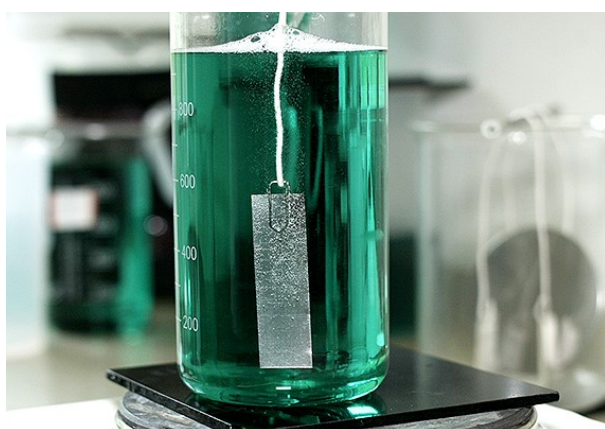

Nickelage

MATÉRIAUX
LABO 1
RAPPORT



Élèves :

Arnaud ARPINO
Paul BERNARD DE COURVILLE
Nikola BOZIC
Célien PITTELOUD

Enseignants :

Pierre BURDET
Quentin RABALL

20 mai 2024

1 Introduction

Le but de ce laboratoire est de réaliser un dépôt de Nickel électrolytique sur une pièce en laiton. Puis de mesurer l'épaisseur et la masse de la couche électrolytique à l'aide de trois méthodes différentes :

- Par différence de masse
- Par mesure directe de l'épaisseur
- Par mesure de courant (loi de Faraday)

2 Rappel théorique

3 Calculs

Afin de réaliser le nickelage de l'éprouvette, on a réalisé une série de mesures et de calculs afin de pouvoir déterminer le courant et la tension à régler selon la densité de courant demandé pour le nickelage.

Propriété	Valeur
H [mm]	55,34
L1 [mm]	9,95
L2 [mm]	9,94
Masse [g]	45,07

TABLE 1 – Dimensions de l'éprouvette

	min	max	Valeurs effectives
I/S [mA/cm ²]	40	50	
I [mA]	959,69248	1199,6156	1000
R [Ohm]	15	15	
U [V]	14,3953872	17,994234	16,2

TABLE 2 – Calculs du courant et de la tension

4 Matériel et méthodes

Pour réaliser ce Nickelage ainsi que les mesures qui en découlent, on a utilisé le matériel suivant :

- 1 éprouvette de laiton (à revêtir : cathode)
- 1 balance de précision 0.00 - 200.00 g
- 1 plaque de nickel (anode)
- 1 bêcher de 600 ml
- 1 verre de montre
- 500 ml d'électrolyte NiSO₄

- 1 réchaud avec agitateur magnétique et thermostat, réglé sur 50 °C
- 1 transformateur 220 V AC / 0-25 V AC
- 1 redresseur 0-25 V AC / 0-20 V DC
- 1 ampèremètre
- 1 résistance 15 Ω
- Fils de jonction avec fiches
- Petit matériel : tiges filetées, pinces crocodiles, etc.

Le protocole réalisé pour ce laboratoire est le suivant :

On a commencé par nettoyer la pièce avec du papier abrasif et rincé à l'alcool en utilisant des gants pour ne pas graisser la pièce. Ensuite on a mesuré la pièce au pied à coulisse et pesé les échantillons.

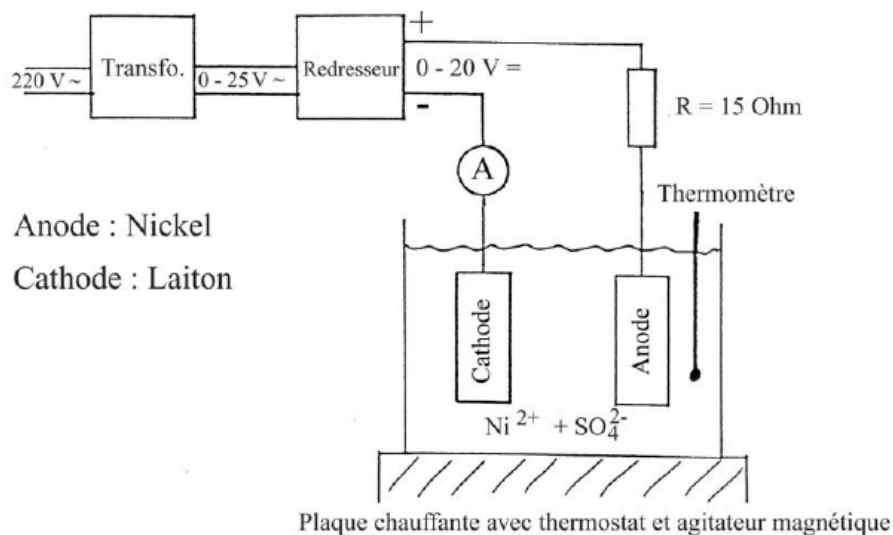


FIGURE 1 – Schéma de montage du bain de Nickelage électrochimique

Après réalisation et contrôle du schéma de montage (Figure 1). On a réalisé le Nickelage avec un courant de 1A et 15 V (voir 2), pendant 30 minutes. Après réalisation et contrôle du schéma de montage (Figure 1). Nous avons réalisé le nickelage avec un courant de 1A et 15 V (voir 2), pendant 30 minutes.

Après le nickelage, la pièce a été nettoyée à l'eau puis à l'alcool. Une nouvelle mesure de la masse de la pièce a ensuite été réalisée afin de déterminer l'épaisseur de la couche de nickel.

La préparation de l'échantillon s'est poursuivie avec une étape de tronçonnage, puis d'enrobage à chaud et finalement de polissage manuel selon le protocole de polissage manuel, voir annexe A. Cela a permis par la suite d'observer l'épaisseur de la couche de nickelage au microscope optique.

5 Résultats

5.1 Par différence de masse

Calcul de la section :

$$S = 2 \cdot (S_{section} + S_{hauteur1} + S_{hauteur2}) \quad (1)$$

$$S = 2 \cdot (L1 \cdot L2 + L1 \cdot H + L2 \cdot H)$$

$$S = 2 \cdot (9.95 \cdot 9.94 + 9.95 \cdot 55.34 + 9.94 \cdot 55.34)$$

$$\boxed{S = 2399 \text{ mm}^2}$$

Calcul de l'incertitude de la section :

$$\Delta S = 2 \cdot (\Delta S_{section} + \Delta S_{hauteur1} + \Delta S_{hauteur2}) \quad (2)$$

Or

$$\left(\frac{\Delta S_{surface}}{S_{surface}} \right)^2 = \left(\frac{\Delta X}{X} \right)^2 + \left(\frac{\Delta Y}{Y} \right)^2 \quad (3)$$

$$\Delta S_{surface} = S_{surface} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta X}{X} \right)^2 + \left(\frac{\Delta Y}{Y} \right)^2} \quad (4)$$

D'après l'équation 4 on obtient :

$$\begin{aligned} \text{— } \Delta S_{section} &= 9.95 \cdot 9.94 \cdot \sqrt{\left(\frac{0.01}{9.95} \right)^2 + \left(\frac{0.01}{9.94} \right)^2} = 0.14 \text{ mm}^2 \\ \text{— } \Delta S_{hauteur1} &= 9.95 \cdot 55.34 \cdot \sqrt{\left(\frac{0.01}{9.95} \right)^2 + \left(\frac{0.01}{55.34} \right)^2} = 0.56 \text{ mm}^2 \\ \text{— } \Delta S_{hauteur2} &= 9.94 \cdot 55.34 \cdot \sqrt{\left(\frac{0.01}{9.94} \right)^2 + \left(\frac{0.01}{55.34} \right)^2} = 0.56 \text{ mm}^2 \end{aligned}$$

D'après l'équation 2 on obtient :

$$\Delta S = 2 \cdot (0.14 + 0.56 + 0.56) = 2.52 \text{ mm}^2 \rightarrow \boxed{3 \text{ mm}^2} \quad (5)$$

Données :

- Masse volumique du nickel : $\rho = 8900 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} = 0.0089 \text{ g} \cdot \text{mm}^{-3}$
- Surface totale de l'échantillon : $S = 2399 \pm 3 \text{ mm}^2$

Propriété	Valeur [g]
Masse avant nickelage	45,07
Masse après nickelage	45,51
Masse de nickel déposée	0,44

TABLE 3 – Masse résultante du nickelage

Calcul de l'incertitude sur la masse de nickel déposée :

$$\Delta m_{\text{depot}} = \Delta m_{\text{avant}} + \Delta m_{\text{après}} = 0.01 + 0.01 = 0.02 \text{ g} \quad (6)$$

Ainsi $m_{\text{depot}} = 0.44 \pm 0.02 \text{ g}$.

Calcul de l'épaisseur de la couche de nickel déposée :

$$m_{\text{depot}} = h \cdot \rho \cdot S \quad (7)$$

$$h = \frac{m_{\text{depot}}}{\rho \cdot S} = \frac{0.44}{0.0089 \cdot 2399} = 0.0206 \text{ mm} = 20.6 \mu\text{m}$$

Calcul de l'incertitude sur l'épaisseur de la couche de nickel déposée :

$$\Delta h = h \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta m_{\text{depot}}}{m_{\text{depot}}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \rho}{\rho}\right)^2 + \left(\frac{\Delta S}{S}\right)^2} \quad (8)$$

$$\Delta h = h \cdot \sqrt{\left(\frac{0.02}{0.44}\right)^2 + \left(\frac{0}{0.0089}\right)^2 + \left(\frac{3}{2399}\right)^2}$$

$$\Delta h = 0.9367 \times 10^{-3} \text{ mm} = 0.937 \mu\text{m} \rightarrow 1 \mu\text{m}$$

Cette méthode nous donne une épaisseur de la couche de nickel déposée de $21 \pm 1 \mu\text{m}$.

5.2 Par mesure du courant

ajouter incertitude sur le temps et le courant

En utilisant la formule réf, on obtient :

$$m_{\text{nickel}} = \frac{58,69 \cdot 1 \cdot 1800}{2 \cdot 96500} = 0.547 \text{ g} \quad (9)$$

5.3 Par mesure directe de l'épaisseur

La mesure de l'épaisseur a été faite sur le microscope. Chaque photo a été prise au milieu d'un côté. On a fait une moyenne avec toutes les valeurs d'épaisseurs obtenues.

ajouter photos

ajouter tableau des valeurs

ajouter incertitude

6 Discussion des résultats

Le dépôt de nickel n'est pas uniforme d'une face à l'autre et cela est dû à la position de l'éprouvette dans le bain de nickelage. La face de l'éprouvette qui se trouve la plus proche de l'anode reçoit plus de nickel que l'autre face. En effet, la densité de courant est plus élevée à proximité de l'anode.

6.1 Avantages et inconvénients des méthodes de mesure

6.1.1 Par différence de masse

Avantages méthode différence de masse :

- Facile à réaliser
- Mesure précise de la masse
- Pas besoin de matériel très spécifique
- Pas de risque de perte de matière

Inconvénients méthode différence de masse :

- Estimation de l'épaisseur en passant par la masse volumique et la surface de l'échantillon

6.1.2 Par mesure du courant

Avantages méthode mesure du courant :

- ?

Inconvénients méthode mesure du courant :

- ?

6.1.3 Par mesure directe de l'épaisseur

Avantages méthode mesure directe de l'épaisseur :






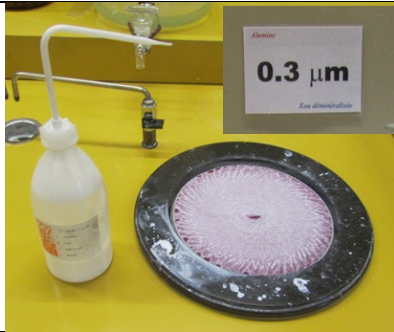
- Précis

Inconvénients méthode mesure directe de l'épaisseur :

- Risque de perte de matière à la préparation
- Temps de préparation de l'échantillon
- Nécessite un microscope optique

7 Conclusion






A Protocole de polissage

N°	Quoi ?	Comment ?	Images
	Tronçonner + Enrober	Avec la tronçonneuse mécatome Enrobage à chaud ou à froid	
	Casser les angles	Sur le lapidaire ou sur disque SiC P180	
1	Pré-polissage	<p>Abrasif SiC à l'eau courante L'enrobage reste immobile</p> <p>1^{ère} étape au SiC P320 - Obtenir un échantillon plan</p> <p>2^{ème} étape au SiC P600 - Tourner l'enrobage de 90° - Faire disparaître les raies précédentes</p> <p>3^{ème} étape au SiC P1200 - Tourner l'enrobage de 90° - Faire disparaître les raies précédentes</p>	 
Ultrason + lavage			
2	Finition Pour microdureté	<p>Toile avec suspension de diamant monocristallin 3µm</p> <p>- Tourner l'enrobage dans le sens inverse du plateau - Utiliser avec lubrifiant "Reflex Lub" - Obtenir une surface uniforme avec peu de raies</p>	
Ultrason + lavage			
3	Super-finition Pour microstructure	<p>Toile avec suspension d'alumine 0.3µm</p> <p>- Utiliser la pissette - Tourner l'enrobage dans le sens inverse du plateau - Obtenir un polissage miroir</p>	
Lavage			

Conseils généraux pour le polissage

- La 1^{ère} étape sert à obtenir des échantillons plans ou à enlever de la matière jusqu'à la zone d'intérêt. Utiliser le SiC P180 si beaucoup de matière à enlever, mais attention de ne pas créer des facettes.
- Finition : Les draps sont généralement assez imbibés de particules de diamant. Utiliser le lubrifiant tant que le drap garde son pouvoir abrasif. Si ce n'est plus le cas, demander à un assistant, la suspension diamantée est sous clef.

- Les étapes de **lavage** des échantillons sont essentielles pour ne pas contaminer les draps à granulométrie fine.

N°	Quoi ?	Comment ?	Images
1	Ultrason	1 minutes au bac à ultrason pour enlever les particules incrustées	
2	Rincer	<ul style="list-style-type: none"> - Rincer à l'eau du robinet - Rincer à l'eau distillée - Rincer à l'alcool 	  
3	Sécher	Sécher au foehn	

- Suspension de Al_2O_3 0.3 μm
 - Les pissettes contiennent une dilution dans eau distillée, alcool (méthanol) et savon

Ressources

- Techniques de l'ingénieur
 - Métallographie*, J Pokorny et A. Pokorny, Réf M90 V2, Paris, 1994
- [Struers](https://www.struers.com/fr-FR/Knowledge/Grinding-and-polishing#)
 - Métalo Guide*, guide en ligne très complet avec principes, gammes et artefacts de polissage.
 - ♦ <https://www.struers.com/fr-FR/Knowledge/Grinding-and-polishing#>