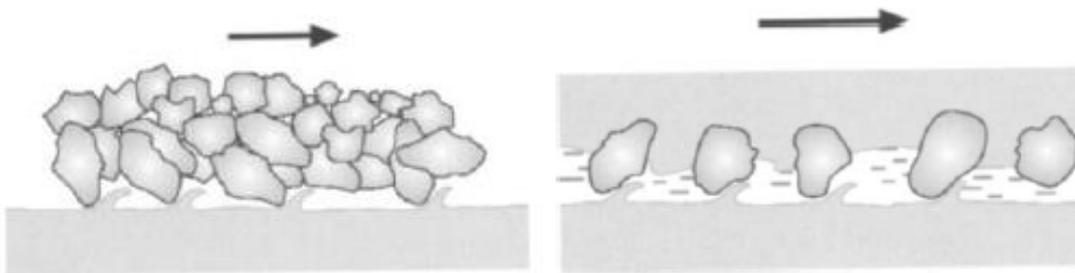
Les principaux mécanismes provoquant la dégradation des surfaces ainsi que la perte de fonctionnalité des surfaces par usure sont : l'usure abrasive, l'usure adhésive, l'usure par fatigue et l'usure corrosive ou tribochimique (Figure II.4).



**Figure II.4** : Différents mécanismes d'usure

#### III.1.4.1. Usure abrasive

De manière générale, l'usure abrasive est perçue comme un processus entraînant la détérioration des composants mécaniques. Elle survient lorsque le retrait de matériau est causé par des particules ou des irrégularités dures qui sont introduites dans un contact glissant (abrasion à deux corps (Figure II.5-a) ou lorsque l'une des surfaces en contact est plus dure que l'autre. Par conséquent, les irrégularités générées par la surface la plus dure induisent une déformation plastique du matériau plus tendre, pouvant ou non entraîner un enlèvement de matière (usure abrasive à trois corps (Figure II.5-b). Visuellement, elle se traduit par des phénomènes de labourage et la formation de rayures de profondeurs variables en surface, parallèles à la direction du glissement [101,103]. Le mécanisme des deux types d'usure abrasive est illustré à la figure (Figure II.5).

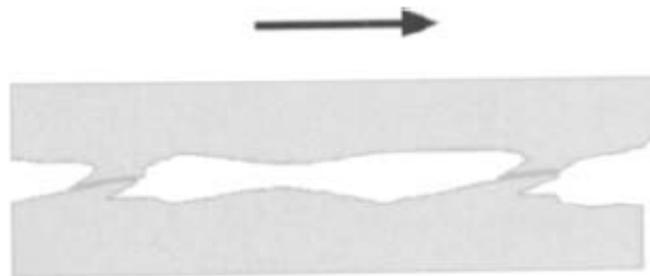


**Figure II.5** : Schéma montrant le mécanisme d'usure abrasive (a) abrasion à deux corps (b) abrasion à trois corps [104]

### **III.1.4.2. Usure adhésive**

L'usure adhésive se produit lorsque des liaisons d'adhérence se forment aux points de contact présents sur les irrégularités de la surface. La matière d'une pièce est transférée instantanément et fusionnée solidement avec l'autre. L'usure adhésive est le premier type d'usure à se manifester, même en l'absence d'abrasifs ou de produits d'usure. Elle peut être divisée en deux catégories distinctes :

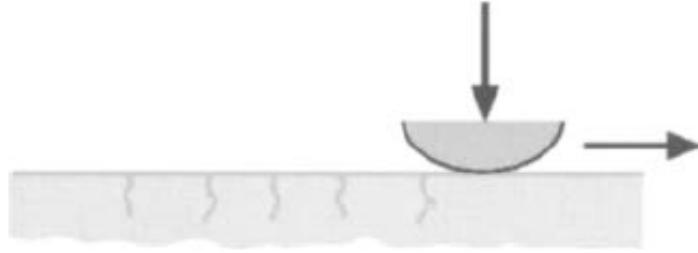
- **Usure douce** (l'interface est moins dure que les pièces) : elle génère des petits débris, plats et fins, principalement composés d'oxydes.
- **Usure sévère** (l'interface est plus dure que l'une des deux pièces) : se distingue par la formation de débris plus volumineux, angulaires et abondants, constitués d'un mélange d'oxydes et de matériau de base qui engendre une rugosité. Dans les cas d'usure sévère, un risque de grippage du mécanisme est à envisager [23,105].



**Figure II.6 :** Usure adhésive

### **III.1.4.3. Usure par fatigue**

L'usure par fatigue, le plus souvent d'origine mécanique ou thermique, est caractérisée par la formation et la propagation de fissures résultant de contraintes alternées répétées. Les conséquences de ce phénomène se traduisent par des piqûres, des fissures, des éclats et des altérations structurelles (Figure II.7). Les contraintes exercées sur les solides en contact sont localisées soit à la surface, soit en dessous de celle-ci. Dans le premier cas, la fissure prend naissance en surface. Au fur et à mesure de sa propagation, elle s'enfonce initialement à l'intérieur du solide avant de réapparaître à la surface sous forme d'un fragment d'usure. Dans le second cas, la fissure se forme en premier lieu en dessous de la surface. Au fur et à mesure qu'elle se déplace vers la surface, elle donne naissance à un fragment d'usure. Ce type d'usure est prédominant dans les engrenages et les roulements, où il représente le mode courant de dégradation [105-106].



**Figure II.7 :** Usure par fatigue

#### **III.1.4.4. Usure tribochimique**

L'usure tribochimique, également appelée tribocorrosion, résulte de réactions chimiques survenant lorsque le contact entre les surfaces solides se produit dans un environnement corrosif ou oxydatif. Cela peut se produire en présence d'oxygène, d'autres gaz présents dans l'environnement ou d'additifs présents dans les lubrifiants. Par exemple, lors d'un glissement à haute température, une couche d'oxyde peut se former suite à la réaction de l'oxygène avec une surface métallique (Figure II.8) [99,106].



**Figure II.8 :** Usure tribochimique [106]

#### **III.2. Tribologie des alliages d'aluminium**

Sur le plan économique, l'altération de surface joue un rôle prédominant dans la détérioration des matériaux métalliques notamment l'aluminium et ses alliages en raison de leur faible résistance à l'usure et leurs propriétés mécaniques médiocres. Ceci limite grandement leur utilisation dans des applications nécessitant des performances élevées en termes d'usure [107-109]. Au fil des dernières décennies, les traitements de surface et les techniques de revêtement ont été considérés comme les solutions les plus efficaces pour lutter contre la détérioration de la surface des matériaux, tout en améliorant leurs propriétés de surface. Ces revêtements confèrent aux surfaces une résistance satisfaisante aux diverses contraintes et aux facteurs physico-chimiques externes auxquels les matériaux sont soumis.

### III.2.1. Comportement tribologique de l'aluminium

Comme tous les métaux, le comportement tribologique de l'aluminium et ses alliages est déterminé par plusieurs paramètres : dureté, ténacité, stabilité mécanique. Ces paramètres dépendent étroitement de la microstructure de l'alliage qui, dans un système tribologique donné, fixe le mécanisme d'usure. Selon le corps antagoniste et les conditions opératoires, les alliages d'aluminium peuvent subir tous les mécanismes d'usure. Hutchings [110] reporte la résistance à l'usure de l'aluminium comme étant parmi les plus faibles des métaux après le plomb et le cadmium (Figure II.9). Cette faiblesse est attribuée à la tendance des alliages d'aluminium à subir un écoulement plastique sous contrainte, ce qui les rend particulièrement vulnérables à l'usure dans les contacts tribologiques.

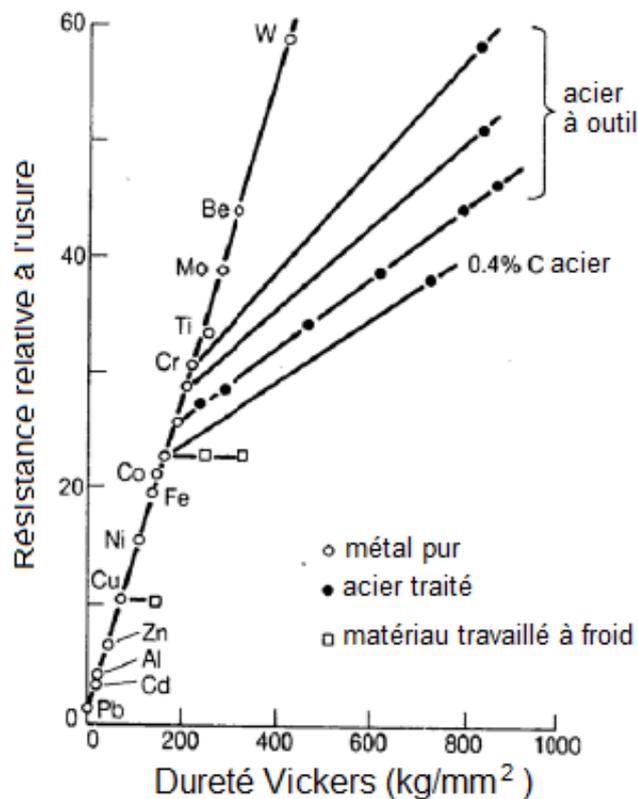


Figure II.9 : Résistance relative d'usure des métaux [110]

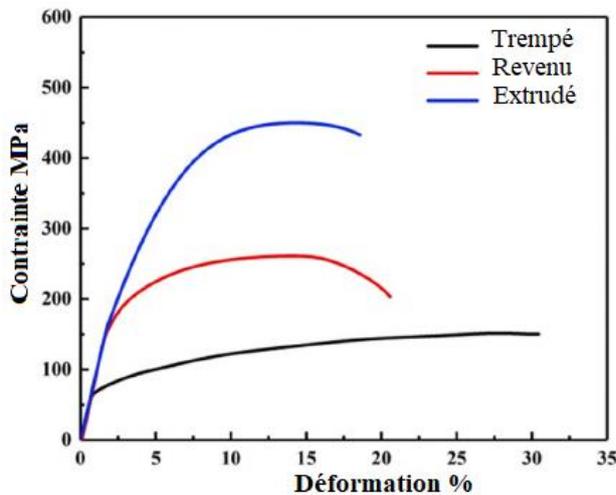
Des études tribologiques ont été effectuées sur des alliages d'aluminium afin de mettre en évidence les effets des éléments ou la microstructure sur le coefficient de frottement ou la tenue à l'usure. Dans ce sens, Parida et al [111] ont montré que l'usure est affectée par la solution solide issue de la trempe depuis 550°C suivie du revenu à 165°C et par l'ajout du magnésium qui réduit la résistance à l'usure dans l'alliage Al-7Si. Quant au mécanisme d'usure, il évoque

## Chapitre II : Comportement mécanique et tribologique

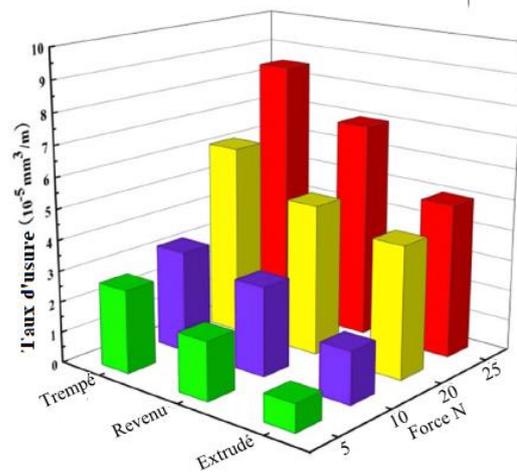
la présence de l'usure abrasive et adhésive avec une prédominance abrasive. Ces résultats sont en bonne cohérence avec ceux de Şimşek et al [112].

Afin d'améliorer le comportement tribologique d'un alliage Al-7Si-0,3Mg, un renforcement par des particules de SiC a été effectué à l'état liquide [113]. Le taux d'usure dans diverses conditions d'essai était corrélé à l'apparition prononcée de plusieurs mécanismes d'usure tels que l'abrasion, la fissuration de la matrice, la génération de débris d'usure, la fracture et/ou le détachement des grains, l'oxydation et la formation de tribocouches [113].

Dans le but de recherche d'une corrélation microstructure mécanique et tribologie, Liu et al [114] ont effectué des travaux sur un alliage Al-Mg-Si sous différentes microstructures : trempé, trempé revenu et trempé extrudé afin d'agir sur la taille des grains. Le comportement mécanique relatif à ces structures et leurs tenues à l'usure sont donnés par la figure II.10. Ils montrent que le taux d'usure, la profondeur d'usure et la largeur de la piste d'usure du matériau extrudé ont diminué par rapport à ceux des échantillons trempés ou dans la plage de charge de 5 à 25 N. L'usure adhésive qui se produit dans les éprouvettes non déformées à 10 N n'apparaît pas dans l'échantillon extrudé à la même charge, ce qui indique que l'échantillon extrudé retarde l'apparition de mécanismes d'usure dangereuse sous certaines charges.



a – Courbe contrainte – déformation



b – Taux d'usure pour différentes forces

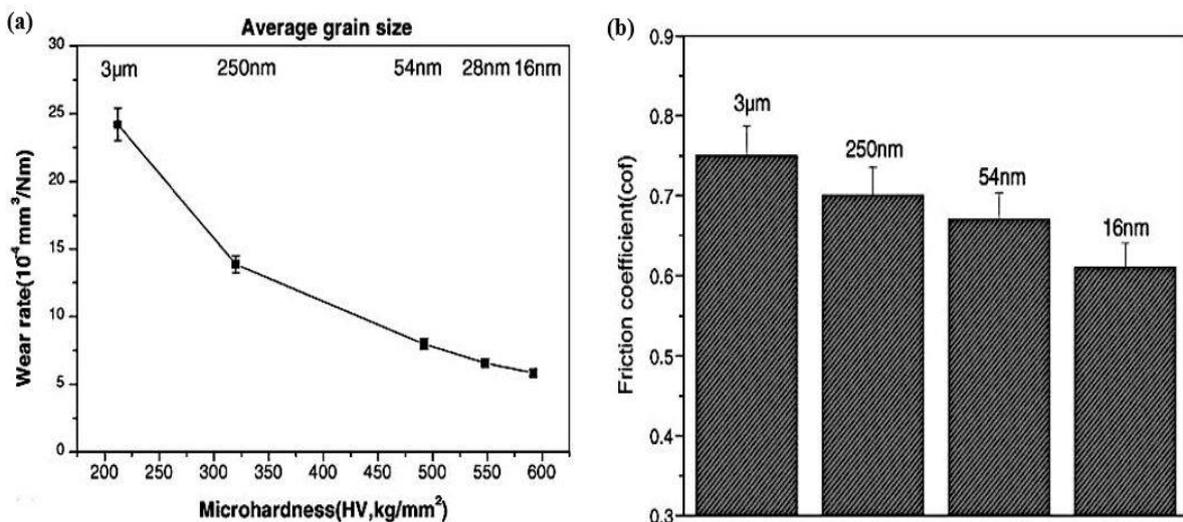
**Figure II.10** : comportement mécanique et tribologiques pour différents états [114]

### III.2.2. Comportement tribologique du dépôt Ni

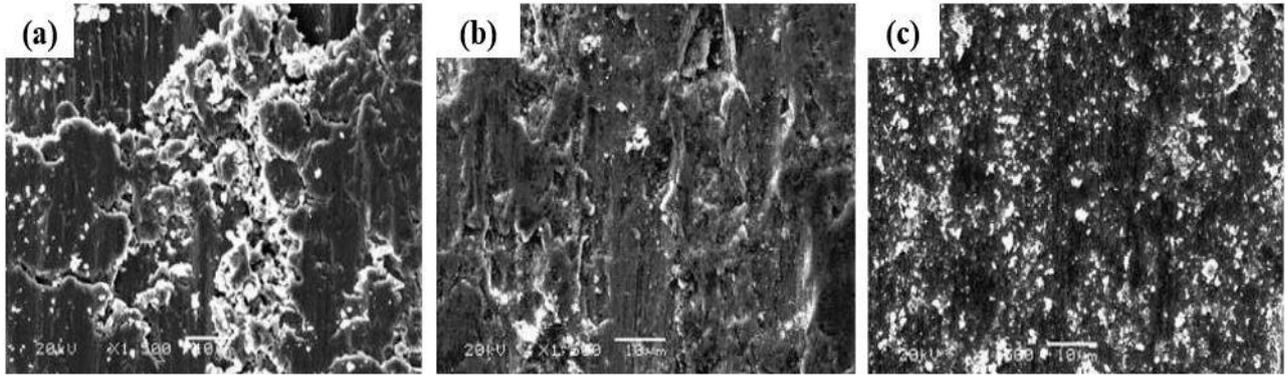
D'un point de vue tribologique, la dureté des revêtements de nickel électrolytiques, qui est étroitement liée à leur taille de grain, joue un rôle déterminant dans leurs propriétés d'usure et

## Chapitre II : Comportement mécanique et tribologique

de frottement. Des études menées par Jeong et al. [96] ainsi que par Wang et al. [97] ont clairement montré que le taux d'usure des revêtements de Ni diminue à mesure que leur dureté augmente, comme illustré dans la figure II.11-a, ce qui est en accord avec la loi d'Archard [115]. Cette corrélation entre la dureté et le taux d'usure est cruciale pour améliorer la durabilité des revêtements et leur résistance à l'usure dans des applications tribologiquement exigeantes. De plus, le coefficient de frottement est fortement influencé par la réduction de la taille des grains des revêtements de nickel électrolytiques. Wang et al. [97] ont confirmé que lorsque la taille des grains diminue considérablement de 3  $\mu\text{m}$  à 16 nm, comme illustré dans la figure II.11-b, le coefficient de frottement diminue également de manière significative, passant d'environ 0,75 à environ 0,62. Des résultats similaires ont été rapportés par Mishra et al [95], où une réduction de la taille des grains des dépôts de nickel de 61  $\mu\text{m}$  à 8 nm a entraîné une diminution spectaculaire du coefficient de frottement, passant d'environ 0,75 à environ 0,15. Ces constatations sont essentielles pour la conception de revêtements à faible friction dans diverses applications industrielles. De plus, les micrographies de surfaces usées des dépôts de nickel obtenues par microscope électronique à balayage, telles que montrées dans la figure II.12 a-c [97], ont fourni des informations cruciales sur le mécanisme d'usure. Une transition progressive du mécanisme d'usure a été observée, passant d'une usure adhésive sévère accompagnée de déformation plastique et de délamination à une usure abrasive-oxydative mixte. Cette évolution est attribuée à l'augmentation de la dureté résultant de la diminution de la taille des grains en accord avec l'effet de Hall and Petch, passant de l'échelle micrométrique à nanométrique.



**Figure II.11 :** Variation du taux d'usure en fonction de la dureté (a) et coefficient de frottement en fonction de la taille des grains des dépôts de nickel électrolytiques (b) [97]



**Figure II.12 :** Morphologie de la surface usée des revêtements de nickel électrolytiques pour différentes tailles de grains (a) 3  $\mu\text{m}$ , (b) 250 nm et (c) 16 nm [97]

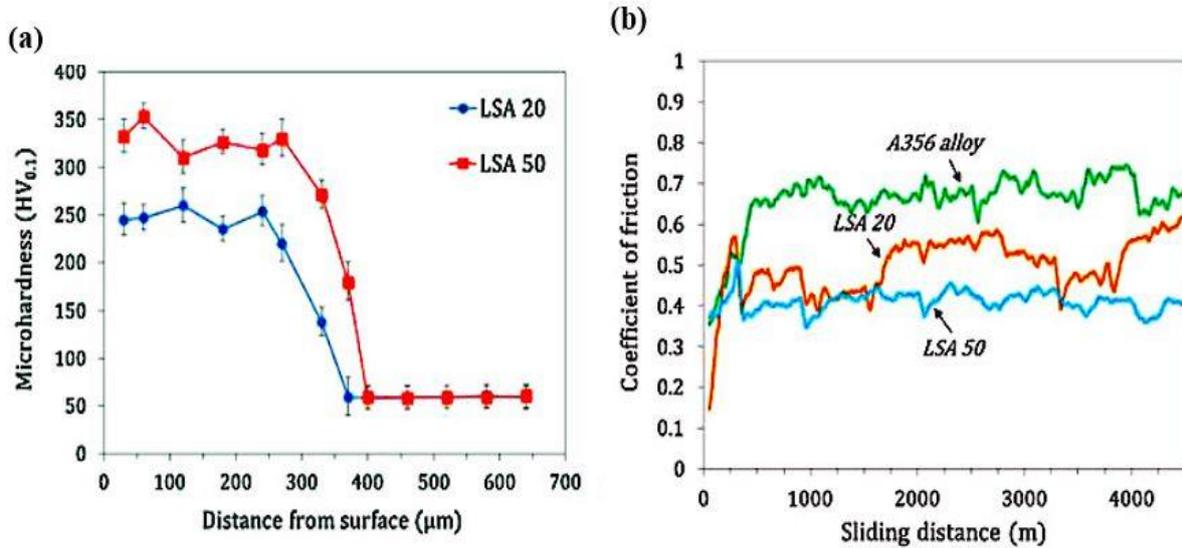
### **III.2.3. Comportement tribologique du dépôt Ni traité thermiquement**

Dans la littérature, plusieurs études ont été consacrées à l'analyse des propriétés mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Ni-Al, non seulement en tant que matériaux massifs, mais également comme revêtement. Ces travaux ont cherché à comprendre et à évaluer les caractéristiques de cet alliage particulier en termes de résistance mécanique et de comportement face à l'usure. On peut citer notamment les travaux de Molina et al. [36] qui consistent à modifier la surface de l'aluminium en créant un alliage de surface Ni-Al après un recuit à température élevée et pendant des longues durées, ce qui entraîne l'interdiffusion des atomes du revêtement de nickel électrolytique vers le substrat d'aluminium. Les auteurs ont étudié l'effet de la formation de phases intermétalliques sur la microdureté de l'alliage de surface formé après un recuit à 520°C pendant 10 à 47,5 h. Les chercheurs ont signalé que le traitement thermique améliorait l'uniformité du dépôt par la formation de composés intermétalliques, en particulier  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , en plus de l'augmentation de la microdureté de l'alliage de surface jusqu'à 10,5 GPa. Cependant, ils ont également observé qu'après un traitement thermique à 520°C pendant 20 heures, une décohésion du revêtement du substrat s'est produite. Cette décohésion était attribuée à une augmentation du volume local causée par la formation et l'expansion des phases intermétalliques. Ce qui générerait des contraintes élevées et entraînerait un décollement du revêtement. Hamid et al. [79] ont établi l'effet des phases intermétalliques sur les propriétés mécaniques du revêtement de nickel après un recuit à 520°C pendant 10 h. Ils ont remarqué que la formation de composés intermétalliques améliorait la nanodureté et la microdureté, la résistance à la rayure et le frottement par rapport au substrat. El Dahiye et al. [116] ont étudié l'effet de la température et du temps de diffusion sur la formation de composés intermétalliques et la dureté de la surface. Les auteurs ont rapporté une augmentation de la dureté d'environ 800

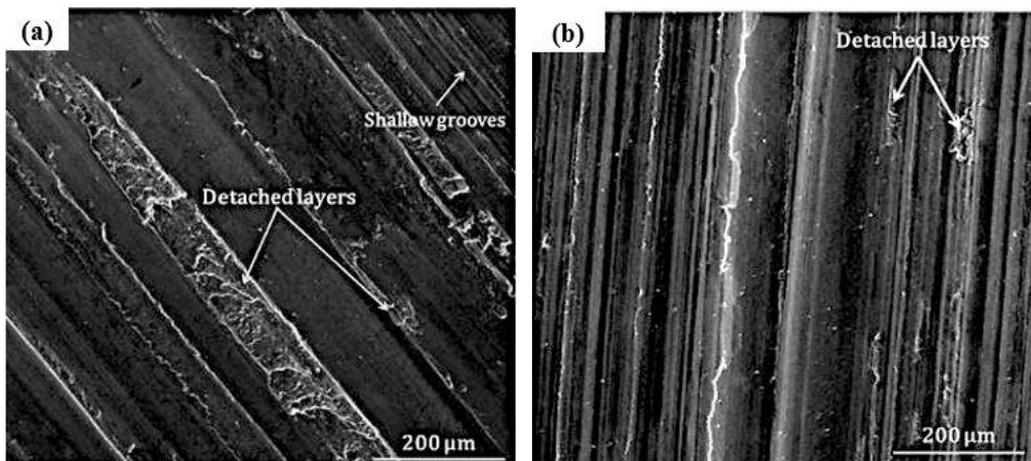
## *Chapitre II : Comportement mécanique et tribologique*

HV après 24 heures de traitement thermique à 500°C en raison de la formation de la phase intermétallique  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ . Les résultats de cette recherche ne montrent pas de différence significative entre le dépôt de nickel non recuit à cette température, ce qui implique l'absence d'interdiffusion ; la dureté était plus faible à 550°C pendant 24 heures (670 HV).

Rezae et al. [81] étudient les propriétés microstructurales et le comportement mécanique et tribologique (Figure II.13-a et b) des couches alliées de deux revêtements de nickel d'épaisseurs variables électrodéposées sur un substrat en alliage d'aluminium A356, puis soumis ces dépôts à un traitement par refusion laser. Les auteurs ont rapporté que la formation de composés intermétalliques durs ( $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ ) est responsable de l'amélioration du comportement mécanique et tribologique des couches alliées par rapport au substrat (Figure II.13-a et b). Selon cette étude [81], la phase intermétallique  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  est plus dure que  $\text{Al}_3\text{Ni}$  en raison de sa microstructure ordonnée, qui rend le mouvement des dislocations plus difficile. Le coefficient de frottement obtenu pour les alliages est de 0.36. La surface des zones usées de l'alliage de surface Al-Ni ont montré des zones de déformation plastique plus faibles en raison de leur dureté plus élevée. Les mécanismes d'usure proposés pour l'alliage de surface à forte et faible teneur en nickel étaient respectivement adhésifs et adhésifs-abrasifs (Figure II.14 a-b). D'autres études ont rapporté ces résultats, et les valeurs de microdureté Vickers trouvées pour  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  sont respectivement de 732 et 1013 HV [117] et  $510 \pm 7$  HV et  $759 \pm 25$  HV [85]. Les travaux de Culha et al. [76] portent sur la caractérisation du comportement mécanique de l'alliage de surface Al-Ni ont trouvé que les coefficients de frottement du revêtement Al-Ni pour des charges de 49 N et 89 N étaient compris entre 0,289 et 0,329 et que le degré de la déformation plastique à 49 N était inférieur à celui à 89 N dans des conditions de glissement à sec, et des valeurs de microdureté de 450 HV. Nous pouvons également mentionner les travaux réalisés par Ding et al. [118] sur des revêtements similaires déposés sur un alliage d'aluminium. Les résultats ont révélé que l'alliage de surface Al-Ni présentait des propriétés améliorées, notamment une dureté de 11,5 GPa et un module d'élasticité de 143,42 GPa. Ces valeurs sont respectivement 7 et 2 fois plus élevées que celles de l'aluminium pur. De plus, l'alliage de surface a montré un taux d'usure faible de  $2,9 \times 10^{-4}$  mm<sup>3</sup>/m et un coefficient de frottement égal à 0,23. La surface usée de l'alliage de surface Ni-Al présentait moins de dommages et était plus lisse que celle du substrat d'aluminium, après une distance de glissement relativement longue, l'alliage de surface Ni-Al restait fermement adhérent au substrat. Ces caractéristiques renforcent l'intérêt de cet alliage pour des applications nécessitant des propriétés mécaniques et tribologiques améliorées.



**Figure II.13 :** Variation de la microdureté mesurée dans la section transversale des couches alliées (a) et variation du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement pour le substrat et les couches alliées (Ni-Al) de différentes épaisseurs 20 et 50 μm [81]

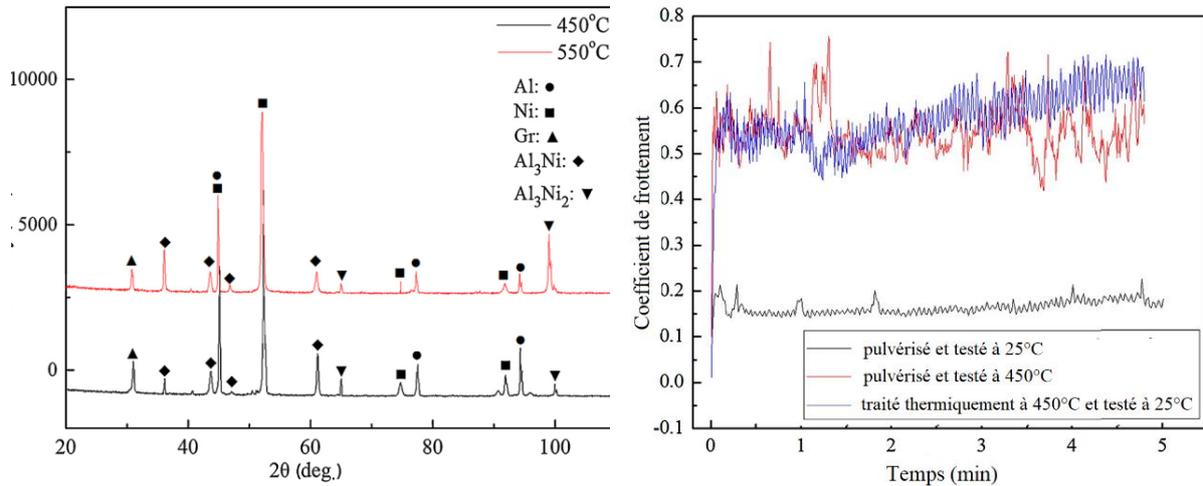


**Figure II.14 :** Micrographie MEB des surfaces usées des couches alliées (Al-Ni) pour différentes épaisseurs (a) 20 μm et (b) 50 μm [81]

Des travaux similaires d'un mélange Nickel-graphite pulvérisé sur un substrat d'alliage d'aluminium Al-5Mg ont porté sur le comportement tribologique du composite en différents états [119]. Ils montrent qu'un traitement de 4 heures à 450°C transforme le composite en un multicouche d'intermétalliques Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> et Al<sub>3</sub>Ni sous forme de structure finale dense (Figure II.15-a). Tribologiquement, le coefficient de frottement de l'état traité à 450°C est similaire à celui de l'essai réalisé à 450°C et qui est nettement supérieur à celui pulvérisé et testé à 25°C et pourrait être lié à la formation insuffisante d'un film lubrifiant dans le contact (Figure 15-b).

## Chapitre II : Comportement mécanique et tribologique

La pièce antagoniste en acier est facilement abrasée par les intermétalliques durs et la formation d'intermétalliques suggère un changement dans l'usure adhésive. Quant au revêtement pulvérisé testé à 450°C, une déformation plastique importante de la surface s'est produite lors des tests d'usure en raison de la consolidation élevée du revêtement et du manque de lubrifiant [119]. Ces auteurs confirment que l'imprégnation des particules dans l'aluminium est plus efficace qu'à la surface de l'acier à cause de la ductilité de l'aluminium [120].



a – DRX après traitement thermique

b – Coefficient de frottement en fonction du temps

**Figure II.15** : DRX et COF de différents états du Ni-graphite pulvérisé sur l'alliage Al-5Mg [119]

## IV. Synthèse

L'amélioration du comportement tribologique des alliages d'aluminium est liée à leurs duretés en surface. Cette dureté peut être améliorée par :

- Un durcissement structural par précipitation ou écrouissage,
- Un traitement spécial de forte énergie (laser ou autre) conduisant à une structure particulière de la surface,
- Un renforcement de l'alliage par des particules céramiques,
- Un revêtement dur céramique ou métallique bien adhérent à l'alliage,
- Un alliage de surface qui prend naissance à partir du substrat.

Chaque solution évoquée ne peut être exempte d'insuffisance. La dernière solution nous paraît la plus optimale. Ce qui fera la base de notre présente étude.

# **Chapitre III :**

## **Techniques expérimentales**

## I. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les techniques expérimentales utilisées et la procédure suivie pour l'élaboration du matériau de surface et la caractérisation correspondante. Cette section est structurée en quatre parties distinctes. La première partie aborde, les étapes nécessaires pour l'élaboration de l'alliage de surface en partant de l'élaboration des dépôts de nickel soumis ensuite à des traitements thermiques pour aboutir à la formation de l'alliage de surface Al-Ni. Cette étape implique une description détaillée du montage d'électrodéposition, des électrodes utilisées ainsi que de leur préparation, du bain d'électrodéposition choisi et des conditions opératoires. La deuxième partie décrit les techniques employées pour caractériser l'état de surface et mesurer l'épaisseur des dépôts de nickel. La troisième partie explique les approches suivies pour les caractérisations microstructurales et morphologiques. Enfin, la dernière partie se penche sur les tests mécaniques effectués pour évaluer les propriétés mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface obtenu.

## II. Elaboration de l'alliage de surface Al-Ni

L'élaboration de l'alliage de surface Al-Ni implique deux étapes : tout d'abord, l'électrodéposition d'une couche de nickel sur un substrat en aluminium, puis, des traitements thermiques sont appliqués pour favoriser la diffusion atomique entre le nickel et l'aluminium, créant ainsi l'alliage souhaité.

### II.1. Elaboration des revêtements de nickel

#### II.1.1. Caractéristique et préparation du substrat

Le substrat choisi est un alliage Al-Mg dont la composition chimique est présentée dans le Tableau III.1. Avant d'effectuer les dépôts sur les substrats d'aluminium de façon reproductible et afin d'améliorer l'adhérence de ces revêtements, une succession d'étapes préparatoires de la surface des substrats est nécessaire.

<b>Eléments</b>	<b>Na</b>	<b>Mg</b>	<b>Ag</b>	<b>Si</b>	<b>S</b>	<b>Mn</b>
<b>Masse (%)</b>	0.0617	<b>5.22</b>	0.0245	0.385	0.0536	0.284
<b>Eléments</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Zn</b>	<b>Ga</b>	<b>Al</b>	/
<b>Masse (%)</b>	0.292	0.0315	0.0284	0.0111	Reste	/

**Tableau III.1** : Composition chimique du substrat Al-5Mg

- **Découpage** : Des disques d'alliage ayant un diamètre de 14 mm, sont soigneusement découpés d'un même lingot à l'aide de la tronçonneuse de type STRUERS ACCUTOM-100, pour assurer une épaisseur constante de 4 mm pour chaque disque.
- **Enrobage** : Les substrats sont ensuite enrobés à chaud dans une résine phénolique par l'utilisation d'une presse d'enrobage (STRUERS CITOPRESS-30) dans le but de travailler sur une seule face de l'échantillon.
- **Polissage mécanique** : ensuite les substrats sont polis mécaniquement sur les deux surfaces avec une polisseuse de type STRUERS TegraPol-35, utilisant une série de papiers abrasifs en carbure de silicium dont les tailles de grains diminuent progressivement. Le processus commence avec un papier abrasif à gros grains de taille 500, puis évolue vers des papiers de grains de plus en plus fins, jusqu'à atteindre une taille de grain de 4000, pour éviter toute trace d'impuretés aux creux de la surface. Cette dernière ne doit pas être polie miroir afin d'assurer une bonne adhésion ou un bon accrochage mécanique des atomes de nickel sur le substrat pendant l'électrodéposition. La surface des substrats obtenue après le polissage mécanique présente une rugosité moyenne de  $R_a = 0.05\mu\text{m}$  (Figure III.1 mesurée à l'aide d'un profilomètre mécanique de type Form Talysurf Series 2).

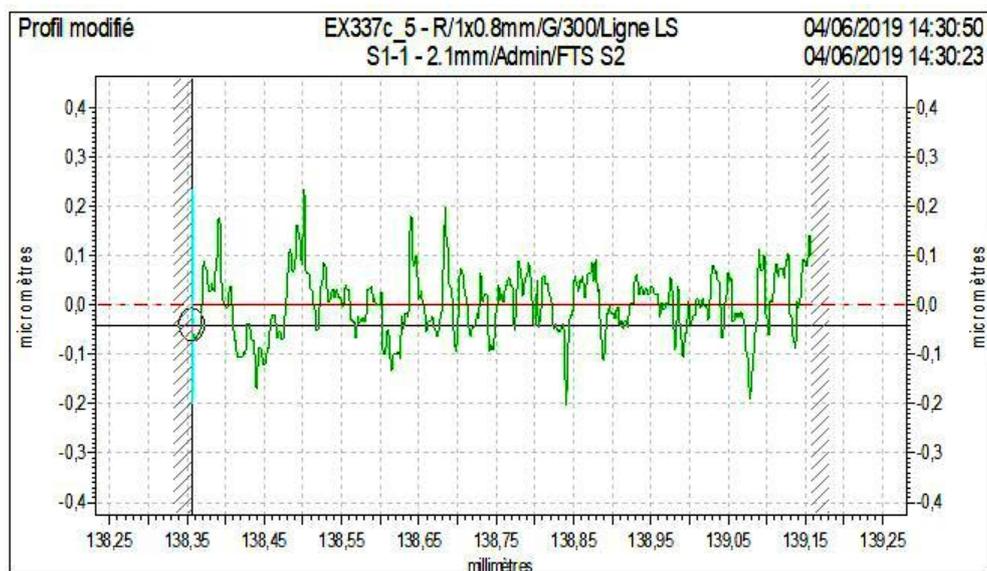


Figure III.1 : Profil de rugosités de la surface de substrat

- **Dégraissage** : Ensuite, les substrats ont été dégraissés afin d'éliminer toute sorte de matière grasse de la surface par immersion de l'échantillon pendant cinq minutes dans un bain ultrasonique (Fisher scientific) comprenant de l'eau distillée et un dégraissant commercial de pH = 11, suivi par un rinçage à l'eau distillée.

- **Conduction électrique** : Afin d'assurer un bon champ électrique dans la solution, les substrats enrobés avec la résine sont perforés latéralement puis reliés par des fils de contact en cuivre. Avant l'électrodéposition, la conduction électrique des substrats a été vérifiée par un instrument de mesure électrique de type Métrix.
- **Décapage chimique** : Il est impossible de réaliser n'importe quel dépôt électrolytique sur l'aluminium et ses alliages à cause de leur passivation rapide due à la création d'une couche d'oxyde en surface. Après le dégraissage du substrat, un décapage chimique et une activation de la surface du substrat avant l'électrodéposition est nécessaire. Cette étape consiste à immerger le substrat dans une solution de zincate pour réaliser une sous-couche de zinc [1], [2], [3]. La procédure d'activation se déroule comme suit :
  - Immersion de l'échantillon pendant 30 secondes dans la solution de zincate,
  - Immersion de l'échantillon pendant 5 secondes dans une solution acide pour rinçage contenant 97% du méthanol et de 3% d'acide nitrique.
  - Immersion de l'échantillon de nouveau pendant 60 secondes dans la solution de zincate, ensuite les échantillons doivent être introduits immédiatement dans la solution électrolytique. La composition de la solution de zincate est donnée dans le Tableau III.2. La solution est portée à la température de 35°C avec une légère agitation à barreau magnétique.

Constituants	Concentration (g/L)
Soude caustique ( <b>NaOH</b> )	500
Oxyde de zinc ( <b>ZnO</b> )	100
Tartrate se Sodium et Potassium ( <b>KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O</b> )	10
Chlorure ferrique ( <b>FeCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O</b> )	2,5

Tableau III.2 : Composition du bain de décapage chimique [4]

### II.1.2. Caractéristique et préparation de la contre-électrode

La contre-électrode, composée de nickel de très haute pureté (>99%), aide à prévenir l'introduction d'impuretés dans la solution et par conséquent dans le dépôt. La contre-électrode est polie avec un papier SiC de granulométrie 800 pour éliminer les oxydes qui sont précipités sur l'électrode après chaque dépôt puis rincée à l'éthanol. Avant d'immerger la contre électrode en nickel dans la solution électrolytique, il est recommandé de la mettre dans un sac à anode qui est inerte vis-à-vis de la solution afin d'éviter la dissolution sélective au niveau des joints

de grains de l'anode ce qui conduit au déchaussement des grains puis à leur déplacement vers le substrat [5]. Avant leur première utilisation, ces sacs doivent être immergés dans une solution acide contenant de l'acide sulfurique durant 6 heures, puis rincés à l'eau distillée [6].

### II.1.3. Caractéristique du bain d'électrodéposition

Dans ce travail, les revêtements de nickel sont électrodéposés à partir d'un bain de Watts. La composition chimique du bain utilisé a été déterminée après avoir examiné différentes publications [7], [8], [9], [10], [11], en tenant compte de l'efficacité de ce bain pour l'électrodéposition du nickel, qui permet d'obtenir des dépôts avec des propriétés mécaniques optimales, et des contraintes internes réduites. [9] Le Tableau III.3 présente la composition chimique du bain retenu dans notre étude avec le rôle de chaque constituant.

Constituants	Formule chimique	Concentration (g/L)	Rôle de constituant
<b>Sulfate de nickel hexahydraté</b>	$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	250	1 <sup>ère</sup> source de nickel dans la solution.
<b>Chlorure de nickel hexahydraté</b>	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	40	2 <sup>ème</sup> source de nickel et pour améliorer la conductivité électrique dans le bain
<b>Acide borique</b>	$\text{H}_3\text{BO}_3$	40	Agent tampon pour stabiliser le pH et limiter la création d'hydroxydes métalliques à proximité du substrat.

**Tableau III.3 :** Composition chimique et fonction des éléments constitutifs du bain d'électrodéposition

### II.1.4. Conditions expérimentales d'électrodéposition

Les dépôts de nickel ont été réalisés en mode courant continu (DC), avec une intensité de courant constante entre la cathode et l'anode, réglée par l'Autolab. L'évolution du potentiel de l'électrode est capturée et affichée sur l'écran d'acquisition en fonction de la durée de formation du dépôt. Le Tableau III.4 représente les paramètres expérimentaux d'électrodéposition des dépôts de nickel à différentes durées.

Condition	Valeur
Densité de courant	2 A.dm <sup>-2</sup>
Température	45°
pH	4,2
Agitation	250 rpm
Durée	10-30 min

**Tableau III.4 :** Conditions expérimentales pour réaliser les dépôts de nickel

### II.1.5. Procédé d'électrodéposition et caractéristique du dispositif expérimental

Nous avons utilisé l'électrodéposition pour élaborer des dépôts de nickel. Cette méthode implique l'application d'un courant ou d'une tension entre deux électrodes immergées dans une solution renfermant des composés ioniques du métal à être déposé. Le dépôt se forme par la réduction des cations métalliques présents dans la solution. L'illustration du dispositif expérimental employé pour cette étude est présentée dans la figure III.2. Une cellule électrochimique en verre Pyrex à double paroi d'une capacité de 175 ml renfermant la solution électrolytique est équipée d'un couvercle sur lequel sont solidement fixées les électrodes utilisées : une électrode de travail en aluminium et une contre-électrode en nickel. La cellule électrochimique est connectée à un bain thermostatique avec une circulation d'eau (Fisher Scientific-Polystat 36) pour assurer une température uniforme dans le bain électrolytique. Tout au long du processus d'électrodéposition, la solution est constamment agitée par un barreau magnétique afin d'homogénéiser les particules de la solution. Les mesures de potentiel sont toutes effectuées par rapport à une électrode de référence au calomel saturée de chlorure de potassium (SCE). L'intensité de courant ainsi que le potentiel dans la cellule électrochimique sont fournies et contrôlés au moyen d'un galvanostat-potentiostat 309N Autolab, piloté par ordinateur via le logiciel Nova 1.7, pour une précision optimale.

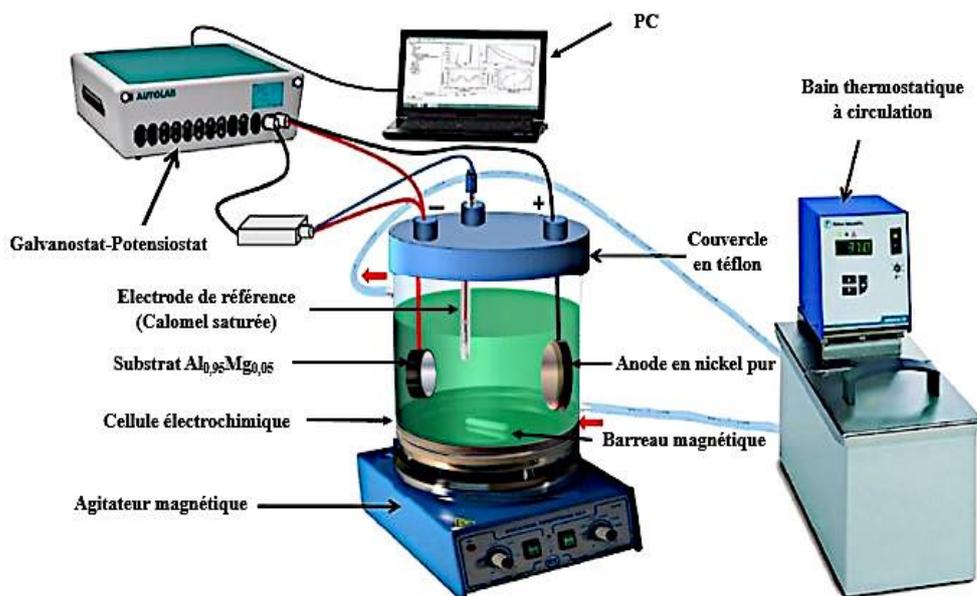


Figure III.2 : Montage expérimental d'électrodéposition

## II.2. Traitement thermique des dépôts de nickel

Après l'élaboration des revêtements de nickel à différentes durées, ceux-ci ont été soumis à deux traitements thermiques dans un four électrique de type FLLI MANFREDI à l'air libre. Le premier traitement a été mené à  $350^{\circ}C$  pendant 5 heures dans le but de maintenir la couche de nickel sur l'aluminium. Le deuxième traitement, effectué à différentes températures et durées ( $450^{\circ}C/24h$ ,  $450^{\circ}C/40h$ ,  $500^{\circ}C/5h$ ,  $500^{\circ}C/10h$  et  $550^{\circ}C/1h$ ), favorise la diffusion du nickel vers le substrat en aluminium. Ces durées et températures ont été choisies à partir d'études bibliographiques [8], [12], [13], [14]. Cette interdiffusion entraîne la formation de l'alliage de surface. Après le traitement thermique, les échantillons ont été refroidis naturellement à l'air libre jusqu'à atteindre la température ambiante dans le four.

Les noms des échantillons utilisés dans ce travail sont donnés sous la forme XX/YYY\_ZZ, où XX représente le temps de dépôt du Nickel, et YYY et ZZ correspondent respectivement à la température et au temps du traitement thermique.

## III. Caractérisation profilométrique

### III.1. Rugosimétrie

En général, la rugosité est évaluée à l'aide de méthodes optiques ou mécaniques. Dans cette étude, nous avons caractérisé l'état de surface de nos échantillons en utilisant deux techniques de rugosimétrie :

- Un Microscope Profilomètre Keyence (VHX6000) équipé d'une sonde optique. Cet appareil fonctionne selon le principe de la microscopie confocale, ce qui permet de mesurer et d'estimer les paramètres standards de la rugosité. Il génère également des images optiques en 2D et 3D de la surface par un balayage vertical avec un faisceau de lumière, de manière non destructive (Figure III.3-a).
- Un rugosimètre mécanique « Form Talysurf Series 2 » fourni par Taylor Hobson avec une résolution en z de 16 nm et un palpeur de rayon de pointe 2 µm, qui implique le déplacement d'une sonde le long d'une trajectoire parallèle à la surface à caractériser. Les caractéristiques clés d'une sonde sont principalement l'angle formé par la pointe et le bras de la sonde, ainsi que le rayon de la pointe (Figure III.3-b).

Les paramètres de rugosité obtenus à la fois à partir du profilomètre optique et du rugosimètre mécanique sont des moyennes de mesures effectuées sur chaque échantillon. Au sein de la gamme étendue de paramètres disponibles pour décrire l'état de surface des échantillons en termes de rugosité, cette étude s'est concentrée sur :

- Ra, qui représente la moyenne arithmétique des écarts du profil sur la longueur considérée, est défini par la relation suivante (Eq. III.1) :

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx \quad (\text{III. 1})$$

- Rz, qui représente la hauteur maximale du profil, est généralement définie comme la somme de la hauteur maximale des pics et de la profondeur maximale des vallées, mesurées sur une longueur d'évaluation (Eq III.2).

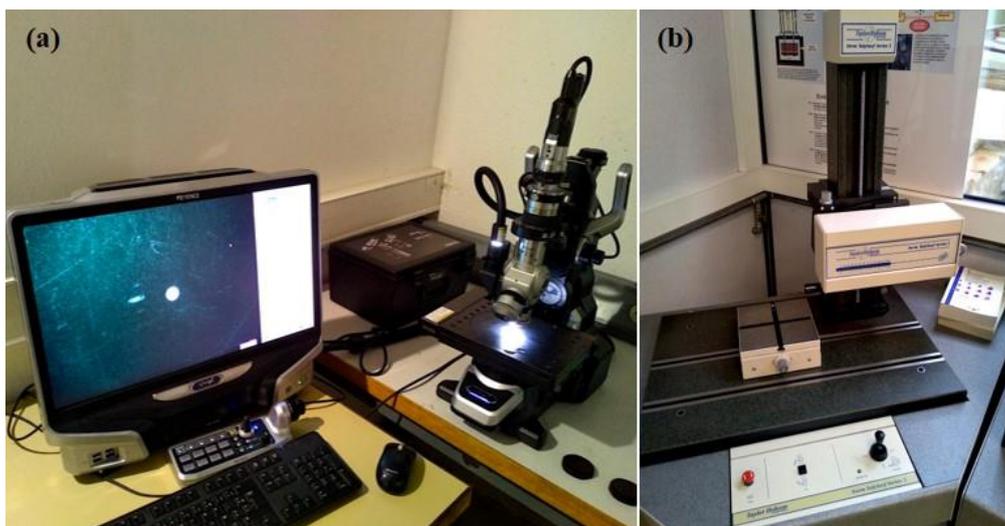
$$Rz = Rp + Rv \quad (\text{III.2})$$

Où, Rp est la hauteur maximale des pics et Rv est la profondeur maximale des vallées.

- Rsk, qui représente l'asymétrie de la distribution des hauteurs, est défini sur la longueur d'évaluation (Eq III.3).

$$Rsk = \frac{1}{R_q^3} \frac{1}{L} \int_0^L [y(x)]^3 dx \quad (\text{III. 3})$$

Où, L est la longueur d'évaluation, y(x) est la hauteur du profil en fonction de la position x et Rq est la rugosité quadratique moyenne.



**Figure III.3 :** Instruments de mesure de rugosité utilisés –  
a - profilomètre optique, b - rugosimètre mécanique

## III.2. Mesure d'épaisseur des dépôts

### III.2.1. Épaisseur théorique

L'évaluation de l'épaisseur des revêtements de nickel élaborés par électrodéposition, en utilisant la méthode de la chronopotentiométrie, a été réalisée en se basant sur la loi théorique (loi de Faraday)[15]. Cette méthode repose sur la relation fondamentale entre la quantité de matière déposée et la charge électrique qui passe à travers le système électrochimique. Ainsi, l'épaisseur du dépôt est corrélée au temps de formation du dépôt (Eq II.4).

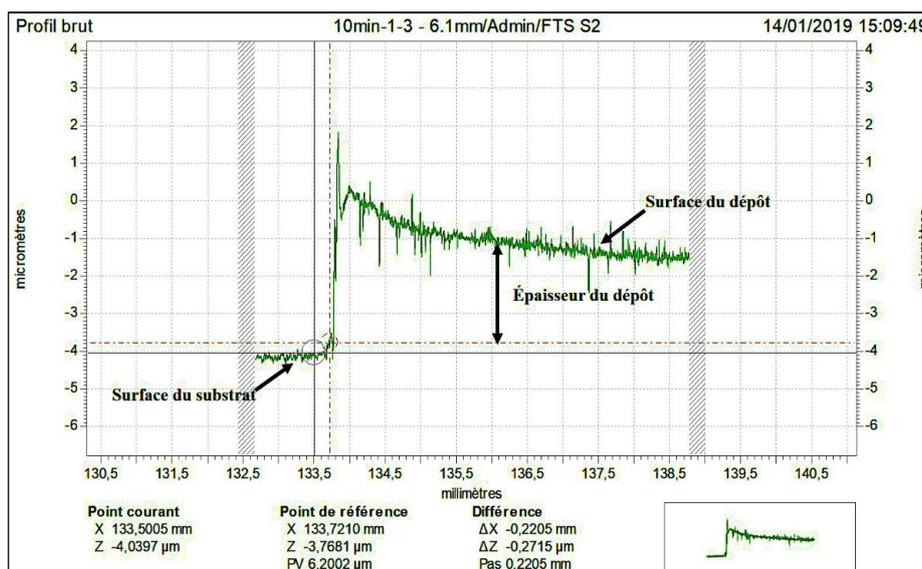
$$e = \frac{M \cdot I}{F \cdot n \cdot \rho} \cdot t \quad (\text{III. 4})$$

- e représente l'épaisseur du dépôt,
- M désigne la masse molaire du nickel,
- I correspond à la densité de courant,
- t est le temps de déposition,
- F est la constante de Faraday ( $96500 \text{ C} \cdot \text{mol}^{-1}$ ),
- n symbolise le nombre d'électrons échangés,
- et  $\rho$  est la masse volumique du nickel ( $8.902 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ).

### III.1.2. Mesure d'épaisseur par profilomètre mécanique

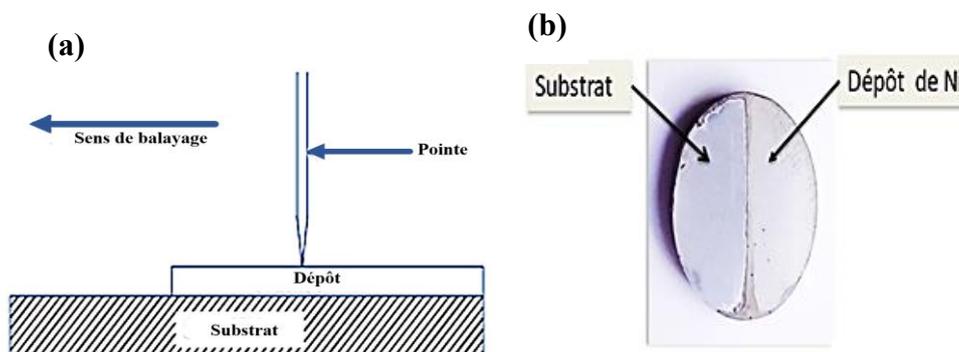
Une autre technique expérimentale non destructive nous permet de mesurer les épaisseurs des revêtements de nickel. Cette technique consiste à glisser horizontalement une pointe appelée

stylet d'un rugosimètre mécanique « Form Talysurf i-Series » fourni par Taylor Hobson (Figure II.3 (b)), en suivant un trajet parallèle à la surface du dépôt. Au cours de ce déplacement, le rugosimètre détecte et enregistre les variations de hauteur. Il est recommandé d'effectuer des mesures à plusieurs emplacements de l'échantillon pour obtenir une moyenne d'épaisseur plus précise. Le contact entre le stylet et la surface se traite informatiquement et donne un profil comme illustré par la Figure.III.4.



**Figure III.4 :** Profil pour mesurer l'épaisseur d'un dépôt

Pour mesurer l'épaisseur de dépôt, il est nécessaire que celui-ci couvre la moitié de la surface du substrat en faisant une marche séparant la zone recouverte et la zone non recouverte comme il est montré sur la Figure III.5 (a) et (b).



**Figure III.5 :** Mesure de l'épaisseur du dépôt : (a) Principe de mesure, (b) Photographie de la surface de dépôt Ni

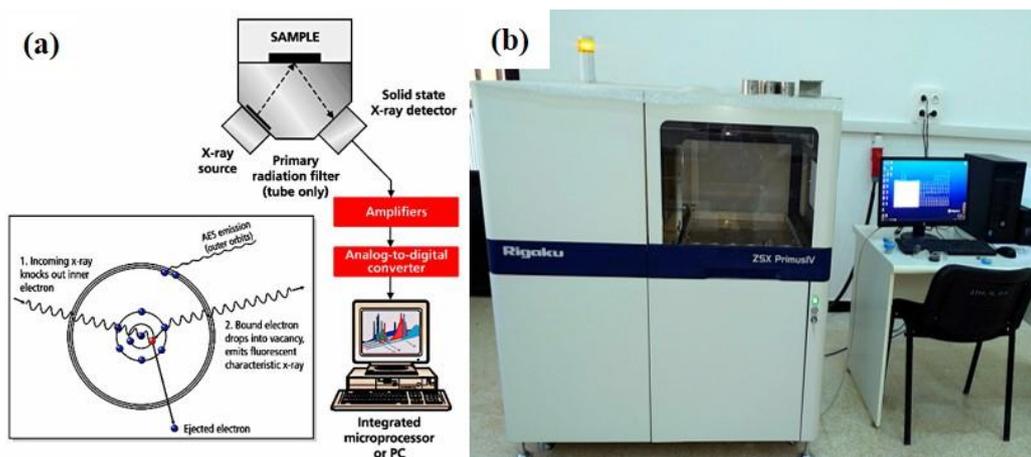
## **IV. Caractérisation microstructurale**

### **IV.1. Spectrométrie de fluorescence X à dispersion de longueur d'onde (WD-XRF)**

La spectrométrie de fluorescence X à dispersion de longueur d'onde (WD-XRF) est une méthode d'analyse chimique élémentaire qualitative et quantitative qui nous renseigne sur la composition élémentaire constituant un échantillon et nous permet d'avoir une première vision des contaminants du béryllium (Be) à l'uranium (U) possiblement existés dans toutes sortes d'échantillons dans des gammes de concentration allant de quelques ppm à 100 %, avec des résultats précis et reproductibles. Néanmoins, cet appareil ne peut pas détecter la présence des éléments légers qui ayant un faible numéro atomique tels que l'hydrogène (H) et le lithium (Li). Cette méthode est applicable à un large éventail de matériaux : minéraux, céramiques, ciments, métaux, huiles, eau, verre, etc., sous forme solide ou liquide.

En spectrométrie de fluorescence X, les sources couramment employées pour générer des rayons X sont les tubes à rayons X ou les sources radioactives. Les photons X émis par le tube, du fait de leur grande énergie, sont capables d'expulser des électrons des couches atomiques voisines du noyau. L'atome ainsi ionisé cherche à retrouver un état d'équilibre, et un électron provenant d'une couche plus externe se déplace pour remplir la place laissée par l'électron expulsé. Ce passage électronique s'accompagne d'une libération d'énergie sous forme d'un photon X possédant une certaine énergie (Figure III.6 (a) [16]). C'est ce que l'on appelle la fluorescence X, un processus d'émission secondaire de rayons X caractéristique des atomes constituant l'échantillon. L'analyse de cette émission de rayons X secondaire permet de déterminer les éléments chimiques contenus dans l'échantillon et la quantification de leur concentration massique.

L'appareillage utilisé est un spectromètre à fluorescence X à dispersion de type Rigaku ZSX Primus IV (WD-XRF), doté d'un tube à rayons X scellé de 3/4 kW et d'un auto-échantillonneur à 48 positions, permettant l'analyse sous vide de l'élément béryllium à l'uranium (Figure III.6).



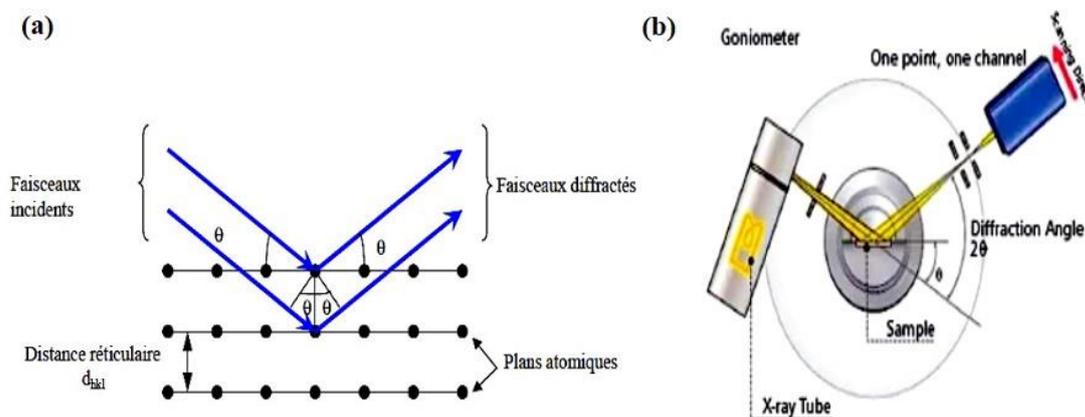
**Figure III.6 :** Spectromètre de fluorescence aux rayons X : (a) Schéma du principe de fonctionnement, (b) Photographie de l'équipement utilisé

#### IV.2. Diffraction des rayons (DXR)

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse structurale non destructive. Elle permet d'obtenir des informations cristallographiques très précieuses (type de réseaux, paramètres de réseau, etc.) sur une grande variété de matériaux (métaux, polymères, céramiques et composites). En fonction des configurations utilisées, elle permet d'identifier la composition des phases présentes ainsi que leur évolution et leurs transformations, la taille des cristallites (grains) et leur orientation sur les couches de surface du matériau, ainsi que les contraintes macro/microscopiques. La base de la technique de diffraction des rayons X réside dans la structure même d'un réseau cristallin, qui se compose d'un arrangement superposé de familles de plans réticulaires parallèles et uniformément espacés. Lorsque le faisceau de rayons X incident atteint le premier plan, il subit une réflexion partielle. Les rayons non réfléchis rencontrent ensuite le deuxième plan, où ils subissent une nouvelle réflexion partielle, et ainsi de suite pour les plans suivants. Afin que les ondes dispersées par les différents plans soient en phase et que l'intensité totale de l'onde dispersée devienne significative, la loi de Bragg [17], exprimée dans la relation (Eq III.5), doit être vérifiée :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{III. 5})$$

Dans cette équation,  $d$  correspond à la distance entre les plans réticulaires,  $\lambda$  représente la longueur d'onde et  $n$  désigne l'ordre de réflexion. Cette corrélation démontre qu'il est possible de caractériser la configuration du réseau cristallin élémentaire en mesurant simplement les angles de Bragg  $\theta$  (Figure III.7-a). Le mode opératoire du diffractomètre à rayons X est exposé dans la Figure III.7-b [18].



**Figure III.7 :** (a) Schéma illustratif de loi de Bragg, (b) Principe de fonctionnement du diffractomètre à rayon X

L'appareil utilisé durant cette étude est un diffractomètre de type PANalytical X'Pert PRO (Figure III.8), utilisé en mode symétrique ( $\theta/2\theta$  ou Bragg-Brentano). Le principe de diffraction par cette technique consiste à l'utilisation d'un rayonnement X monochromatique provenant de la raie  $K\alpha$  en employant un tube anticathode en cuivre ( $\lambda_{K\alpha Cu} = 0.15406 \text{ nm}$ ). Dans cette analyse les rayons x ont été produits à partir d'une source de radiation à anticathode en cuivre sous une tension d'accélération de 45kV et un courant de 35mA.

L'intervalle  $2\theta$  balayée pendant les analyses s'étale de  $20$  à  $90^\circ$  avec un incrément de  $0.017^\circ$  et un temps par incrément de 110s. L'identification des phases est comparée aux données des fiches issues de la base de données internationale de l'ICCD (International Centre for Diffraction Data).



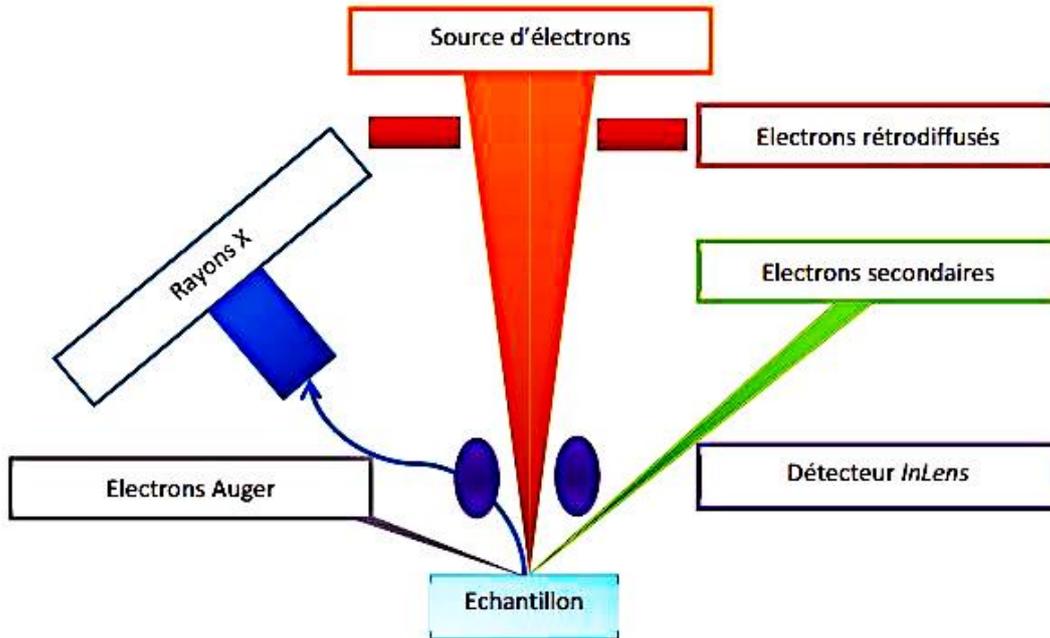
**Figure III.8 :** Diffractomètre à rayons X PANalytical X'Pert PRO

### **IV.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Cette technique offre de nombreuses informations concernant la morphologie de la surface des revêtements ainsi que la composition chimique de l'échantillon, permettant ainsi d'obtenir des images à très haute résolution. Le microscope électronique à balayage (MEB) employé dans cette étude est un modèle **JEOL JSM-IT100**. Ce dispositif permet d'atteindre à un grossissement maximal de X300000 et un grossissement minimal de X5, il fonctionne avec une tension d'accélération réglable allant de 0,5 à 30 kV avec une tension d'accélération. Le MEB est également équipé de la technique EDS (spectroscopie de dispersion d'énergie) permettant d'analyser qualitativement et quantitativement et d'identifier la composition chimique ou élémentaire de chaque phase présente à l'intérieur du matériau à une échelle submicronique.

Cette technique d'analyse a été employée pour caractériser nos échantillons en exploitant l'interaction entre le faisceau d'électrons et le matériau. Cette interaction génère des électrons émis qui sont captés par divers détecteurs. Ces électrons émis permettent de former une image révélant la topographie du dépôt obtenu. Parmi ces électrons émis, les électrons secondaires de faible énergie (moins de 50 électrons-volts) émanant des couches superficielles de l'échantillon (à une profondeur d'environ une dizaine de nanomètres) jouent un rôle important. Ils offrent des informations concernant la topographie. D'autre part, les électrons rétrodiffusés dotés d'une énergie cinétique plus élevée (plus de 50 électrons-volts) et issus d'une profondeur d'émission d'environ 10 à 100 nanomètres, sont également essentiels. Ils apportent des détails sur la composition chimique de l'échantillon et génèrent des images avec un contraste basé sur le numéro atomique. Concernant les signaux émis, les électrons Auger émanent des couches atomiques superficielles, fournissant des informations précieuses sur ces régions. D'autre part, les photons X révèlent la composition élémentaire de l'échantillon au point de contact avec le faisceau, émanant d'une profondeur de quelques microns. La figure III.9 illustre le fonctionnement du MEB à travers un schéma explicatif.

Au préalable à l'observation microscopique des échantillons en section par cette technique, il est essentiel de suivre un protocole de préparation de surface spécifique. À cet effet, les coupes transversales des échantillons doivent être polies jusqu'à obtenir une surface à l'aspect miroir, tout en maintenant un parallélisme avec le substrat. Cette approche vise à prévenir toute altération du dépôt qui pourrait survenir lors du processus de polissage.



**Figure III.9 :** Schéma présentant le principe du fonctionnement d'un microscope électronique à balayage [19]

## V. Caractérisation mécanique et tribologique

### V.1. Essai de micro-indentation instrumentée

#### V.1.1. Généralités

L'essai d'indentation est une technique de caractérisation mécanique qui consiste à enfoncer un indenteur, de géométrie et de propriétés connues, dans la surface d'un échantillon afin de mesurer ses propriétés mécaniques, telles que le module d'élasticité et la dureté. La dureté, définie comme la résistance d'un matériau à la pénétration par un indenteur plus dur, est généralement déterminée à partir de l'empreinte résiduelle laissée par l'indenteur et de la charge appliquée. Dans l'essai d'indentation conventionnel, cette dureté est calculée en se basant sur les dimensions de l'empreinte résiduelle. En revanche, l'essai d'indentation instrumentée enregistre en continu la force appliquée en fonction du déplacement, ce qui permet tracer une courbe effort en fonction de la pénétration  $P(h)$  et de calculer la dureté et le module d'élasticité de manière plus précise [20], [21].

Les pointes les plus couramment utilisées lors des essais d'indentation instrumentée incluent, la pointe Vickers, la pointe Berkovich, la pointe Knoop et les pointes sphéro-coniques de différents rayons. Ces indenteurs sont fabriqués à partir de matériaux extrêmement rigides, généralement du diamant. Les différentes géométries de ces pointes sont représentées dans la Figure III.10

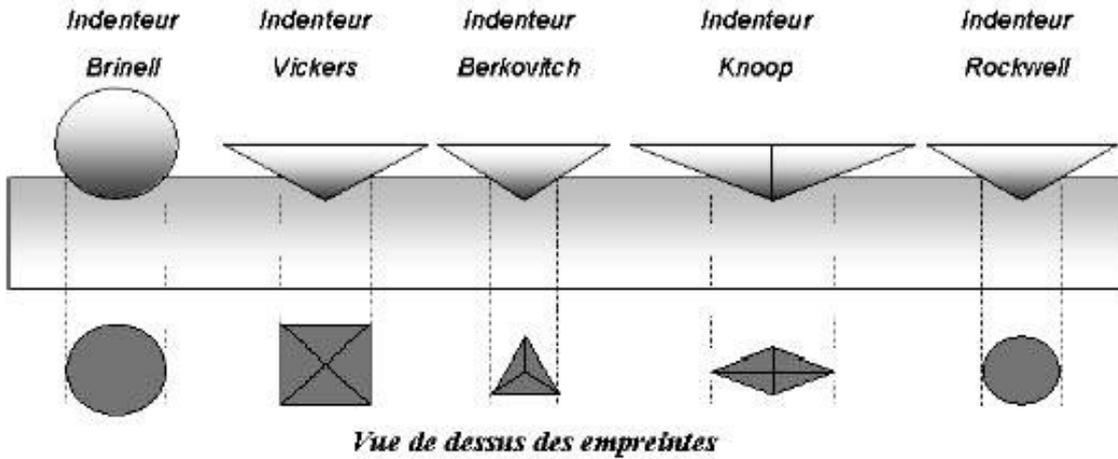


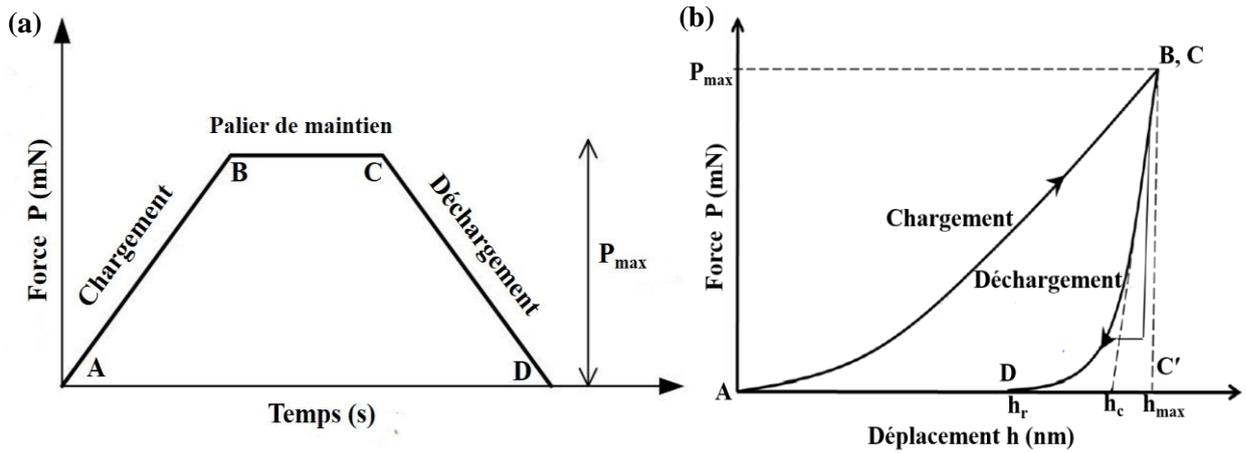
Figure III.10 : Principaux indenteurs [22]

### V.1.2. Courbe force-déplacement

L'objectif principal d'un essai d'indentation instrumentée est de déterminer la dureté et la valeur du module d'élasticité d'un matériau à partir de données expérimentales simples extraites d'une courbe force-déplacement. En général, les données issues d'un cycle de chargement et de déchargement sont représentées schématiquement dans la Figure III.11. Le point A correspond au moment de contact entre la pointe et la surface à caractériser. La partie AB correspond au cycle de chargement, où l'indenteur s'enfonce continuellement dans le matériau jusqu'à la force maximale appliquée  $P_{\max}$ . Lors de l'enfoncement de l'indenteur sous l'application de la même charge, le palier de maintien à la charge maximale sera plus remarquable dans le cas d'un matériau sensible au fluage (BC). La partie CD correspond au cycle de déchargement, c'est le moment de la diminution et l'annulation progressive de la force. Pour un matériau parfaitement élastique, les parties AB et CD sont identiques. Lorsque le matériau est parfaitement plastique, le parcours de la courbe de déchargement correspond à la portion CC' de la courbe (Figure III.11-b).

Sur la Figure III.11-b, le point  $h_{\max}$  correspond à la profondeur maximale atteinte durant le test, le point  $h_c$  correspond à la profondeur de contact et le point  $h_r$  correspond à la profondeur résiduelle qui reste sur la surface du matériau après le retrait de l'indenteur, et la pente de la courbe de déchargement  $S$  (Eq III.6) à  $h_{\max}$  est la rigidité de contact (Stiffness contact) [21].

$$S = \frac{dP}{dh} \quad (\text{III. 6})$$



**Figure III.11** : Courbe d'indentation instrumentée : (a) Profil de chargement en fonction du temps, (b) Courbe force-déplacement  $P(h)$  en indentation instrumentée

De manière générale, l'interprétation de la courbe force-déplacement dépend par l'analyse de la partie de déchargement obtenue suite à un essai d'indentation instrumentée. Pour calculer la dureté et le module d'élasticité qui sont en relation directe avec l'aire de contact en se basant sur des méthodes d'analyses de données les plus connues dans la littérature sont : Doerner et Nix [23], Oliver et Pharr [21] pour des matériaux qui s'enfoncent sous l'indenteur sans former de bourrelet « Sink-in » et Loubet et al.[24], [25], [26] qui prend en considération la formation de bourrelets à la surface indentée « Pile-up ».

Selon les solutions analytiques établies par Sneddon [20], la raideur de contact, le module d'élasticité et l'aire de contact projetée entre l'indenteur et le matériau sont reliés par l'expression suivante :

$$S = \frac{dP}{dh} = 2aE_r = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (\text{III. 7})$$

Où  $S$  est la pente de la partie supérieure de la courbe de déchargement,  $E_r$  est le module réduit,  $A_c$  est l'aire de contact projetée à la charge maximale.

Le module réduit ( $E_r$ ) relie entre la constante d'élasticité du matériau à indenter et celle du matériau de l'indenteur et se définit par la relation suivante :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (\text{III. 8})$$

Où  $E_i$  et  $\nu_i$  sont le module d'élasticité et le coefficient de poisson de l'indenteur respectivement, où  $E_i = 1140 \text{ GPa}$  et  $\nu_i = 0,07$  pour un indenteur en diamant.  $E$  et  $\nu$  correspondent au module d'élasticité et le coefficient de poisson du matériau à indenter.

Pour tenir compte des approximations faites par Sneddon [20], Bulychev et al [27] introduisent un facteur de correction  $\beta$  dans la relation (Eq III.9)

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (\text{III. 9})$$

Selon Bulychev et al [27], la relation (Eq III.9) est applicable uniquement pour des poinçons cylindriques et sphériques. Tandis que, Oliver et Pharr [21] ont montré que la relation est vraie pour tous les pénétrateurs qui ont un corps de révolution. Le paramètre  $\beta$  est le facteur de correction qui prend la valeur 1 pour un indenteur ayant une symétrie de révolution, 1,034 est la valeur trouvée pour des pénétrateurs de forme triangulaire et 1,012 pour un poinçon plat.

La dureté d'Oliver et Pharr [21] notée HIT se définit par le rapport entre la charge maximale appliquée  $P_{\max}$  et l'aire de contact projetée sur la surface de l'échantillon  $A_c$  (Eq III.10) :

$$\text{HIT} = \frac{P_{\max}}{A_c} \quad (\text{III. 10})$$

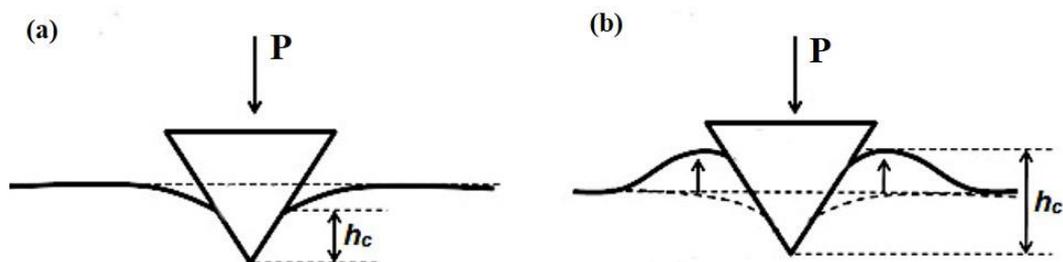
Concernant le calcul de l'aire de contact  $A_c$ , sa détermination nécessite bien évidemment la connaissance de la géométrie de la pointe d'indentation et de la profondeur. Pour un indenteur idéal de type Berkovich, l'aire de contact  $A_c$  s'exprime en fonction de la profondeur,  $h_c$ , par la relation :

$$A_c = 24.5 * h_c^2 \quad (\text{III. 11})$$

Pour évaluer la profondeur de contact  $h_c$ , le modèle de Loubet [24] est ensuite utilisé au lieu d'utiliser celui d'Oliver et Pharr [21], pour apporter des corrections tenant compte de la formation de bourrelets formés autour de l'empreinte durant le chargement (voir Figure III.12). Selon ce modèle  $h_c$  s'exprime comme suit (Eq III.12) :

$$h_c = \alpha_{\text{loub}} \left( h_{\max} - \frac{P_{\max}}{S} \right) \quad (\text{III. 12})$$

Où  $h_{\max}$  est la profondeur maximale pendant le chargement,  $S$  est la rigidité de contact et le facteur  $\alpha_{\text{loub}}$  égal à 1,2.



**Figure.III.12** : Représentation schématique de la profondeur de contact  $h_c$  selon les modèles (a) d'Oliver et Pharr et (b) de Loubet

Dans ce travail, selon le mode de déformation et la nature du matériau indenté, nous devons choisir le modèle le plus adéquat pour chaque matériau pour calculer la hauteur de contact  $h_c$ , soit le modèle d'Oliver et Pharr ou le modèle de Loubet. Une visualisation par microscopie optique ou par microscopie électronique à balayage peut identifier si le mode de déformation soit est de type sink-in (affaissement de la matière) ou pile-up (formation de bourrelet), comme illustré sur la figure III.12. Plusieurs études qu'elles soient numériques ou expérimentales, peuvent identifier le mode de déformation. Giannakopoulos et Suresh [28] ont montré par une méthode numérique d'éléments finis, qu'un rapport entre la profondeur résiduelle  $h_f$ , et la profondeur maximale  $h_{max}$  ( $h_f/h_{max}$ ) pouvait identifier le mode de déformation. D'après ces auteurs [28], le mode « pile-up » se produit lorsque le rapport  $h_f/h_{max} > 0,87$ , alors que le mode « sink-in » se produit pour des valeurs inférieures à cette limite. Une étude expérimentale faite par Yetna N'Jock et al.[29], trouve une valeur limite à ce rapport égal à 0,83,  $h_f/h_{max} < 0,83$  pour le mode « sink-in » et  $h_f/h_{max} > 0,83$  pour le mode « pile-up ». Cependant, pour un matériau ayant un rapport compris entre 0,83 et 0,87, il est important de prendre des précautions et de vérifier, par observation optique, le mode de déformation. Dans cette plage, le choix du modèle, que ce soit celui d'Oliver et Pharr [21] pour le « sink-in » ou celui de Loubet et al. [24] pour le « pile-up », doit être fait en fonction des observations.

La détermination des propriétés mécaniques particulièrement la dureté des revêtements sur des substrats par indentation a toujours été difficile en raison de l'influence du substrat sur les propriétés mesurées [30], [31], [32], [33]. Les méthodes standard pour extraire les propriétés mécaniques ont été développées principalement pour des matériaux monolithiques et sont souvent appliquées aux systèmes film/substrat [21]. Cependant, elles ne prennent pas en compte l'effet du substrat, ce qui peut fausser les résultats, notamment dans le cas d'une couche dure sur un substrat mou. Lorsque la profondeur de pénétration excède la limite préconisée, la dureté mesurée devient une dureté composite ( $H_c$ ), c'est-à-dire un mélange de la dureté du substrat

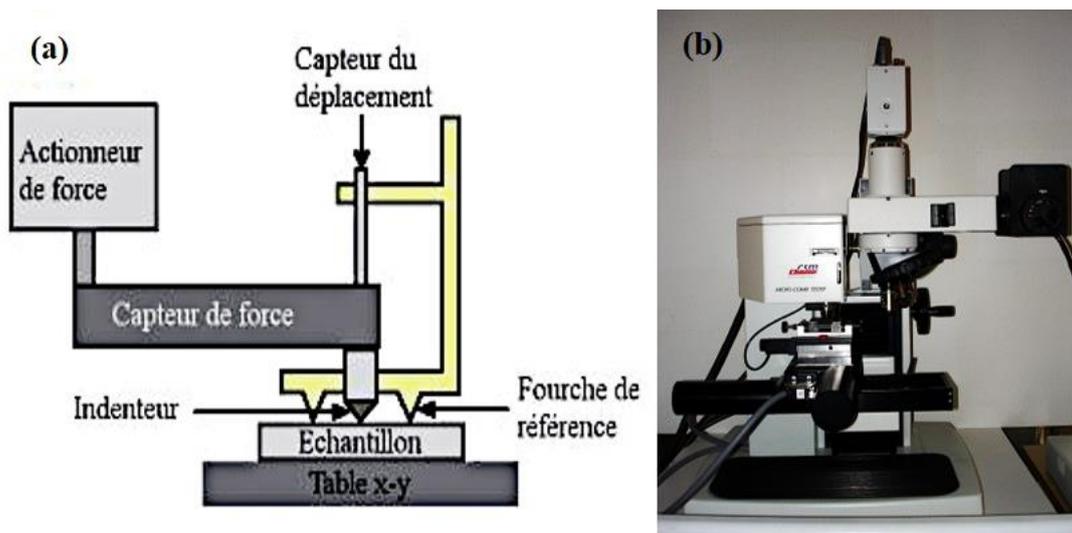
( $H_s$ ) et de celle de la couche ( $H_f$ ) [34], [35], [36]. Pour obtenir des mesures précises de la dureté des revêtements uniquement, une règle empirique couramment utilisée consiste à limiter la profondeur de l'indentation à moins de 10 % de l'épaisseur du film [37], [38].

### V.1.3. Conditions expérimentales des essais

Dans cette étude, les propriétés mécaniques (dureté et module d'élasticité) ont été mesurées par l'indentation instrumentée sur la surface du substrat préalablement poli et sur la surface des dépôts de nickel recuits et non recuits. Les essais d'indentation ont été effectués sur un micro-indenteur instrumenté de type MCT micro-combi-tester développé par la société CSM-Instrument (Anton Paar).

L'instrument utilisé dans ce travail se compose de trois composants majeurs :

- L'ensemble comprend une tête d'indentation munie d'un indenteur. Une photographie ainsi qu'une illustration de la configuration de l'appareil sont présentées dans la Figure III.13 (b). La génération de la force appliquée est réalisée par un électro-aimant. L'échelle des forces applicables varie entre 0,03 et 30N, avec une précision de résolution de 300  $\mu$ N. Le déplacement de l'indenteur est contrôlé au moyen d'un capteur de déplacement linéaire affichant une résolution de 0,3 nm. Une caractéristique notable de l'instrument d'indentation employé dans ce travail est la présence d'une fourche de référence enveloppant l'indenteur, assurant une référence constante pour la profondeur de pénétration dans le matériau (Figure III.13 (a)).
- Un système d'observation optique, équipé d'une caméra CCD (grossissements x5, x20, x50, x100), permet d'examiner les empreintes après les tests. Ce système offre également la possibilité de sélectionner la zone précise où l'indenteur effectuera la pénétration sur la surface.
- Une table à coussin d'air dotée d'un contrôle de déplacement selon les axes x et y (voir Figure III.13 (a)) avec une précision de résolution de 0,25  $\mu$ m.



**Figure III.13 :** (a) Schéma du système d'indentation instrumentée, (b) Photographie du micro-indenteur Micro-Combi-Tester – CSM

Dans cette étude, nous avons employé un indenteur Berkovich de forme pyramidale à base triangle d'angle au sommet de  $65,03^\circ$ , car c'est un indenteur particulièrement adapté pour la caractérisation des dépôts. En moyennant une dizaine de mesures d'indentation, nous avons calculé la valeur de la dureté HIT. Les défauts de la pointe ont été calibrés à l'aide d'un échantillon BK7.

Les conditions d'un essai d'indentation sont :

- Une charge appliquée de 100 mN.
- Une vitesse de chargement et de déchargement fixée à  $200 \text{ mN}\cdot\text{min}^{-1}$ .
- Un temps de maintien de 15 secondes.

## V.2. Essais d'usure

Les essais de frottement ont été effectués à température ambiante en utilisant un appareil appelé « Micro-Combi-Tester-CSM », comme illustré dans la Figure III.14. Ces tests nous ont permis de déterminer les coefficients de frottement et les taux d'usure, deux paramètres clés pour évaluer le comportement tribologique des matériaux étudiés.

Dans notre étude, cette méthodologie implique le déplacement d'une bille comme un pion frottant sur la surface des échantillons. Elle est animée en mode alternatif de va-et-vient le long d'une piste linéaire d'une longueur de 1 mm. L'appareil est équipé de capteurs qui enregistrent simultanément les forces normales et tangentes, permettant ainsi la mesure des coefficients de frottement. Différentes charges normales ont été appliquées aux échantillons pendant les essais

5, 10 et 15 N, avec différentes vitesses de glissement du pion de 20, 30 et 40 mm/min. Le mouvement de glissement est arrêté une fois que la bille a parcouru 500 cycles (aller-retour) sur la piste, correspondant à une distance totale d'usure de 1 m.

La bille utilisée est en alumine de 6 mm de diamètre. Le choix de matériau est justifié par l'inertie chimique de l'alumine, sa haute dureté ( $E = 345 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0,22$ ), ainsi que sa résistance exceptionnelle à l'usure. Les pressions de surface évaluées avec une bille de 6 mm de diamètre, varient entre 960 et 1297 MPa, en fonction des propriétés mécaniques de chaque échantillon. Pour assurer la reproductibilité des mesures, au moins trois essais ont été réalisés sur chaque échantillon. En complément de ces mesures, des observations microscopiques de la piste d'usure ont été réalisées pour discuter le mécanisme et les débris d'usure.

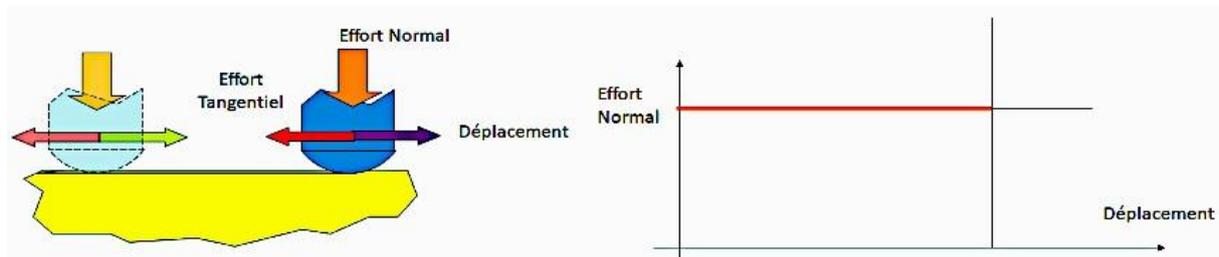


Figure III.14 : Schéma de principe du frottement [39]

**Chapitre IV :**  
**Elaboration et**  
**caractérisation microstructurale et**  
**morphologique de l'alliage de surface**  
**Al-Ni**

## **I. Introduction**

Comme précisé dans le premier chapitre, l'électrodéposition se distingue comme la méthode la plus réputée pour la création d'un alliage de surface Al-Ni sur l'aluminium, visant à améliorer ses caractéristiques mécaniques comme la dureté et les propriétés tribologiques. Cette technique offre une voie prometteuse pour renforcer les performances des matériaux dans diverses applications industrielles et d'ingénierie.

Dans ce chapitre, nous dirigeons d'abord notre attention vers l'élaboration et la caractérisation des revêtements de nickel appliqués sur des substrats en aluminium-magnésium (Al-5Mg) par le biais de l'électrodéposition en régime continu en utilisant le bain de Watt. Dans un second temps, des traitements thermiques isothermes, rigoureusement contrôlés en termes de température et de durée, ont été soigneusement appliqués aux revêtements de nickel, dans le but de créer un alliage de surface de type Al-Ni. Cette étape essentielle est susceptible de conférer aux alliages d'aluminium des propriétés surfaciques intéressantes pour une multitude d'applications industrielles. L'emploi de plusieurs techniques d'analyse et de caractérisation telles que la fluorescence X (XRF), la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB) et la spectrométrie d'énergie dispersive (EDS) a été privilégié pour mieux appréhender l'impact des traitements thermiques sur la microstructure et la composition chimique de cet alliage.

## **II. Elaboration et caractérisation des dépôts de nickel**

### **II.1. Electrodeposition des dépôts de nickel**

Des revêtements de nickel ont été réalisés en régime continu par électrodéposition à différentes durées de déposition (10, 15, 20 et 30 min) en utilisant le bain de Watt sans l'ajout d'additifs. Pour garantir une pureté optimale des dépôts, des composés de très haute pureté ont été choisis pour éviter toute incorporation indésirable d'impuretés dans la structure des dépôts. La composition de ce bain a été choisie selon plusieurs études bibliographiques [1], [2], [3], [4]. Une optimisation de l'ensemble des paramètres d'élaboration des revêtements de nickel est nécessaire pour réussir l'électrodéposition. Le protocole expérimental ainsi que les conditions de déposition sont décrits dans le chapitre III. Visuellement, comme le montre la figure la Figure IV.1, on peut constater une homogénéité notable dans les dépôts de nickel. Ils sont uniformément déposés sur l'ensemble de la surface du substrat en alliage d'aluminium magnésium, présentant ainsi une apparence mate cohérente avec une couleur grise.



**Figure IV.1 :** Photographie des dépôts de nickel électrodéposés sur des substrats Al-5Mg

Cependant, des problèmes d'adhérence peuvent survenir en raison de la mauvaise maîtrise des paramètres lors de l'élaboration des revêtements de nickel, tels que la température, la vitesse d'agitation, le pH de la solution électrolytique et la densité du courant cathodique. La Figure IV.2 montre des dépôts de nickel électrodéposés sur le même substrat, lorsque la température, la valeur du pH et la vitesse d'agitation sont plus élevées que les conditions optimales précédemment détaillées. Dans ces conditions, les dépôts de nickel obtenus sont inhomogènes, ne recouvrant pas entièrement la surface du substrat. On constate également des zones de couleur noircie à la surface.

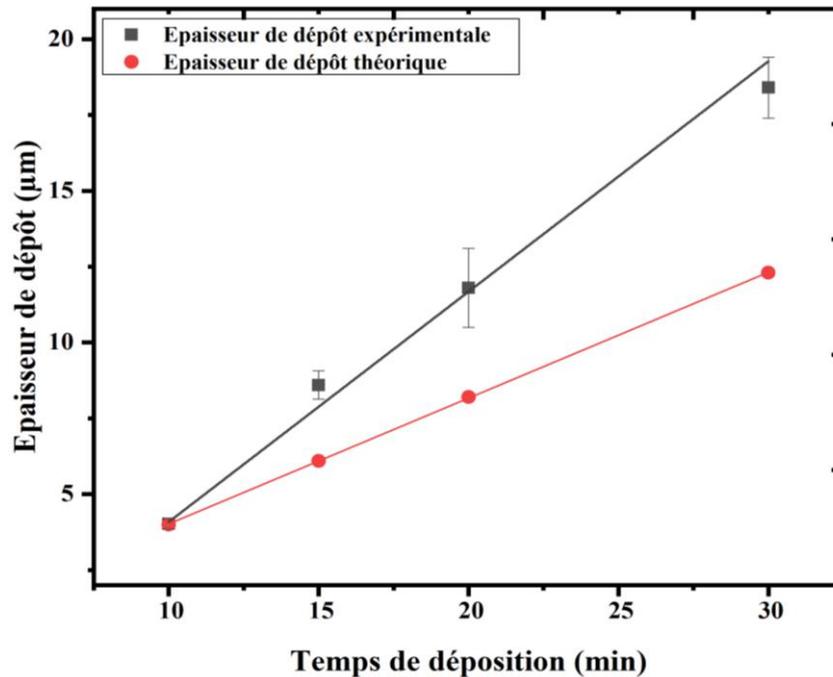


**Figure IV.2 :** Photographie des dépôts de nickel obtenus sous des conditions dépassant les valeurs optimales

Les épaisseurs des dépôts ont été mesurées en utilisant un profilomètre mécanique. En général, les films électrodéposés présentent une épaisseur plus importante sur les bords de l'échantillon que dans la partie centrale, en raison de la concentration du champ électrique aux extrémités. Par conséquent, il peut y avoir une surestimation des mesures d'épaisseur. Pour cette raison, il est recommandé de prendre plusieurs mesures à différents endroits sur chaque échantillon.

La Figure IV.3 présente l'évolution de l'épaisseur des couches de nickel déposées sur des substrats en aluminium en fonction du temps de dépôt, avec une densité de courant  $2 \text{ A.dm}^{-2}$  et des conditions de température et de pH constantes. On observe clairement que l'épaisseur des films de nickel augmente de manière constante, passant de  $4,02 \pm 0,16 \mu\text{m}$  à  $18,40 \pm 1,01 \mu\text{m}$

à mesure que le temps de dépôt s'accroît. Notons que l'épaisseur de chaque dépôt correspondait à la moyenne d'au moins cinq mesures prises à différents endroits. Ces mesures d'épaisseur expérimentales évoluent de manière similaire aux valeurs d'épaisseur théoriques calculées par la loi de Faraday avec un écart qui augmente avec le temps de dépôts (4  $\mu\text{m}$  pour 10 min, 6,14  $\mu\text{m}$  pour 15 min, 8,2  $\mu\text{m}$  pour 20 min, 12,3  $\mu\text{m}$  pour 30 min).



**Figure IV.3 :** Variation de l'épaisseur des revêtements de nickel en fonction de la durée de déposition

La topographie des revêtements de nickel a été analysée à l'aide d'un rugosimètre mécanique ainsi que d'un profilomètre optique. Ces outils ont été utilisés pour caractériser les irrégularités de surface en se basant sur les caractéristiques morphologiques des dépôts. Les résultats relatifs à la rugosité, déduits de ces analyses, sont représentés dans le tableau IV.1.

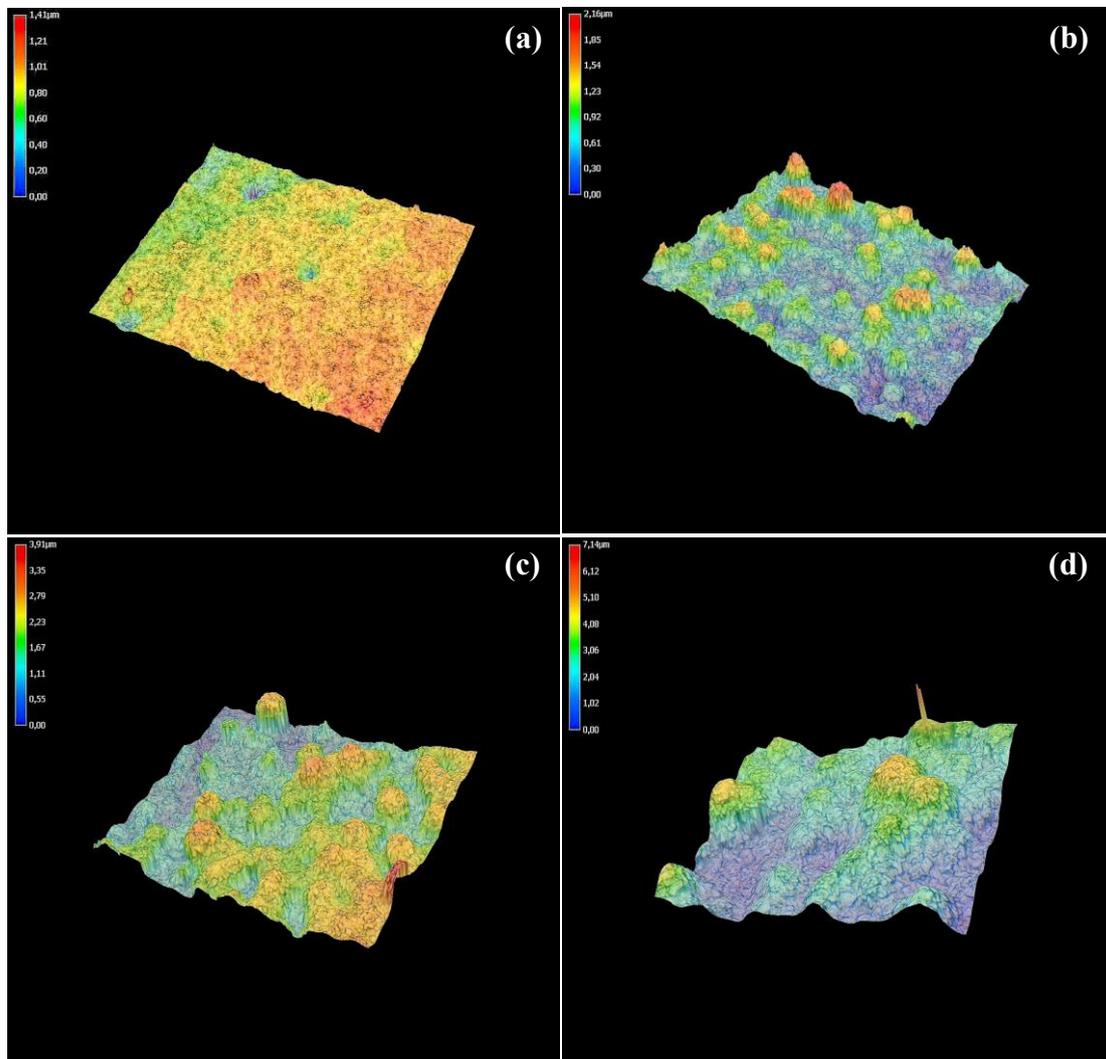
Durée de dépôt (min)	Analyse par rugosimètre mécanique			Analyse par profilomètre optique		
	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rz ( $\mu\text{m}$ )	Rsk	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rz ( $\mu\text{m}$ )	Rsk
10	0,31 $\pm$ 0,06	2,28 $\pm$ 0,30	0,67 $\pm$ 0,35	0,21 $\pm$ 0,05	1,08 $\pm$ 0,15	0,54 $\pm$ 0,29
15	0,35 $\pm$ 0,03	3,56 $\pm$ 0,34	0,71 $\pm$ 0,12	0,31 $\pm$ 0,05	1,13 $\pm$ 0,33	0,55 $\pm$ 0,36
20	0,39 $\pm$ 0,05	3,30 $\pm$ 0,38	0,97 $\pm$ 0,35	0,37 $\pm$ 0,13	1,30 $\pm$ 0,40	0,52 $\pm$ 0,27
30	0,47 $\pm$ 0,15	3,90 $\pm$ 1,97	0,74 $\pm$ 0,08	0,41 $\pm$ 0,18	1,76 $\pm$ 0,64	-0,60 $\pm$ 0,55

**Tableau IV.1 :** Paramètres de rugosité des dépôts de nickel mesurés à l'aide de deux méthodes : mécanique et optique

*Chapitre IV : Elaboration et caractérisation microstructurale et morphologique de l'alliage de surface Al-Ni*

Selon les données du Tableau IV.1, les paramètres de rugosité Ra et Rz augmentent avec la durée de dépôt, qui passe de 10 à 30 minutes. Cette évolution est en parallèle avec l'accroissement de l'épaisseur des dépôts, allant de  $4,02 \pm 0,16 \mu\text{m}$  à  $18,40 \pm 1,01 \mu\text{m}$ . D'après Watanabe [5], cette évolution de rugosité est directement liée à la croissance d'épaisseur des dépôts, il a trouvé que la rugosité des revêtements de nickel sur des substrats amorphes augmente au fur et à mesure que l'épaisseur augmente.

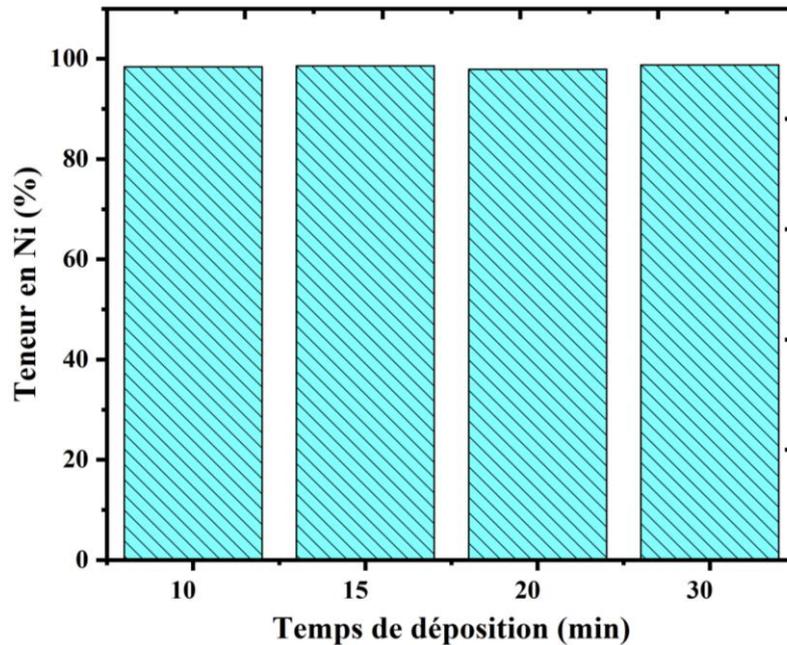
Les valeurs de rugosité (Ra et Rz) obtenues par le profilomètre optique reflètent cette modification de la morphologie de surface, comme le montrent clairement les reconstructions 3D (Figure IV.4 (a-d)), où l'on observe une surface de plus en plus rugueuse à mesure que la durée de dépôt augmente.



**Figure IV.4 :** Images de profilométrie optique de surface des revêtements de nickel déposés à différentes durées de déposition : (a) 10 min, (b) 15 min, (c) 20 min et (d) 30 min

## II.2. Evaluation de la composition chimique

La Figure IV.5 montre la variation des concentrations de nickel en fonction de la durée de déposition. Elle montre que les revêtements de nickel présentent une pureté élevée, atteignant jusqu'à 98 %. Les concentrations mesurées pour les dépôts de nickel sont de 98,4 % pour une durée de 10 min, 98,6 % pour 15 min, 97,9 % pour 20 min, et 98,8 % pour 30 min.



**Figure IV.5 :** Teneurs en nickel en surface des revêtements de nickel à différents temps de déposition

Les concentrations en impuretés (exprimées en % en masse) présentes dans chaque dépôt sont représentées dans le tableau IV.2. Ces résultats révèlent une faible quantité d'impuretés provenant d'éléments métalliques et de soufre, dans les différents dépôts de nickel réalisés à différents temps de déposition.

L'origine des impuretés constatées au sein des dépôts de nickel provient de multiples sources. Tout d'abord, une contamination peut provenir du bain d'électrolyse, comme c'est le cas avec des éléments tels que le chlore. De plus, il peut y avoir une contamination due au zinc qui vient du transfert du substrat depuis le bain de décapage chimique vers la solution électrolytique. Par ailleurs, conformément à la littérature [6], la présence de soufre en tant qu'impureté est une constante dans tous les types de dépôts de nickel, sa concentration dépend fortement des conditions d'élaboration des dépôts. L'incorporation du soufre peut entraîner des contraintes internes et déclencher un phénomène de superplasticité au sein des dépôts de nickel [7], [8].

*Chapitre IV : Elaboration et caractérisation microstructurale et morphologique de l'alliage de surface Al-Ni*

D'autres impuretés peuvent également provenir de l'anode, des sels métalliques utilisés ou même d'une préparation de surface imparfaite, incluant des traces d'huiles ou de résidus de découpe [4]. De plus, selon de nombreuses études disponibles dans la littérature, il semblerait que les impuretés aient tendance à s'incorporer plus aisément à faibles densités de courant. Toutefois, En augmentant la température des bains de nickelage, cela tend à réduire leur présence, ainsi que l'utilisation d'un bain d'électrodéposition sans additif, en employant des composés de haute pureté, pourrait minimiser leur incorporation [6], [9], [10]. La possible présence d'impuretés au sein des dépôts peut exercer une influence sur l'ensemble de leurs propriétés. En effet, elle peut entraîner une fragilisation du dépôt, notamment en raison de l'incorporation d'hydrogène [11].

Eléments	Temps de dépôts (min)			
	10	15	20	30
Na	-	-	0,538	0,647
Al	-	-	0,812	-
Si	-	-	0,059	0,035
S	0,055	-	0,190	0,118
Cl	-	-	0,091	0,148
Mn	0,192	0,112	0,088	-
Fe	0,335	0,195	0,172	0,064
Zn	0,977	1,130	0,357	-
Pd	-	-	0,270	-

**Tableau IV.2 :** Teneurs (en % masse) en impuretés pour chaque dépôt de nickel

### **II.3. Caractérisation microstructurale**

À cette fin, la structure cristallographique du substrat en alliage d'aluminium-magnésium et du dépôt de nickel a été déterminée par diffraction des rayons X en mode symétrique ( $\theta/2\theta$ ), avec un angle de balayage de 20 à 90°. Tous les diffractogrammes expérimentaux obtenus sont comparés aux différentes fiches de référence du ICDD (Centre International de Diffraction des Rayons X).

Les Figures IV.6-a et b illustrent les pics de diffraction des rayons X du substrat et du dépôt de nickel réalisé par électrodéposition pendant 10 minutes. Le diffractogramme du substrat (Figure IV.6-a) correspond à une structure cubique face centré (CFC). Les principales directions de diffraction sont (111), (200), (220), (311) et (222) observées respectivement aux angles  $2\theta$  de  $38,3^\circ$ ,  $44,5^\circ$ ,  $64,8^\circ$ ,  $77,9^\circ$  et  $82,0^\circ$  et correspondent au réseau cristallin de  $Al_{0,95}Mg_{0,05}$ . De plus, deux pics de faible intensité, apparaissant à  $2\theta = 40,11^\circ$  et  $45,08^\circ$ , sont attribués au composé FeSi qui pourrait exister comme impureté lors de la coulée d'aluminium.

La diffraction des rayons X réalisée sur le dépôt de nickel (Figure IV.6-b), d'une épaisseur de  $4\ \mu m$ , révèlent les principaux pics caractéristiques du nickel (111), (200) et (220), clairement visibles à des angles  $2\theta$  respectifs de  $44,5^\circ$ ,  $51,9^\circ$  et  $76,5^\circ$ .

Par ailleurs, nous pouvons constater la présence des pics de  $Al_{0,95}Mg_{0,05}$  provenant du substrat sur (Figure IV.6-b), bien que leur intensité ait diminué. Cette observation concorde avec une étude similaire réalisée dans un bain de composition similaire, qui signale la persistance des pics du substrat après une durée de dépôt de nickel de 10 min [12], [13].

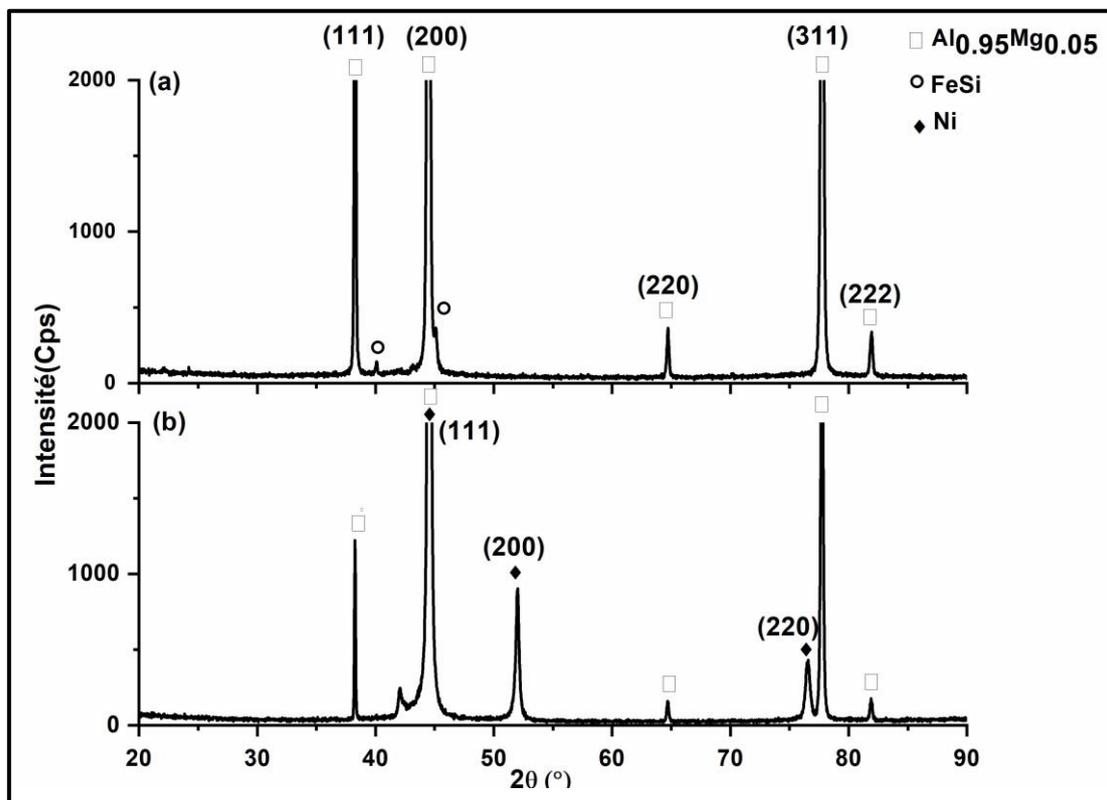
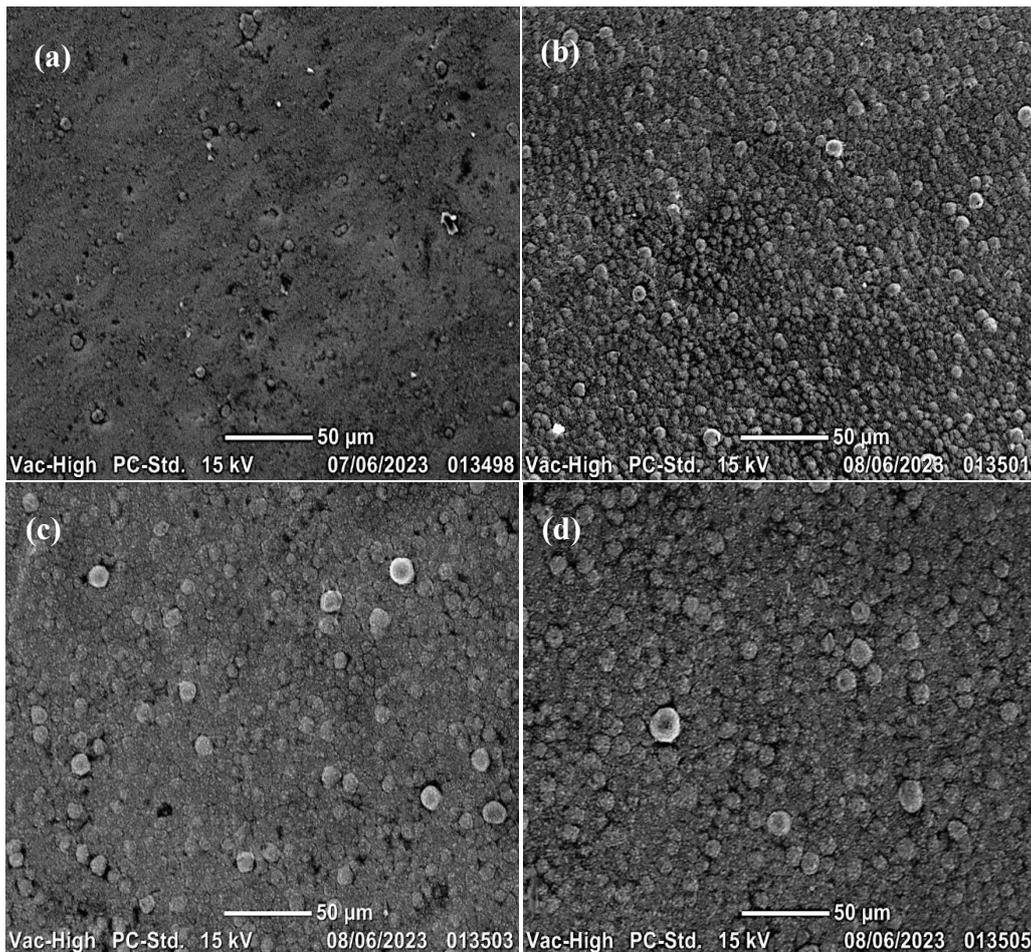


Figure IV.6 : Spectres de diffraction de rayons X (a) du substrat Al-5Mg et (b) du Ni déposé pendant 10 min

#### **II.4. Caractérisation morphologique**

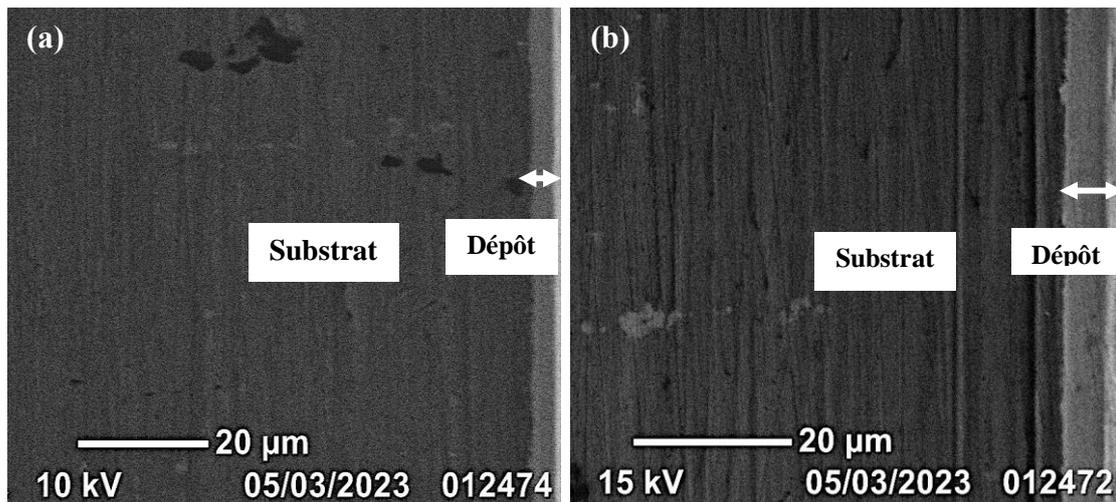
L'influence de la durée de dépôt sur la morphologie des revêtements de nickel obtenus sur des substrats en aluminium magnésium a été observée par des observations effectuées en Microscopie Électronique à Balayage (MEB).

Les figures IV.7 (a-d) présentent des vues en surface qui mettent en évidence les dépôts de nickel résultant de l'électrodéposition à différentes durées de déposition. Les surfaces de tous les dépôts obtenus révèlent une microstructure compacte et relativement uniforme, qui couvre de manière homogène l'intégralité de la surface du substrat. Aucune fissure ni porosité n'a été observée. Les observations microscopiques ont également révélé une microstructure à particules sphériques, typique des revêtements de nickel obtenus par électrodéposition pour des faibles densités de courant [12], [14], avec un diamètre croissant en fonction du temps de dépôt en concordance avec les résultats de la rugosité.



**Figure IV.7 :** Micrographies en surface des revêtements de nickel à différents temps de dépôt : (a) 10 min, (b) 15 min, (c) 20 min et (d) 30 min

Les observations effectuées en MEB sur les coupes transversales montrant l'interface entre les dépôts de nickel réalisées à des temps de dépôt de 10 et 15 min et le substrat sont illustrées par les figures IV.8-a et b. Les coupes transversales révèlent une excellente adhérence du revêtement au substrat, sans délamination, avec une uniformité satisfaisante le long du substrat. La bonne adhérence est justifiée par l'absence d'une interface contrastée.



**Figure IV.8 :** Observations MEB en sections transversales des revêtements de nickel déposés à différents temps : (a) 10 min et (b) 15 min

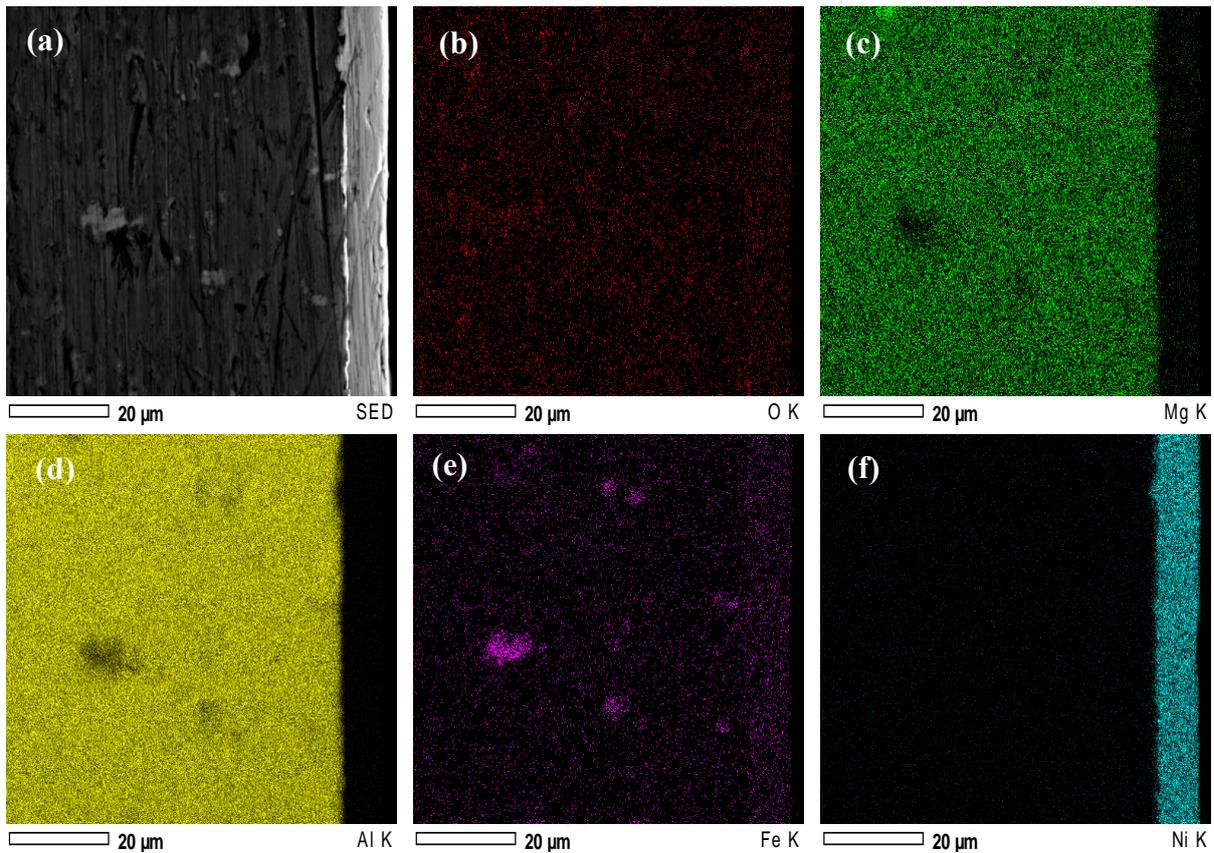
De plus, des analyses dispersives en énergie (EDS) ont été réalisées en coupes transverses dans la zone de dépôt et la zone de substrat, afin de déterminer la teneur en nickel et en aluminium de ces deux zones. Les résultats du tableau IV.3 confirment une teneur en nickel de 100% dans la couche supérieure (zone de dépôt) et une teneur en aluminium de 93,4 % à proximité du revêtement (zone de substrat), ce qui est en accord avec la composition du composite

	Eléments [at (%)]	
	Ni	Al
<b>Dépôt</b>	100	-
<b>Substrat</b>	-	93,4

**Tableau IV.3 :** Composition en éléments dans la zone de dépôt et la zone de substrat indiquées dans la Figure IV.8 (a) et (b) (en % de Ni et Al)

Les résultats obtenus à partir des cartographies EDS effectuées sur une coupe transversale du dépôt de nickel non recuit, comme illustré dans la figure IV.9, révèlent que, les éléments Al et

Mg (Figure IV.9-c et d) sont présents dans la zone du substrat, tandis que l'élément Ni (Figure IV.9-f) est localisé dans la zone de dépôt. De plus, ces résultats indiquent une légère contamination par un seul élément métallique, qui est le fer (Figure IV.9-e), ainsi qu'une contamination par l'oxygène (Figure IV.9-b) qui n'a pas pu être quantifiée par la fluorescence aux rayons X. Ces cartographies révèlent que la contamination en impuretés d'éléments métalliques est moins importante que celle présente en surface, telle qu'elle est détectée par la spectrométrie de fluorescence X à dispersion (Tableau IV.2).



**Figure IV.9 :** Cartographie des éléments par EDS réalisé à la coupe transverse du dépôt de nickel

### III. Caractérisations des dépôts après traitements

#### III.1. Elaboration de l'alliage de surface Al-Ni

Après avoir élaboré les dépôts de nickel avec différentes épaisseurs, nous avons soumis ces derniers à des traitements thermiques de type recuit isotherme à l'air libre afin de créer un alliage de surface Al-Ni en formant des couches intermétalliques intermédiaires entre le substrat d'Al-

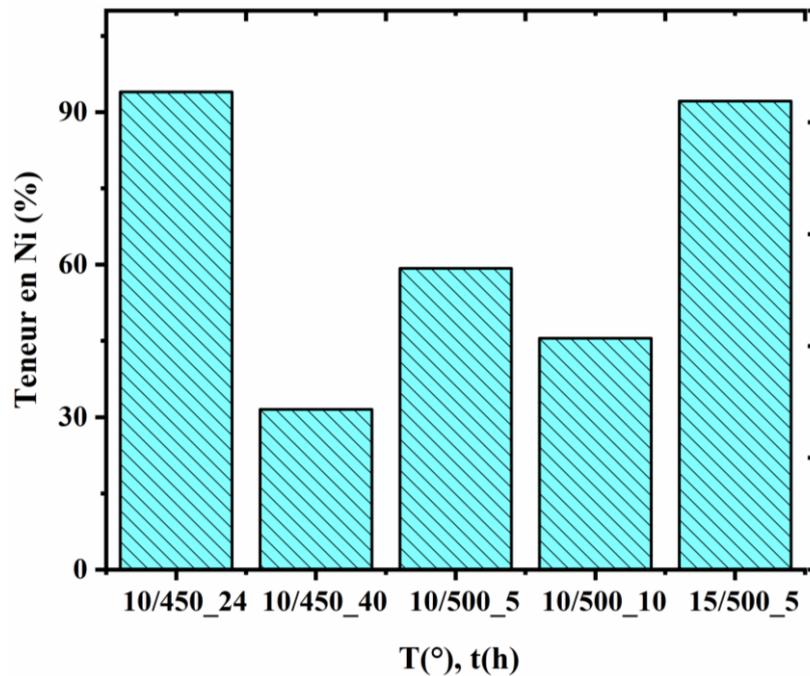
5Mg et le dépôt de nickel. Suite à une étude approfondie des différentes conditions de recuit appliquées aux dépôts de nickel sur des substrats en aluminium dans la littérature [13], [15], [16], [17], [18], trois températures : 450°C, 500°C et 550°C, ont été sélectionnées pour mener nos expérimentations de recuit sur des dépôts de nickel d'épaisseurs de 4 et 8 µm (dépôts à 10 et 15 min). Ces essais ont été effectués sur des temps variant de 1 à 40 h en fonction de la température de diffusion : 450°C/24h, 450°C/40h, 500°C/5h, 500°C/10h, 550°C/1h, comme indiqué dans le tableau IV.4. Afin d'assurer une diffusion efficace des atomes de nickel vers le substrat tout en évitant le détachement du dépôt, ces intervalles de temps de recuit représentent des conditions optimales qui ont été déterminés après une série de tests préliminaires.

	<b>Temps de dépôt de nickel (min)</b>	<b>Température de recuit (°C)</b>	<b>Temps de recuit (h)</b>
<b>10/450_24</b>	10	450	24
<b>10/450_40</b>	10	450	40
<b>10/500-5</b>	10	500	5
<b>15/500_5</b>	15	500	5
<b>10/500_10</b>	10	500	10
<b>10/550_1</b>	10	550	1
<b>15/550_1</b>	15	550	1

**Tableau IV.4 :** Nom des échantillons élaborés à différents temps de dépôt et soumis à des traitements thermiques à diverses températures et durées

### **III.2. Evaluation de la composition chimique**

Des analyses de la composition chimique, ont été effectuées en utilisant la spectrométrie de fluorescence X (WD-XRF). La figure IV.10 illustre la variation des concentrations de nickel pour chaque température et chaque temps de recuit. Il est observé une diminution significative de la teneur en nickel à mesure que la température s'élève ou que la durée du traitement thermique est prolongée. Cette tendance est particulièrement marquée pour les recuits réalisés à 450°C pendant 40 h et à 500°C pendant 5 et 10 h. Cette diminution des concentrations s'explique par la diffusion des atomes de nickel du dépôt vers le substrat, en particulier à l'interface substrat/dépôt [19].



**Figure IV.10 :** Teneurs en nickel en surface des revêtements de nickel après différents traitements thermiques

Ces observations mettent en évidence l'importance de la température et du temps du recuit dans la modification de la composition chimique de la surface des dépôts. Les résultats semblent indiquer que des conditions plus élevées de température et de temps de traitement favorisent une diffusion plus marquée entre le nickel et le substrat. Cela renforce l'idée que les conditions de recuit doivent être soigneusement optimisées pour obtenir les propriétés désirées de l'alliage de surface Al-Ni, tout en évitant les phénomènes indésirables tels que le détachement du dépôt. Les données des analyses de la composition chimique en surface des dépôts de nickel, présentées dans le tableau IV.5, révèlent une contamination plus marquée en surface après traitement thermique, avec des concentrations nettement plus élevées d'éléments métalliques. Cette augmentation des concentrations semble liée aux conditions de recuit, qui suggère une oxydation des échantillons due à l'élévation de la température. Cette hausse de température pourrait favoriser des réactions entre les dépôts de nickel et l'air ambiant dans le four électrique pendant le traitement thermique.

	Conditions du traitement thermique					
	T/t du traitement thermique (°C/h)	450/24	450/40	500/5		500/10
	Durée de déposition (min)	10	10	10	15	10
<b>Eléments</b>	<b>Na</b>	1,630	1,710	1,640	4,660	0,573
	<b>Mg</b>	0,281	11,50	1,530	-	10,80
	<b>Al</b>	0,781	49,10	30,80	-	41,90
	<b>Si</b>	0,610	3,940	4,410	0,245	0,265
	<b>S</b>	0,040	0,188	0,122	-	0,049
	<b>Cl</b>	0,220	0,756	0,249	0,129	0,099
	<b>Mn</b>	0,235	0,152	0,262	0,129	0,202
	<b>Fe</b>	0,281	0,233	0,285	0,202	0,353
	<b>Cu</b>	-	0,071	0,005	-	-
	<b>Zn</b>	1,930	0,686	1,430	2,040	0,255
	<b>Ag</b>	-	0,153	-	0,443	-

**Tableau.IV.5** : Concentration en impuretés des dépôts de nickel déposés à 10 et 15 min, puis recuits à différentes températures et différentes durées

### III.3. Caractérisation microstructurale

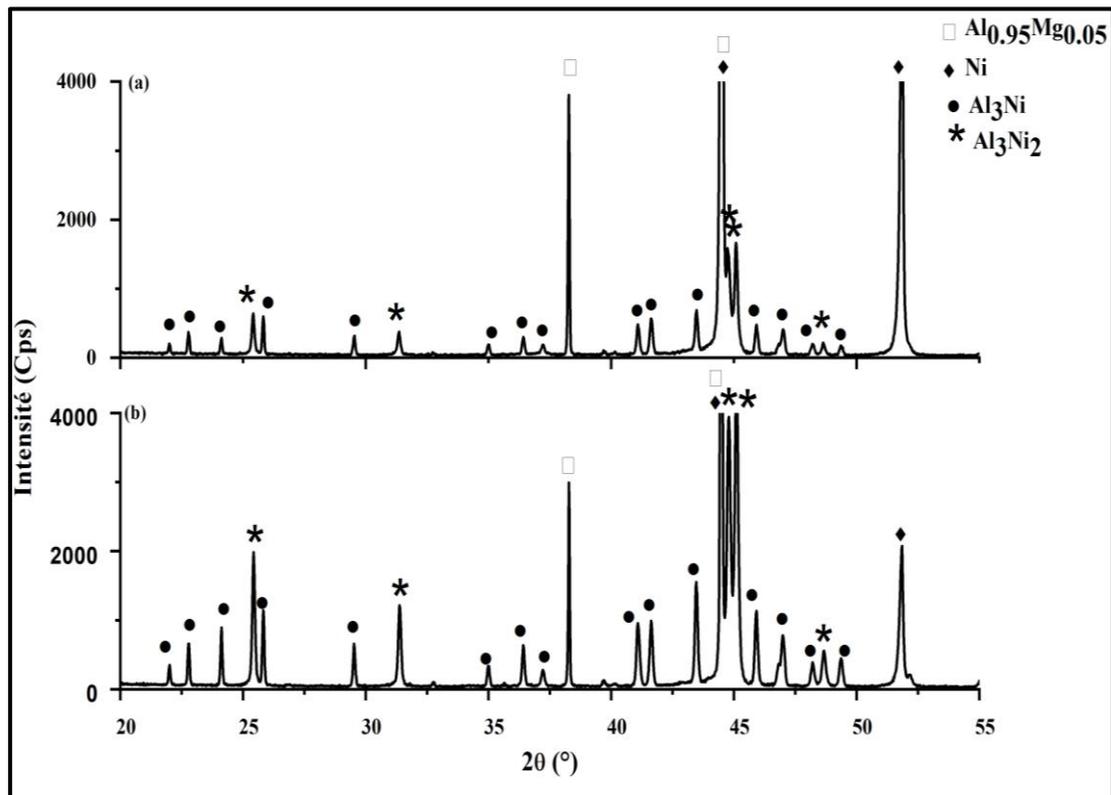
Les revêtements de nickel déposés à 10 et 15 min que nous avons soumis à des traitements thermiques à différentes températures pendant des temps qui varient de 1 à 40 h selon la température de diffusion (450, 500 et 550°C) ont été caractérisés par DRX afin d'identifier les phases formées.

La figures IV.11-a et b présentent les diagrammes de DRX des dépôts de nickel déposés pendant 10 min et soumis ensuite à des recuits à 450°C pendant diverses durées (24 et 40 h). Après un recuit à 450°C pendant 24 h, les diagrammes ont révélé les directions principales du substrat, à savoir  $Al_{0.95}Mg_{0.05}$  (111) et (200), ainsi que le réseau cubique du nickel avec les pics (111) et (200). Le dépôt de nickel dans un bain de Watt à faible densité de courant a entraîné une croissance aléatoire des grains, avec des intensités maximales dans les directions (111) et (200) [12], [20]. De plus, de nouveaux pics attribués à la formation de deux phases intermétalliques,  $Al_3Ni$  et  $Al_3Ni_2$ , sont apparus, avec plus de directions de croissance correspondant à  $Al_3Ni$

(Figure IV.11-a). Il est difficile d'indexer précisément les pics entre  $44,5^\circ$  et  $46,0^\circ$ , car certaines directions d' $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  et d' $\text{Al}_3\text{Ni}$  diffractent à ces positions angulaires. La présence de ces nouveaux pics dans le revêtement de nickel après le traitement thermique confirme le phénomène de diffusion des atomes de nickel venant du revêtement vers le substrat d'aluminium.

Selon des travaux antérieurs, à savoir un recuit à  $450^\circ\text{C}$  pendant un temps de 24 h [13], deux phases intermétalliques correspondant à  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  ont été identifiées dans un revêtement de nickel déposé sur un substrat d'aluminium.

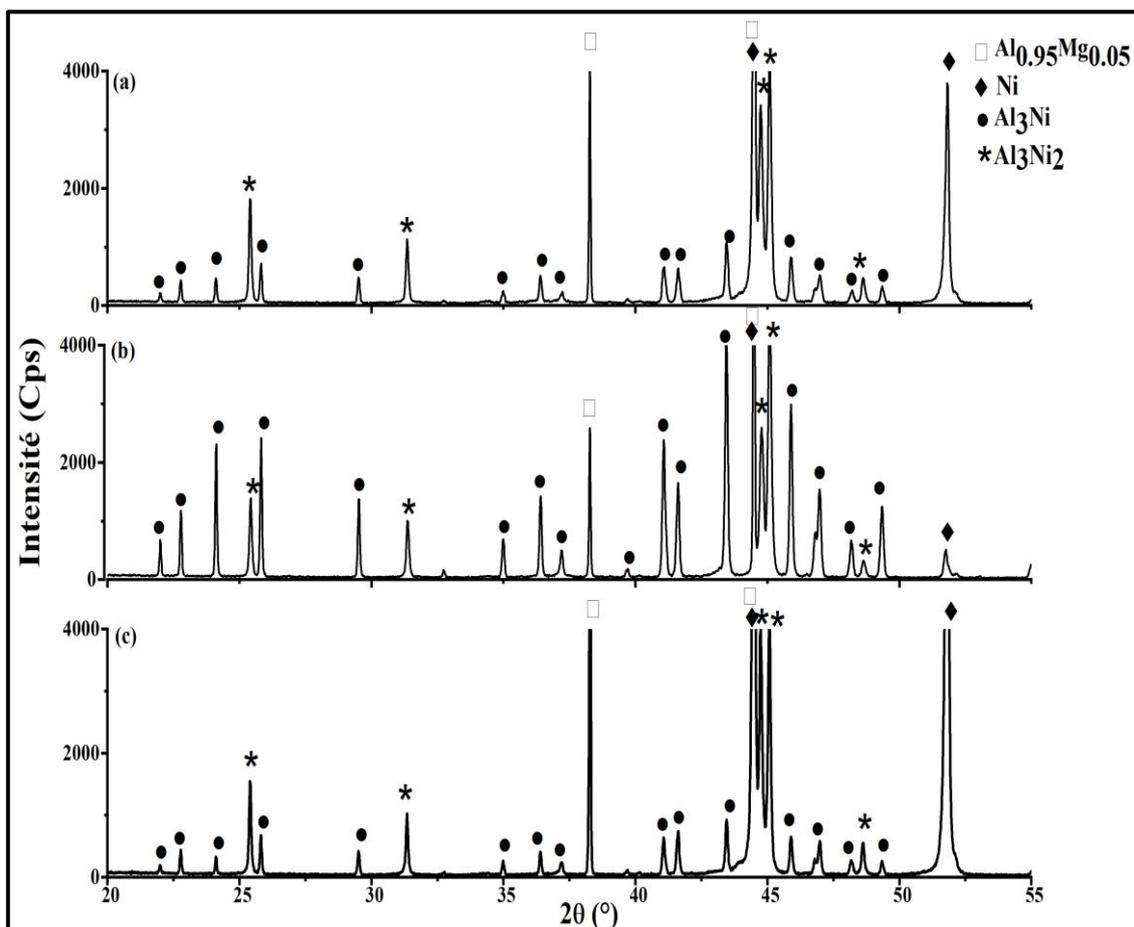
La figure IV.11-b présente le diffractogramme obtenu pour le dépôt de nickel après un recuit à  $450^\circ\text{C}$  pendant une durée prolongée de 40 h. Nous pouvons également observer la présence de pics correspondant aux deux phases intermétalliques,  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ . Il est notable que l'intensité des pics attribués à la structure cristalline d' $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  augmente significativement à mesure que la durée du recuit se prolonge.



**Figure IV.11** : Diffractogrammes de diffraction des rayons X des revêtements de nickel soumis à un recuit à  $450^\circ\text{C}$  (10/450\_24 et 10/450\_40) pendant : (a) 24 h et (b) 40 h

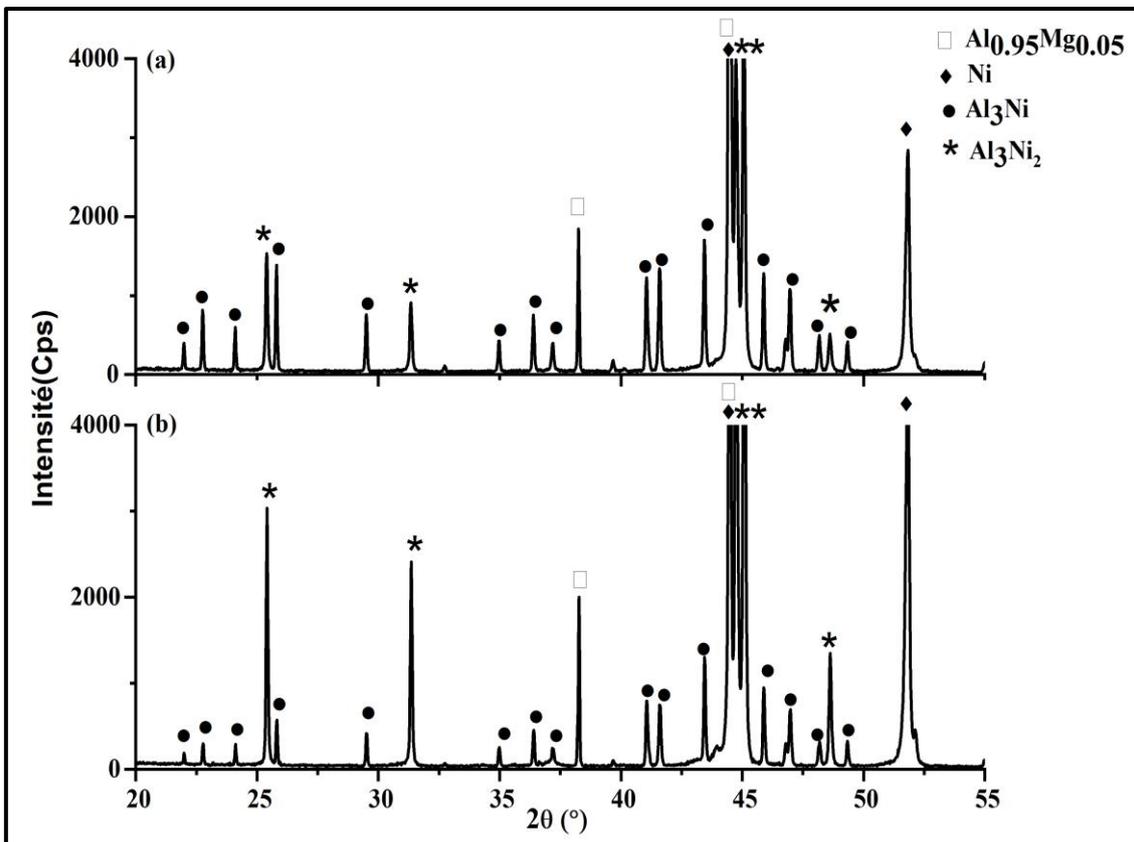
Les figures IV.12-a, b et c présentent les diagrammes DRX des revêtements de nickel déposés pendant 10 min et 15 min et soumis ensuite à des traitements thermiques à  $500^\circ\text{C}$  pendant

diverses durées (5 et 10 h). La figure IV.12-a montre que les diffractogrammes X effectués pour le dépôt de nickel (10/500\_5) sont similaires à ceux enregistrés à une température inférieure (450°C) avec une durée de chauffage plus longue (40 h) (Figure IV.11-b), avec la présence des deux phases intermétalliques. En revanche, la croissance de la phase  $Al_3Ni$  est prédominante et plus intense pour le même recuit à 500°C, lorsque la durée de recuit est plus longue (10 h par rapport à 5 h) (Figure IV.12-b). Les pics du nickel, comme par exemple Ni (200) à 51,8°C, sont moins intenses, ce qui indique une meilleure réaction du nickel avec l'aluminium. De plus, le diffractogramme DRX obtenu pour l'échantillon 15/500\_5, avec une durée de dépôt de nickel de 15 min, recuit à la même température de 500°C pendant 5 h (Figure IV.12-c), ne présente pas de différence significative par rapport à l'échantillon 10/500\_5. Ce résultat peut s'expliquer par le temps de recuit insuffisant pour diffuser davantage de nickel dans le substrat et former des phases intermétalliques plus intenses.



**Figure IV.12 :** Diffractogrammes de diffraction des rayons X enregistrés pour : un dépôt de nickel de 10 min suivi d'un recuit à 500°C pendant 5 h (a) et 10 h (b) et un dépôt de nickel de 15 min suivi d'un recuit à 500°C pendant 5 h (c)

Par ailleurs, en examinant une couche de nickel déposée pendant 10 min et soumise à une température de recuit plus élevée à 550°C pendant une heure (10/550\_1), nous observons que les résultats DRX (Figure IV.13-a) révèlent que les pics les plus intenses correspondent à la phase  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Ces résultats sont similaires à ceux des recuits précédents, à savoir 10/450\_24 et 10/500\_10 obtenus à une température inférieure et avec une durée de chauffage prolongée (voir figure IV.11-a et figure IV.12-b). Dans le cas d'un dépôt de nickel plus épais, réalisé sur une période de 15 min (15/550\_1) et soumis aux mêmes conditions de recuit à 550°C pendant une heure, les diffractogrammes illustrés dans la figure IV.13-b révèlent clairement la création des deux phases intermétalliques,  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , avec des pics plus intenses pour la phase  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  en raison de l'épaisseur accrue de la couche de nickel. Ce résultat est en cohérence avec des résultats précédents [21].



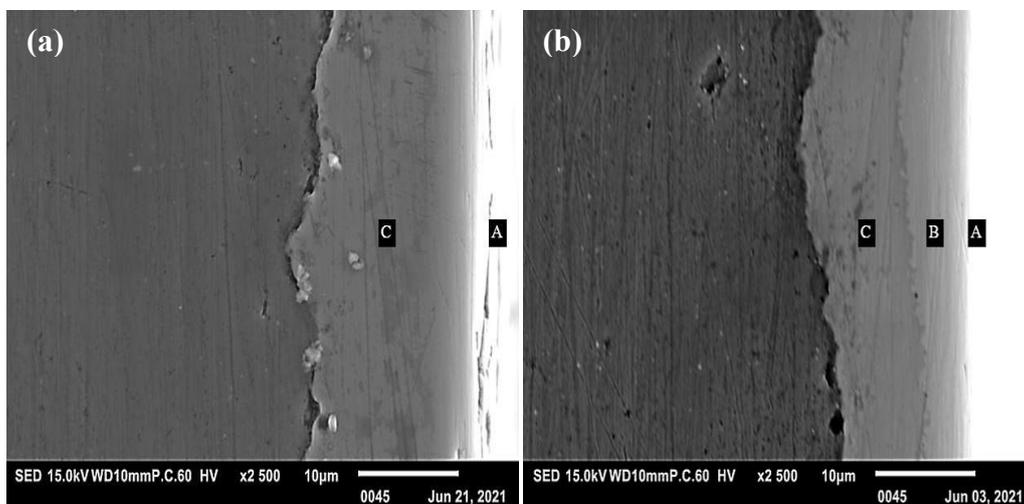
**Figure IV.13 :** Diffractogrammes de diffraction des rayons X enregistrés pour un dépôt de nickel de 10 min (a) et de 15 min (b), suivi d'un recuit à 550°C pendant 1 h

#### III.4. Caractérisation morphologique

Les observations en microscopie électronique à balayage (MEB) ont été effectuées sur les sections transversales substrat-dépôt. Ceci a été réalisé à différentes températures et différentes

durées de traitement thermique afin de mettre en évidence la diffusion du nickel dans le substrat et l'évolution de l'épaisseur des couches intermétalliques formées.

Les figures IV.14-a et b présentent les deux micrographies en coupe transversale des dépôts de nickel traités thermiquement à 450°C pendant 24 et 40 h, montrant respectivement deux régions (A et C) et trois régions (A, B et C). Il convient de noter que, quelle que soit la durée du dépôt de nickel ou le traitement thermique appliqué, les micrographies permettent de constater que tous les dépôts ont bien adhéré au substrat, caractérisés par une structure relativement dense. Cependant, nous devons signaler que l'interface substrat/revêtement révèle une limite non uniforme.



**Figure IV.14 :** Micrographies MEB des sections transversales obtenues après recuit à 450°C pendant : (a) 24 h et (b) 40 h

L'échantillon soumis à un traitement thermique de 24 h à 450°C présente un revêtement d'une épaisseur de  $11 \pm 3 \mu\text{m}$ , accompagné de la formation d'une seule couche intermédiaire, comme clairement illustré dans la figure IV.14-a. Cette formation résulte de la diffusion entre les atomes de nickel venant du revêtement et les atomes de l'aluminium venant du substrat. Une analyse par spectrométrie de dispersion d'énergie (EDS) détaillée (voir Tableau IV.6) révèle que la teneur en pourcentage atomique de nickel à la couche supérieure, dans la région A, atteint environ 98,9 %, correspondant au nickel non réagi sur une épaisseur de 4  $\mu\text{m}$ . En revanche, dans la région C, la teneur en nickel est d'environ 31,3 % en pourcentage atomique, s'étalant sur une épaisseur de 7  $\mu\text{m}$ . Conformément au diagramme de phase binaire Al-Ni [22], cette composition correspond à une phase intermétallique  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , et en bon accord avec les résultats obtenus par la diffraction des rayons X.

*Chapitre IV : Elaboration et caractérisation microstructurale et morphologique de l'alliage de surface Al-Ni*

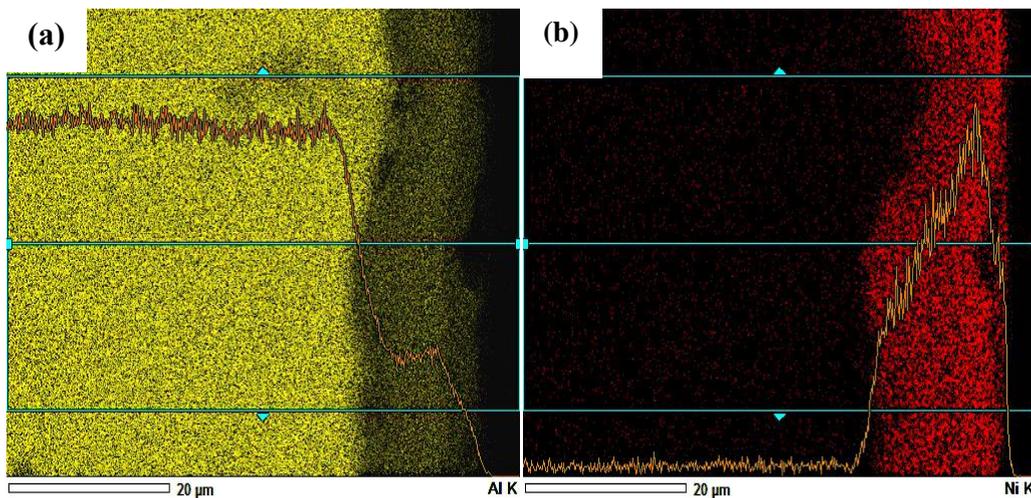
Après un temps de recuit plus long de 40 h à la même température (10/450\_40), nous observons la création de deux couches intermédiaires d'une épaisseur totale d'environ  $13,0 \pm 1,5 \mu\text{m}$ , (Figure IV.14-b) : une fine région B et une région C plus épaisse. La couche supérieure A, présente une teneur élevée en nickel, atteignant 89,1 % en pourcentage atomique, et contient environ de 10,9 % en pourcentage atomique d'aluminium. Ce résultat met en évidence la migration ascendante des atomes d'aluminium lors du traitement thermique. La région B révèle une concentration de nickel, approximativement de 47 % en pourcentage atomique, ce qui indique la présence de la phase intermétallique  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ . En revanche, la région C contient moins de nickel et plus d'aluminium par rapport à la région B, ce qui correspond à la phase  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Conformément aux travaux antérieurs de Li et al. [23], ainsi qu'aux résultats de la diffraction des rayons X et de l'analyse EDS obtenus à 450 °C pour différentes durées, il apparaît nécessaire de prolonger la durée de traitement thermique pour obtenir une couche d'épaisseur significative avec la présence des deux phases intermétalliques.

El	Zone	10/450_24	10/450_40	10/500_5	10/500_10	15/500_5	10/550_1	15/550_1
Ni	A	98.9	89.1	56.6	47.4	96.5	46.8	65.8
	B	-	47.0	39.7	-	40.7	-	47.4
	C	31.3	28.9	28.9	29.9	30.2	29.3	28.9
Al	A	1.1	10.9	43.4	53.6	3.5	53.2	34.2
	B	-	53.0	60.3	-	59.3	-	52.6
	C	68.7	71.1	71.1	70.1	69.8	70.7	71.1
<b>Phases identifiées</b>	Ni, $\text{Al}_3\text{Ni}$	Ni, $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , $\text{Al}_3\text{Ni}$	Ni, $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , $\text{Al}_3\text{Ni}$	Ni, $\text{Al}_3\text{Ni}$	Ni, $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , $\text{Al}_3\text{Ni}$	Ni, $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , $\text{Al}_3\text{Ni}$	Ni, $\text{Al}_3\text{Ni}$	Ni, $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , $\text{Al}_3\text{Ni}$

**Tableau IV.6 :** Composition des éléments dans les régions A, B et C de la section transversale et des phases correspondantes  
(Les valeurs sont données dans une gamme de  $\pm 0,5$ )

Les figures IV.15-a et b présentent des cartographies EDS réalisées sur une coupe transversale du dépôt de nickel recuit à 450°C pendant 40 h (10/450\_40). Ces cartographies confirment de manière évidente le phénomène de diffusion entre le nickel et l'aluminium qui se produit à l'interface substrat/dépôt au cours du recuit. Nous pouvons observer de manière distincte comment la concentration de nickel est significativement élevée en surface (Figure IV.15-b), puis diminue progressivement en s'approchant du substrat. Cette diminution du nickel atteint

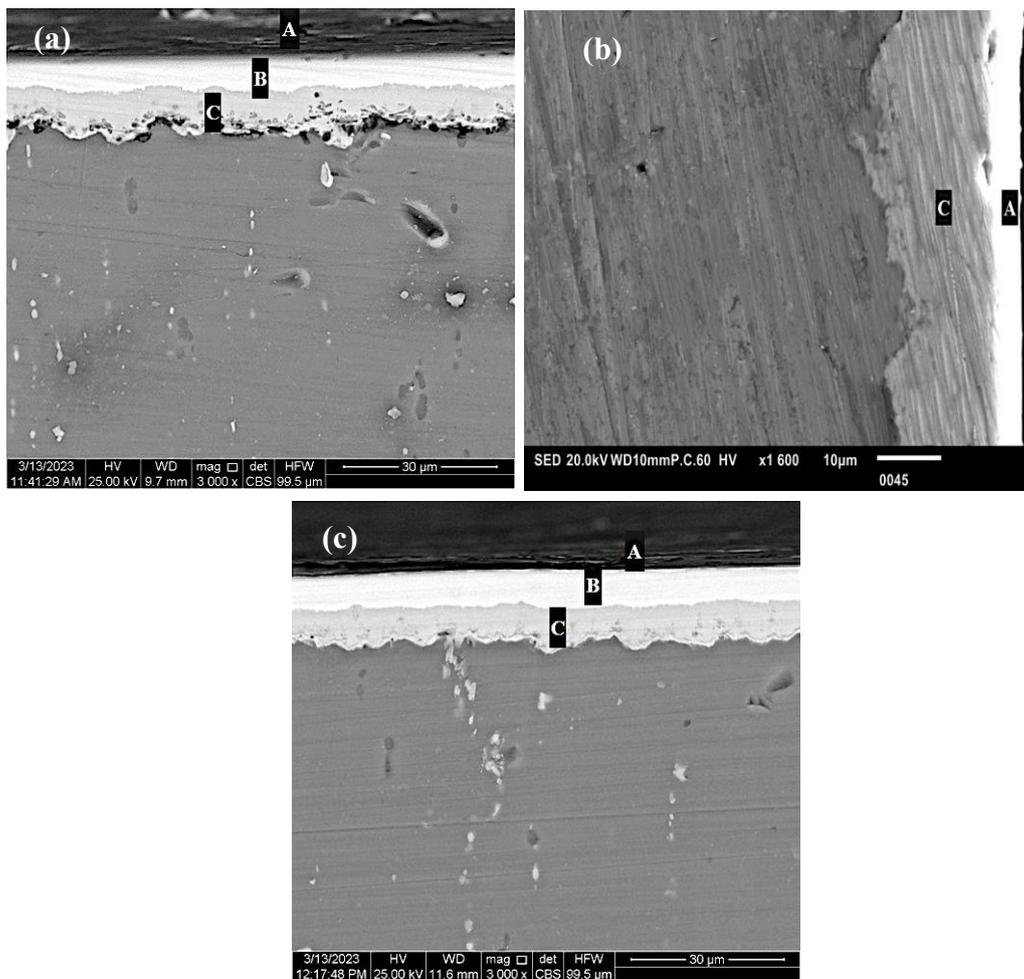
son point culminant avec la formation de phases intermétalliques ( $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ ), ce qui atteste de son interaction avec l'aluminium du substrat. D'autre part, la distribution de l'aluminium se distingue par une forte concentration dans la région du substrat (Figure IV.15-a) et cette concentration demeure relativement stable jusqu'à ce qu'elle diminue en s'approchant de l'interface.



**Figure IV.15** : Cartographies EDS montrant la diffusion de l'aluminium et du nickel à l'interface revêtement/substrat après un recuit à 450°C pendant 40 h

Les figures IV.16-a, b et c présentent les sections transversales observées par MEB des revêtements de nickel déposés pendant 10 min et 15 min et soumis ensuite à des recuits à 500°C pendant diverses durées (5 et 10 h). Dans la figure IV.16-a, on constate la formation de deux couches distinctes entre le dépôt de nickel et le substrat. Cela résulte d'un dépôt de nickel plus mince, puis recuit à 500°C pendant 5 h (10/500\_5). L'épaisseur de la couche intermétallique est similaire à celle du cas précédemment observé (10/450\_40), soit environ  $13,50 \pm 1,69 \mu\text{m}$ . Les résultats obtenus par spectrométrie de dispersion d'énergie (EDS) (Tableau IV.6) confirment ces observations avec des compositions d'environ 56,6% at. de Ni dans la région A, 39,7% at. de Ni dans la région B et 28,9% at. de Ni dans la région C, et indiquent que tout le nickel a réagi pour former des phases intermétalliques  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  près de la couche supérieure (région A) et  $\text{Al}_3\text{Ni}$  près du substrat, respectivement. Dans le cas d'un traitement thermique de 10 h à la même température (10/500\_10), la figure IV.16- b montre la formation d'une seule couche intermétallique avec une épaisseur plus épaisse d'environ  $19 \pm 2 \mu\text{m}$ . Les résultats de l'EDS confirment que la composition dans la région C est exclusivement liée à la présence de la phase  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , avec une teneur de 29,9 % en pourcentage atomique de Ni.

Quant à la figure IV.16-c, elle présente l'observation de deux couches intermédiaires entre le revêtement de nickel et le substrat résultant d'un dépôt de nickel plus épais, soumis au même traitement thermique de 5 h à 500°C (15/500\_5). L'épaisseur totale des couches intermétalliques est relativement fine, environ  $11,2 \pm 2,1 \mu\text{m}$ . Selon les résultats de DRX, augmenter le temps de déposition de nickel pour obtenir un revêtement de nickel plus épais qui pourrait réagir pendant le recuit et créer des phases intermétalliques intenses n'est utile que si la durée du chauffage est suffisante.

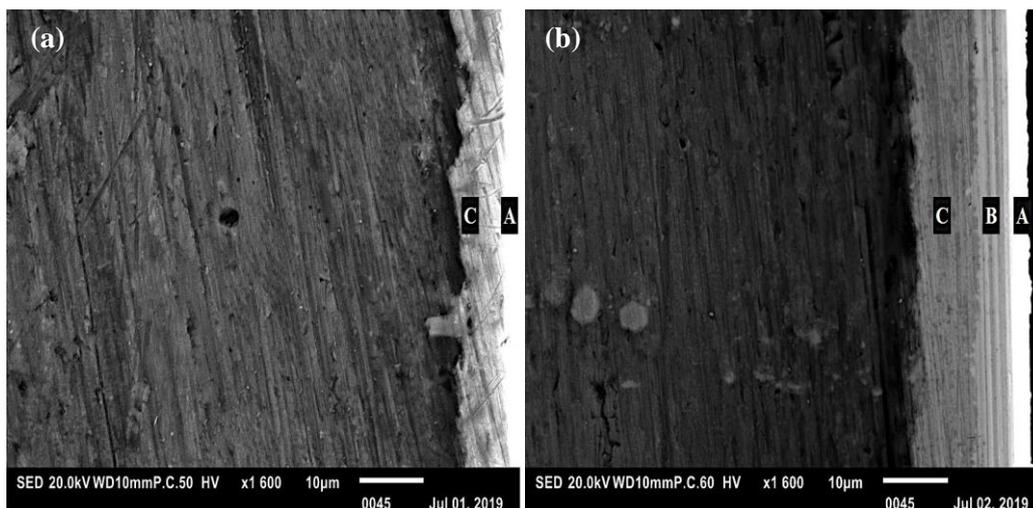


**Figure. IV.16 :** Micrographies MEB des sections transversales effectuées pour : un dépôt de nickel de 10 min suivi d'un recuit à 500°C pendant 5 h (a) et 10 h (b) et un dépôt de nickel de 15 min suivi d'un recuit à 500°C pendant 5 h (c)

En tenant compte des résultats des travaux précédents [13], [18] combinés avec nos propres résultats pour ces trois échantillons (10/500\_5, 10/500\_10 et 15/500\_5), il est notable que la durée du traitement thermique doit être ajustée en fonction de l'épaisseur de la couche de nickel

afin de favoriser une diffusion optimale entre l'aluminium du substrat et le nickel du revêtement. Par ailleurs, un traitement thermique prolongé conduit à des couches intermétalliques plus épaisses où seule la phase homogène  $Al_3Ni$  subsiste.

Pour confirmer ces résultats et tester un traitement thermique plus rapide, Un traitement thermique à  $550^{\circ}C$  a été effectué. Lorsque la température de recuit a été élevée à  $550^{\circ}C$  et maintenue pendant 1 h, une seule couche homogène a été observée entre le substrat en aluminium et le dépôt de nickel avec une épaisseur totale d'environ  $8.0 \pm 0.5 \mu m$ , comme le montre la figure IV.17-a. Les résultats EDS du tableau IV.6 révèlent que la composition de cette couche correspond uniquement à la présence de la phase  $Al_3Ni$  et que tout le nickel a réagi même sur la surface supérieure. En revanche, pour un dépôt de nickel plus épais soumis aux mêmes conditions de recuit (15/550\_1), trois régions distinctes sont observées, ayant une épaisseur totale d'environ  $17,5 \pm 2 \mu m$  (Figure IV.17- b). Elles sont identifiées, de la surface au substrat, comme étant du nickel non réagi (région A), de la phase  $Al_3Ni_2$  (région B), et de la phase  $Al_3Ni$  (région C), avec des épaisseurs approximatives de  $2 \mu m$ ,  $6 \mu m$  et  $9,5 \mu m$ , respectivement. Ces observations sont cohérentes avec les résultats rapportés par Vojtech et al. [13] et Alimadadi et al.[24], qui ont également constaté la formation de deux couches intermétalliques,  $Al_3Ni$  et  $Al_3Ni_2$ , après le recuit d'une couche de nickel d'une épaisseur de  $8 \mu m$  à  $550^{\circ}C$  pendant 1 heure et après le recuit d'une couche de nickel d'une épaisseur de  $12 \mu m$  à  $600^{\circ}C$  pendant 10 min, respectivement.



**Figure IV.17 :** Micrographies MEB des sections transversales effectuées pour un dépôt de nickel de 10 min (a) et de 15 min (b), suivi d'un recuit à  $550^{\circ}C$  pendant 1 h

## **IV. Synthèse**

Des revêtements de nickel pur ont été réalisés par la technique d'électrodéposition en régime continu sur des substrats Al-5Mg à différents temps de déposition en utilisant le bain de Wat. Les analyses de la composition chimique en surface des dépôts de nickel révèlent une uniformité de la teneur en nickel pour tous les dépôts de nickel élaborés à différents temps de déposition. Les observations réalisées en microscopie électronique à balayage (MEB) en surface et en section transversale ont montré que les revêtements de nickel montrent une bonne adhérence du revêtement au substrat, sans aucun signe de décollement ou de fissuration.

Les traitements de recuit effectués à trois températures, 450, 500 et 550 °C, sur les revêtements de nickel ont conduit à la formation des phases intermétalliques  $Al_3Ni$  et  $Al_3Ni_2$ , identifiées par diffraction des rayons X (DRX). Cette diffusion est également confirmée par des micrographies MEB en coupe transversale des revêtements de nickel après traitement thermique, révélant la formation de couches intermétalliques à l'interface dépôt/substrat, dont l'épaisseur s'étend sur plusieurs microns. L'augmentation de l'épaisseur de ces couches intermétalliques est corrélée à l'élévation de la température ou à la prolongation de la durée du traitement thermique.

Selon les résultats DRX et les images SEM et les analyses EDS, il est notable que le temps et la température de traitement thermique doivent être soigneusement ajustés en fonction de l'épaisseur de la couche de nickel afin de favoriser une diffusion optimale entre l'aluminium du substrat et le nickel du revêtement. Par ailleurs, un traitement thermique plus long conduit à des couches intermétalliques plus épaisses où seule la phase homogène  $Al_3Ni$  subsiste.

**Chapitre V :**  
**Caractérisation mécanique et tribologique**  
**de l'alliage de surface Al-Ni**

## **I. Introduction**

Ce chapitre sera consacré au comportement mécanique et tribologique de l'alliage de surface Al-Ni, l'étude microstructurale et morphologique de l'alliage de surface a été examinée au chapitre précédent. La réponse de l'alliage de surface formé sera analysée comparativement avec celle du substrat. Deux études complémentaires feront l'objet de ce chapitre. En effet, nous discuterons les deux volets suivants :

- L'étude mécanique de la surface sera évaluée par des essais de micro indentations instrumentées,
- Le comportement tribologique est étudié par mesure de frottement et d'usure à température ambiante sur un tribomètre à mouvement alternatif. Les effets de la force normale et la vitesse de glissement seront discutés.

Ces deux parties d'étude sont menées en fonction des traitements thermiques utilisés

## **II. Essais de microindentation**

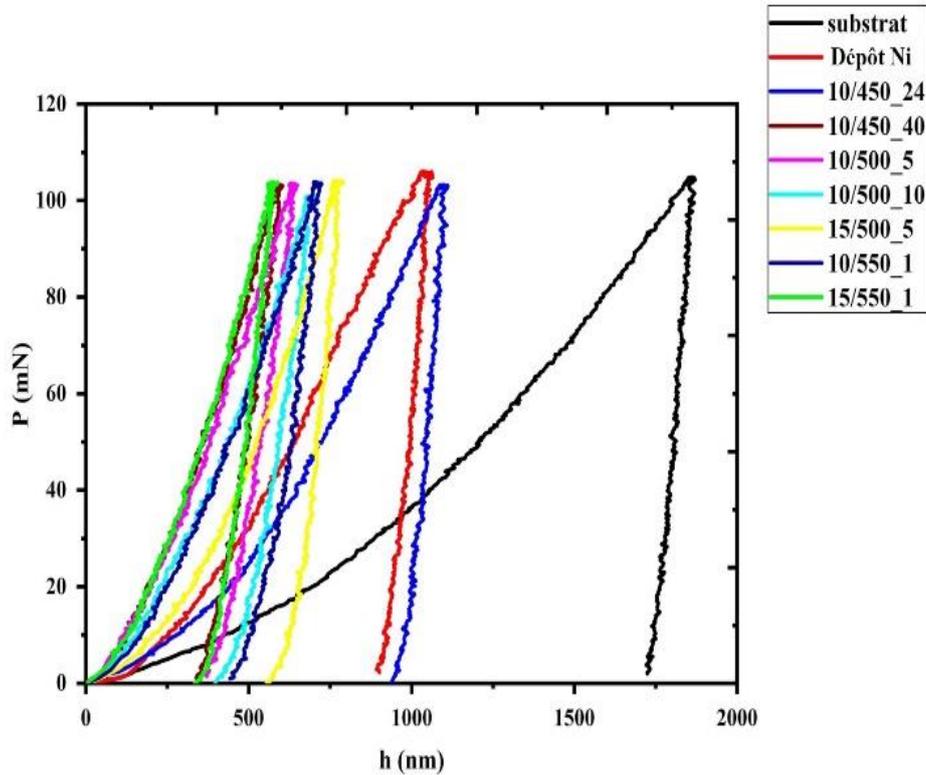
### **II.1. Analyse des courbes de microindentation**

Les tests d'indentation instrumentée réalisés sur nos échantillons ont été effectués en utilisant un microindenteur Micro-Combi-Tester-CSM. Les échantillons ont été soumis à une charge maximale de 100 mN en utilisant un indenteur de type Berkovich. La figure V.1 illustre les courbes typiques de charge-pénétration obtenues à partir du test de micro-indentation sur le substrat, le nickel non traité thermiquement, ainsi que les dépôts de nickel recuits à différentes températures. A la première vue, nous pouvons distinguer trois comportements en fonction de la profondeur de pénétration :

- Une courbe dont la profondeur est importante. Celle-ci traduit le comportement plastique du substrat. Sous la charge de 100mN, la pénétration atteint 1774nm.
- Le deuxième groupe de courbes correspond à deux types d'échantillons : dépôt de nickel sans traitement thermique (Figure V.1, courbe Dépôt Ni) et dépôt de 10 min ayant subi un traitement de 24 h à 450°C (Figure V.1, courbe 10/450\_24). Ces deux courbes marquent des profondeurs de pénétration maximales de 900 et 1027 nm respectivement. Cette diminution de profondeur par rapport à celle du substrat s'explique par le fait que la surface gagne une certaine rigidité.
- Le troisième groupe de courbe correspond aux dépôts ayant subi différents traitements thermiques. Ces courbes marquent des profondeurs maximales variant de de 442 nm à 679

## Chapitre V : Caractérisation mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Al-Ni

nm. Cette diminution de la profondeur de pénétration est attribuée à l'augmentation de la microdureté des revêtements de nickel grâce à la formation de l'alliage de surface Al-Ni au cours du traitement thermique.



**Figure V.1** : Courbes charge-déplacement pour les échantillons avant et après traitement thermique à différentes températures et différents temps de recuit.

Ces constatations concourent vers un durcissement superficiel de plus en plus important suite à la formation de l'alliage de surface.

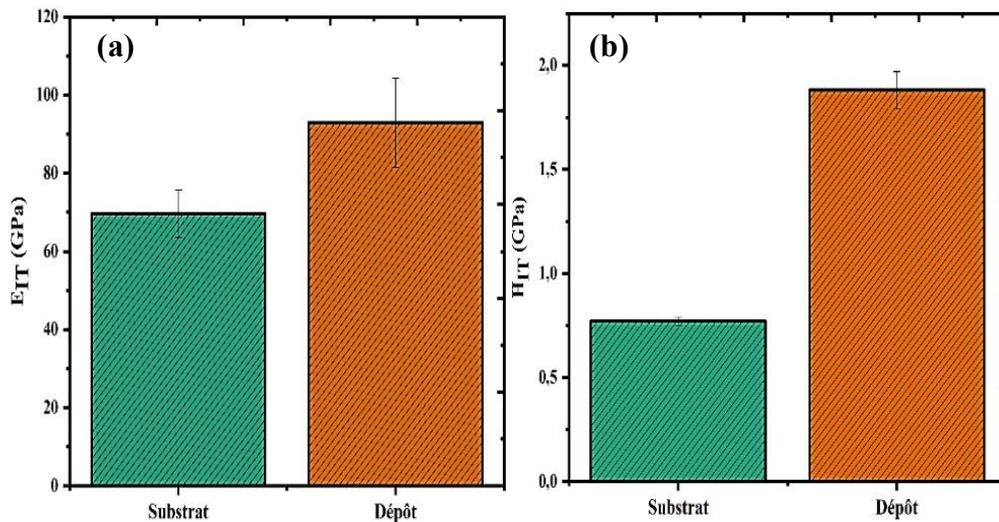
Pour séparer la dureté de l'alliage de surface et ne pas tenir compte de l'influence du substrat sur les valeurs de dureté mesurées, il est recommandé que la profondeur de pénétration ne dépasse pas 10 % de l'épaisseur totale du revêtement [1-3]. Après l'analyse des courbes charge-pénétration (Figure V.1), nous pouvons confirmer que la profondeur de pénétration est conforme aux recommandations, et l'effet de la déformation du substrat sur les valeurs de dureté mesurées est négligeable.

### II.2. Mesure de la microdureté et du module d'élasticité de substrat et des dépôts de nickel avant traitement thermique

Les figures V.2-a et b présentent les mesures du module d'élasticité ( $E_{IT}$ ) et de la dureté ( $H_{IT}$ ) mesurées pour le substrat Al-5Mg et le revêtement de nickel, déposé pendant 10 min sans

## Chapitre V : Caractérisation mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Al-Ni

traitement thermique, en utilisant le modèle de Loubet et al. [4]. Les figures révèlent que le module d'élasticité ( $E_{IT} = 69,6 \pm 6,1$  GPa) et la dureté mesurée ( $H_{IT} = 0,77 \pm 0,02$  GPa) du substrat  $Al_{0,95}Mg_{0,05}$  sont concordent avec les résultats mentionnées dans la littérature [5-7]. Après le dépôt de nickel, la dureté atteint environ  $1,88 \pm 0,09$  GPa, ce qui est conforme aux résultats précédemment publiés [8] pour un processus de dépôt similaire. Il est à noter que la valeur de microdureté de dépôt de nickel non recuit est deux fois supérieure à celle du substrat nu. Cette amélioration de la microdureté après le revêtement témoigne d'une amélioration des propriétés de surface de l'alliage d'aluminium suite à l'application du revêtement de nickel.



**Figure V.2 :** Propriétés mécaniques du substrat et du revêtement de nickel non recuit :  
(a) module d'élasticité ( $E_{IT}$ ) et (b) microdureté ( $H_{IT}$ )

### II.3. Influence du traitement thermique

Les résultats de microdureté obtenus suite aux traitements thermiques à différentes températures et différentes durées appliqués aux revêtements de nickel sont représentés dans le tableau V.1. Nous observons que, lorsque le nickel revêtu est recuit à  $450$  °C pendant 24 h, la dureté diminue légèrement ( $1,62 \pm 0,11$  GPa), et reste dans la même plage que le revêtement de nickel non recuit ( $1,88 \pm 0,09$  GPa). Cependant, une augmentation significative de la dureté est enregistrée ( $4,82 \pm 0,16$  GPa) lorsque la durée du traitement thermique est prolongée, atteignant 40 heures. Selon Rezaei et al. [9], cette augmentation de la dureté s'explique par la création d'un alliage de surface Al-Ni résultant de la formation des phases intermétalliques  $Al_3Ni$  et  $Al_3Ni_2$ . En particulier, la phase  $Al_3Ni_2$  se distingue par sa dureté supérieure à celle de la phase  $Al_3Ni$ , en raison de sa microstructure ordonnée qui empêche le mouvement des dislocations. Ces constatations concordent avec d'autres études antérieures, qui indiquent que

## Chapitre V : Caractérisation mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Al-Ni

les valeurs de microdureté Vickers pour  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  sont respectivement de 732 et 1013 HV [10], et de  $510 \pm 7$  HV et  $759 \pm 25$  HV [11]. Ainsi, il est clair qu'aux températures de traitement thermique relativement basses à  $450^\circ$ , un temps long s'avère nécessaire pour permettre la diffusion du nickel dans le substrat d'aluminium afin de favoriser la formation des phases intermétalliques les plus dures, à savoir  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ .

	Durée de dépôt de Ni (min)	Traitement thermique		$H_{IT}$ (GPa)
		Temp ( $^\circ\text{C}$ )	Durée (min)	
10/450_24	10	450	24	$1,62 \pm 0.11$
10/450_40	10	450	40	$4.82 \pm 0.16$
10/500_5	10	500	5	$4.84 \pm 0.15$
15/500_5	15	500	5	$2.94 \pm 1.39$
10/500_10	10	500	10	$3.84 \pm 0.15$
10/550_1	10	550	1	$3.64 \pm 0.94$
15/550_1	15	550	1	$4.79 \pm 0.30$

**Tableau V.1 :** Microdureté des alliages de surfaces formés après des traitements thermiques à diverses températures et durées

Lorsque la température du recuit augmente à  $500^\circ\text{C}$  pendant une durée de 5 h, nous constatons une augmentation de la dureté de dépôt de nickel déposé à 10 min (10/500\_5), qui varie dans la même gamme que celle trouvée pour le revêtement traité à  $450^\circ\text{C}$  pendant 40 h ( $4.84 \pm 0.15$ ). Cependant, la dureté du revêtement de nickel (10/500\_10) recuit longtemps à la même température est plus faible ( $3.84 \pm 0.15$  GPa). Cette diminution résulte de la création d'une phase intermétallique principale  $\text{Al}_3\text{Ni}$  après 10 h du traitement thermique, comme nous le montrons par diffraction aux rayons X (Figure IV.12-b) et par observation microscopique (Figure IV.16- c), dans le chapitre IV.

Pour le dernier échantillon traité à  $500^\circ\text{C}$  pendant 5 h avec un dépôt de nickel plus épais (15/500\_5), une diminution de la dureté a été également constatée ( $2.94 \pm 1.39$  GPa), en raison du nickel n'ayant pas réagi à la surface supérieure. De plus, l'importante variation dans les résultats atteste également d'un revêtement non homogène dû à une réaction partielle.

Contrairement au cas précédent à  $500^\circ\text{C}$ , nous pouvons constater que la dureté du revêtement le plus épais (15/550\_1) est supérieure à celle du revêtement le plus fin (10/550\_1). Ce résultat

## **Chapitre V : Caractérisation mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Al-Ni**

est en bonne concordance avec la quantité de phases intermétalliques  $Al_3Ni_2$  et  $Al_3Ni$  enregistrées par diffraction des rayons X (XRD) (Figure IV.13-a et b) et spectroscopie de dispersion d'énergie (EDS) (Tableau IV.6).

Notons que, la dureté des trois échantillons, comprenant la plus grande quantité de composés intermétalliques  $Al_3Ni_2$  (10/450\_40, 10/500\_5, et 15/550\_1), est la plus élevée, d'environ 4.8 GPa.

En conclusion, les propriétés mécaniques (dureté, module élastique) dépendent à la fois des conditions d'électrodéposition et des conditions de traitements thermiques. Les premières conditionnent l'épaisseur de la couche de nickel déposé et les secondes conditionnent les différentes phases intermétalliques formées et l'épaisseur de nickel ayant non réagit.

### **III. Comportement tribologique**

Nous étudions le comportement tribologique de l'alliage de surface Al-Ni par l'analyse des variations du coefficient de frottement sous différentes conditions mécaniques (force normale au contact et vitesse de glissement entre les éléments antagonistes). En conséquence, nous exposons la tenue à l'usure de l'alliage de surface et les mécanismes qui contrôlent cette usure. Par analogie aux travaux précédents, l'effet des traitements thermique sera discuté.

#### **III.1. Etude du coefficient de frottement**

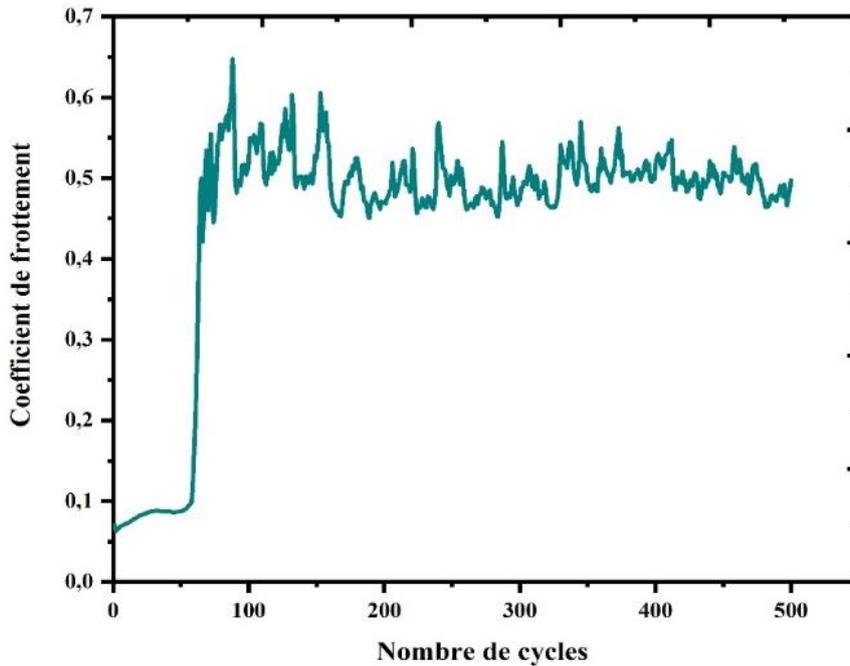
##### **III.1.1. Cas du substrat**

La figure V.3 présente la variation du coefficient de frottement du substrat Al-5%Mg en fonction du nombre de cycles à température ambiante sous une charge de 10 N. Après 80 cycles, nous observons une augmentation du coefficient de frottement à approximativement 0,65. En fonction du nombre de cycles, cette courbe peut être divisée en trois stades successifs :

- Un stade très instantané au cours duquel le coefficient de frottement croit brusquement et atteint une valeur de 0,65. Ce stade est très bref et ne dure qu'une cinquantaine de cycles.
- Un deuxième stade où le coefficient de frottement garde une valeur quasi-constante ou baisse légèrement. Il semble que c'est un stade transitoire d'une valeur moyenne du coefficient de frottement de l'ordre de 0,55 et dure une centaine de cycles.
- Un troisième stade quasiment stationnaire où le coefficient de frottement fluctue légèrement autour d'une valeur moyenne de 0,5 jusqu'à la fin du test.

## Chapitre V : Caractérisation mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Al-Ni

Ces valeurs sont en accord avec les résultats de la littérature concernant le frottement de l'aluminium contre une bille en acier 100C6 [9,12] et une bille en alumine [13]. L'augmentation du coefficient de frottement est attribuée au stade d'accommodation au cours duquel le pion forme sa piste par détachement de débris de la pièce antagoniste. Le troisième stade correspond au temps de fonctionnement normal et le coefficient de frottement demeure stationnaire.



**Figure V.3 :** Evolution du coefficient de frottement du substrat Al-5%Mg en fonction du nombre de cycles

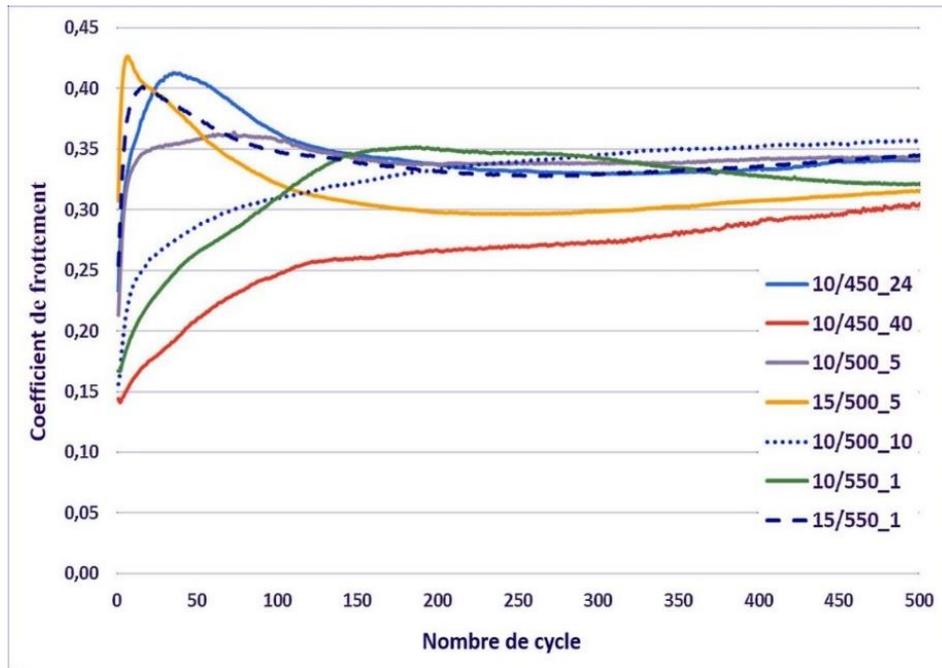
### III.1.2. Cas de l'alliage de surface

Nous avons porté sur la figure V.4 la variation du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles pour différents états de dépôts traités thermiquement sous une force normale de 10 N. Pour les échantillons 10/450\_24, 15/500\_5 et 15/550\_1, une période de rodage est observée, ce qui peut être attribué à la faible dureté du dépôt résiduel de nickel, qui n'a pas réagi avec l'aluminium lors du recuit (Fig. IV.11-a, IV.12-c et IV.13-b présentées dans le chapitre précédent). Un autre type d'évolution du coefficient de frottement est observé pour les autres échantillons : une augmentation continue du coefficient de frottement au cours des 100 à 200 premiers cycles, suivie d'un plateau ou d'une légère augmentation ou diminution. Ainsi, quel que soit le traitement thermique, le coefficient de frottement observé après 500 cycles varie entre 0,3 et 0,36. Grâce à la formation d'un grand nombre de grains intermétalliques  $Al_3Ni_2$  résultant de la réaction complète du nickel électrodéposé avec le substrat en aluminium,

## Chapitre V : Caractérisation mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Al-Ni

l'échantillon 10/450\_40 présente les meilleures propriétés mécaniques, à la fois en termes de dureté et de comportement à l'usure.

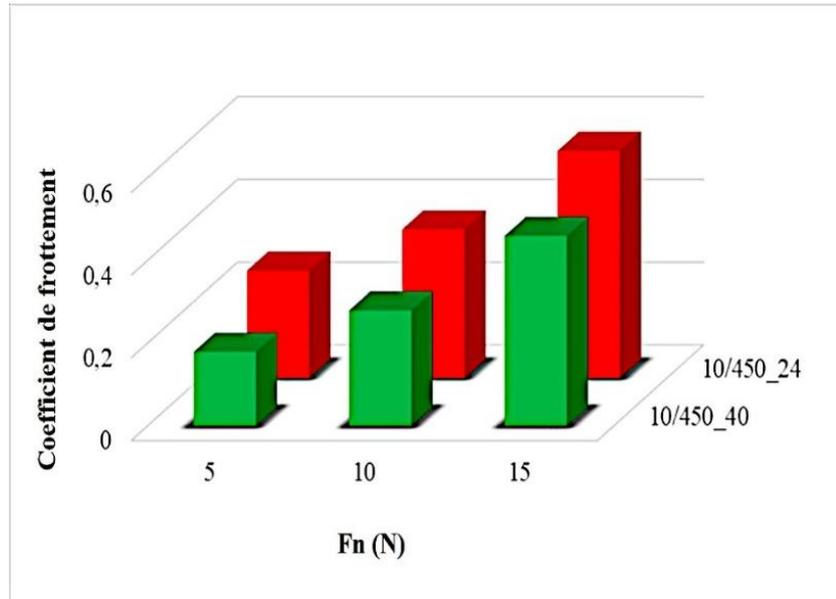
De point de vue quantitative, on remarque que le coefficient de frottement des tous dépôts formés est nettement inférieur que celui du substrat. Cette remarque concerne tous les dépôts quel que soit le traitement thermique effectué. Pour le stade stationnaire, le coefficient de frottement fluctue entre 0,3 et 0,36, alors que celui du substrat est de 0,5.



**Figure V.4 :** Courbes du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles pour les dépôts de nickel après les différents traitements thermiques

### III.2. Influence des conditions mécaniques

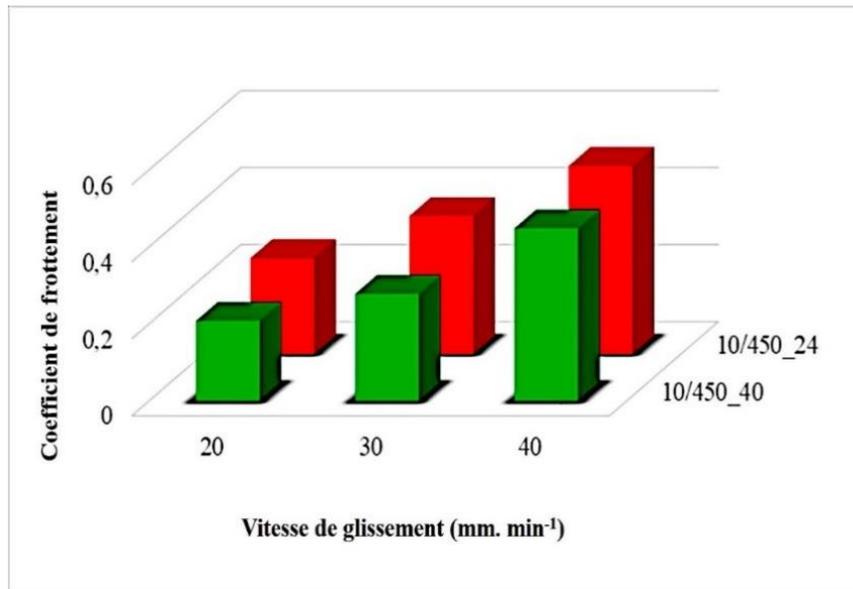
La figure V.5 présente la variation du coefficient de frottement des dépôts 10/450\_24 et 10/450\_40 en fonction de la force normale 5, 10 et 15N pour une vitesse de glissement de 30 mm/min. Nous remarquons que le coefficient de frottement croît quand la force normale croît pour les deux cas d'alliage. Ce comportement ne suit pas les lois d'Amontons-Coulomb [14], qui stipulent que le coefficient de frottement doit rester constant indépendamment de la force normale, étant donné que les deux alliages n'affichent pas une différence majeure de comportement. Ces résultats sont en cohérence avec d'autres obtenus sur le même alliage [15-16].



**Figure V.5 :** Variation du coefficient de frottement des dépôts de nickel recuits à 450°C pendant 40 et 24 h (10/450\_40 et 10/450\_24 h) sous différentes charges appliquées à une vitesse de glissement constante à 30 mm/min

D'autre part, nous remarquons que, pour les trois forces normales testées, le revêtement ayant subi le traitement thermique le plus long (40 h) affiche un coefficient de frottement inférieur à celui ayant été soumis au traitement plus court (24 h). Cette diminution du coefficient de frottement s'explique par la formation de phases intermétalliques plus résistantes à l'usure et plus dures ( $Al_3Ni_2$ ) dans le revêtement traité pendant une longue durée de 40 h par rapport à celui traité pendant 24 heures. Ce résultat confirme encore la facilité de glissement sur une surface dure que sur une surface moins dure.

Par analogie, nous avons présenté la variation du coefficient de frottement de deux alliages de surface, discutés ci-dessus, en fonction des vitesses de glissement 20, 30 et 40 mm/min sous une force normale constante de 10N (Figure V.6). Nous confirmons que l'alliage de surface le plus dur (10/450\_40) affiche le coefficient de frottement le plus faible. Par contre, l'augmentation du coefficient de frottement avec l'augmentation de la vitesse de glissement ne confirme pas la troisième loi d'Amontons-Coulomb [14] (le coefficient de frottement est indépendant de la vitesse de glissement). Cela peut être dû à la rhéologie du troisième corps formé entre les deux pièces antagonistes. Hutchings [17] attribue cette variation à la zone plastique se formant en amont du pion au cours du glissement.



**Figure V.6 :** Variation du coefficient de frottement des dépôts de nickel recuits à 450°C pendant 40 et 24 h (10/450\_40 et 10/450\_24 h) sous une charge de 10 N sous différentes vitesses de glissement

### III.3. Usure de l'alliage de surface

L'usure de l'alliage de surface Al-Ni a été étudié par microscopie sur la base de l'analyse des pistes d'usure. La figure V.7 présente des micrographies MEB des pistes d'usure d'un alliage de surface 10/450\_40 et 10/450\_24 sous une force normale de 10 N et des vitesses de glissement 20, 30 et 40mm/min.

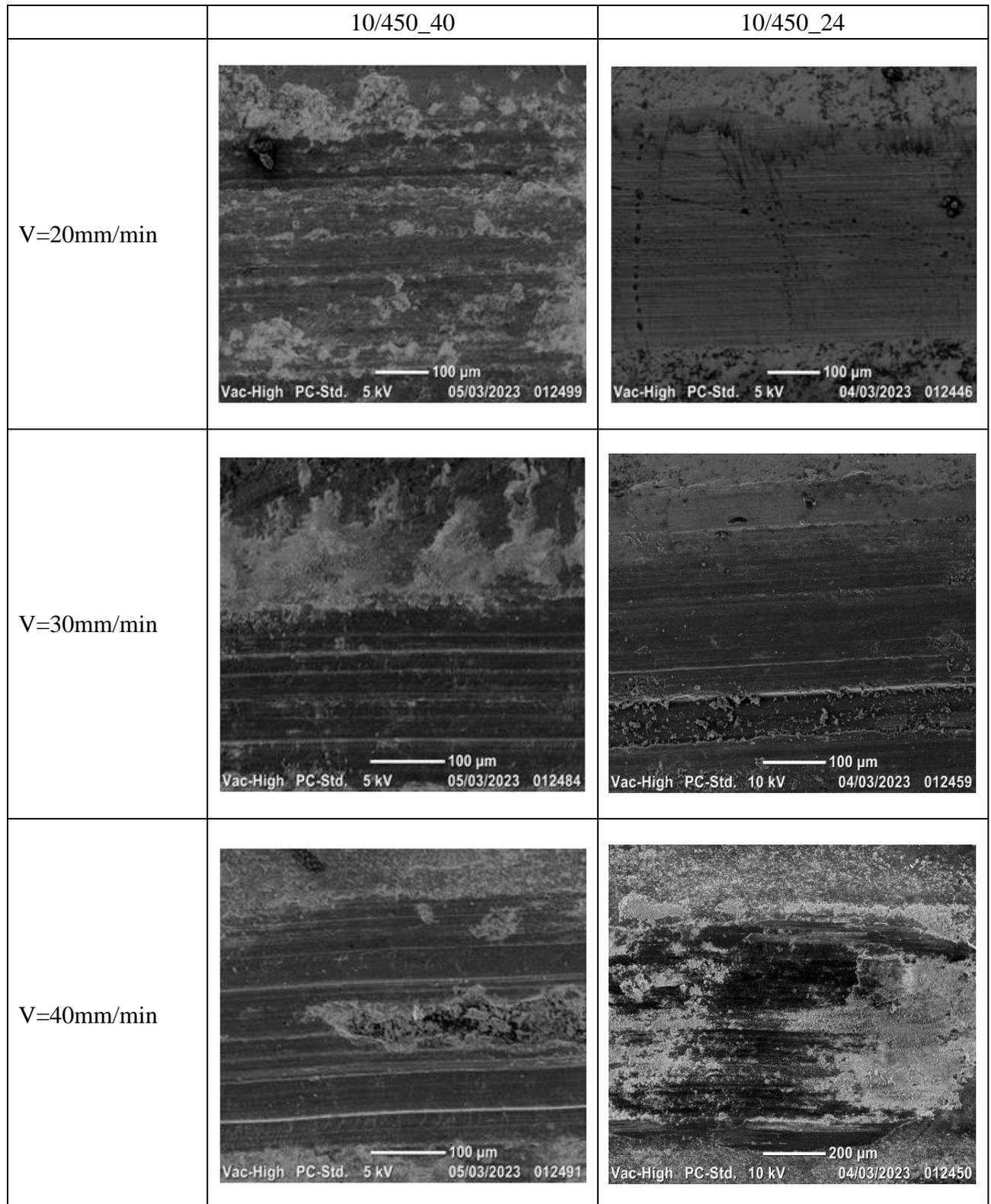
D'une manière générale, plus la vitesse de glissement augmente, l'endommagement devient plus accentué. Pour l'échantillon recuit pendant 40 h, les pistes présentent des bords mal formés et des traces d'usure non uniformes avec des débris détachés aléatoirement. Cet alliage prouve une certaine tenue à l'usure. Cette usure peut être qualifiée par l'abrasion du fait de la dureté de la surface.

Pour l'alliage traité pendant 24 h, les pistes sont uniformément tracées avec des stries bien définies et des bords uniformes. Ceci montre une faible tenue à l'usure à cause d'une dureté moindre. L'usure peut être facilement qualifiée d'abrasion douce sans exclure le mécanisme d'usure. Ceci explique l'apparition du deuxième stade de la figure V.4.

Pour la vitesse de glissement 40mm/min, les pistes présentent une surface déchiquetée avec des stries d'abrasion. Dans ce cas, l'usure peut être qualifiée d'usure sévère contrôlée par un mécanisme d'abrasion sans exclure l'adhésion. Le coefficient de frottement reste faible à cause de la persistance des débris fins dans la piste et sépare les pièces antagonistes. L'échantillon

## Chapitre V : Caractérisation mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Al-Ni

traité pendant 24 h, voit ces débris dégagés de la piste et le contact direct entre le pion et l'alliage est maintenu. Cette situation favorise le mécanisme d'adhésion et contribue à un coefficient de frottement important (Figure V.4).



**Figure V.7** : Micrographies MEB des pistes d'usure des échantillons traités thermiquement à différentes vitesses de glissement sous  $F_n=10N$

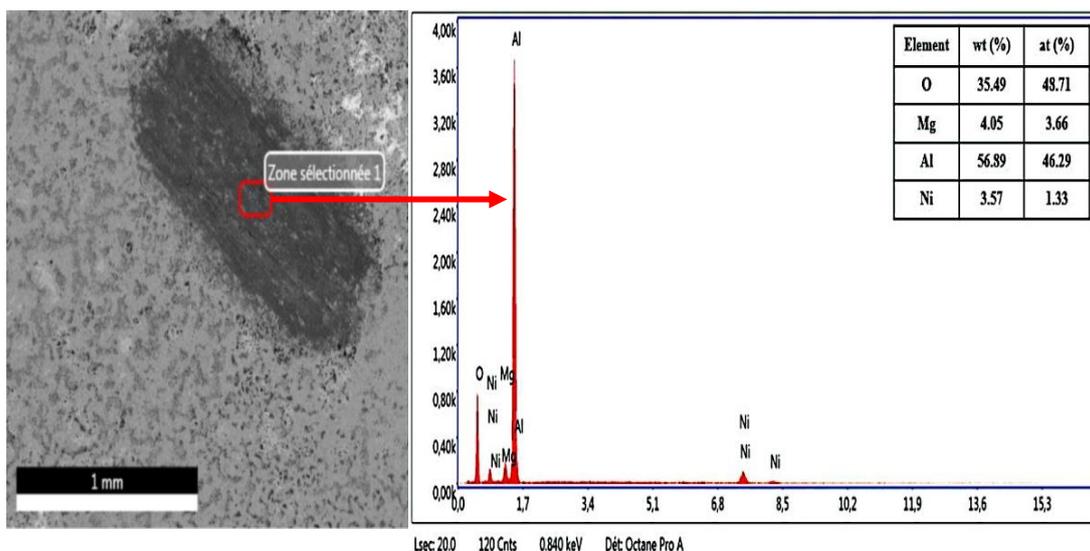
## Chapitre V : Caractérisation mécaniques et tribologiques de l'alliage de surface Al-Ni

Le concours des mécanismes, abrasion, adhésion ou prédominance d'un mécanisme, avec un enlèvement doux ou sévère des débris de l'alliage de surface réside derrière l'apparition et/ou la disparition du deuxième stade.

Ces observations rejoignent les comportements d'usure similaires rapportés dans la littérature pour les alliages de surface Al-Ni sur des substrats en aluminium [9,18]. En fin de compte, ces résultats mettent en lumière l'importance du temps et de la température du recuit dans la détermination des performances tribologiques des revêtements de nickel.

En outre, l'analyse EDS de la surface usée présentée dans la figure V.8 après le glissement sous une charge de 10 N et une vitesse de glissement de 40 mm/min sur un revêtement traité à 450°C pendant 40 h révèle la présence significative d'éléments tels que le Mg, Al et Ni, accompagnés d'une proportion d'oxygène d'environ 36% en masse. Ceci nous laisse dire que l'usure peut être accompagnée par une oxydation d'un des éléments. Cette oxydation confirme donc l'usure sévère de la surface. Pour l'apparition des atomes de magnésium dans la piste d'usure, cela est vraisemblablement dû aux raisons suivantes :

- Soit à la diffusion du magnésium du substrat vers la surface et peut rester en solution solide dans la couche,
- Soit à la pénétration profonde du pion et donc, on se rapproche du substrat pour révéler les atomes de magnésium. Nous remarquons bien que la teneur du magnésium (4,05%) est proche de celle du substrat (5,22%),
- Les atomes de magnésium peuvent substituer les atomes d'aluminium dans la phase intermétallique formée [19-20].



**Figure V.8 :** Analyse EDS de la piste d'usure du revêtement de nickel traité thermiquement à 450 °C pendant 40 h

### IV. Synthèse

En conclusion de ce chapitre, nous pouvons dire que les revêtements de nickel soumis à un traitement thermique présentent une dureté significativement plus élevée comparativement à celle du substrat en aluminium-magnésium, en particulier pour les échantillons 10/450\_40, 10/500\_5 et 15/550\_1. Cette augmentation de dureté est principalement attribuée à la formation de phases intermétalliques dures  $Al_3Ni$  et  $Al_3Ni_2$ .

Du point de vue du comportement tribologique, les revêtements de nickel recuits présentent un coefficient de frottement plus faible que celui du substrat en aluminium-magnésium, ce qui est attribué à l'augmentation de la dureté de surface des revêtements après recuit. Par ailleurs, pour une charge de 10 N et une vitesse de glissement de 30 mm/min, les coefficients de frottement des dépôts de nickel recuits se situent, entre 0,3 et 0,36, quelle que soit les conditions de traitement thermique et les phases intermétalliques formées. La tenue à l'usure est d'autant plus importante que la durée de traitement est prolongée. Cette tenue à l'usure est expliquée par la résistance des phases intermétalliques de surface.

En résumé, nos échantillons réunissent des caractéristiques intéressantes : de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques. Cette amélioration des propriétés a été confirmée par les résultats présentés dans le chapitre précédent, où il a été clairement démontré que la diffusion qui s'est réalisée à l'interface dépôt/substrat sur une dizaine de microns conduisait à un changement dans la microstructure en créant un alliage de surface par la formation des phases intermétalliques de types  $Al_3Ni$  et  $Al_3Ni_2$ .

## **Conclusion générale et perspectives**

## Conclusion générale et perspectives

L'objectif principal de ce travail portait sur l'amélioration du comportement tribologique d'un alliage d'aluminium par élaboration d'un alliage de surface Al-Ni. Pour atteindre cet objectif, nous avons d'abord opté pour l'électrodéposition comme technique d'élaboration des revêtements de nickel sur des substrats en aluminium en raison de sa simplicité de mise en œuvre. Ensuite, des traitements thermiques, à différentes températures et différentes durées, ont succédé à l'électrodéposition, visant à obtenir un alliage de surface Al-Ni avec des propriétés améliorées, surtout en ce qui concerne la dureté et, la résistance à l'usure qui sont des facteurs importants permettant d'évaluer la qualité des dépôts obtenus. Cette approche se révèle prometteuse pour améliorer les performances de l'aluminium et ses alliages dans divers domaines industriels nécessitant des surfaces résistantes et durables.

Dans cette étude, des revêtements de nickel pur, uniformes et adhérents, ont été électrodéposés en régime continu sur des substrats Al-5Mg à différents temps de déposition en bain de Watt (10, 15, 20 et 30 minutes). La caractérisation de la composition chimique en surface des dépôts de nickel a montré une uniformité de la teneur en nickel pour tous les dépôts de nickel élaborés à différentes durées de déposition présentant une pureté élevée, atteignant jusqu'à 98%. Les observations en surface et en section transversale réalisées par microscopie électronique à balayage (MEB) ont montré que les revêtements de nickel recouvrent entièrement la surface du substrat, révélant une microstructure compacte et relativement uniforme, montraient également une bonne adhésion du revêtement au substrat, sans aucun signe de décollement ou de fissuration.

Ensuite, des recuits ont été effectués à trois températures de 450, 500 et 550°C sur les revêtements de nickel électrodéposés pendant 10 et 15 minutes afin de permettre la diffusion entre le nickel (revêtement) et l'aluminium (substrat). Les résultats de la diffraction des rayons X (DRX) et les analyses (EDX) mettent en évidence une interdiffusion des atomes de nickel venant du revêtement vers le substrat en aluminium, formant ainsi des phases intermétalliques au cours du traitement thermique ( $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ ). Cette interdiffusion est confirmée par des micrographies MEB sur des coupes transversales des revêtements de nickel après le traitement thermique, révélant la formation de couches intermétalliques à l'interface dépôt/substrat et s'étendant sur plusieurs microns. L'augmentation de l'épaisseur de ces couches intermétalliques est corrélée à l'élévation de la température et/ou à la durée prolongée du traitement thermique.

Nous avons également étudié l'impact de l'épaisseur de la couche de nickel ainsi que de la température et de la durée du traitement thermique sur la microstructure, la dureté et la résistance à l'usure. La dureté maximale pour une durée de déposition de la couche de nickel de 10 minutes a été atteinte après un traitement de 450°C pendant 40 h et à 500°C pendant 5 h en raison de la formation des phases intermétalliques  $\text{Al}_3\text{Ni}$  et  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ . Une dureté similaire a été mesurée pour l'échantillon après 15 minutes de durée de dépôt de nickel et 1 h de traitement thermique à 550 °C.

En conjonction avec les images MEB et les analyses EDX, les résultats de diffraction des rayons X (DRX) confirment les conclusions antérieures de la littérature selon lesquelles la phase intermétallique  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  présente une dureté plus élevée que la phase intermétallique  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . La persistance du nickel à la surface est due à la longue durée de dépôt et la courte durée de recuit, insuffisante pour diffuser toute la couche de nickel. La durée et la température du traitement thermique doivent être soigneusement ajustés en fonction de l'épaisseur du dépôt nickel d'une part, pour permettre à tout le nickel de réagir, et d'autre part, pour maintenir la phase intermétallique  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ , qui a tendance à disparaître en faveur de la phase  $\text{Al}_3\text{Ni}$ .

Les résultats obtenus après les essais d'usure ont montré que le nickel non réagi a provoqué une phase de rodage. Indépendamment des conditions de traitement thermique du revêtement et des phases intermétalliques qui se forment, les coefficients de frottement pour une charge de 10 N et une vitesse de glissement de 30 mm/min étaient très proches et dans la plage de 0,3 à 0,36. Comparativement au revêtement à traitement court (10/450\_24), les coefficients de frottement du revêtement à traitement long (10/450\_40) étaient plus bas pour toutes les forces normales et les vitesses de glissement appliquées, indiquant une amélioration de la résistance à l'usure.

Enfin, pour améliorer la résistance d'une pièce mécanique, il est préférable de procéder à un recuit à 450°C assez longtemps pour permettre à tout le dépôt de nickel de réagir. Bien qu'une dureté similaire puisse être obtenue avec des traitements plus courts à des températures plus élevées, la résistance à l'usure est légèrement améliorée.

L'ensemble des résultats encourageants obtenus ouvrent la voie à des perspectives prometteuses. Des études supplémentaires pourraient être réalisées pour évaluer l'impact de cet alliage de surface Al-Ni dans des conditions d'application réelles :

- Caractérisation de l'interface substrat phases intermétalliques,
- Caractérisations tribologiques dans des conditions sévères,
- Caractérisation électrochimique dans des environnements corrosifs.

## **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

- [1] H. Dong, *Surface Engineering of Light Alloys: Aluminium, Magnesium and Titanium Alloys*. Woodhead Publishing Ltd, 2010.
- [2] G. Çam et G. İpekoğlu, « Recent developments in joining of aluminum alloys », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 91, n° 5, p. 1851-1866, juill. 2017, doi: 10.1007/s00170-016-9861-0.
- [3] M. C. Santos, A. R. Machado, W. F. Sales, M. A. Barrozo, et E. O. Ezugwu, « Machining of aluminum alloys: a review », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 86, n° 9, p. 3067-3080, 2016.
- [4] J. E. Hatch, *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*. ASM International, 1984.
- [5] J.-P. Baïlon et J.-M. Dorlot, *Des matériaux*. Presses inter Polytechnique, 2000.
- [6] J. G. Kaufman, *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*. ASM International, 2000.
- [7] C. Chen, Y. Chen, J. Yu, M. Liu, et J. Zhang, « Microstructural evolution and multi-mechanism strengthening model of nanocrystalline Al-Mg alloys », *J. Alloys Compd.*, vol. 983, p. 173905, mai 2024, doi: 10.1016/j.jallcom.2024.173905.
- [8] A. J. Alex, R. V. Vignesh, R. Padmanaban, et M. Govindaraju, « Effect of heat treatment on the mechanical and wear behavior of friction stir processed AA5052 alloy », *Mater. Today Proc.*, vol. 22, p. 3340-3346, 2020.
- [9] E. Romhanji, M. Popović, et S. Stanojević, « Precipitation processes in Al-Mg-(Mn, Cu) type alloy sheets evaluated through electrical resistivity variations », *J. Nondestruct. Eval.*, vol. 29, n° 1, p. 43-48, 2010.
- [10] R. A. Behnagh, M. K. B. Givi, et M. Akbari, « Mechanical Properties, Corrosion Resistance, and Microstructural Changes during Friction Stir Processing of 5083 Aluminum Rolled Plates », *Mater. Manuf. Process.*, vol. 27, n° 6, p. 636-640, juin 2012, doi: 10.1080/10426914.2011.593243.
- [11] D. Su, J. Zhang, et B. Wang, « The microstructure and weldability in welded joints for AA 5356 aluminum alloy after adding modified trace amounts of Sc and Zr », *J. Manuf. Process.*, vol. 57, p. 488-498, sept. 2020, doi: 10.1016/j.jmapro.2020.07.017.
- [12] M. Bloeck, « Aluminium sheet for automotive applications », in *Advanced materials in automotive engineering*, Elsevier, 2012, p. 85-108.
- [13] Roger DEVELAY, « Pro

- [14] S. Toros, F. Ozturk, et I. Kacar, « Review of warm forming of aluminum–magnesium alloys », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 207, n° 1, p. 1-12, oct. 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2008.03.057.
- [15] « De gros 5000 plaque de tôle d'aluminium en alliage de série - Huawei Aluminium ». Consulté le: 13 août 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.alufoil.cn/fr/5000-aluminum-sheet.html>
- [16] F. Keller, M. S. Hunter, et D. L. Robinson, « Structural Features of Oxide Coatings on Aluminum », *J. Electrochem. Soc.*, vol. 100, n° 9, p. 411, sept. 1953, doi: 10.1149/1.2781142.
- [17] Q. Yang *et al.*, « The synthesis and mechanism of superhydrophobic coatings with multifunctional properties on aluminum alloys surface: a review », *Prog. Org. Coat.*, p. 107875, 2023.
- [18] K. Holmberg et A. Matthews, *Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*. Elsevier, 2009.
- [19] A. M. A. Mohamed et T. G. Golden, *Electrodeposition of Composite Materials*. BoD – Books on Demand, 2016.
- [20] Y. H. Ahmad et A. M. A. Mohamed, « Electrodeposition of Nanostructured Nickel-Ceramic Composite Coatings: A review », *Int J Electrochem Sci*, vol. 9, p. 22, 2014.
- [21] B. O. Okonkwo, C. Jeong, et C. Jang, « Advances on Cr and Ni Electrodeposition for Industrial Applications—A Review », *Coatings*, vol. 12, n° 10, Art. n° 10, oct. 2022, doi: 10.3390/coatings12101555.
- [22] M. Hamidouche, S. Jacomet, M. Fidès, et P. Hvizdoš, « Study of Ni 63 -Co 37 nanocrystalline electrodeposited alloy as anti-wear coating on mild steel substrate », *Mater. Res. Express*, vol. 6, n° 12, Art. n° 12, nov. 2019, doi: 10.1088/2053-1591/ab580f.
- [23] M. H. hamidouche mohamed, « Caractérisation mécanique et tribologique des dépôts élaborés par voie électrolytique », Université Ferhat Abbas - Sétif 1, 2021.
- [24] L.J. Durney, *Electroplating Engineering Handbook*.
- [25] I. Gurrappa et L. Binder, « Full article: Electrodeposition of nanostructured coatings and their characterization—A review ».
- [26] Y. D. Gamburg et G. Zangari, *Theory and Practice of Metal Electrodeposition*. Springer Science & Business Media, 2011.
- [27] C. Carraro, R. Maboudian, et L. Magagnin, « Metallization and nanostructuring of semiconductor surfaces by galvanic displacement processes », *Surf. Sci. Rep.*, vol. 62, n° 12, p. 499-525, déc. 2007, doi: 10.1016/j.surfrep.2007.08.002.

- [28] Farzad Nasirpour, « Electrodeposition of Nanostructured Materials | SpringerLink ». Consulté le: 14 août 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://link.springer.com/book/10.1007/978-3-319-44920-3>
- [29] T. Watanabe, *Nano-plating: Microstructure Control Theory of Plated Film and Data Base of Plated Film Microstructure*. Elsevier, 2004.
- [30] N. Kanani, *Electroplating: Basic Principles, Processes and Practice*. Elsevier, 2004.
- [31] A. Godon, « Relations Structure/Composition/Propriétés de revêtements électrodéposés de nickel de taille de grain nanométrique », université de la rochelle, 2010.
- [32] E. Budevski, G. Staikov, et W. J. Lorenz, « Electrocrystallization: Nucleation and growth phenomena », *Electrochimica Acta*, vol. 45, n° 15, p. 2559-2574, mai 2000, doi: 10.1016/S0013-4686(00)00353-4.
- [33] V. F. C. Lins, E. S. Ceconello, et T. Matencio, « Effect of the Current Density on Morphology, Porosity, and Tribological Properties of Electrodeposited Nickel on Copper », *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 17, n° 5, p. 741-745, oct. 2008, doi: 10.1007/s11665-008-9205-9.
- [34] Y. Xuetao, W. Yu, S. Dongbai, et Y. Hongying, « Influence of pulse parameters on the microstructure and microhardness of nickel electrodeposits », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 202, n° 9, p. 1895-1903, févr. 2008, doi: 10.1016/j.surfcoat.2007.08.023.
- [35] J.-X. Kang, W.-Z. Zhao, et G.-F. Zhang, « Influence of electrodeposition parameters on the deposition rate and microhardness of nanocrystalline Ni coatings », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 203, n° 13, p. 1815-1818, mars 2009, doi: 10.1016/j.surfcoat.2009.01.003.
- [36] J. M. Molina, R. A. Saravanan, J. Narciso, et E. Louis, « Surface modification of 2014 aluminium alloy–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles composites by nickel electrochemical deposition », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 383, n° 2, p. 299-306, oct. 2004, doi: 10.1016/j.msea.2004.03.016.
- [37] G. Meng *et al.*, « Effect of phytic acid on the microstructure and corrosion resistance of Ni coating », *Electrochimica Acta*, vol. 55, n° 20, p. 5990-5995, août 2010, doi: 10.1016/j.electacta.2010.05.054.
- [38] J. Zhang *et al.*, « Formation and growth of Cu–Al IMCs and their effect on electrical property of electroplated Cu/Al laminar composites », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 26, n° 12, p. 3283-3291, déc. 2016, doi: 10.1016/S1003-6326(16)64462-X.
- [39] X. Zhao, Y. An, G. Hou, H. Zhou, et J. Chen, « Preparation and tribological properties of plasma sprayed nano and micro-structure alumina-reinforced CuAl composite coatings », *Tribol. Int.*, vol. 101, p. 255-263, sept. 2016, doi: 10.1016/j.triboint.2016.04.034.

- [40] J. Simão et D. K. Aspinwall, « Hard chromium plating of EDT mill work rolls », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 92-93, p. 281-287, août 1999, doi: 10.1016/S0924-0136(99)00124-7.
- [41] W. Deqing, S. Ziyuan, et K. Tangshan, « Composite plating of hard chromium on aluminum substrate », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 191, n° 2, p. 324-329, févr. 2005, doi: 10.1016/j.surfcoat.2004.03.049.
- [42] A. Liang, Y. Li, H. Liang, L. Ni, et J. Zhang, « A favorable chromium coating electrodeposited from Cr (III) electrolyte reveals anti-wear performance similar to conventional hard chromium », *Mater. Lett.*, vol. 189, p. 221-224, 2017.
- [43] M. El-Sharif, J. McDougall, et C. U. Chisholm, « Electrodeposition of Thick Chromium Coatings from an Environmentally Acceptable Chromium (III)-Glycine Complex », *Trans. IMF*, vol. 77, n° 4, p. 139-144, janv. 1999, doi: 10.1080/00202967.1999.11871269.
- [44] C. A. Huang, C. K. Lin, et C. Y. Chen, « Hardness variation and corrosion behavior of as-plated and annealed Cr–Ni alloy deposits electroplated in a trivalent chromium-based bath », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 203, n° 24, Art. n° 24, 2009.
- [45] S. Wang, C. Ma, et F. C. Walsh, « Alternative tribological coatings to electrodeposited hard chromium: a critical review », *Trans. IMF*, vol. 98, n° 4, Art. n° 4, juill. 2020, doi: 10.1080/00202967.2020.1776962.
- [46] L. Wang, Y. Gao, Q. Xue, H. Liu, et T. Xu, « A novel electrodeposited Ni–P gradient deposit for replacement of conventional hard chromium », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 200, n° 12, Art. n° 12, mars 2006, doi: 10.1016/j.surfcoat.2004.10.016.
- [47] Y. Liang, Y.-S. Li, Q.-Y. Yu, Y.-X. Zhang, W. Zhao, et Z.-X. Zeng, « Structure and wear resistance of high hardness Ni-B coatings as alternative for Cr coatings », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 264, p. 80-86, févr. 2015, doi: 10.1016/j.surfcoat.2015.01.016.
- [48] S. Zouari, « Elaboration et caractérisation mécanique et physico-chimique des revêtements déposés sur des substrats en laiton par les techniques de projection thermique et pulvérisation pneumatique pour application d'industrie sanitaire », phdthesis, Université Bourgogne Franche-Comté ; Université de Sfax (Tunisie), 2019.
- [49] M. M. Mennucci *et al.*, « Nanostructured Black Nickel Coating as Replacement for Black Cr(VI) Finish », *Appl. Sci.*, vol. 11, n° 9, Art. n° 9, janv. 2021, doi: 10.3390/app11093924.
- [50] Patrick BOTTARI, Franck ROBIN et Ron PARKINSON, « Dépôts de nickel chimique Applications », *Techniques de l'Ingénieur*.

- [51] « ELECTROLESS NICKEL ». Consulté le: 20 novembre 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.cmcnickelplating.com/cms/index.php/coatings/electroless-nickel>
- [52] P. BENABEN et F. DURUT, « Nickelage électrolytique : Mise en oeuvre », *Nickel. Électrolytique Mise En Oeuvre*, vol. MD3, n° M1611, p. M1611.1-M1611.12, 2003.
- [53] M. Schlesinger et M. Paunovic, *Modern Electroplating*. John Wiley & Sons, 2011.
- [54] B. Tury, G. Z. Radnóczy, G. Radnóczy, et M. L. Varsányi, « Microstructure properties of pulse plated Ni–Co alloy », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 202, n° 2, p. 331-335, 2007.
- [55] B. Bakhit et A. Akbari, « A comparative study of the effects of saccharin and  $\beta$ -SiC nano-particles on the properties of Ni and Ni–Co alloy coatings », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 253, p. 76-82, août 2014, doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.05.016.
- [56] Babak Bakhit, « Nanocrystalline Ni–Co alloy coatings: electrodeposition using horizontal electrodes and corrosion resistance | SpringerLink », [SpringerLink](https://www.springerlink.com) »,
- [57] M. Zamani, A. Amadeh, et S. M. Lari baghal, « Effect of Co content on electrodeposition mechanism and mechanical properties of electrodeposited Ni–Co alloy », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 26, n° 2, p. 484-491, févr. 2016, doi: 10.1016/S1003-6326(16)64136-5.
- [58] Beata Kucharska, « The effect of current types on the microstructure and corrosion properties of Ni/NanoAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings », *Mater. Tehnol.*, vol. 51, n° 3, p. 403-411, 2017.
- [59] A. Mekkaoui, « ELECTRODEPOSITION ET CARACTERISATION DES COUCHES MINCES NANOSTRUCTUREES A BASE D'OXYDES », doctoral, Université Mohamed Khider - Biskra, 2018.
- [60] J.-X. Kang, W.-Z. Zhao, et G.-F. Zhang, « Influence of electrodeposition parameters on the deposition rate and microhardness of nanocrystalline Ni coatings », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 203, n° 13, Art. n° 13, mars 2009, doi: 10.1016/j.surfcoat.2009.01.003.
- [61] A. M. Rashidi et A. Amadeh, « Effect of Electroplating Parameters on Microstructure of Nanocrystalline Nickel Coatings », *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 26, n° 1, p. 82-86, janv. 2010, doi: 10.1016/S1005-0302(10)60013-8.
- [62] F. Ebrahimi, G. R. Bourne, M. S. Kelly, et T. E. Matthews, « Mechanical properties of nanocrystalline nickel produced by electrodeposition », *Nanostructured Mater.*, vol. 11, n° 3, p. 343-350, mai 1999, doi: 10.1016/S0965-9773(99)00050-1.
- [63] Y. Hou, Z. Peng, J. Liang, et M. Liu, « Ni-Al nanocomposite coating electrodeposited from deep eutectic solvent », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 405, p. 126587, 2021.

- [64] H. Cui, N. Wei, L. Zeng, X. Wang, et H. Tang, « Microstructure and formation mechanism of Ni-Al intermetallic compounds fabricated by reaction synthesis », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 23, n° 6, p. 1639-1645, juin 2013, doi: 10.1016/S1003-6326(13)62642-4.
- [65] O. Culha, E. Celik, N. F. Ak Azem, I. Birlik, M. Toparli, et A. Turk, « Microstructural, thermal and mechanical properties of HVOF sprayed Ni–Al-based bond coatings on stainless steel substrate », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 204, n° 1, p. 221-230, août 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.11.036.
- [66] M. Adabi et A. A. Amadeh, « Electrodeposition mechanism of Ni–Al composite coating », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 24, n° 10, p. 3189-3195, 2014.
- [67] L. Wu, Y. He, Y. Jiang, Y. Zeng, Y. Xiao, et B. Nan, « Effect of pore structures on corrosion resistance of porous Ni<sub>3</sub>Al intermetallics », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 24, n° 11, p. 3509-3516, nov. 2014, doi: 10.1016/S1003-6326(14)63495-6.
- [68] S. L. Pévédic, « Etude de la formation et de l'oxydation de couches minces d'alliages Al-Ni après dépôt d'Al sur un monocristal de Ni(111) », phdthesis, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2007.
- [69] H. S. Maharana, B. Bishoyi, et A. Basu, « Current density dependent microstructure and texture evolution and related effects on properties of electrodeposited Ni-Al coating », *J. Alloys Compd.*, vol. 787, p. 483-494, 2019.
- [70] F. Cai et C. Jiang, « Influences of Al particles on the microstructure and property of electrodeposited Ni–Al composite coatings », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 292, p. 620-625, 2014.
- [71] Y. Yu, J. Zhou, S. Ren, L. Wang, B. Xin, et S. Cao, « Tribological properties of laser cladding NiAl intermetallic compound coatings at elevated temperatures », *Tribol. Int.*, vol. 104, p. 321-327, déc. 2016, doi: 10.1016/j.triboint.2016.09.014.
- [72] Y. Wang, H. Guo, H. Peng, L. Peng, et S. Gong, « Diffusion barrier behaviors of (Ru,Ni)Al/NiAl coatings on Ni-based superalloy substrate », *Intermetallics*, vol. 19, n° 2, p. 191-195, févr. 2011, doi: 10.1016/j.intermet.2010.08.016.
- [73] C. Kjartansdóttir, M. Caspersen, S. Egelund, et P. Møller, « Electrochemical investigation of surface area effects on PVD Al-Ni as electrocatalyst for alkaline water electrolysis », *Electrochimica Acta*, vol. 142, p. 324-335, 2014.
- [74] H. Alimadadi, C. Kjartansdóttir, A. Burrows, T. Kasama, et P. Møller, « Nickel-aluminum diffusion: A study of evolution of microstructure and phase », *Mater. Charact.*, vol. 130, p. 105-112, 2017.

- [75] E. Kornienko *et al.*, « Microstructure and properties of Ni-Al coatings obtained by conventional and high-velocity atmospheric plasma spraying », *Results Surf. Interfaces*, vol. 6, p. 100038, févr. 2022, doi: 10.1016/j.rsurfi.2022.100038.
- [76] O. Culha, E. Celik, N. F. Ak Azem, I. Birlik, M. Toparli, et A. Turk, « Microstructural, thermal and mechanical properties of HVOF sprayed Ni–Al-based bond coatings on stainless steel substrate », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 204, n° 1, Art. n° 1, août 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.11.036.
- [77] L. Li, L. Wang, L. Zhao, et X. Wang, « Microstructure and adhesion strength of NiAl coating prepared on Q235 substrate by combustion synthesis assisted with Cu-Zn interlayer », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 344, p. 564-571, juin 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.03.076.
- [78] S. Ghanbari et F. Mahboubi, « Corrosion resistance of electrodeposited Ni–Al composite coatings on the aluminum substrate », *Mater. Des.*, vol. 32, n° 4, p. 1859-1864, 2011.
- [79] A. Ul-Hamid, A. Quddus, F. K. Al-Yousef, A. I. Mohammed, H. Saricimen, et L. M. Al-Hadhrami, « Microstructure and surface mechanical properties of electrodeposited Ni coating on Al 2014 alloy », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 205, n° 7, p. 2023-2030, déc. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.08.083.
- [80] M. Adabi et A. A. Amadeh, « Formation mechanisms of Ni–Al intermetallics during heat treatment of Ni coating on 6061 Al substrate », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 25, n° 12, p. 3959-3966, déc. 2015, doi: 10.1016/S1003-6326(15)64073-0.
- [81] M. Rezaei, R. Arabi Jeshvaghani, H. R. Shahverdi, R. Mojaver, et M. J. Torkamany, « Formation of Ni-rich aluminide layers on an A356 aluminum alloy by a combined electroplating/laser alloying treatment: Microstructure and tribological characteristics », *J. Manuf. Process.*, vol. 29, p. 310-319, oct. 2017, doi: 10.1016/j.jmapro.2017.07.028.
- [82] E. G. Colgan, « A review of thin-film aluminide formation », *Mater. Sci. Rep.*, vol. 5, n° 1, p. 1-44, janv. 1990, doi: 10.1016/S0920-2307(05)80005-2.
- [83] T. B. Massalski, H. Okamoto, et P. R. Subramanian, *Binary alloy phase diagrams ASM International*. 1990.
- [84] S. B. Jung, Y. Minamino, T. Yamane, et S. Saji, « Reaction diffusion and formation of Al<sub>3</sub>Ni and Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> phases in the Al-Ni system », *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 12, n° 21, p. 1684-1686, janv. 1993, doi: 10.1007/BF00418831.

- [85] M. Konieczny, « Microstructural characterisation and mechanical response of laminated Ni-intermetallic composites synthesised using Ni sheets and Al foils », *Mater. Charact.*, vol. 70, p. 117-124, août 2012, doi: 10.1016/j.matchar.2012.05.007.
- [86] E. G. Colgan, M. Nastasi, et J. W. Mayer, « Initial phase formation and dissociation in the thin-film Ni/Al system », *J. Appl. Phys.*, vol. 58, n° 11, p. 4125-4129, déc. 1985, doi: 10.1063/1.335542.
- [87] J. C. Liu, J. W. Mayer, et J. C. Barbour, « Phase formation of NiAl<sub>3</sub> on lateral diffusion couples », *J. Appl. Phys.*, vol. 64, n° 2, p. 651-655, juill. 1988, doi: 10.1063/1.341956.
- [88] J. C. Liu, J. W. Mayer, et J. C. Barbour, « Kinetics of NiAl<sub>3</sub> and Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> phase growth on lateral diffusion couples », *J. Appl. Phys.*, vol. 64, n° 2, p. 656-662, juill. 1988, doi: 10.1063/1.341957.
- [89] D. Vojtěch, M. Novák, M. Zelinková, P. Novák, A. Michalcová, et T. Fabián, « Structural evolution of electroless Ni–P coating on Al–12wt.% Si alloy during heat treatment at high temperatures », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 255, n° 6, p. 3745-3751, janv. 2009, doi: 10.1016/j.apsusc.2008.10.026.
- [90] C. Vargel, *Corrosion of Aluminium*. Elsevier, 2004.
- [91] M. V. Glazoff, A. V. Khvan, V. S. Zolotarevsky, N. A. Belov, et A. T. Dinsdale, *Casting Aluminum Alloys: Their Physical and Mechanical Metallurgy*. Elsevier, 2018. doi: 10.1016/C2015-0-02446-7.
- [92] C. A. Schuh, T. G. Nieh, et H. Iwasaki, « The effect of solid solution W additions on the mechanical properties of nanocrystalline Ni », *Acta Mater.*, vol. 51, n° 2, p. 431-443, janv. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(02)00427-5.
- [93] S. N. Naik et S. M. Walley, « The Hall–Petch and inverse Hall–Petch relations and the hardness of nanocrystalline metals », *J. Mater. Sci.*, vol. 55, n° 7, p. 2661-2681, mars 2020, doi: 10.1007/s10853-019-04160-w.
- [94] N. Hansen, « Hall–Petch relation and boundary strengthening », *Scr. Mater.*, vol. 51, n° 8, p. 801-806, oct. 2004, doi: 10.1016/j.scriptamat.2004.06.002.
- [95] R. Mishra, B. Basu, et R. Balasubramaniam, « Effect of grain size on the tribological behavior of nanocrystalline nickel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 373, n° 1, p. 370-373, mai 2004, doi: 10.1016/j.msea.2003.09.107.
- [96] D. H. JEONG, F. GONZALEZ, G. PALUMBO, K. T. AUST, et U. ERB, « The effect of grain size on the wear properties of electrodeposited nanocrystalline nickel coatings », *Eff. Grain Size Wear Prop. Electrodeposited Nanocrystalline Nickel Coat.*, vol. 44, n° 3, Art. n° 3, 2001.

- [97] L. Wang, Y. Gao, T. Xu, et Q. Xue, « A comparative study on the tribological behavior of nanocrystalline nickel and cobalt coatings correlated with grain size and phase structure », *Mater. Chem. Phys.*, vol. 99, n° 1, Art. n° 1, sept. 2006, doi: 10.1016/j.matchemphys.2005.10.014.
- [98] S. C. Tjong et H. Chen, « Nanocrystalline materials and coatings », *Mater. Sci. Eng. R Rep.*, vol. 45, n° 1, p. 1-88, sept. 2004, doi: 10.1016/j.mser.2004.07.001.
- [99] H. J. Mathieu, E. Bergmann, et R. Gras, *Analyse et technologie des surfaces: couches minces et tribologie*. PPUR presses polytechniques, 2003.
- [100] G. W. Stachowiak, *Wear: Materials, Mechanisms and Practice*. John Wiley & Sons, 2006.
- [101] S. Rahoui, « Elaboration et caractérisation de revêtements par voie sol-gel en vue d'applications tribologiques en température », phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2013.
- [102] A. Zmitrowicz, « Wear patterns and laws of wear—a review », *J. Theor. Appl. Mech.*, vol. 44, n° 2, Art. n° 2, 2006.
- [103] S. Mezlini, Ph. Kapsa, C. Henon, et J. Guillemenet, « Abrasion of aluminium alloy: effect of subsurface hardness and scratch interaction simulation », *Wear*, vol. 257, n° 9, Art. n° 9, nov. 2004, doi: 10.1016/j.wear.2004.05.004.
- [104] M. Neale et M. Gee, *A Guide to Wear Problems and Testing for Industry*. William Andrew, 2001.
- [105] D. A. Devaraju, « A CRITICAL REVIEW ON DIFFERENT TYPES OF WEAR OF MATERIALS », p. 7.
- [106] M. Â. G. Sampaio, « Wear of PEEK-Ti6Al4V systems under micro-abrasion and linear sliding conditions », *Desgaste de sistemas PEEK-Ti6Al4V sob condições de micro-abrasão e deslizamento linear*, 2015,
- [107] J. M. Wheeler, J. A. Curran, et S. Shrestha, « Microstructure and multi-scale mechanical behavior of hard anodized and plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings on aluminum alloy 5052 », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 207, p. 480-488, août 2012, doi: 10.1016/j.surfcoat.2012.07.056.
- [108] C. D'Amato, J. Buhagiar, et J. C. Betts, « Tribological characteristics of an A356 aluminium alloy laser surface alloyed with nickel and Ni-Ti-C », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 313, p. 720-729, 2014.

- [109] Y. Wang *et al.*, « Influence of pretreatments on physicochemical properties of Ni-P coatings electrodeposited on aluminum alloy », *Mater. Des.*, vol. 197, p. 109233, janv. 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2020.109233.
- [110] I. M. Hutchings, « Tribology: Friction and wear of engineering materials, 1992 », *G. B.*, p. 78-84, 1992.
- [111] J. Parida, S. C. Pattnaik, S. C. Mishra, et A. Behera, « Effect of heat treatment on wear behaviour of Al-7 wt% Si-X wt% Mg alloys », *Mater. Today Proc.*, vol. 33, p. 4976-4980, 2020.
- [112] İ. Şimşek et D. Özyürek, « Investigation of the effects of Mg amount on microstructure and wear behavior of Al-Si-Mg alloys », *Eng. Sci. Technol. Int. J.*, vol. 22, n° 1, p. 370-375, 2019.
- [113] R. Jojith et N. Radhika, « Reciprocal dry sliding wear of SiCp/Al-7Si-0.3 Mg functionally graded composites: Influence of T6 treatment and process parameters », *Ceram. Int.*, vol. 47, n° 21, p. 30459-30470, 2021.
- [114] M. Liu, J. Chen, Y. Lin, Z. Xue, H. J. Roven, et P. C. Skaret, « Microstructure, mechanical properties and wear resistance of an Al-Mg-Si alloy produced by equal channel angular pressing », *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.*, vol. 30, n° 4, p. 485-493, 2020.
- [115] J. F. Archard, « Contact and Rubbing of Flat Surfaces », *J. Appl. Phys.*, vol. 24, n° 8, Art. n° 8, août 1953, doi: 10.1063/1.1721448.
- [116] F. El Dahiye, A. Makki, et M. Y. Alnefawy, « Study the Effect of Diffusion Heat Treatments for Nickel Electroplating on the Surface Hardness of 7075 Aluminum Alloy », *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*.
- [117] M. A. Zamzam, A. S. El-Sabbagh, et M. M. Milad, « Study of thermal cycling effects of Al-Ni turbine blades on their lifetime », *Mater. Des.*, vol. 23, n° 2, p. 161-168, avr. 2002, doi: 10.1016/S0261-3069(01)00064-4.
- [118] Y. Ding, Y. Zhang, D. O. Northwood, et A. T. Alpas, « PVD NiAl intermetallic coatings: microstructure and mechanical properties », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 94-95, p. 483-489, oct. 1997, doi: 10.1016/S0257-8972(97)00344-7.
- [119] C. Huang, W. Li, M.-P. Planche, H. Liao, et G. Montavon, « In-situ formation of Ni-Al intermetallics-coated graphite/Al composite in a cold-sprayed coating and its high temperature tribological behaviors », *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 33, n° 6, Art. n° 6, 2017.
- [120] C. Huang, W. Li, Y. Xie, M.-P. Planche, H. Liao, et G. Montavon, « Effect of substrate type on deposition behavior and wear performance of Ni-coated graphite/Al composite coatings deposited by cold spraying », *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 33, n° 4, Art. n° 4, 2017.

- [121] F. J. Monteiro, M. A. Barbosa, D. R. Gabe, et D. H. Ross, « Surface pretreatments of aluminium for electroplating », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 35, n° 3-4, p. 321-331, nov. 1988, doi: 10.1016/0257-8972(88)90045-X.
- [122] M. Karaś, M. Nowak, M. Opyrchał, M. Bigaj, et A. Najder, « Influence of the Zinc Sublayer Method Production and Heat Treatment on the Microhardness of the Composite Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coating Deposited on the 5754 Aluminium Alloy », *Arch. Metall. Mater.*, vol. 59, n° 1, p. 355-358, mars 2014, doi: 10.2478/amm-2014-0059.
- [123] P. Benaben et F. Durut, « Nickelage électrolytique. Caractéristiques », p. 14, 2002.
- [124] J. MARCHAL, « Electroformage », Ref: TIP153WEB - « Travail des matériaux - Assemblage ».
- [125] A. Bigos *et al.*, « Citrate-based baths for electrodeposition of nanocrystalline nickel coatings with enhanced hardness », *J. Alloys Compd.*, vol. 850, p. 156857, janv. 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.156857.
- [126] N. Shakibi Nia, « Relations état métallurgique-propriétés dans les alliages électrodéposés de Ni-W nanostructurés », thesis, La Rochelle, 2014.
- [127] « X-Ray Fluorescence Spectroscopy - The Next Generation of Wear Debris Analysis ». Consulté le: 21 août 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.machinerylubrication.com/Read/86/x-ray-fluorescence-spectroscopy>
- [128] B. William Lawrence, « The structure of some crystals as indicated by their diffraction of X-rays | Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character ».
- [129] Techbriefs Media Group, « X-ray Diffraction (XRD) Characterization Methods for Sigma=3 Twin Defects in Cubic Semiconductor (100) Wafers ». Consulté le: 21 août 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.techbriefs.com/component/content/article/tb/pub/briefs/electronics-and-computers/25972>
- [130] L. Gouton, « Laser surface treatment on a nickel based alloy in order to form chromium oxide to reduce cations release in primary circuit. Experimental and numerical study of laser mater interaction. », 2015.
- [131] I. N. Sneddon, « The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile », *Int. J. Eng. Sci.*, vol. 3, n° 1, Art. n° 1, mai 1965, doi: 10.1016/0020-7225(65)90019-4.

- [132] W. C. Oliver et G. M. Pharr, « An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments », *J. Mater. Res.*, vol. 7, n° 06, p. 1564-1583, juin 1992, doi: 10.1557/JMR.1992.1564.
- [133] A. Cornet et J.-P. Deville, *Physique et ingénierie des surfaces*. EDP sciences, 1998. Consulté le: 17 octobre 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://library.oapen.org/bitstream/handle/20.500.12657/88220/1/9782759802449.pdf>
- [134] M. F. Doerner, D. S. Gardner, et W. D. Nix, « Plastic properties of thin films on substrates as measured by submicron indentation hardness and substrate curvature techniques », *J. Mater. Res.*, vol. 1, n° 6, p. 845-851, déc. 1986, doi: 10.1557/JMR.1986.0845.
- [135] J. L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, et B. Gauthier-Manuel, « Nanoindentation with a Surface Force Apparatus », in *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*, M. Nastasi, D. M. Parkin, et H. Gleiter, Éd., in NATO ASI Series. , Dordrecht: Springer Netherlands, 1993, p. 429-447. doi: 10.1007/978-94-011-1765-4\_28.
- [136] S. Bec, A. Tonck, J.-M. Georges, E. Georges, et J.-L. Loubet, « Improvements in the indentation method with a surface force apparatus », *Philos. Mag. A*, vol. 74, n° 5, p. 1061-1072, nov. 1996, doi: 10.1080/01418619608239707.
- [137] G. Hochstetter, A. Jimenez, et J. L. Loubet, « Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements », *J. Macromol. Sci. Part B*, vol. 38, n° 5-6, p. 681-692, sept. 1999, doi: 10.1080/00222349908248131.
- [138] S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. Kh. Shorshorov, A. P. Ternovskij, et G. D. Shnyrev, « Determination of Young modulus by the hardness indentation diagram », *Zavod. Lab.*, vol. 41, n° 9, p. 1137-1140, 1975.
- [139] A. E. Giannakopoulos et S. Suresh, « DETERMINATION OF ELASTOPLASTIC PROPERTIES BY INSTRUMENTED SHARP INDENTATION », vol. 40, n° 10, p. 8.
- [140] M. Y. N'jock *et al.*, « A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials », *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 90, p. 145-150, janv. 2015, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2014.11.008.
- [141] B. Jönsson et S. Hogmark, « Hardness measurements of thin films », *Thin Solid Films*, vol. 114, n° 3, p. 257-269, avr. 1984, doi: 10.1016/0040-6090(84)90123-8.

- [142] R. Saha et W. D. Nix, « Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation », *Acta Mater.*, vol. 50, n° 1, p. 23-38, janv. 2002, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00328-7.
- [143] A. Iost, Y. Ruderman, et M. Bigerelle, « Dureté des revêtements : quel modèle choisir ? », *Matér. Tech.*, vol. 93, n° 7-8, Art. n° 7-8, juill. 2005, doi: 10.1051/mattech:2005009.
- [144] « Standard: 14577-1: 2015; Metallic materials—Instrumente... - Google Scholar ». Consulté le: 29 octobre 2024. [En ligne]. Disponible sur: [https://scholar.google.com/scholar\\_lookup?title=Metallic%20Materials-%20Instrumented%20Indentation%20Test%20for%20Hardness%20and%20Materials%20Parameters%20%E2%80%93%20Part%204%20Test%20Method%20for%20Metallic%20and%20Non-metallic%20Coatings&author=ISO%2014577-4&publication\\_year=2007](https://scholar.google.com/scholar_lookup?title=Metallic%20Materials-%20Instrumented%20Indentation%20Test%20for%20Hardness%20and%20Materials%20Parameters%20%E2%80%93%20Part%204%20Test%20Method%20for%20Metallic%20and%20Non-metallic%20Coatings&author=ISO%2014577-4&publication_year=2007)
- [145] N. Chollacoop, L. Li, et A. Gouldstone, « Errors in resolved modulus during nano-indentation of hard films on soft substrates: A computational study », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 423, n° 1, p. 36-40, mai 2006, doi: 10.1016/j.msea.2005.11.070.
- [146] F. Lofaj et D. Németh, « The effects of tip sharpness and coating thickness on nanoindentation measurements in hard coatings on softer substrates by FEM », *Thin Solid Films*, vol. 644, p. 173-181, déc. 2017, doi: 10.1016/j.tsf.2017.09.051.
- [147] A. Z. Guštin, B. Žužek, et B. Podgornik, « Hardness measurement of thin strips », *Measurement*, vol. 182, p. 109633, sept. 2021, doi: 10.1016/j.measurement.2021.109633.
- [148] H. Bückle, « Use of the hardness test to determine other material properties », *Sci. Hardness Test. Its Res. Appl.*, vol. 453, 1973.
- [149] X. Chen et J. J. Vlassak, « Numerical study on the measurement of thin film mechanical properties by means of nanoindentation », *J. Mater. Res.*, vol. 16, n° 10, p. 2974-2982, oct. 2001, doi: 10.1557/JMR.2001.0408.
- [150] Y. Pinot, « Micro- et nanostructure des revêtements (Ti, Al)N et comportement tribologique au voisinage de la transition structurale », These de doctorat, Mulhouse, 2015.
- [151] S. X. McFadden et A. K. Mukherjee, « Sulfur and superplasticity in electrodeposited ultrafine-grained Ni », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 395, n° 1-2, p. 265-268, 2005.
- [152] N. P. Wasekar, P. Haridoss, S. K. Seshadri, et G. Sundararajan, « Influence of mode of electrodeposition, current density and saccharin on the microstructure and hardness of electrodeposited nanocrystalline nickel coatings », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 291, p. 130-140, avr. 2016, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.02.024.

- [153] A. Ul-Hamid, A. Quddus, H. Dafalla, H. Saricimen, et L. Al-Hadhrami, « Electrochemical Deposition of Ni on an Al-Cu Alloy », *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 21, n° 2, p. 213-221, févr. 2012, doi: 10.1007/s11665-010-9816-9.
- [154] M. Lagarde, « Relations procédés d'élaboration, état métallurgique, propriétés des alliages nanostructurés de Ni-W », p. 260.
- [155] A. M. El-Sherik, U. Erb, et J. Page, « Microstructural evolution in pulse plated nickel electrodeposits », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 88, n° 1, Art. n° 1, janv. 1997, doi: 10.1016/S0257-8972(96)02928-3.
- [156] T. Y. Tsui et G. M. Pharr, « Substrate effects on nanoindentation mechanical property measurement of soft films on hard substrates », *J. Mater. Res.*, vol. 14, n° 1, p. 292-301, janv. 1999, doi: 10.1557/JMR.1999.0042.
- [157] S. M. Mehriani, M. Rahsepar, F. Khodabakhshi, et A. P. Gerlich, « Effects of friction stir processing on the microstructure, mechanical and corrosion behaviors of an aluminum-magnesium alloy », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 405, p. 126647, 2021.
- [158] M. Guezmil, W. Bensalah, A. Khalladi, K. Elleuch, M. Depetris-Wery, et H. F. Ayedi, « Friction coefficient and microhardness of anodized aluminum alloys under different elaboration conditions », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 25, n° 6, Art. n° 6, juin 2015, doi: 10.1016/S1003-6326(15)63803-1.
- [159] M. H. Staia, E. J. Castillo, E. S. Puchi, B. Lewis, et H. E. Hintermann, « Wear performance and mechanism of electroless Ni-P coating », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 86-87, p. 598-602, déc. 1996, doi: 10.1016/S0257-8972(96)03086-1.
- [160] C. A. Coulomb, *Théorie des machines simples*. Bachelier, Libraire, 1821.
- [161] M. Yousefi et H. Jamshidi aval, « Influence of rotational speed in friction surfacing of nickel-aluminide reinforced aluminum matrix composite on commercially pure aluminum », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 32, n° 8, Art. n° 8, août 2022, doi: 10.1016/S1003-6326(22)65960-0.
- [162] J. Ma *et al.*, « Tribological behavior of NiAl-based intermetallic compounds in artificial seawater », *Tribol. Int.*, vol. 153, p. 106612, janv. 2021, doi: 10.1016/j.triboint.2020.106612.
- [163] H.-T. Yuan *et al.*, « Electrochemical characteristics of Mg<sub>2-x</sub>Al<sub>x</sub>Ni (0 ≤ x ≤ 0.5) alloys », *J. Alloys Compd.*, vol. 309, n° 1, p. 208-211, sept. 2000, doi: 10.1016/S0925-8388(00)01053-7.
- [164] S. Orimo, K. Ikeda, et H. Fujii, « B2-phase formation and hydriding properties of (Mg<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>) Ni (x = 0 ~ 0.5) », *J. Alloys Compd.*, vol. 266, n° 1-2, p. L1-L3, 1998.



## Résumé

L'objectif de ces travaux de thèse porte sur l'amélioration du comportement tribologique d'un alliage d'aluminium par un alliage de surface élaboré par voie électrochimique. À cette fin, des revêtements de nickel sont électrodéposés sur des substrats d'Al-5Mg pendant des durées variables dans un bain de Watt, puis traités thermiquement à 450, 500 et 550 °C, avec des temps de recuit allant de 1 à 40 heures en fonction de la température de diffusion, afin d'améliorer les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Différentes techniques de caractérisation ont été employées pour évaluer le comportement mécanique et tribologique de l'alliage de surface élaboré. Les études microstructurales, réalisées par microscopie électronique à balayage (MEB) couplée à la spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) et par diffraction des rayons X (DRX), ont révélé que le traitement thermique conduit à la formation de quantités variables de phases intermétalliques  $Al_3Ni_2$  et  $Al_3Ni$ . La microindentation avec un indenteur Berkovich a permis de déterminer la dureté des échantillons, tandis que des essais d'usure ont été effectués à l'aide d'un tribomètre bille-plan en mode de translation alternée. Les résultats montrent que les substrats revêtus et traités présentent une dureté nettement supérieure à celle des substrats Al-5Mg d'origine, en raison de la croissance des phases intermétalliques (Al, Ni). Par ailleurs, le temps de dépôt du nickel dans le bain ainsi que la température et la durée du recuit influencent le type, l'épaisseur et la cristallinité des phases intermétalliques formées. Enfin, le coefficient de frottement des échantillons revêtus et traités thermiquement se stabilise entre 0,3 et 0,36.

**Mots clés :** Alliage d'aluminium, électrodéposition de nickel, microdureté, phases intermétalliques, coefficient de frottement.

## Abstract

The aim of this thesis work is to improve the tribological behavior of an aluminum alloy using an electrochemically produced surface alloy. To this end, nickel coatings are electrodeposited on Al-5Mg substrates for varying durations in a Watt bath, then heat treated at 450, 500 and 550°C, with annealing times ranging from 1 to 40 hours depending on the diffusion temperature, in order to improve the mechanical properties of aluminum alloys. Various characterization techniques were employed to assess the mechanical and tribological behavior of the surface alloy developed. Microstructural studies, carried out by scanning electron microscopy (SEM) coupled with energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (XRD), revealed that heat treatment leads to the formation of variable amounts of  $Al_3Ni_2$  and  $Al_3Ni$  intermetallic phases. Microindentation with a Berkovich indenter was used to determine the hardness of the samples, while wear tests were carried out using a ball-plane tribometer in alternating translation mode. The results show that the coated and treated substrates have a significantly higher hardness than the original Al-5Mg substrates, due to the growth of intermetallic phases (Al, Ni). Furthermore, the time taken to deposit nickel in the bath, as well as the annealing temperature and duration, influence the type, thickness and crystallinity of the intermetallic phases formed. Finally, the coefficient of friction of coated and heat-treated samples stabilizes between 0.3 and 0.36.

**Keywords:** Aluminum alloy, Ni electrodeposition coating, hardness, intermetallic phases, friction coefficient.

## ملخص

الهدف من اعمال هذه الأطروحة هو التركيز على تحسين السلوك الاحتكاكي لسبائك الألومنيوم باستخدام سبيكة سطحية يتم إنتاجها بالطريقة الكهروكيميائية. وللقيام بذلك يتم تطبيق طبقات النيكل إلكترونياً على ركائز Al-5Mg اعتماداً على الفترات المتغيرة في حوض وات، مع معالجات حرارية عند 450 و 500 و 550 درجة مئوية على فترات حرارية تتراوح من 1 إلى 40 ساعة على حسب درجة الحرارة الانتشار من أجل تحسين خصائص سبائك الألومنيوم الميكانيكية. تم استخدام تقنيات توصيف مختلفة لتوصيف السلوك الميكانيكي والترولوجي للسبائك السطحية المطورة. تكشف الدراسات المجهرية باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) إلى جانب التحليل الطيفي المشتمل للطاقة (EDS) وحيود الأشعة السينية (XRD) أن المعالجة الحرارية تؤدي إلى كميات متفاوتة من المركبات المعدنية  $Al_3Ni_2$  و  $Al_3Ni$ . تم استخدام بيرك فينتش microindentation لتحديد صلابة العينات، وتم إجراء اختبارات التآكل باستخدام مقياس ترايوميتر كروي مع حركة انتقالية متناوبة. أظهرت النتائج أن الركائز المطلية والمعالجة لديها صلابة أعلى من الركائز الأصلية بسبب نمو المركبات المعدنية المختلفة (Ni, Al). يؤثر وقت ترسيب النيكل في الحمام ودرجة حرارة/وقت التلدين على نوع وسمك وبلورة المواد البينية المعدنية المتكونة. بالإضافة إلى ذلك، فإن معامل الاحتكاك للعينات المطلية والمعالجة حرارياً يستقر بين 0.3 و 0.36.

**الكلمات المفتاحية:** سبائك الألومنيوم، الطلاء الكهربائي بالنيكل، الصلابة الدقيقة، المركبات المعدنية، معامل الاحتكاك.