

Les avantages techniques du traitement sous vide par rapport aux autres modes de traitements sont :

- *Amélioration de l'état de surfaces des pièces traitées*

Le travail sous pression réduite permet d'éviter les perturbations notables de la surface de la pièce traitée.

- *Réduction des déformations*

Lors de la montée en température, la charge reçoit directement le rayonnement des éléments chauffants d'une manière homogène ce qui entraîne une réduction sensible des contraintes thermiques. Le refroidissement est assuré par injection de gaz sous pression plus ou moins forte. Dans ces conditions il est possible de minimiser les déformations en ayant le plus de souci d'orienter le débit de gaz.

Dans le but de suivre l'évolution de la dureté, un contrôle de cette grandeur a été effectué avant et après traitements thermiques. Pour cela, un duromètre modèle Dia-Testor a été employé.

La figure III.7 est une photographie du four utilisé pour les traitements thermiques

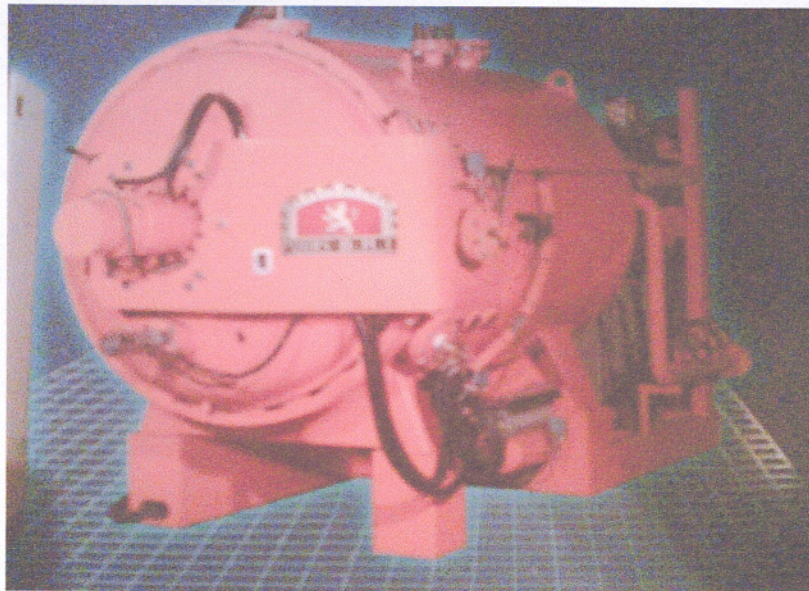


Figure III-7 Four de traitements thermiques sous vide

III.6 ELABORATION DES DEPOTS :

Le chromage a été réalisé dans les ateliers de galvanoplastie de la B.A (Banque d'Algérie) sur les échantillons qui avaient subi les traitements thermiques.

La qualité d'un revêtement est conditionnée par l'état de propreté du substrat à traiter. Pour cela la préparation de la surface joue un rôle considérable dans ce domaine. Dans le cas de la présente étude la préparation est résumée ci-dessous.

III.6.1 Préparation des surfaces

Les différents substrats ont été initialement soumis à un prépolissage à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine (SiC 100, 180, 400, 600, 800, 1000 et 1200). Cette opération est finalisée par passage sur différentes pâtes diamantées (entre 45 et 0.1 μm). La deuxième étape constitue le dégraissage chimique à température ambiante pendant 15 minutes au trichloréthylène (CCl_2CHCl) qui présente des propriétés dissolvantes remarquables.

Cette phase est suivie par une désoxydation au 'Miror', puis un autre dégraissage. A la fin, les échantillons sont rincés à l'eau distillée puis séchés sur coton avant l'opération de chromage.

III.6.2 Analyse du bain de chromage

Au cours des travaux des traitements de surface la concentration des constituants des bains diminue progressivement ce qui influe directement sur la qualité des revêtements, pour remédier à ce problème, un contrôle régulier doit être effectué. Un dosage des constituants acide chromique, acide sulfurique a donné les résultats suivants :

- Acide sulfurique (H_2SO_4 , $d = 1.87$)	2.49 g/l
- Acide chromique (Cr_2O_3)	251 g/l

La méthode d'analyse est détaillée en annexe

III.6.3 Procédure et équipements utilisés

Lors de la réalisation des dépôts, on a utilisé un équipement très simple à manipuler. Il est constitué de ce qui suit :

a) Cuve

Le dispositif d'électrolyse comporte un bac de travail muni d'un réservoir. Le bac en acier inoxydable est recouvert d'une couche de Titane, afin de résister au milieu agressif.

b) Redresseur de courant

On s'en sert pour transformer le courant alternatif en courant continu. La tension du réseau de distribution est transformée à l'aide d'un transformateur, en une tension relativement faible exigée par l'électrolyse, puis cette tension faible est redressée à l'aide d'un redresseur.

c) Résistances chauffantes

Elles assurent le chauffage du bain. Les résistances chauffantes ainsi qu'un thermocouple sont liés à un système de régulation de température.

d) Agitateur

L'agitation est assurée par un système rotatif pour empêcher un appauvrissement en ions métalliques à la cathode.

e) Anodes insolubles

L'anode utilisée est en Titane platiné (activé) munie d'une fine plaque en Plomb.

Les échantillons sont plongés dans un bain dont la composition est :

- - Acide sulfurique (H_2SO_4 , $d = 1.87$) 2.5 g/l
- - Acide chromique (Cr_2O_3) 250 g/l

Le temps de séjour dans la solution de chromage a été fixé pour l'ensemble des échantillons à 20 minutes.

f) f) Température et densité de courant

Trois températures ont été considérées à savoir 40, 50 et 60 °C. Pour la température intermédiaire quatre densités de courant ont été testées (30, 40, 50 et 60 A/dm²). Pour les deux

autres, la seule densité de courant prise est de 50 A/dm². L'agitation du bain de chromage est assurée par circulation de la solution. Après chromage, les échantillons sont retirés du bain, rincés puis séchés

III.7 CARACTERISATION

La caractérisation des couches obtenues a été faite par la mesure de l'épaisseur, les essais de dureté et les tests électrochimiques.

III.7.1 Mesure d'épaisseur

Cette caractéristique a été faite par l'emploi du même appareil que celui utilisé dans la détermination de l'analyse chimique.

III.7.2 Tests de microdureté :

La détermination de la microdureté a été réalisée suivant les normes NF A 91 118 et ISO 4516, sur un appareil O.P.L 079 dont le pénétrateur est du type Vickers [49,50] .Les essais de microdureté ont été effectués sous une charge de 100 g, l'indice de microdureté est donné par l'expression :

$$H_v = \frac{2P \sin\left(\frac{X}{2}\right)}{d^2} = \frac{1,854.P}{d^2}$$

X : L'angle au sommet de la pyramide ;

P : La charge en grammes ;

d : La moyenne arithmétique des deux diagonales de l'empreinte en micromètre.

III.7.3 Caractérisation électrochimique

Deux techniques ont été utilisées dans cette partie ; le suivi du potentiel d'abandon (d'équilibre) en fonction du temps ($E = f(t)$) et les tracés des courbes de polarisation ($E = \log(i)$).

III.7.3.1 Suivi du potentiel en circuit ouvert

Egalement désigné par potentiel d'abandon ou potentiel libre, il s'agit de la grandeur nécessaire à mesurer. Cette technique simple apporte des informations préliminaires sur la nature des processus en cours, à l'interface métal/électrolyte (corrosion, passivation ...).

Le suivi du potentiel d'abandon ou d'équilibre est effectué en fonction du temps d'immersion ($E=f(t)$) des échantillons dans les solutions d'étude pour une durée d'une heure. La valeur notée est celle qui correspond à l'équilibre. Avant de se stabiliser et d'atteindre une valeur fixe, le potentiel de corrosion d'un matériau plongé dans une solution subit en fonction du temps, différentes variations relatives aux phénomènes interfaciaux qui peuvent avoir lieu.

Ces variations peuvent être aussi dues à la formation de composés insolubles ou au dégagement de gaz. Les différentes variations possibles des courbes $E = f(t)$ sont données par la figure III-8.

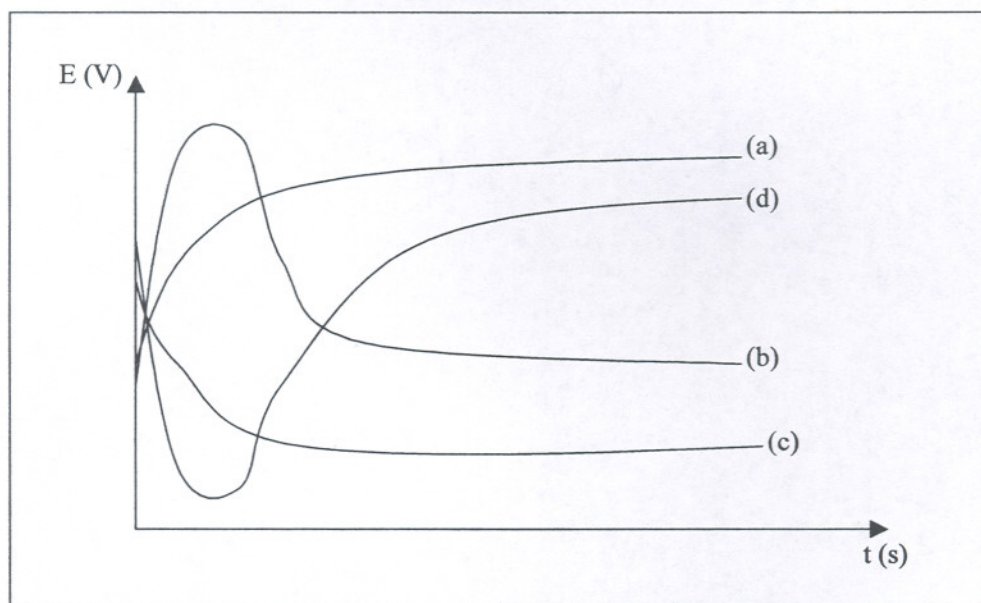


Figure III-8 Variations du potentiel d'abandon en fonction du temps

La courbe (a) montre un potentiel qui augmente avec le temps jusqu'à stabilisation, ceci traduit la formation d'une couche de composés insolubles qui protège le métal, c'est la passivation. La courbe (c) relative à une diminution de potentiel correspond à une attaque

corrosive du matériau. La courbe (b) indique une passivation suivie d'une attaque et la courbe (d) une attaque suivie d'une passivation. Pour le cas présent il s'agit de suivre l'évolution du potentiel pendant une heure d'immersion.

IV.7.3.2 Courbes de polarisation

Les courbes intensité-potentiel ou potentiodynamiques traduisent le comportement électrochimique des matériaux vis à vis de leurs milieux liquides. Elles permettent en particulier de mettre en évidence les réactions d'attaque et de passivation ayant lieu superficiellement sur les métaux. La détermination de la densité de courant de corrosion permet par conséquent d'accéder à la vitesse instantanée de corrosion.

Pour ce type d'expérience, dans le cas présent, il s'agit de faire un balayage en potentiel entre -150 et $+500$ mV par rapport au potentiel d'équilibre (abandon) avec une vitesse de balayage de 0.9 mV/s. La vitesse de balayage était prise faible pour permettre d'avoir une courbe globale de polarisation qui soit une succession d'états stationnaires.

Le potentiel et le courant de corrosion ont été déterminés à partir des courbes de polarisation comme l'indique l'exemple de la figure III-9.

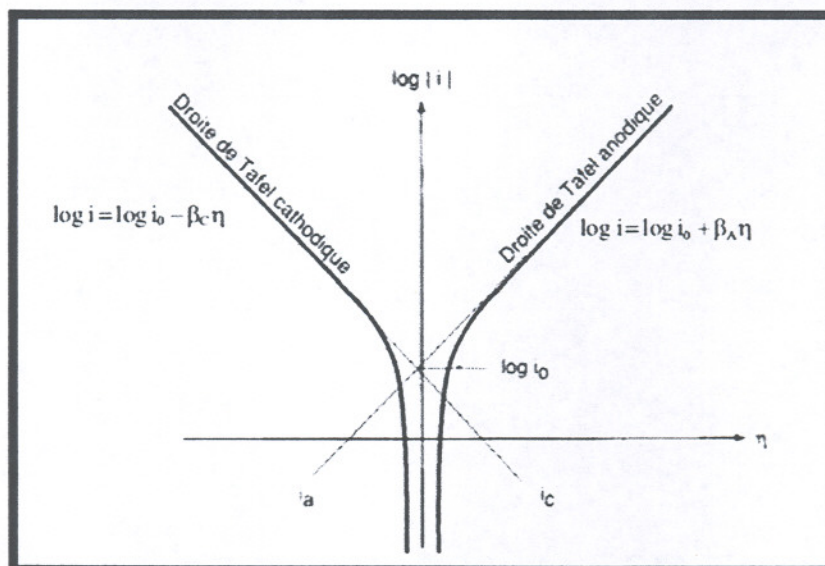


Figure III-9 détermination des paramètres de corrosion à partir de la courbe de polarisation.

III.7.3.3 Dispositif expérimental

Les essais électrochimiques ont été menés par le biais d'un potentiostat – galvanostat de type Amel 5000. Ces tests ont été réalisés dans une cellule cylindrique en pyrex de volume 250 ml. Elle est munie d'une double enveloppe permettant la régulation, si nécessaire, de la température, par l'intermédiaire d'un bain thermostaté. La cellule contient quatre entrées dont une est destinée à assurer le dégazage et les trois restantes à adapter :

- Une électrode de référence au calomel saturée (ECS),
- Une contre électrode en platine,
- Une électrode de travail, constituée de l'échantillon à tester.

L'ensemble est piloté par un micro-ordinateur doté de deux logiciels d'acquisition et de traitement de données de type Corr-ware et Corr-View. Le schéma du montage est représenté sur la figure III-10.

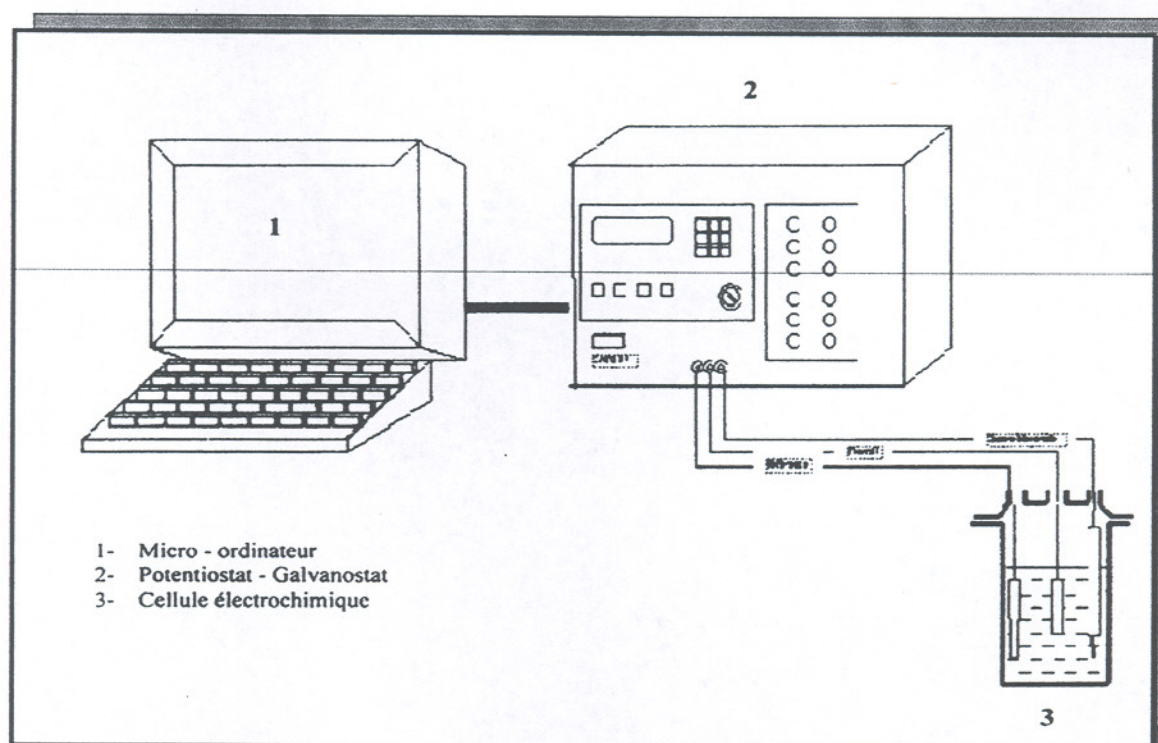


Figure III- 10 Schéma du montage expérimental de corrosion utilisé

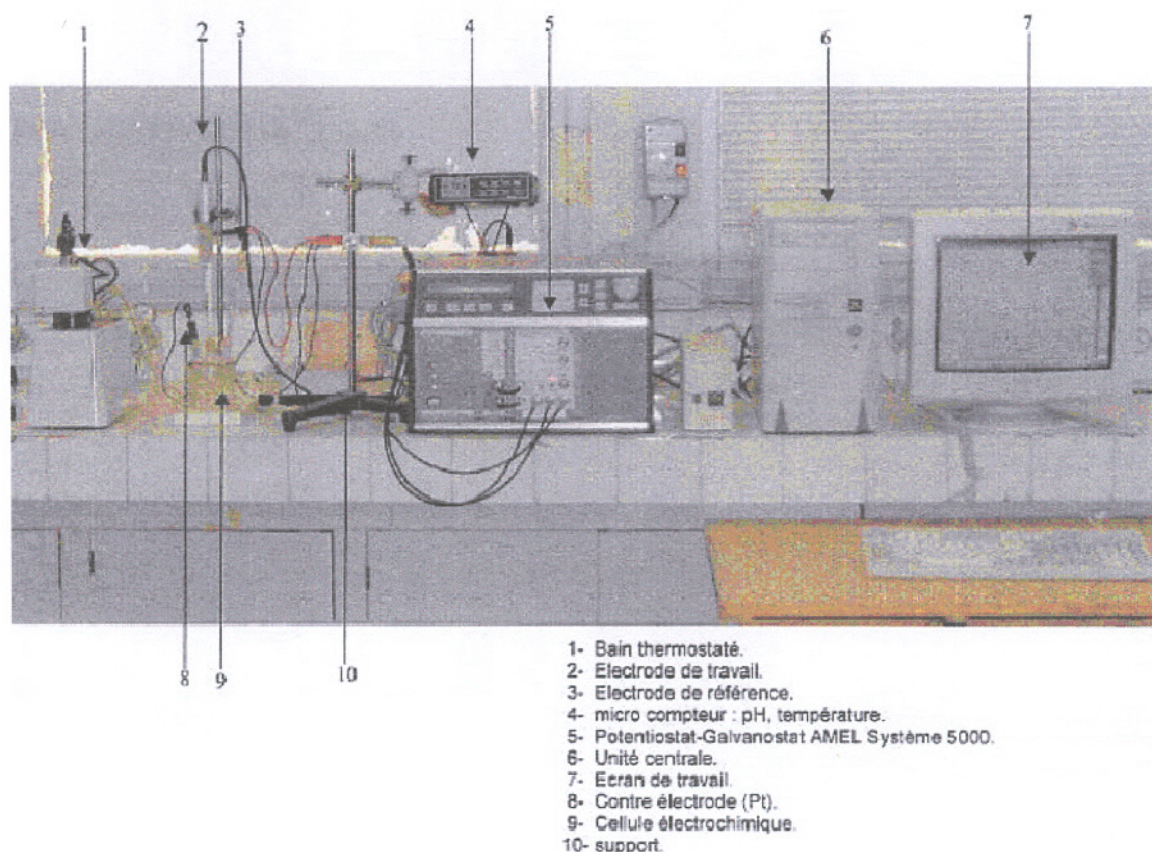


Figure III- 10 Photographie du montage

III-7-3-4. Préparation des échantillons

Afin d'obtenir des résultats fiables et reproductibles, l'électrode de travail subit, avant chaque essai, un prétraitement, qui consiste en un dégraissage dans une solution contenant des tensioactifs, suivi d'un rinçage à l'eau distillée puis un essuyage à l'acétone. L'échantillon est par la suite séché puis recouvert d'une couche de vernis isolant limitant ainsi la surface de travail concernée par l'étude. L'échantillon est alors fixé dans la cellule en position d'électrode de travail, puis immergé rapidement dans l'électrolyte.

Aucune activation électrochimique particulière de la surface des électrodes n'a été réalisée (une bonne reproductibilité des expériences a, en effet, été observée).

III.7.3.5 Milieu d'étude

Le milieu utilisé dans les essais de corrosion étant une solution aérée de chlorures de sodium (NaCl) à la concentration de 30 grammes par litre. La concentration de cet électrolyte est proche de celle rencontrée dans les eaux de mer. Les essais de corrosion ont été effectués à la température ambiante et sans agitation du milieu.