

الجمهورية الجزائرية
الديمقراطية الشعبية
RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة محمد البشير الإبراهيمي - برج بوعريريج

Université Mohamed El-Bachir El-Ibrahim - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de

Génie de l'environnement

MÉMOIRE

Présenté pour l'obtention du **diplôme** de **MASTER**

Filière : génie des procédés

Spécialité : Gestion des changements environnementaux en méditerranée

Par : - Touahria Aymen

- Belhaddad Nassim

Intitulé

**Étude de la qualité des dépôts électrolytiques de Nickel sur l'acier
optimisation par le plan de Behnken**

Soutenu publiquement, le 04 / 07 / 2023 , devant le jury composé de :

Mr : Ahmed Bahloul	Prof	Univ-Msila	Président
Mme : Nadjah Maghraoui	MCB	Univ-BBA	Examineur
Mr: Houssam Eddine Karce	MCB	Univ-BBA	Encadreur
Mr : Abdelfateh Benmakhlouf	MAB	Univ-BBA	Co-encadreur

Année Universitaire 2022/2023

Remerciement

Tout d'abord en remercies Dieu le tout puissant de nous avoir accordé
le courage et la force pour réaliser ce travail.

On remercie notre encadreur Mr. Houssam Eddine Karce et Mr.
Benmakhlouf pour sa Disponibilité, son encadrement ainsi que ses
conseils et ses Orientations.

Nous exprimons notre profonde gratitude à nos parents pour leurs
Encouragements, leurs soutiens tout au long de nos études.

Nous remercions également à tous nos Enseignants ont
Contribué énormément à notre formation. Ainsi qu'à nos amis et
camarades.

Nous gratitude va également aux membres du jury qui ont accepté
d'évaluer ce travail.

Un grand merci pour tous ceux qui ont contribué d près ou de loin à
la réalisation de ce travail.

DÉDICACES

En premier lieu je remercie Allah le tout puissant de m'avoir donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Je dédie ce travail :

Â mes très chers parents
et
toute la famille

Pour leur soutien, et leur encouragement.

Â mes chères amis (es) et particulièrement,

Â mon binôme «**Touahria Aymen** » qui a partagée avec moi les moments
Difficiles de ce travail.

A tous les enseignants qui ont contribué et qui m'ont aidé à accomplir

Mon cursus universitaire

Et à ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

A vous tous merci.

DÉDICACES

En premier lieu je remercie Allah le tout puissant de m'avoir donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Je dédie ce travail :

Â mes très chers parents
et
toute la famille

Pour leur soutien, et leur encouragement.

Â mes chères amis (es) et particulièrement,

Â mon binôme «**Belhaddad Nassim** » qui a partagée avec moi les moments
Difficiles de ce travail.

A tous les enseignants qui ont contribué et qui m'ont aidé à accomplir

Mon cursus universitaire

Et à ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

A vous tous merci.

Sommaire

I.1.	Remerciement	_____	
I.2.	DÉDICACES	_____	Erreur ! Signet non défini.
I.3.	Liste des figures	_____	7
I.4.	Liste des tableaux	_____	8
I.5.	Liste des abréviations	_____	9
Introduction générale			1
I.	Présentation du groupe BCR – filiale SANIAK	_____	3
I.1.	Identification de l'entreprise :	_____	3
I.1.1.	Forme juridique :	_____	3
I.1.2.	Capacité de production :	_____	3
I.2.	Présentation générale de la société BCR	_____	3
I.2.1.	Certification et marques	_____	3
I.2.2.	Fiche d'identité :	_____	4
I.3.	Historique du groupe BCR:	_____	5
I.4.	Filiale SANIAK	_____	5
I.4.1.	Historique de la filiale SANIAK:	_____	5
I.4.2.	Moyens de production :	_____	6
I.4.3.	Missions et objectifs de l'entreprise SANIAK	_____	8
II.	Traitement de surface	_____	11
II.1.	Définition :	_____	11
II.2.	Définition de traitement de surface métallique	_____	11
II.3.	Les différents traitements :	_____	12
II.3.1.	Traitement mécanique	_____	12
II.3.2.	Dégraissage	_____	13
II.3.3.	Décapage	_____	14
II.3.4.	Le polissage	_____	15
II.4.	Technique d'électrodéposition	_____	18
II.4.1.	Définition	_____	18
II.4.2.	Principe d'électrolyse	_____	19
II.4.3.	Masse du revêtement et Loi de faraday	_____	20
II.4.4.	Influence de différents paramètres sur l'électrolyse :	_____	20
II.5.	Caractéristiques physico-chimiques du nickel	_____	24
II.5.1.	Propriétés physiques.	_____	24
II.5.2.	Propriétés électrochimiques :	_____	25
II.5.3.	Électrolytes de nickelage	_____	25
III.	Matériels, conditions et techniques expérimentales	_____	28
III.1.	Partie 1 : BCR	_____	28
III.1.1.	Structure et composition de l'atelier de chromage BCR	_____	28

III.1.2.	Préparation de surface métallique avant traitement _____	28
III.2.	Partie 2 : Laboratoire : _____	31
III.2.1.	Matériels et conditions opératoires _____	31
III.2.2.	Cellules de travail _____	33
IV.	Résultats et interprétations _____	37
IV.1.	Présentation du plan de Behnken _____	37
IV.2.	Propriétés des plans de Box-Behnken. _____	38
IV.3.	Résultats et interprétations _____	39
IV.3.1.	Application du plan d'expériences : _____	39
IV.3.2.	Modélisation. _____	39
IV.3.3.	Evaluation de l'adéquation du modèle statistique. _____	42
IV.3.4.	Simplification du modèle _____	43
IV.3.5.	Validation du modèle simplifié. _____	44
IV.3.6.	Test d'ANOVA pour la justification du modèle _____	45
IV.3.7.	Diagrammes des effets principaux _____	45
IV.3.8.	Diagrammes des effets d'interactions des facteurs sur le taux de déposition__	46
IV.3.9.	Les graphiques de contour _____	48
I.6.	Conclusion générale : _____	51
	References _____	

Liste des figures

<i>Figure I-1 : La filiale SANIAK.....</i>	<i>6</i>
<i>Figure I-2 : Fabrication d'articles de robinetterie</i>	<i>7</i>
<i>Figure I-3 : Organigramme de l'entreprise SANIAK [1]</i>	<i>8</i>
<i>Figure II-1 : Pate à polir, grain moyen, verte</i>	<i>16</i>
<i>Figure II-2 : échantillon avant et après préparation de surface</i>	<i>18</i>
<i>Figure II-3 : Principe de l'électrolyse</i>	<i>19</i>
<i>Figure III-1 : Schéma de chaines robotique de chromage BCR.....</i>	<i>28</i>
<i>Figure III-2 : La chaine de chromage (BCR)</i>	<i>29</i>
<i>Figure III-3 : Cellules de travail.....</i>	<i>33</i>
<i>Figure III-4 : Plan pratique de laboratoire</i>	<i>34</i>
<i>Figure III-5 : Les échantillons après le dépôt du Nickel</i>	<i>35</i>
<i>Figure IV-1 : Illustration du plan de Box-Behnken pour trois facteurs.....</i>	<i>37</i>
<i>Figure IV-2 : Effet des facteurs principaux et leurs interactions.</i>	<i>41</i>
<i>Figure IV-3 : Diagramme de Pareto des effets normalisés (réponse = R; $\alpha = 0,05$).....</i>	<i>41</i>
<i>Figure IV-4 : Réponse mesurée en fonction de la repense prédite</i>	<i>42</i>
<i>Figure IV-5 : diagramme de dispersion des résidus</i>	<i>43</i>
<i>Figure IV-6 : Diagramme des effets principaux pour le taux de déposition.....</i>	<i>46</i>
<i>Figure IV-7 : Diagramme des effets d'interactions pour le taux de déposition</i>	<i>47</i>
<i>Figure IV-8 : Diagramme des effets principaux pour le taux de déposition.....</i>	<i>48</i>
<i>Figure IV-9 : Diagramme des effets principaux pour le taux de déposition.....</i>	<i>49</i>
<i>Figure IV-10 : Optimisation de la solution pour Rmax.</i>	<i>50</i>

Liste des tableaux

<i>Tableau I-1 : Capacité de production filiale SANIAK</i>	4
<i>Tableau I-2 : Principaux ateliers de la filiale SANIAK [BCR]</i>	7
<i>Tableau II-1 : Principales caractéristiques physiques et mécaniques du nickel.</i>	24
<i>Tableau III-1 : Composition des différents bains de chromage</i>	29
<i>Tableau IV-1 : Matrice d'expérience de Box-Behnken pour 3 facteurs.</i>	38
<i>Tableau IV-2 : Facteurs d'expérience et leurs niveaux.</i>	39
<i>Tableau IV-3 : Les essais et les réponses du plan box-Behnken</i>	40
<i>Tableau IV-4 : Coefficients de déterminations pour R .</i>	42
<i>Tableau IV-5 : p-value des coefficients du modèle.</i>	44
<i>Tableau IV-6: p-value des coefficients du modèle.</i>	45

Liste des abréviations

ORFEE : Entreprise Nationale de Production d'articles AFAQ : Assurance Française pour la Qualité

BCR : Entreprise National de Boulonnerie Coutellerie et Robinetterie

DMF : diméthyle formamide

DSS : dodécyl sulfate de sodium

FA : formaldéhyde

GLY : glycérol

IANOR : l'institut Algérien de normalisation

ISO : Organisation internationale de normalisation
en Orfèvrerie et Évier de cuisine

SANAIK : Société de fabrication d'accessoires industriels et sanitaires de Ain Elkebira

SILVIN : vivant ou situé dans les bois ou la forêt

SONACOME : Société nationale de construction mécanique

SPA : Société Par Action

TEDJ :Label de qualité national de certification volontaire délivré par l'Institut Algérien de Normalisation

Introduction générale

Introduction générale

La corrosion est un phénomène résultant de l'influence chimique ou électrochimique de l'environnement sur les métaux et alliages. Il a un effet néfaste sur toutes les structures en acier, qui sont des matériaux métalliques sensibles à divers types de corrosion. Or, la lutte contre la corrosion des matériaux et des structures repose sur la mise en œuvre de traitements de surface. L'une des techniques de traitement de surface les plus populaires est la galvanoplastie, qui est simple et peu coûteuse, et permet de fabriquer des pièces plus complexes.[1] [2]

L'électrodéposition est un processus dans lequel une différence de potentiel est appliquée à une électrode en contact avec un électrolyte aboutissant à un transfert électronique entre l'électrode et une espèce ionique dans l'électrolyte, conduisant ainsi à la déposition ultérieure des atomes de cette espèce sur l'électrode [3] [4].

La galvanoplastie de Nickel a acquis une importance majeure en tant que procédé pour les applications décoratives. Par conséquent, le revêtement de nickel par électrodéposition est particulièrement intéressant à cause de ces propriétés prometteuses [5]

Notre but dans cette étude consiste à une élaboration d'un revêtement métallique (Nickel) sur un acier ordinaire par voie électrochimique, cette électrodéposition est faite suivant un plan d'expérience de Behnken à trois facteurs, nous avons varié la densité du courant, le temps d'immersion et la température. Les autres facteurs sont maintenus constants.

Après l'élaboration des échantillons, nous avons étudié l'influence de divers facteurs sur la qualité de surface et la quantité de matière du nickel déposée.

Ainsi, notre mémoire sera divisé en quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une recherche bibliographique sur les données caractéristiques de la société BCR de Ain Elkebira. Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté les revêtements métalliques; les traitements de surfaces et les propriétés du nickel. Le mode opératoire et les conditions expérimentales sont regroupés dans un troisième chapitre, où nous avons exposé en bref et avec des schémas explicatifs...

Dans le dernier chapitre, nous avons exposé nos résultats obtenus, nous avons fait l'analyse des données obtenues en se servant de la technique des plans d'expérience. Enfin ce mémoire sera achevé par une conclusion générale.

Chapitre I

Présentation du groupe BCR – filiale VEDIA

Présentation Groupe AGM – filiale VEDIA

I.1. Identification de l'entreprise :

L'entreprise VEDIA est située à 23 km du nord de Sétif et de 4 km du sud d'AIN EL KEBIRA, la superficie totale de la filiale est de 36 hectares.

I.1.1. Forme juridique :

SANIAK est la société de fabrication d'accessoires industriels d'AIN EL KEBIRA (Sétif); SPA au capital 670000000 DA. Elle fabrique et commercialise de la robinetterie (mélangeurs) elle commercialise également les articles coutellerie et les éviers de la filiale ORFEE.

I.1.2. Capacité de production :

La société occupe une place sur le marché domestique avec des capacités industrielles qui lui permettent de découvrir une demande supérieure à 100000 logements par an pour robinetterie-éviers, soit 1120 tonnes /an. [6]

I.2. Présentation générale de la société BCR

I.2.1. Certification et marques

Dès 1994, BCR s'est engagée dans une démarche de certification, qui s'est traduite par la certification de deux produits sous le label de la marque « TEDJ » de l'institut Algérien de normalisation (IANOR). Il s'agit de la vanne d'arrêt ½ en 1997 et du mélangeur d'évier de cuisine en 2002.

En 1999, BCR est certifiée ISO 9002 v 1994, par l'organisme certificateur « AFAQ ». En janvier 2004, elle obtient la certification de son système de management qualité selon le référentiel ISO 9001 v 2000. Elle s'engage dans une démarche environnementale et met en place le système de management environnement selon le référentiel ISO 14001 v 2004, et réussit à obtenir sa certification en janvier 2006.

Aujourd'hui le Groupe AGM comprend :

- Filiale ORFEE: constituée sur le site industriel de Bordj-Menaiel (Boumerdès), elle fabrique et commercialise les articles de coutellerie, platerie, poterie et terrines dans les qualités ménage, orfèvre et argent, ainsi que les éviers en acier inoxydable. Elle commercialise également les articles robinetterie du groupe;

- Filiale VEDIA: constituée sur le site industriel d'Ain El Kébira (Sétif), elle fabrique et commercialise de la boulonnerie-visserie (boulons, écrous, rondelles,...) et de la robinetterie domestique (mélangeurs, mitigeurs, robinetterie de bâtiment et gaz). Elle commercialise également les éviers de cuisine fabriqués par la filiale ORFEE. [6]

I.2.2. Fiche d'identité :

Dénomination: Société de fabrication d'accessoires industriels et sanitaires VEDIA K. Cette société est créée en Janvier 2001, avec un capital de 79000000DA

Superficie: la filiale VEDIA s'étend sur une superficie de 36 hectares.

Les heures ouvrables :

Administration de 08:00 à 16:00

Unité de production :

- Groupe A : de 06:00 à 14:00
- Groupe B : de 14:00 à 22:00
- Groupe C : de 22:00 à 06:00

Activités: fabrication de boulonnerie et de robinetterie, vente de boulonnerie, robinetterie, coutellerie, et éviers.

Capacité de production :

Tableau I-1 : Capacité de production filiale VEDIA

Robinetterie	Corps de compteur	Bruts de fonderie
760 Tonne/an	30 Tonne/an	178 Tonne/an

Données administratives

N° du registre de commerce: 0084924b02

Siège social: BP N°: 06 Ain EL-KEBIRA / Sétif 19400

Coordonnées: Tel: (0)36 60 80 86/89

Fax: 00213 (0)36 60 80 95

E-mail: SANIAK@BCR-spa-com.

Nature de l'entreprise: Producteur

Effectif: 442

Filiales et groupe: Groupe AGM Filiale VEDIA.

Forme juridique: Société par actions (SPA). [6]

I.3. Historique du groupe AGM:

L'entreprise à laquelle nous nous sommes intéressés AGM est créée le 1 janvier 1983 après sa séparation définitive de SONACOME qui a fait d'elle une entreprise à part entière.

Son sigle veut dire « Entreprise National de Boulonnerie Coutellerie et Robinetterie » SPA (Société Par Action), dont le capitale est de 170.000.000 DA au commencement elle n'était qu'une des différents branches de l'immense entreprise SONACOME (Société nationale de construction mécanique) qui a été créé par ordonnance en août 1967, et elle a commencé le fonctionnement à partir de 1979.

L'entreprise est passée à l'autonomie en 1990 après l'assainissement financier de celle-ci, en 1991 la direction générale BCR a décidé d'effectuer des changements dans la structure au niveau de chaque unité afin d'améliorer la fonction vente pour cela elle a séparé les unités pour gérer au mieux l'administration.

BCR est constituée maintenant de 2 unités

La filiale OFREE : une Spa sise à Bourdj Ménaiel, spécialisée dans la production et la commercialisation de coutellerie et éviers de cuisine.

La filiale VEDIA : une Spa, sise à Ain El Kebira, spécialisée dans la production et la commercialisation de la robinetterie et accessoires sanitaires. [7]

I.4.Filiale VEDIA

I.5.Historique de la filiale VEDIA:

SANIAK: Société de fabrication d'Accessoires Industriels et Sanitaires, sise à Ain El Kebira (Setif) de 300 KM à l'est d'Alger, est une société par action (SPA) dont le capital s'élève à 790 MDA. Elle est née le 1^{er} Janvier 2002 . Elle fabrique et commercialise de la robinetterie (mélangeurs, mitigeurs, robinetterie bâtiment,...) [7]

Ces filiales s'appuient sur des structures d'appui situées au siège de l'entreprise, telles que les contrôles financiers et de gestion, les ressources humaines, les partenariats industriels, l'audit et le marketing. Toutes les filiales sont constituées et constituées en SPA, dotées d'organes réglementaires de contrôle et de gestion. Le groupe et ses filiales sont certifiés ISO 9001 Version

2008 et ISO 14001 Protection de l'Environnement, mais actuellement, le groupe n'est structuré qu'à partir de deux filiales suite à la fusion de la filiale SANIAK avec la filiale VEDIA et au retrait de la filiale ORSIM [6]



Figure I-1 : La filiale VEDIA

I.5.1. Moyens de production :

L'outil de production de la filiale VEDIA est basé sur les technologies suivantes

- Fonderie de laiton (gravité et basse pression) : fabrication d'ébauches coulées.
- Matricage à chaud du laiton : fabrication d'ébauches pressées.
- Fabrication de barres de laiton : recyclage des déchets de laiton.
- Usinage des ébauches.
- Décolletage : fabrication d'accessoires de robinetterie.
- Finition : meulage, polissage des corps et accessoires de robinetterie.
- Traitement de surface : chromage, dorure et poudrage époxy.
- Montage : contrôle de fonctionnement et emballage des produits.

Procédés de fabrication (Fabrication d'articles de robinetterie) :

Elle est réalisée par multiples opérations qui sont organisées dans cette figure :

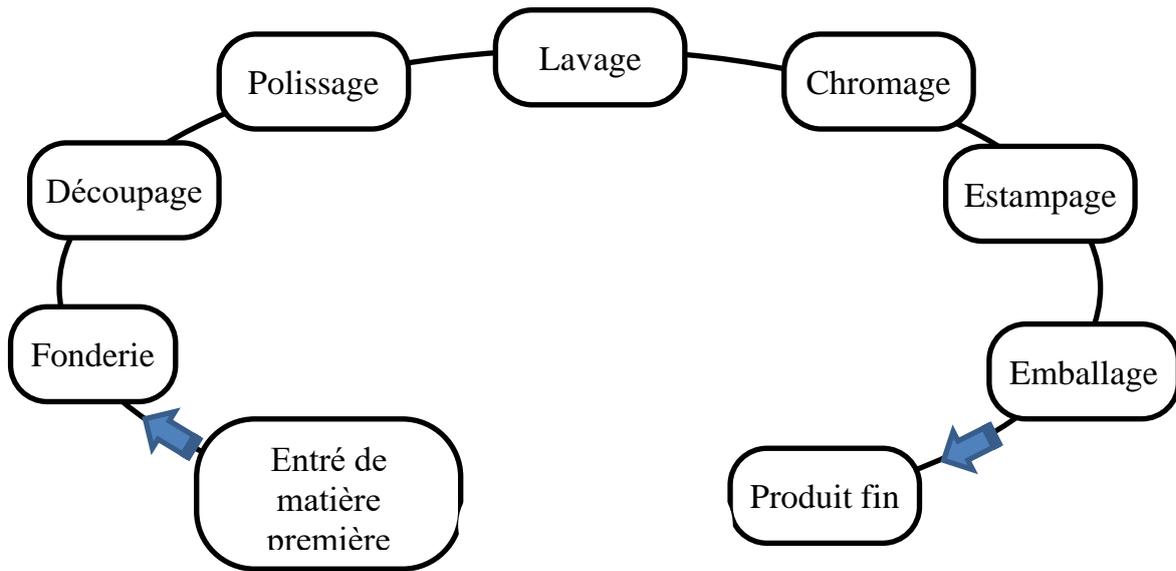


Figure I-2 : Fabrication d'articles de robinetterie

Ces opérations sont faites dans des ateliers distincts comme représenté dans ce tableau ;

Tableau I-2 : Principaux ateliers de la filiale VEDIA [6]

Atelier	Opération
Atelier de fonderie	Verse la matière première (cuivre liquide) dans le moule (moule de robinet).
Atelier de découpage	Couper les robinets et enlever les imperfections indésirables.
Atelier de polissage	Polissage des corps et accessoires de robinetterie
Atelier de lavage et chromage	Chaine automatique de 26 bains, ou chaque bain correspond à une opération dans le cycle de revêtement.
Atelier de l'estampage	Gravage du nom BCR sur le produit fin
Atelier de montage, emballage et Produit fin	Contrôle de fonctionnement et emballage des produits

L'organigramme général de la filiale VEDIA:

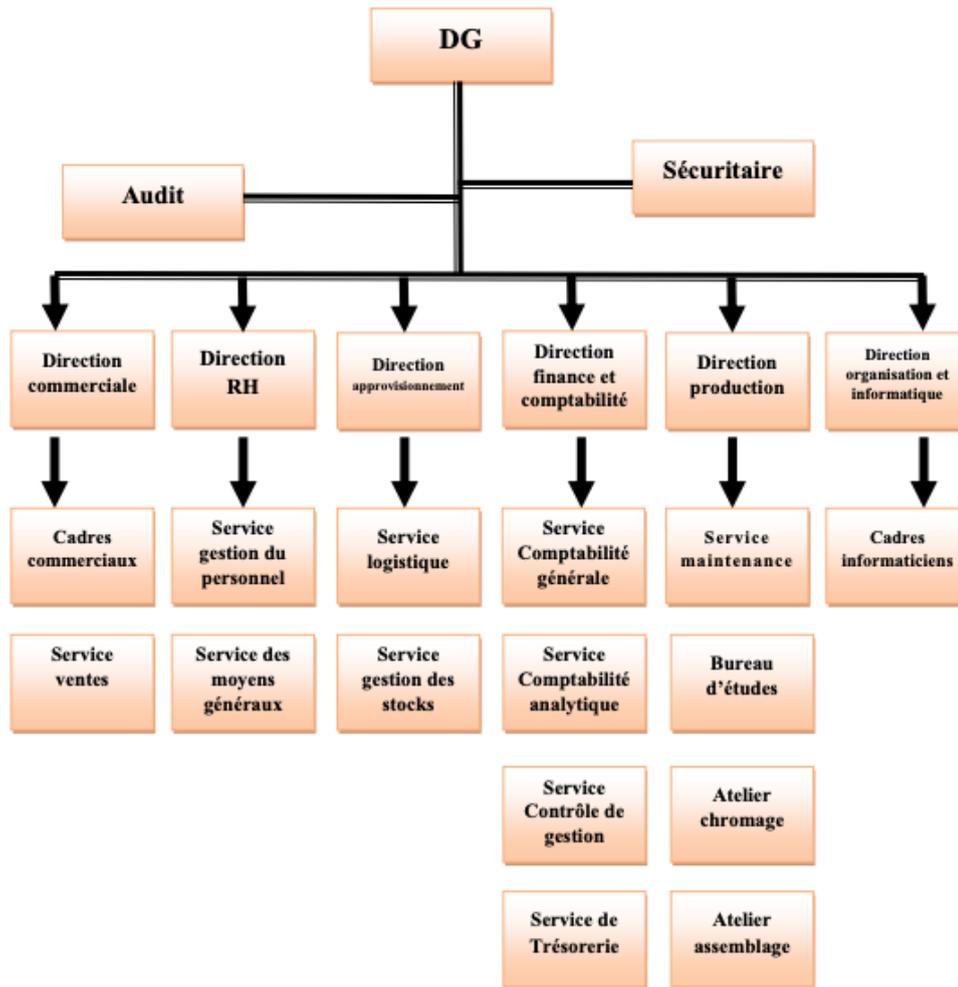


Figure I-3 : Organigramme de l'entreprise VEDIA [6]

I.5.2. Missions et objectifs de l'entreprise VEDIA

Les missions :

Fabrication, développement et commercialisation de produits de valve de nouvelle génération ; Dans une large mesure, répondent aux programmes de logement du secteur de l'habitat en particulier, OPGI, et des entreprises de construction privées et publiques en termes d'approvisionnement en robinetterie et parmi les principaux clients étrangers : public charpoji palonji Inde société à responsabilité limitée, Turquie kozi aslan et chafa SARL , CHINE CGCOC, CHINE CSCEC.

Intégrer des produits nouveaux et de haute conception dans les maisons individuelles, en particulier les villes.

L'objectif de VEDIA

VEDIA est une entreprise dynamique et rentable basée sur une politique industrielle stable.

Un réseau commercial efficace et des ressources humaines abondantes.

Les axes qui permettent d'atteindre cet objectif sont :

- Renforcement de la position sur le marché ;
- Développer et maîtriser la technologie;
- Niveau de compétence supérieur ;
- Résumé de la situation économique et financière ;
- Amélioration du système de gestion. [6]

Chapitre II

Traitement de surface

Traitement de surface

II.1. Définition :

L'activité de traitement de revêtement des métaux regroupe plusieurs familles. Les plus importantes, en termes de chiffre d'affaires, sont les revêtements électrolytiques, la peinture laquage, la galvanisation, les traitements thermiques et thermochimiques et l'anodisation. D'autres procédés sont utilisés comme la projection thermique, l'émaillage façon, les traitements par dépôt sous vide et par impact. En résumé, il s'agit de l'ensemble des opérations, de nature physique, chimique ou électrochimique, permettant la modification de la surface d'une pièce métallique (ou en plastique et autre matériau) en vue d'obtenir une protection contre la corrosion, une amélioration des caractéristiques physiques (recherche d'une dureté superficielle et/ou d'un coefficient de frottement approprié) ou une amélioration de l'aspect. Certaines opérations (de traitement de surface) sont plus fréquemment effectuées que d'autres. Ainsi, l'anticorrosion représente à elle seule 40 %. L'activité contre 20 % pour l'abrasion. Les traitements de surface ont également pour but de sublimer les supports en leur donnant un éclat métallique. Ces nouvelles générations de traitements sont le fruit d'une réflexion marketing ainsi que de la recherche industrielle [8]

II.2. Définition de traitement de surface métallique

Par traitement de surface métallique, nous entendons tout procédé mécanique, chimique, électrochimique ou physique ayant pour effet de modifier la forme ou la structure de la surface d'un matériau afin de l'adapter aux conditions d'utilisation les plus spécifiques. Les objectifs des traitements de surface sont multiples : ils peuvent viser à améliorer les propriétés optiques (ou esthétiques), la résistance à la corrosion sèche ou humide, le comportement de surface de la soudure, la conductivité, etc. propriétés électriques et mécaniques, résistance au frottement et à l'usure. Le nombre et la variété des traitements de surface sont presque infinis. Or, la conception d'un procédé de traitement particulier, son comportement dans les conditions d'utilisation, son efficacité, sa durée de vie peuvent être largement décrits et prédits à partir des connaissances de certains individus. Les principes de base qui déterminent les phénomènes de base sont la corrosion électrochimique ou sèche, la corrosion solide - diffusion d'état, la plasticité. Sur la base de ces concepts, une étude significative du traitement de surface peut être envisagée. Dans le cadre des exigences économiques et environnementales de l'industrie moderne de la galvanisation, il faut veiller à réduire la toxicité des pièces corrodées, usées, etc. pour protéger l'environnement. À cet égard, de nombreux chercheurs ont investi dans la possibilité de remplacer les coussinets de

contact par des matériaux plus durables, moins toxiques et moins coûteux, et diverses méthodes de modification et excipients ont été développés. Finitions pour augmenter la résistance aux agents extérieurs. et pour exécuter les fonctions suivantes peuvent être combinées : ? Décoration : couleur, réflectivité (brillant, mat). Protection contre les influences environnementales, physiques et chimiques : corrosion, oxydation, solvants, transpiration, diffusion. ? Gestion des interactions physico-chimiques avec l'environnement : pouvoir mouillant, biocompatibilité, Diffusion, Isolation Électrique. Protection contre les influences environnementales, mécaniques : abrasion, érosion, rayures, éclats [8]

II.3. Les différents traitements :

Ils sont regroupés en cinq familles essentielles :

- Les traitements par voie aqueuse (ex : dépôt électrolytique)
- oie sèche (ex : dépôt physiques en phase vapeur).
- Les traitements de conversion (ex : oxydation anodique)
- Les peintures.
- Les traitements thermochimiques (traitement à haute température)
- Les traitements mécanique (ex : grenailage) [8]

Préparation de surface des pièces métalliques

La préparation de surface a un rôle capital en galvanoplastie.

Toutes les impuretés doivent être éliminées quantitativement. Pour cela on réalise deux types importants de traitements :

- Traitement mécanique.
- Traitement chimique, électrochimique [8]

II.3.1. Traitement mécanique

Les traitements mécaniques de surface sont des opérations mécaniques qui ont pour conséquence de modifier la topographie et la rugosité de surface des matériaux afin d'améliorer ses qualités d'adhésion et de l'adapter à des conditions d'assemblages données. Il existe des traitements mécaniques par abrasion tel que le sablage et le polissage qui sont abordable et qui génèrent des surfaces avec une topographie non- homogène et des traitements mécaniques sophistiqués tel que le laser qui génère des surfaces avec un profil et une rugosité contrôlée. [9]

II.3.2. Dégraissage

Cette technique est clairement utilisée pour éliminer les graisses animales et végétales saponifiables, les huiles ou les huiles minérales qui contaminent les surfaces. Très et « trop » souvent, c'est le seul traitement de surface avant tout revêtement. Le dégraissage peut être chimique ou électrolytique [10]

Dégraissage chimique.

Il est un simple moyen de nettoyage, permettant d'obtenir une surface physiquement propre, conforme aux besoins. Les dégraissants chimiques couramment utilisés sont classés en deux groupes

a. dégraissants organiques : solvants chlorés, hydrocarbures, etc;

b. dégraissants alcalins ou neutres : soude, carbonate de soude, etc;

Ils sont très répandus dans les industries mécaniques et métallurgiques en mettant en œuvre, de manière isolée ou conjointe, trois mécanismes d'action :

- la dissolution des graisses par un solvant organique ;
- la solubilisation des corps gras d'origine animale ou végétale (esters) par saponification dans des solutions alcalines concentrées et chaudes ;
- l'emploi d'un produit tensio-actif dans un bain de dégraissage a pour effet de produire un mouillage de la surface à nettoyer, ce qui diminue l'aire de contact de la goutte grasseuse avec la pièce et en facilite l'élimination.

Au surplus, le tensio-actif produit l'émulsion des graisses insaponifiables en une multitude de particules sphériques qui sont décollées de la surface souillée et mises en suspension dans le bain. [11]

Dégraissage électrolytique

Ce procédé repose sur l'électrolyse des pièces à nettoyer, dans un bain alcalin composé de soude caustique, d'agents mouillants, de sels de polissage, de dispersants et d'autres produits chimiques. Un courant continu de 3-12 volts est appliqué, la pièce à traiter agissant comme cathode. Les particules colloïdales de graisse, chargées négativement, sont repoussées, et l'hydrogène produit exerce un effet dégraisseur. Si la pièce sert d'anode, l'oxygène est libéré et les résidus métalliques sont repoussés. Le nickel et ses alliages doivent toujours être dégraissés en agissant comme cathode. Ce type de dégraissage est toujours suivi par une étape de rinçage.

II.3.3. Décapage

Le décapage est une préparation soit :

1. de la pièce oxydée avant revêtement en éliminant les produits solides adhérents au surface sans altération du métal de base : - couches d'oxydes superficielles ;
- sable de la fonderie ;
- produits de corrosion.
2. de rénover les matériaux revêtus qu'ils soient organiques (décapage des peintures) ou métalliques (démétallisation sélective).

La diversité infinie des matériaux métalliques et de leurs oxydes, ainsi que la multiplicité des procédés mécaniques ou chimiques pouvant être mis en œuvre, montre qu'il n'existe pas un décapage mais des décapages à savoir :

- le décapage mécanique ;
- le décapage chimique
- le décapage électrolytique
- Décapage thermochimique [11]

Le décapage mécanique

Cette opération a pour but d'enlever les couches chimiques fixées à la surface telles que : oxydes, produits de corrosion, anciens revêtements de protection..., sablage,..... Ce travail peut être effectué à sec, comme le grenailage, ou humide, comme le grenailage humide. L'abrasif utilisé en grenailage peut être de différents types : grain métallique, abrasif minéral naturel (sable, silice), abrasif synthétique (verre, nylon). [10]

Décapage thermochimique

Il consiste à traiter les pièces en acier dans un bain des sels fondus. Ce procédé permet une transformation des oxydes superficiels aux d'autres types d'oxydes plus solubles dans une solution acide [11]

Décapage chimique

Elle est réalisée par immersion ou aspersion, dans une solution d'acide minéral progressivement chargée en ions de fer et de boues. Les réactifs acide courants sont des solutions d'acide chlorhydrique ou d'acide sulfurique, utilisées respectivement à température ambiante et au-dessus de 60°C. Bien que chaque procédé présente des avantages et des inconvénients, le décapage chlorhydrique est généralement préféré au décapage au soufre en raison de son efficacité à température ambiante et de l'aspect de la surface du produit décapé : aspect uniforme avec une couleur gris métallique. En effet, tout est égal (concentration, température, etc.), le milieu chlorhydrique a une meilleure détergence que le milieu soufré, cette propriété est en partie due à la différence entre le chlorure et le sulfate. L'agressivité de la solution de blanchiment au soufre peut être améliorée en ajoutant de l'acide chlorhydrique. Cette solution mixte permet d'obtenir un état de surface comparable à celui obtenu avec l'acide chlorhydrique. [12]

Décapage électrolytique

Le principe est simple et consiste à imposer au produit à décaper une polarisation anodique et/ou cathodique

- accélération de la pénétration du proton dans la couche d'oxydes (sous l'effet du champ électrique);
- réduction des oxydes ;
- action des dégagements gazeux (oxygène + hydrogène) à l'interface métallique, résultant de l'alternance des polarisations anodique et cathodique ;
- meilleur contrôle des conditions de décapage;
- gain de productivité.

L'électrolyte utilisé, est généralement à base de sulfate et peut être acide ou neutre. Le décapage se fait à chaud afin d'éviter la cristallisation des acides sulfuriques métalliques. [10]

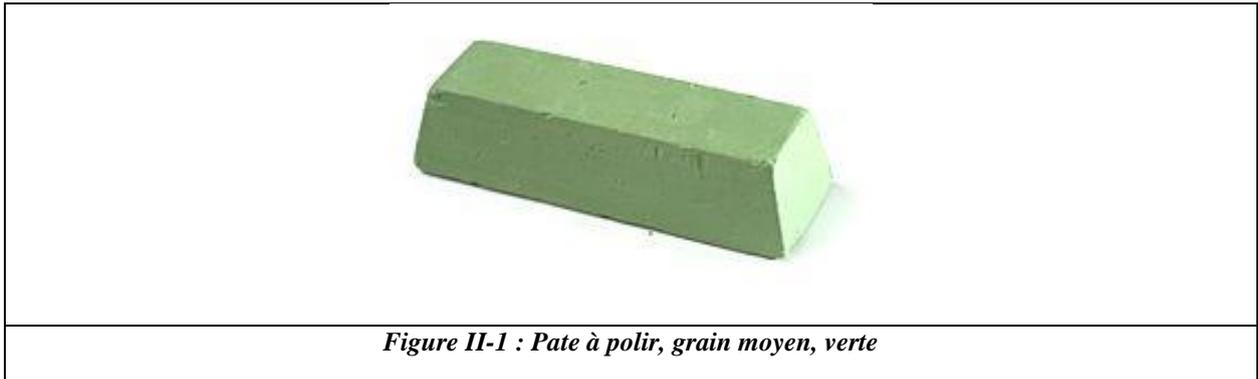
II.3.4. Le polissage

Le polissage est une opération manuelle laborieuse et chronophage car les surfaces à traiter sont très complexes ; L'automatisation de cette activité réduit sa difficulté ; cela signifie aussi souvent une productivité accrue, car les opérations de polissage sur des surfaces complexes peuvent prendre jusqu'à 30 % du temps de production total. Dans la série des opérations de préparation de surface, le polissage est essentiellement une opération de finition dont le but est :

- De réduire la rugosité.

- Réduit la topologie de surface en éliminant les défauts de surface exposés par les opérations de dissection telles que : Microfissures ; porosité ; L'inclus.

Les différentes formes de polissage sont : Polissage à la machine ; polissage électrolytique ; Produits chimiques de polissage. [12]



Dans le cas général, le polissage a pour but de donner à une surface initiale quelconque, par des actions mécaniques abrasives, une finition qui dépendra de l'usage que l'on désire faire de la surface. On peut distinguer néanmoins un polissage décoratif qui consiste à donner un aspect agréable à l'œil et un polissage scientifique qui doit être le plus parfait possible. On souhaite dans ce cas, que les irrégularités de la surface soient inférieures à $0,01\mu\text{m}$.

Ce dernier type de polissage est généralement recherché lorsqu'on désire faire une étude métallographique de la surface.

Le polissage mécanique se réalise souvent en deux étapes :

Tout d'abord avec un abrasif grossier comme le carbure de silicium, puis un abrasif fin tel que l'alumine par exemple.

L'abrasif, suivant sa nature, joue des rôles différents. Il peut soit sectionner les aspérités de la surface, soit provoquer l'échauffement du métal jusqu'à son fluage, recouvrant ainsi les imperfections de la surface.

Lors d'un polissage mécanique, la surface du matériau poli-est perturbée, il y'a donc, une formation d'une couche mince dont les caractères sont différent du métal sous-jacent. Cette mince couche est fortement écrouie et n'est pas caractéristique du métal de base. Il est donc nécessaire de la faire disparaître si possible. Si l'on souhaite vraiment étudier le substrat. [10]

Le polissage électrolytique :

Ce polissage est l'un des processus d'enlèvement de matière. Dans ce processus, la couche métallique est éliminée en dissolvant l'anode dans une solution d'électrolyte spécialement adaptée au matériau. Les objectifs de l'électropolissage sont multiples : réduire la rugosité de la surface, c'est-à-dire matifier la surface, et obtenir une surface lisse et brillante. Les électrolytes utilisés (produits chimiques) varient selon le métal usiné. Nous fournissons des services de polissage électrolytique pour l'aluminium, l'acier inoxydable, les alliages de cobalt, les aciers au carbone, le cuivre et les alliages de cuivre, le magnésium, le nickel et les alliages de nickel, le titane, le zinc, le zircon et les métaux spéciaux. Le polissage électrolytique est un processus de dissolution anodique couramment utilisé pour éliminer une fine couche superficielle de matériau métallique, par une série de réactions électrochimiques dans un milieu acide concentré. Le principe consiste à plonger deux électrodes métalliques dans une solution (électrolyte) parcourue par un courant électrique. L'échantillon avec la surface à polir électrolytiquement est défini comme anode (électrode positive). Une électrode de référence peut être ajoutée aux deux autres pour mesurer la tension à leurs bornes. [12]

Polissage chimique

Avec l'élimination des matériaux chimiques, la pièce est meulée et lissée même dans les endroits difficiles d'accès. De nouvelles fissures commencent à être éliminées. Le polissage chimique est un processus non électrique. Il permet l'enlèvement de matière dans des endroits non accessibles par des procédés mécaniques. Le polissage chimique convient à l'acier courant, à l'acier au carbone, au titane, au zircon, au cuivre et aux alliages de cuivre. Le polissage des surfaces métalliques avec le produit chimique est une technique bien connue ; il comprend le traitement des surfaces métalliques polies avec une solution oxydante. Pour le polissage chimique de l'acier inoxydable austénitique, un bain couramment utilisé est constitué d'un mélange, en solution aqueuse, d'acides chlorhydrique, phosphorique et nitrique. Pour améliorer la qualité du polissage, il est courant d'incorporer dans ces réservoirs des additifs adaptés, tels que des tensioactifs, des modificateurs de viscosité et des azurants. Ces bains de polissage connus se caractérisent par la frappe du métal à des vitesses très élevées. Le traitement de polissage des surfaces en acier inoxydable avec de tels bains ne dure généralement pas plus de quelques minutes, sinon une corrosion localisée peut se produire. Cette vitesse de fonctionnement élevée des bains de polissage est connue pour être un inconvénient, car elle les rend inutilisables pour certaines applications, notamment pour le polissage de l'intérieur de parois de grandes cuves, telles que des chaudières,

des autoclaves ou des cristalliseurs. Le temps nécessaire pour remplir et vider de tels réservoirs est souvent bien supérieur au temps de traitement de polissage chimique optimal, il est pratiquement impossible d'obtenir une brillance uniforme des parois, dans certaines zones ces dernières ne sont pas assez polies, d'autres zones sont profondément corrodées . Les vitesses de fonctionnement élevées des bains de polissage chimique connus rendent également très difficile le contrôle du processus de polissage chimique. [12]



avant le polissage



après le polissage

Figure II-2 : échantillon avant et après préparation de surface

II.4. Technique d'électrodéposition

II.4.1. Définition

La galvanoplastie est un procédé de dépôt par voie humide qui nécessite l'immersion de la pièce à traiter dans un réservoir de métal à déposer sous forme ionique, à l'aide d'une source électrique. La réduction des ions métalliques conduit à la formation d'un revêtement sur la surface. Ce revêtement est utilisé pour augmenter la dureté, pour protéger contre la corrosion ou l'usure, ou pour améliorer des propriétés physiques particulières ou encore pour des usages décoratifs : extérieur, brillant [13] La galvanoplastie est une méthode qui permet d'obtenir des dépôts de propriétés spécifiques difficiles à obtenir par toute autre méthode, elle consiste en une électrolyse

incrémentale (principe d'un électrolyte) sur une surface conductrice. Électrolyse d'une ou plusieurs couches de métal. [14]

II.4.2. Principe d'électrolyse

Dans l'industrie chimique, l'électrolyse est une méthode de séparation d'éléments ou de composés chimiques apparentés à l'aide d'électricité.

- La matière déposée ou transférée est dissoute dans un solvant approprié, ou fondue afin que ses ions constitutifs soient disponibles en solution.

- Un potentiel électrique est appliqué entre deux électrodes plongées dans cette solution.

- La cathode est le lieu où se produit la réduction et l'anode est le lieu où se produit l'oxydation.

On peut dire que l'anode est la cathode (dans les batteries, c'est l'inverse)

- Pendant le flux de courant continu, les électrodes attirent vers elles des ions chargés de manière opposée, mais dites que le processus électrolytique qui se produit est l'oxydation des anions à la

anode et déionisation à la cathode. En effet, il est possible d'oxyder des cations à l'anode (par exemple $\text{Fe}^{+2} \rightarrow \text{Fe}^{+3} + e^-$) ou de réduire des anions à la cathode (ex. hexacyanoferrate(III) pour

hexacyanoferrate(II) : $\text{Fe}(\text{CN})_6^{-3}(\text{Aq}) + e^- \rightarrow \text{Fe}(\text{CN})_6^{-4}(\text{Aq})$)

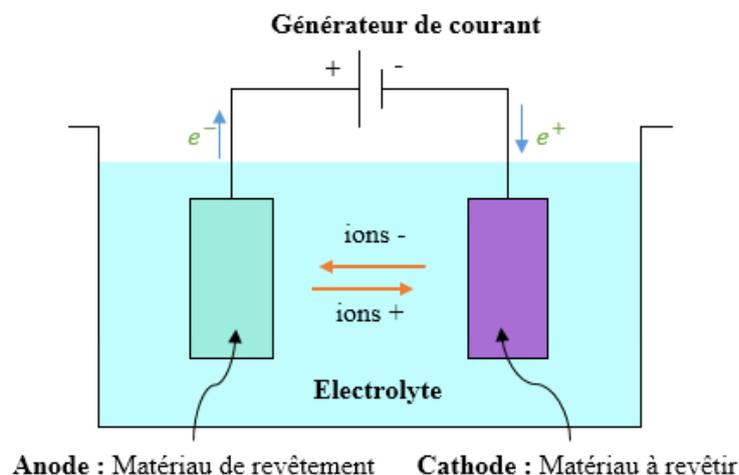


Figure II-3 : Principe de l'électrolyse

De la même manière, des molécules neutres peuvent réagir avec les électrodes (par exemple la para quinone est réduite en para-anhydre-quinone), ce qui est possible, car le transport de substances vers l'électrode peut se faire par trois mécanismes différents : Migration qui implique le mouvement de produits chimiques chargés (ions) dans le champ électrique à l'intérieur de la cellule électrolytique. La diffusion concerne tous les produits chimiques avec des gradients de

concentration. Convection naturelle ou forcée selon que le mélange de la solution est dû à une agitation thermique ou mécanique. [14]

II.4.3. Masse du revêtement et Loi de Faraday

La vitesse de formation du dépôt dépend directement de la densité de courant qui traverse la cellule qui est fonction de la surtension. La masse théorique d'un revêtement est calculé à l'aide de la Loi de Faraday, La relation utilisée est alors :

$m_{th} = \frac{1}{F} \times \frac{M}{n} \times I \times t$ $m = \rho \cdot S \cdot e,$	(II- 1)
---	---------

Avec :

ρ : Masse volumique.

S : surface du substrat

e : (cm) épaisseur du revêtement

F : constante de Faraday (96500 C/mole)

n : valence du métal

I : courant d'électrolyse

t : temps d'électrolyse

M : masse molaire

L'épaisseur (e) du dépôt est donnée par la formule suivante :

$e = \frac{1}{F} \times \frac{M}{n\rho} \times \frac{1}{S} \times t$	(II- 2)
--	---------

Le rendement faradique, du deux réaction parasites est calculé par la relation :

$r = \frac{m_{exp}}{m_{th}}$	(II- 3)
------------------------------	---------

avec

m_{exp} : masse de dépôt

m_{th} : masse théorique donné par la loi de Faraday [13]

II.4.4. Influence de différents paramètres sur l'électrolyse :

Influence du pH :

La stabilité du pH dans le bain électrolytique joue un rôle très important, alors que sa diminution ou son augmentation se répercute sur la qualité du dépôt :

La diminution du pH peut provoquer :

La fragilisation par l'hydrogène ; sachant que les potentiels d'équilibre sont généralement négatifs et ne peuvent se déposer à la surface de la cathode sans dégagement d'hydrogène (H₂). Cette fragilisation est causée par l'interaction avec les dislocations du réseau, les atomes d'hydrogène entraînant une diminution significative de la déformabilité (plasticité) du métal. Il est extrêmement important de respecter les conditions électrolytiques spécifiées en pour contrecarrer les effets invisibles mais néfastes de la fragilisation par l'hydrogène (dégradation brutale des matériaux). - Réduit efficacement le courant - Réduit l'épaisseur de la couche de dépôt. [15]

L'augmentation du pH peut conduire à :

- Dépôt de sel hydroxyde sur cathode
- Dépôt flou. Pour éviter ces inconvénients ; l'ajout de sels tampons (par ex. acide borique) au bain d'électrolyse est nécessaire pour maintenir un pH constant et pour une meilleure qualité des résidus. [15]

Influence de la température :

Le rôle de l'augmentation de la température de l'électrolyte est :

- Augmentation la vitesse de diffusion des ions et la conductibilité du bain.
- Augmentation de la concentration des métaux.
- Modifier le rendement faradique.
- Augmentation de densités de courant. [13]

Influence de la concentration de la solution :

Les réservoirs doivent contenir principalement un/ou deux sels précurseurs qui fournissent l'élément à déposer, en présence d'additifs. Les réservoirs à faibles concentrations de l'élément se déposent électrolytiquement entraînant des surtensions entraînant la formation de dépôts sous forme de couches minces à structure fine, par contre les réservoirs à fortes concentrations dépassant les limites spécifiées. Le résidu devient de la poudre et sa vitesse de dépôt diminue. Il est donc nécessaire d'effectuer des tests de dépôt avec différentes concentrations de l'élément à déposer, afin d'optimiser la quantité de sels précurseurs dans le bain d'électrolyse.

Influence du courant :

La densité de courant en fonction du volume de la pièce à revêtir a un effet très prononcé sur la qualité du revêtement de sorte que :

- Une augmentation de la densité de courant favorise le rebondissement des germes ce phénomène de croissance conduit à une structure plus fine de la particule déposée.
- Dépassant la limite de densité actuelle, le résidu devient poreux et peut même avoir des résidus brûlés.
- Une densité de courant trop faible favorise la formation d'un dépôt translucide dû à la présence de gros cristaux.

La densité de courant est influencée par plusieurs facteurs :

- La température
- L'agitation
- La conductivité du milieu
- Le phénomène de transport et de diffusion
- La concentration des éléments à déposer
- La géométrie du système
- La cinétique de la réaction électrochimique
- Dégagement de l'hydrogène [15]

Influence de l'agitation du bain :

Le brassage en cuve a pour but : De provoquer la formation de bulles d'air sur le sédiment et qui sont à l'origine de piqûres. Pour augmenter la limitation du courant anodique ou cathodique, pour faciliter la diffusion des électrophiles vers les électrodes et ainsi, éliminer le gradient de concentration et normaliser la polarisation des électrodes dans le bain.

L'agitation peut être assurée par:

- Voie mécanique
- Par insufflation d'air comprimé (N₂, Ar...) exempt d'huile.
- Par utilisation des électrodes tournantes.
- Par circulation du bain grâce à des jets d'électrolyte.

L'agitation présente un inconvénient majeur dans le cas de présence des boues au fond du bain. Lors de l'agitation, ces boues vont être fixées à la surface des dépôts, et par conséquent leurs aspects deviennent mats.

Influence des additifs :

Plusieurs types d'additifs sont utilisés dans la préparation des bains électrolytiques et qui ont pour objectif d'améliorer la qualité des dépôts, parmi lesquelles on a:

Sels conducteurs :

Ce sont des composés ioniques fortement dissociés qui ne participent pas aux réactions se produisant à la surface de l'électrode. Leur rôle est d'améliorer la conductivité de la solution, augmentant ainsi la mobilité des ions présents dans le milieu, ce qui affecte la répartition et la couverture du résidu. Les sels les plus couramment utilisés comme électrolytes de support dans le bain d'électrolyse sont le chlorure et le sulfate de sodium et de potassium.

Sels tampons :

Ils aident à maintenir un pH constant des solutions de bain et en particulier dans les membranes cathodiques. Sans ces composés, la déportation de H^+ est grandement facilitée par l'augmentation de la densité de courant et de l'acidité de la solution, entraînant une augmentation du pH dans la membrane cathodique et la formation d'hydroxydes. L'acide borique est le tampon le plus couramment utilisé dans le bain d'électrolyse.

Les complexant

Pour obtenir une bonne structure et une meilleure qualité de dépôt ; l'utilisation de ligands est indispensable pour permettre de réduire la déportation de l'espèce à la cathode. Parmi les agents chélatants les plus utilisés figurent : formiate, acétate, urée, diméthyle formaldéhyde (DMF), glycine, acide glycolique, acide malique, citrate, oxalate, cyanate, thiocyanate, etc.

Additifs organiques et minéraux

L'astuce pour obtenir le bain parfait est d'ajouter des additifs à faible concentration, qui sont pour la plupart de nature organique et qui sont essentiels. De manière générale, ils favorisent ou bloquent la réduction des espèces électroactives et permettent un contrôle qualité du dépôt en apportant certaines propriétés :

- **La brillance** : les additifs agissent au niveau de la microrugosité du dépôt et empêchent l'apparition des piqures. Le mécanisme et leur mode d'action ne sont pas encore très connus.
- **L'adhérence** : Grâce aux additifs, on tente d'empêcher la fragilisation du dépôt par l'accélération de dégagement des bulles d'hydrogène de la surface.

L'eau

L'eau est le solvant le plus couramment utilisé et dominant dans la composition du bain et dans la plupart des cas de placage. [15]

La nature du Bain

Pour obtenir des dépôts très cohésifs qui adhèrent bien au métal, un bain avec une bonne conductivité et une stabilité satisfaisante est nécessaire pour la reproductibilité. Les principaux sels fournissent des ions métalliques pour le dépôt. L'expérience a montré que les bains à forte concentration d'ions métalliques donnent une meilleure qualité de boue, tandis que l'égouttement de ce entraîne des dépôts irréguliers. Une faible concentration de ses ions conduit à une mauvaise distribution des tuyaux. Nous ajoutons souvent un sel conducteur qui a le même anion que le sel métallique (par exemple KCl - si nous avons $ZnCl_2$) pour augmenter la conductivité et ainsi abaisser la résistivité de l'électrolyte. [13]

II.5. Caractéristiques physico-chimiques du nickel

II.5.1. Propriétés physiques.

Le nickel est un métal blanc à reflet jaunâtre, assez ductile et tenace. Il s'allie par voie thermique avec de nombreux métaux : fer, cuivre, chrome, cobalt, manganèse, etc., mais, par voie électrolytique, le nombre de métaux d'alliage et leurs applications sont considérablement plus restreints : cobalt, fer, phosphore, tungstène, étain.

Le nickel présente un léger ferromagnétisme (environ 27 % par rapport au fer). [6]

Tableau II-1 : Principales caractéristiques physiques et mécaniques du nickel.

Symbole	Ni
Masse atomique(u)	58,71
Masse volumique(g/cm ³)	8,907
Température de fusion.....(°C)	1453
Coefficient de dilatation.....(K ⁻¹)	12.8× 10 ⁻⁶ a 20 °C
Conductivité thermique.....(W.m ⁻¹ .k ⁻¹)	94 a 0 °C
Résistivité électrique.....(μΩ.cm)	7,2 a 20°C
Résistance a la rupture.....(MPa)	350
Limite d'élasticité.....(MPa)	150
Allongement.....(%)	30 a 40
Dureté Vickers.....(HV)	150
Température de Curie.....(°C)	359
Cristallisation.....	Cubique a face centrée
Champ coercitif(A/m)	280 à 480
Aimantation à saturation.....(T)	0,61

II.5.2. Propriétés électrochimiques :

Le nickel présente le degré d'oxydation + II et exceptionnellement + IV. Métal légèrement noble, il se ternit à l'air par formation d'oxyde NiO qui le passive, alors que l'eau pure est sans action sur lui. [6]

Le potentiel standard du couple Ni/Ni⁺⁺ (- 0,250 V/E.H.N.) le rend plus noble que le fer (-0,44 V), juste au-dessus du cobalt (- 0.28 V). Mais du fait de la forte irréversibilité de la réaction

$\text{Ni} \rightleftharpoons \text{Ni}^{++} + 2 e^-$ et d'une forte surtension de dégagement d'hydrogène sur-le nickel (~ 1 V), le nickel ne se corrode pratiquement pas dans une très large étendue de pH (milieux alcalins, neutres ou même) en l'absence d'oxydants et de complexant les acides sulfurique et chlorhydrique dilués ne corrodent que lentement le nickel, au contraire des acides phosphorique et nitrique où l'attaque est accentuée.

Le nickel peut former de nombreux complexes, par ordre de stabilité croissante : chlorés, aminés, oxaliques, thiocyanurés, pyrophosphoriques, cyanurés.

Le sulfure, bien qu'insoluble, est à craindre en raison de son pouvoir dépassivant. [6]

II.5.3. Électrolytes de nickelage

sulfamate ; fluoroborate. Ces dépôts peuvent Soyez mat ou brillant. Dur ou mou, plastique ou tendu. De Les gisements de nickel sont formés à partir de solutions de sels simples : sulfate, chlorure, nombreux additifs, souvent brevetés, offrent une flexibilité de processus inégalée. Tous les effluents électrolytiques visés au présent article doivent être traités conformément à l'article . Législation applicable (se référer à : Agence de Bassin ou Direction des Mines de votre ressort), Elimination des métaux lourds et complexants (article « Contamination des Ateliers de Traitement de Surface » du présent contrat). [6]

Principe :

Réactions aux électrodes : lors du nickelage.

Les sels simples fournissent une haute activité en cations Ni⁺⁺ puisqu'entièrement dissociés.

Anode et cathode sont alors le siège de réactions symétriques assurant. Ainsi la constance de.

L'électrolyte :



Et



Réactions liées quantitativement par la loi de Faraday (cf article Revêtements métalliques par voie électrolytique : introduction, dans ce traité) qui donne une équivalence de 1,095 g de nickel par Ah ou 0,205 m/ min par A/dm^2 et pour 100% de rendement.

La plupart des procédés de nickelage-ont un rendement cathodique voisin de 95 à 97 % entre : pH 2 et 6 : l'écart. De rendement

Correspond au dégagement d'hydrogène $2H^+ + 2e^- \implies H_2\uparrow$). Réaction thermodynamiquement possible dans le domaine d'activité. [6]

Anodes :

Contrairement aux aciers cathodiques fortement alliés, les anodes au nickel assurent la répartition du courant et la régénération de l'électrolyte en fonction de la réaction.



Et donc une dissolution de 1,09 g de nickel par Ah pour 100 % de rendement anodique Revêtements métalliques par voie électrolytique : introduction, dans Cette valeur est quasiment atteinte (97 à 100 %) pourvu que le pH soit inférieur à 4,5 et que des dépolarisants anodiques soient présents : Cl ou Br parfois (5 à 16 g/L) ou oxygène et soufre incorporés à l'anode.

Nickelage technique :

résistance à la corrosion. - Le nickel déposé est (généralement) plus noble que le métal de base ; Dans un environnement corrosif, l'attaque sera donc localisée. Défauts et porosité du revêtement. Nous voilà. Que l'étanchéité du nickelage est vitale pour la résistance à la corrosion et la non-pollution. Inertie du nickel vis-à-vis des produits pétroliers et sa compatibilité : avec les aliments (à l'exception de certains acides ou jus de fermentation, uniquement son utilisation dans l'industrie alimentaire.[6]

Chapitre III

*Matériels, conditions et techniques
expérimentales*

Matériels, conditions et techniques expérimentales

III.1. Partie 1 : BCR

III.1.1. Structure et composition de l'atelier de chromage BCR

L'installation est constituée essentiellement :

D'une chaîne automatique de 26 bains, ou chaque bain correspond à une opération dans le cycle de revêtement. Deux fosses reliées à la station de traitement des eaux le stockage temporaire des déchets liquides provenant des bains galvaniques.

Entrée → Dégraissage chimique → Rinçage → Dégraissage Electrolytique → Rinçage → Rinçages → Attaque → Nickelage → Rinçage → Pré-chromage → Chromage → Rinçage → Séchage → Sortie

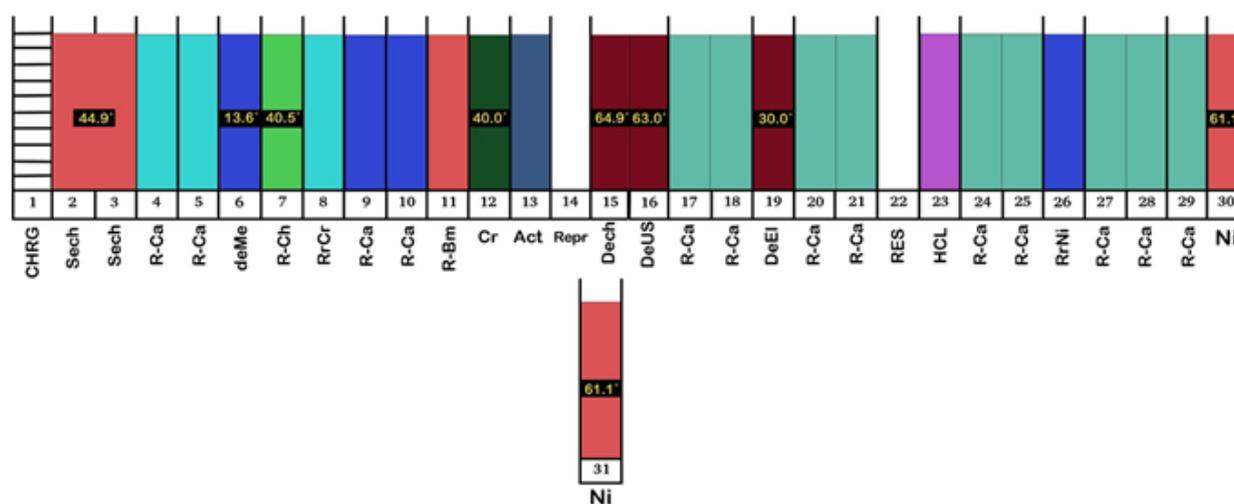


Figure III-1 : Schéma de chaînes robotique de chromage BCR

III.1.2. Préparation de surface métallique avant traitement

Le moulage	Type
Grossier	P100
Grossier	P180
Grossier	P280
Fin	P400
Le polissage	Description

<p>Utilisez un disque de polissage adapté.</p> <p>Utilisez une pâte à polir adaptée</p>	<p>Tourets à polir : la pièce est présentée manuellement sur la surface de meules ou de disques de divers matériaux, tournant à grande vitesse (de l'ordre de 3 000 m/min) et généralement enduits de pâte à polir, pour des finitions poli-miroir.</p>
---	---

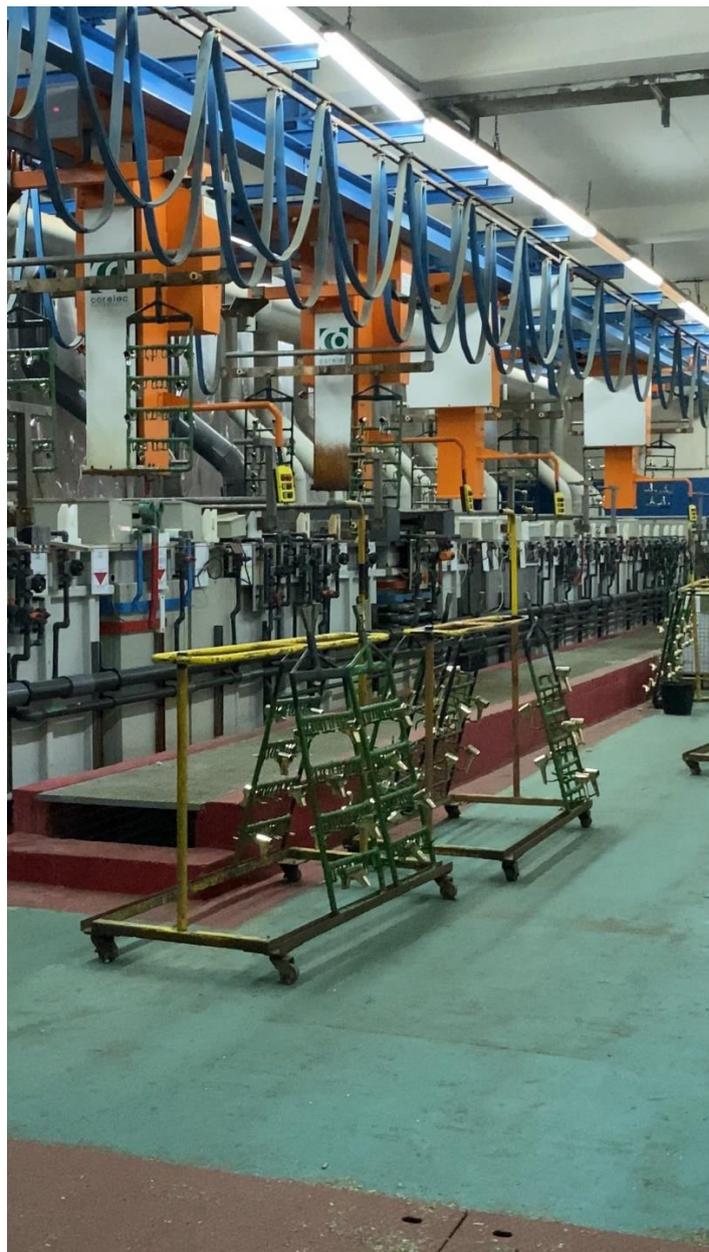


Figure III-2 : La chaine de chromage (BCR)

Tableau III-1 : Composition des différents bains de chromage

Bain	Description	paramètres	
		contenance	Concentration
Dégraissage chimique	LE PRESOL7030 est un produit alcalin spécialement conçu pour le nettoyage difficile de pièces en acier. Il présente l'avantage d'être utilisé en dégraissage chimique et électrolytique.	V=1000 L	Le présol 7030= 50g/l (le bain peut travailler à des concentrations de 30 – 70 g/l).
Dégraissage électrolytique	Idem que le bain de dégraissage chimique.	V= 1000 L	Le présol7030 = 75g/l (le bain peut travailler à des concentrations allant de 50- 100 g/l).
Bain de décapage	Le bain d'attaque fournit un traitement de décapage-activation de surface en vue des ultérieures dépositions de nickel	V=800L.	HCl à 16% (33% dilué)
Bain de nickelage	Le bain de nickelage proportionne aux pièces un flash, support pour les dépositions ultérieures d'argent. La couleur du dépôt est grise brillante.	V=3000L.	NiCl ₂ .6H ₂ O=237,6g/l. HCl à 37% (d=1,18). Les concentrations ioniques : Ni ²⁺ = 60+- 2g/l Cr = 150 +- 5g/l.
Préchromage	Il permet de fournir une première couche adhérente de chromage, déposée sur le flash de nickel. L'aspect des pièces est blanc métallique.	V=1200 L	KCN=80 +- 5g/l Cr ⁺ = 3 - 3,25 g/l

Chromage	<ol style="list-style-type: none">1. Le bain de chromage présente les avantages suivants :2. Le bain de chromage SILVIN présente les avantages suivants :3. Très grande vitesse de déposition : 1 μ/mn a 15 A/dm².4. Excellente pouvoir pénétration et de répartition.5. Grande stabilité.6. Donne des dépôts très brillants à toutes épaisseurs.7. Utilisable au bain mort et au tonneau émergé.8. Donne des dépôts durs et très ductiles.9. Permet de travailler dans une zone de densité de courant allant de 0.6 à 1.5 A/dm²	V=3000 L.	KCN=100 a 110 g/l Cr ⁺ =25-33 g/l
----------	---	-----------	---

III.2. Partie 2 : Laboratoire :

III.2.1. Matériels et conditions opératoires

Electrolytes

La solution que nous avons utilisée pour le nickelage électrolytique est basée sur le bain de Watts, la composition préconisée est la suivante :

- Sulfate de nickel : NiSO₄, 6 H₂O 200g /l
- Chlorure de nickel : NiCl₂, 6 H₂O 40g/l
- Acide borique : 30g/l
- PH 4.3 [14]

Rôle des agents minéraux

Sulfate de nickel : source essentielle d'ions Ni^{2+} . Ce composé est relativement peu coûteux. La concentration en ions Ni^{2+} est trop faible, ce qui entraîne des résidus brûlés.

Chlorure de nickel : constitue un apport d'ions Cl^- dont le rôle est double :

- faciliter l'oxydation de l'anode.

- augmenter le coefficient de diffusion du cation Ni^{2+} , donc permettre l'obtention d'une densité de courant maximale.

Acide borique : il peut faire une solution tampon à pH proche de 4 dans la membrane cathodique. Sans ce composé, la déprotonation augmente en fonction de la densité de courant et de l'acidité de la solution, ce qui va entraîner une augmentation du pH dans la membrane cathodique et conduire à la formation d'hydroxyde de nickel. L'acide borique peut être remplacé par de l'acide acétique ou de l'acide formique, notamment avec des solutions très acides.

A coté des produits minéraux de base, nous avons introduire un certain nombre d'additifs organiques, qui confèrent au revêtement des propriétés spécifiques tel que: brillance, dureté, nivellement, etc....., ces additifs sont :

- | | |
|--|---------|
| - Les mouillants : dodécyl sulfate de sodium (DSS) | 1g/l |
| - Le brillanteur primaire : le glycérol (GLY). | 16 ml/l |
| - Les brillanteurs secondaire : formaldéhyde (FA) | 6 ml/l |

La préparation de cet électrolyte est assez délicate :

- Remplissez les 2/3 du bocal avec de l'eau distillée.
- Dissolvez une quantité de sulfate de nickel et de chlorure de nickel, puis ajoutez de l'acide borique au mélange, remuez continuellement et chauffez.
- Après s'être assuré que tous les produits sont bien dissous, laisser reposer.
- Ajoutez les additifs énumérés ci-dessus et ajoutez de l'eau distillée au volume souhaité.

En respectant les ratios indiqués ci-dessus, un litre de solution d'isolation de watt a été préparé et il a été divisé en un sous-volume, c'est-à-dire qu'un volume de 30 cm³ a été utilisé pour chaque essai de dépôt et de stagnation.

III.2.2. Cellules de travail

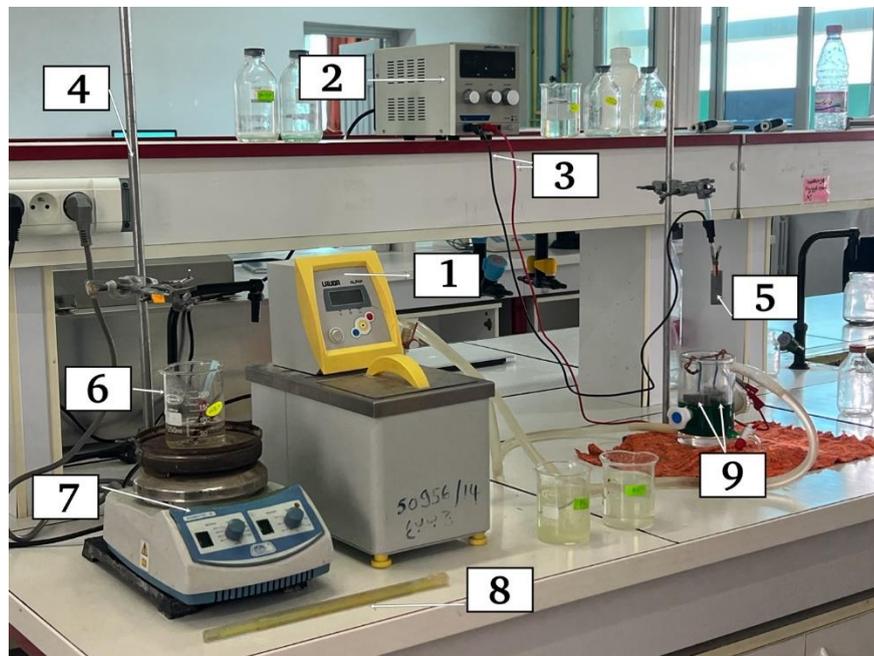


Figure III-3 : Cellules de travail

{1} **Bain thermostat** (LAUDA/ ALPHA A6) : Un bain thermostat est un dispositif pouvant fonctionner selon le principe du bain marie. On chauffe au moyen d'une serpentine (les cryothermostats refroidissent jusqu'à environ -80°C) un liquide, général de l'eau, et on immerge un objet dans ce liquide. Ce bain maintient une température constante ($T=45^{\circ}\text{C}/55^{\circ}\text{C}/65^{\circ}\text{C}$), dans laquelle un substrat en acier est branché au pôle négatif et une tige de nickel est branché au pôle positif du générateur.

{2} **générateur électrique** (*multimètre XA 3051*) : source de courant continu.

{3} **fil de contact** : Transfer de courant

{4} **Support mobile** : utilisé pour l'ajustement de la surface immergé

{5} **Acier** : un alliage métallique constitué principalement de fer et de carbone

{6} **Bécher** : Pour rinçage

{7} **la plaque chauffante** (SELECTA AGIMATIC – E) : pour stabiliser la température (Dégraissage chimique NaOH) 60°C .

{8} **thermomètre** : vérification de température de Bain

{9} **Les Anodes (Ni)**

Dégraissage chimique :

Le NaOH : le nettoyage et le traitement des métaux, le revêtement d'oxyde, la galvanoplastie et l'extraction électrolytique.

NaOH 40g/L /

La température 60 °C /

Le temps 10 min

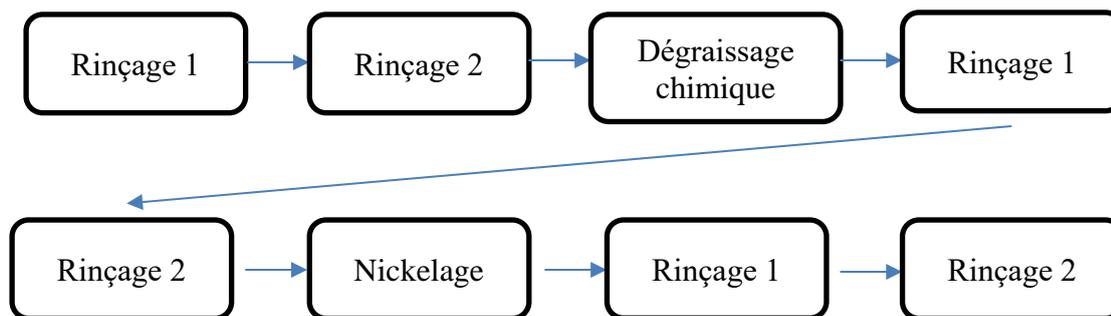


Figure III-4 : Plan pratique de laboratoire



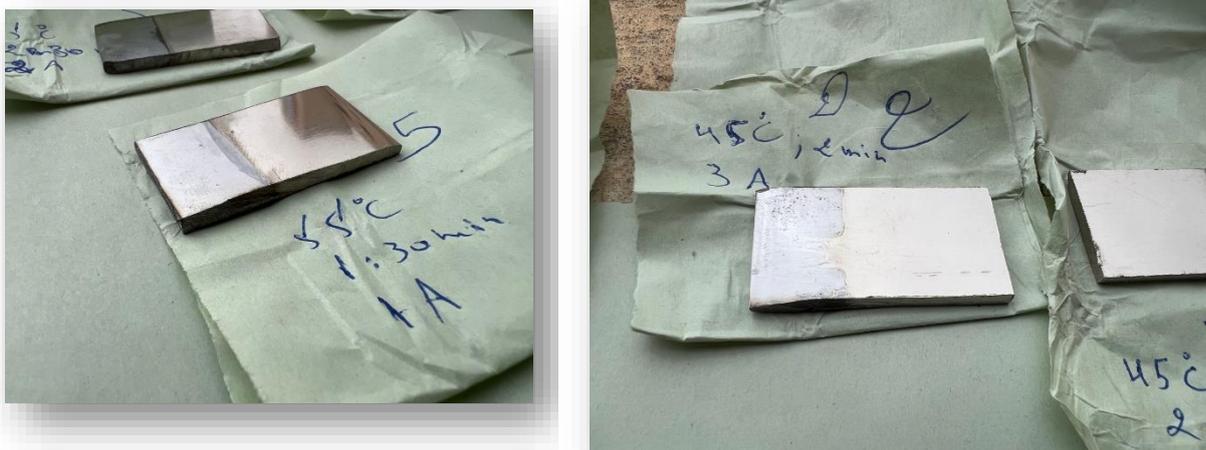


Figure III-5 : Les échantillons après le dépôt du Nickel

Chapitre IV

Résultats et interprétations

Résultats et interprétations

IV.1. Présentation du plan de Behnken

Nous avons utilisé pour la modélisation et l'analyse de la quantité de matière du nickel déposée sur l'acier, la méthode du plans de Plan d'expérience Box-Behnken. Cette méthode utilise un modèle mathématique de second degré [16]

$R = a_0 + \sum_{i=1}^k a_i x_i + \sum_{\substack{j=1 \\ i < j}}^k a_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^k a_{ii} x_i^2 + \varepsilon$ $R = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_{12} x_1 x_2 + a_{13} x_1 x_3 + a_{23} x_2 x_3 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 + a_{33} x_3^2 + \varepsilon$	(IV- 1)
--	---------

Où

R : Réponse

x_i, x_j : Variables

a_0, a_i, a_{ii}, a_{ij} : Coefficients du polynôme

ε : l'erreur

Le plan de Behnken est construit sur un cube où les points expérimentaux ne sont pas placés aux sommets du cube mais au milieu des arêtes. On ajoute ensuite des points au centre du domaine d'étude.

Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est illustré par la figure (IV. 1).

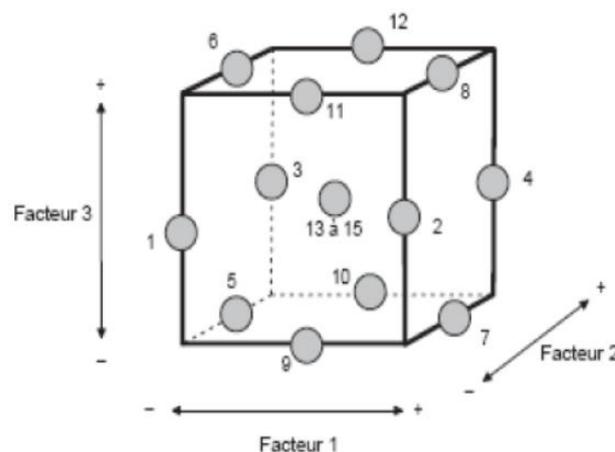


Figure IV-1 : Illustration du plan de Box-Behnken pour trois facteurs.

Le nombre d'essais (N) requis pour construire la matrice de Box-Behnken est défini selon l'équation (IV-2). [17]

$N = 2k(k - 1) + \theta$	(IV- 2)
--------------------------	---------

Avec :

k : Le nombre de facteurs,

θ : Le nombre de points au centre.

Donc 15 essais à réaliser pour un plan de Box-Behnken pour 3 facteurs, la construction de la matrice est présentée dans le tableau suivant.

Tableau IV-1 : Matrice d'expérience de Box-Behnken pour 3 facteurs.

Essai N°	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	-1	0	-1
6	1	0	-1
7	-1	0	1
8	1	0	1
9	0	-1	-1
10	0	1	-1
11	0	-1	1
12	0	1	1
13	0	0	0
14	0	0	0
15	0	0	0

IV.2. Propriétés des plans de Box-Behnken.

Les plans de Box-Behnken possèdent les propriétés suivantes :

- Ils nécessitent 3 niveaux pour chacun des facteurs ; -1, 0 et +1 pour assurer la condition d'orthogonalité (angle droit).
- Ils possèdent la propriété de séquentialité.
- Les plans du Box-Behnken pour 4 et 7 facteurs sont isovariants et les autres sont presque isovariants.

- Ils peuvent respecter le critère de presque orthogonalité, si on met 3 points au centre pour le plan à 3 facteurs.
- Les erreurs de prédiction sur les réponses calculées sont plus faibles que les erreurs expérimentales.

IV.3. Résultats et interprétations

IV.3.1. Application du plan d'expériences :

Nous avons pris comme facteurs d'entrée les facteurs suivants qui sont groupés dans le tableau suivant :

Tableau IV-2 : Facteurs d'expérience et leurs niveaux.

	Facteurs	Min	Max
X_1	La densité du courant (I) $\left(\frac{A}{dm^2}\right)$	1	3
X_2	Le temps (t) (min)	1,5	2,5
X_3	La température T (°C)	45	65

Tous les autres paramètres sont maintenus constants lors des expériences.

Soit :

- pH 4,3.
- Volume (200 ml).

La réponse choisie dans cette étude est le rendement

IV.3.2. Modélisation.

Notre objectif consiste à étudier et analyser l'influence des trois facteurs sur la densité de la matière du nickel déposées sur l'acier

La matrice d'expériences de Box-Behnken et les résultats expérimentaux (réponses), obtenus lors de la réalisation des 15 essais, sont présentés dans le tableau (IV. 3).

Il est à noter que le rendement est calculée par l'intermédiaire de la formule de Faraday citée au deuxième chapitre.

Tableau IV-3 : Les essais et les réponses du plan box-Behnken

Essai N°	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Sortie (R) %
1	-1	-1	0	55
2	1	-1	0	37
3	-1	1	0	66
4	1	1	0	59
5	-1	0	-1	28
6	1	0	-1	37
7	-1	0	1	69
8	1	0	1	55
9	0	-1	-1	37
10	0	1	-1	77
11	0	-1	1	74
12	0	1	1	78
13	0	0	0	79
14	0	0	0	80
15	0	0	0	82

Nous avons utilisé deux logiciels de calcul, Excel et Minitab pour déterminer les coefficients du modèle ainsi que les autres paramètres statistiques :

En remplaçant les différents coefficients dans l'équation du modèle appliqué (équation IV-1), nous avons obtenu l'équation mathématique suivante (IV- 3) :

$R = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2$ $R = 80,33 - 3,75 I + 9,63 t + 12,13 T - 22,67 I^2 - 3,42 t^2 - 10,42 T^2 + 2,75 I * t - 5,75 I * T - 9,00 t * T$	(IV- 4)
---	---------

La représentation des coefficients et leurs interactions obtenus, sont rapportés sur la Figure (IV.2).

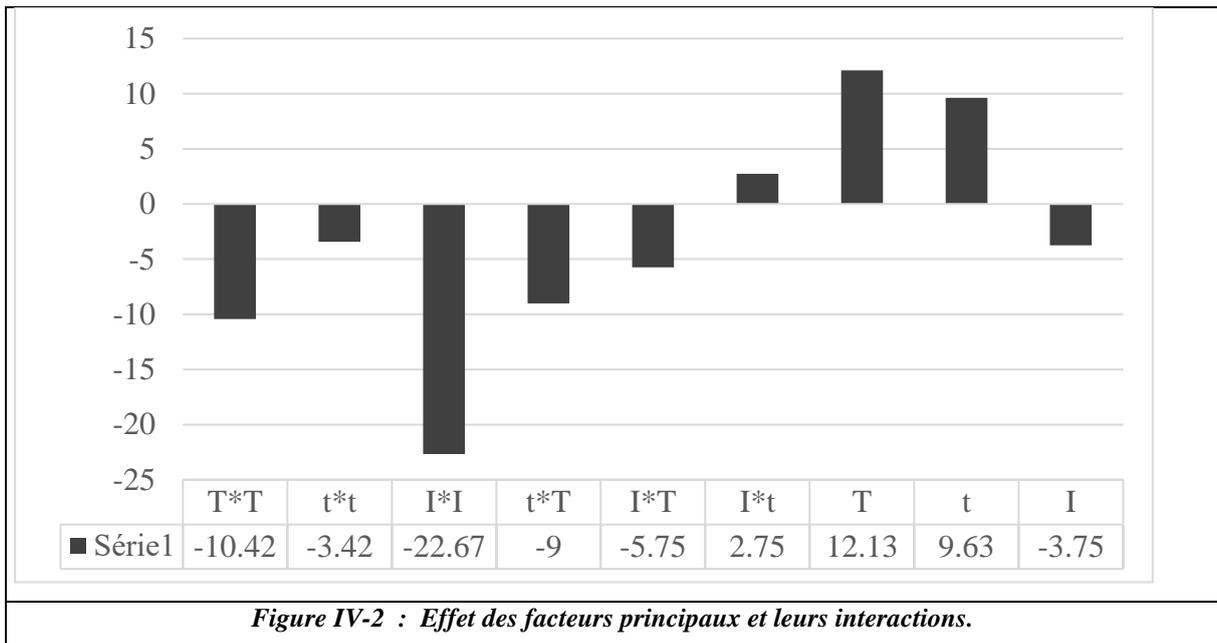


Figure IV-2 : Effet des facteurs principaux et leurs interactions.

La figure (IV.2) nous permet d'observer l'effet des facteurs étudiés sur les réponses. Les résultats obtenus montrent que le temps, la température et l'interaction I/t ont une influence positive sur le taux de la matière de nickel, la température et le temps ont une influence plus grande. Au contraire, l'effet quadratique de l'intensité de courant est négative, suivi par l'effet quadratique de la température et l'interaction t/T et. Les autres facteurs ont une très faible influence.

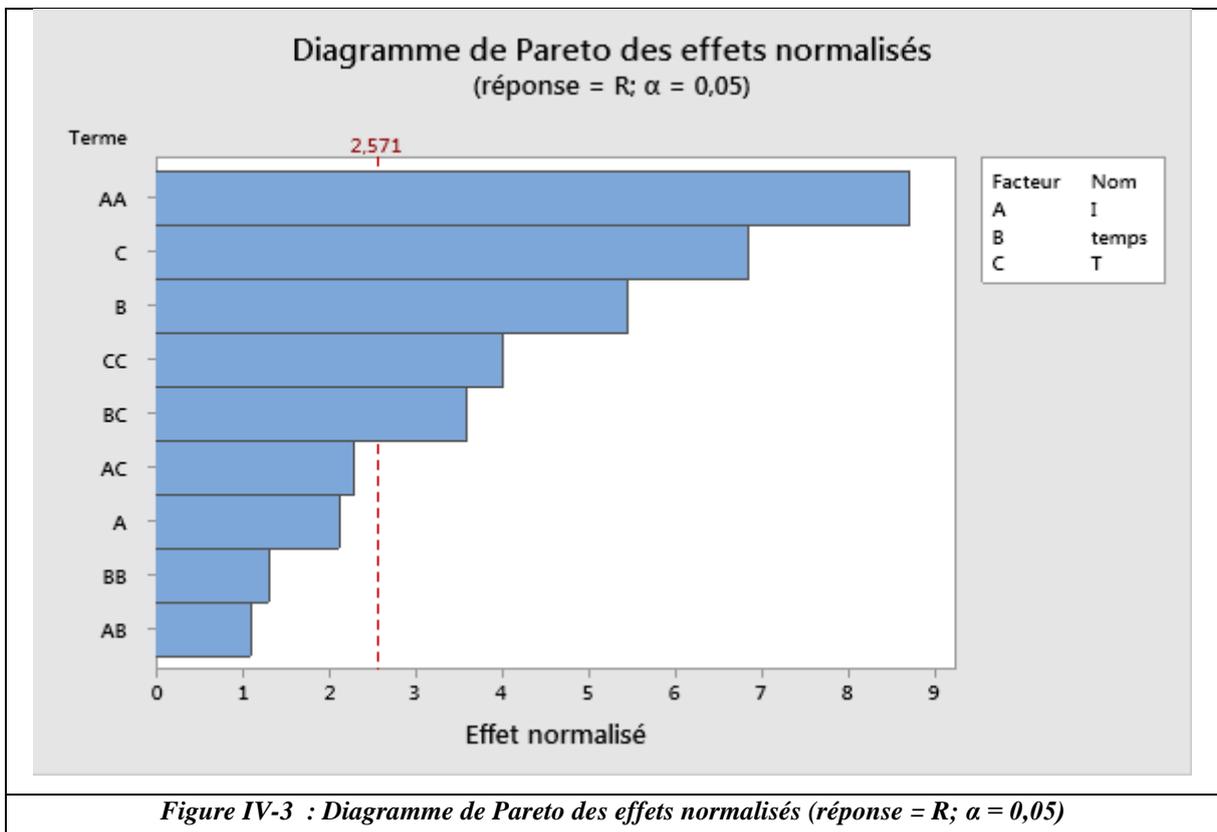


Figure IV-3 : Diagramme de Pareto des effets normalisés (réponse = R; $\alpha = 0,05$)

Cela est confirmé par la figure IV.3 qui représente le diagramme de Pareto des effets normalisés, on remarque clairement l'influence de la température, le temps d'immersion et le facteur quadratique de l'intensité de courant, suivi par l'effet quadratique de la température et l'interaction t/T .

IV.3.3. Evaluation de l'adéquation du modèle statistique.

Il existe plusieurs méthodes pour évaluer la qualité du modèle statistique, parmi lesquelles on peut citer : le coefficient de détermination (R^2), ce facteur indique à quel point le modèle explique les valeurs observées. Plus il est proche de 1, plus le modèle est bien ajusté.

Le calcul du coefficient de détermination et celui corrigé sont regroupés dans le tableau IV.4

Tableau IV-4 : Coefficients de déterminations pour R .

Coefficient de détermination R^2	0.97
R^2 ajusté	0.93

Ces deux valeurs sont proches de l'unité (1) ce qui veut dire que le modèle linéaire est justifié, pour justifier la corrélation, on peut se servir de la représentation graphique de la réponse observée et celle prédite. Si le nuage de points est allongé, on dit qu'il y a une bonne corrélation, voici le graphique correspondant à la quantité de masse déposée.

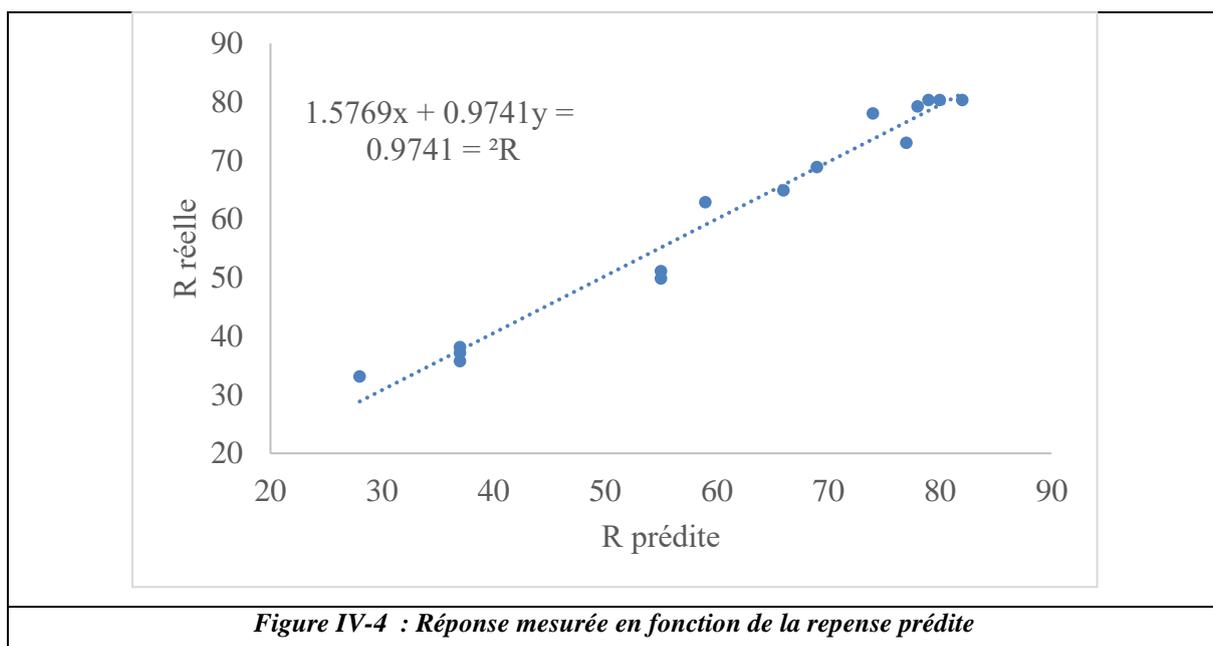
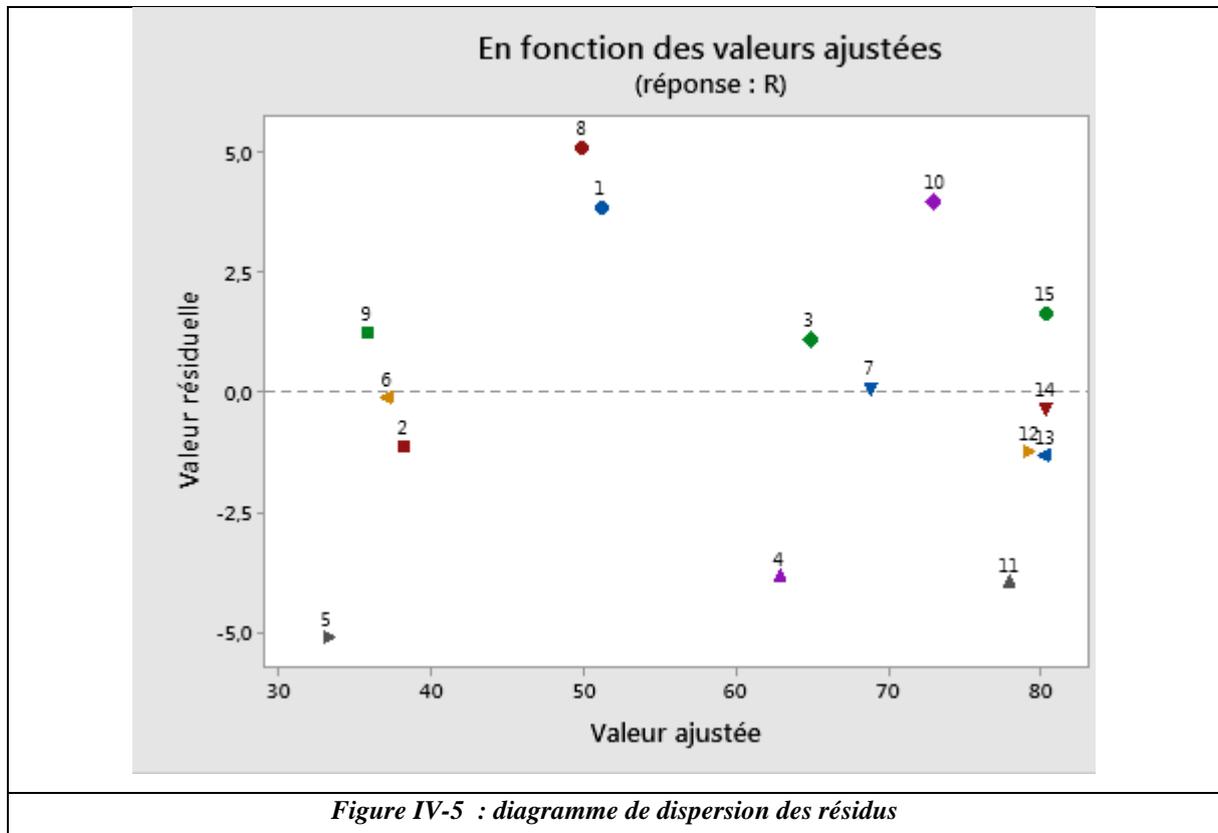


Figure IV-4 : Réponse mesurée en fonction de la repense prédite

On remarque que la distribution des points est presque linéaire avec une toute faible erreur, le facteur 0.9741 confirme cette tendance ainsi que le coefficient de détermination R^2



Aussi, le diagramme de la dispersion des résidus (Figure IV.5), montre que le modèle est bien validé ; cette validité du modèle revient à la distribution des points sur le domaine. La totalité des points sont proche de la ligne zéros (une erreur inférieure à 2,5%). Les points n'ont pas de différences significatives par rapport à la mesure de l'expérience. Les autres points représentent des erreurs qu'on peut accepter. Une erreur de 5% est signalée pour les expériences 5 et 8, Il est évident de rappeler que l'expérience n'est jamais parfaite, mais généralement ces erreurs sont très faibles.

IV.3.4. Simplification du modèle

Afin de comparer l'influence des coefficients, nous avons calculé le rapport entre le coefficient et l'écart-type qu'on appelle le « t-student ». A partir de la valeur obtenue par le test « t-student », on peut prévoir si le coefficient est influent ou pas. Cette probabilité est appelée « p-value » [18].

- Si la « p-value » est inférieure à 0,05, le coefficient est significatif.
- Si la « p-value » est supérieure à 0,05 le coefficient n'est pas significatif

Le Tableau (IV.5) présente les p-values correspondantes à chaque coefficient du modèle.

Tableau IV-5 : p-value des coefficients du modèle.

Coefficient	Valeur du coefficient	P-valeur	Remarque
Constante	80,33	0,000	Significatif
I	-3,75	0,087	Non significatif
t	9,63	0,003	Significatif
T	12,13	0,001	Significatif
I*I	-22,67	0,000	Significatif
t ²	-3,42	0,246	Non significatif
T ²	-10,42	0,010	Significatif
I*t	2,75	0,321	Non significatif
I*T	-5,75	0,070	Non significatif
t*T	-9,00	0,016	Significatif

IV.3.5. Validation du modèle simplifié.

Dans la pratique, les méthodes de validations utilisées sont:

- Test de signification globale de la régression (R^2).
- L'utilisation des points tests [19]

Dans notre étude, nous avons utilisé la méthode graphique, qui est la justification par la régression linéaire. L'adéquation du modèle est estimée grâce au coefficient de détermination R^2 . D'après la figure (IV.4), on constate l'obtention d'une régression linéaire simple et une proportionnalité sur la bissectrice des valeurs ($\text{réponses mesurées} = f(\text{réponses prédites})$), donnant une valeur de $R^2 = 0,9741$. C'est une valeur très proche de 1, donc on conclue que le modèle est significatif.

Après une simplification du modèle, il est nécessaire d'apporter une correction sur l'erreur systématique (R ajusté). La formule de correction est exprimée par la relation (IV. 5).

$R_{ajusté}^2 = R^2 - (1 - R^2) \frac{L - 1}{N - 1}$	(IV- 5)
--	---------

Avec :

- N : Le nombre d'expériences.
- L : Le nombre des coefficients significatifs.
- R^2 : Le coefficient de détermination.

La valeur du coefficient de détermination et R^2 ajusté obtenus (0,93) montre que le modèle simplifié est bien validé.

IV.3.6. Test d'ANOVA pour la justification du modèle

Hypothèse nulle H_0 : le modèle n'est pas adéquat

Hypothèse alternative H_1 : le modèle est accepté

Accepter H_0 implique que l'on conclut qu'il n'y a pas de relation globale entre les paramètres d'entrée et la sortie

Au contraire, rejeté H_0 implique que nous concluons que la variation des entrées (x_i) influence la variation de sortie R

Autrement dit :

- ✓ Si $F_{cal} > F_{crit}$ le modèle est considéré comme valide
- ✓ Sinon, le modèle est considéré comme non valide

Voici les données de l'ANOVA pour notre modèle

Tableau IV-6: p-value des coefficients du modèle.

source de variation	SC	ddl	CM	F_0	$F_{0.05}$
modèle	4696,8	9	521,87	20,889	4,7725
résiduel	124,92	5	24,983		
total	4821,7	14			

Avec un seuil de signification de 5%, le modèle linéaire est justifié puisque nous avons trouvé

$$F_0 = 20,889 > 4,7725$$

IV.3.7. Diagrammes des effets principaux

Le diagramme des effets principaux nous renseigne sur l'influence simultanée de tous les facteurs sur le taux de la matière du nickel déposée.

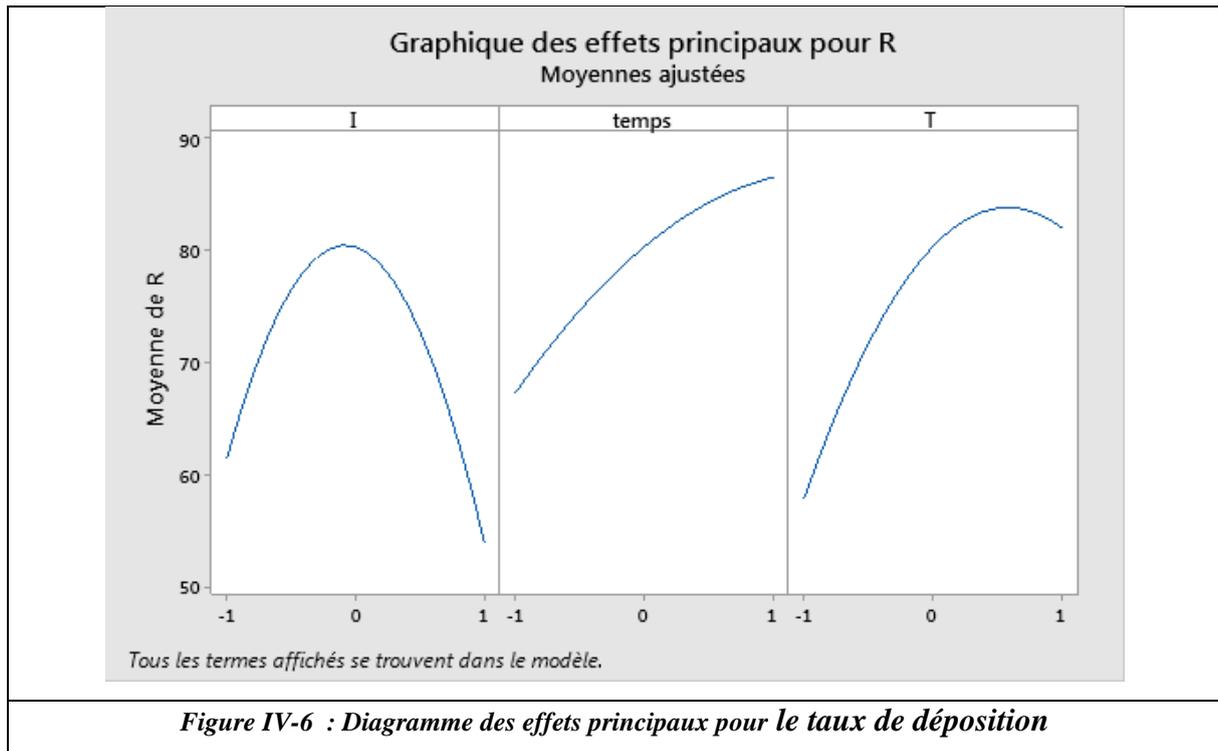


Figure IV-6 : Diagramme des effets principaux pour le taux de déposition

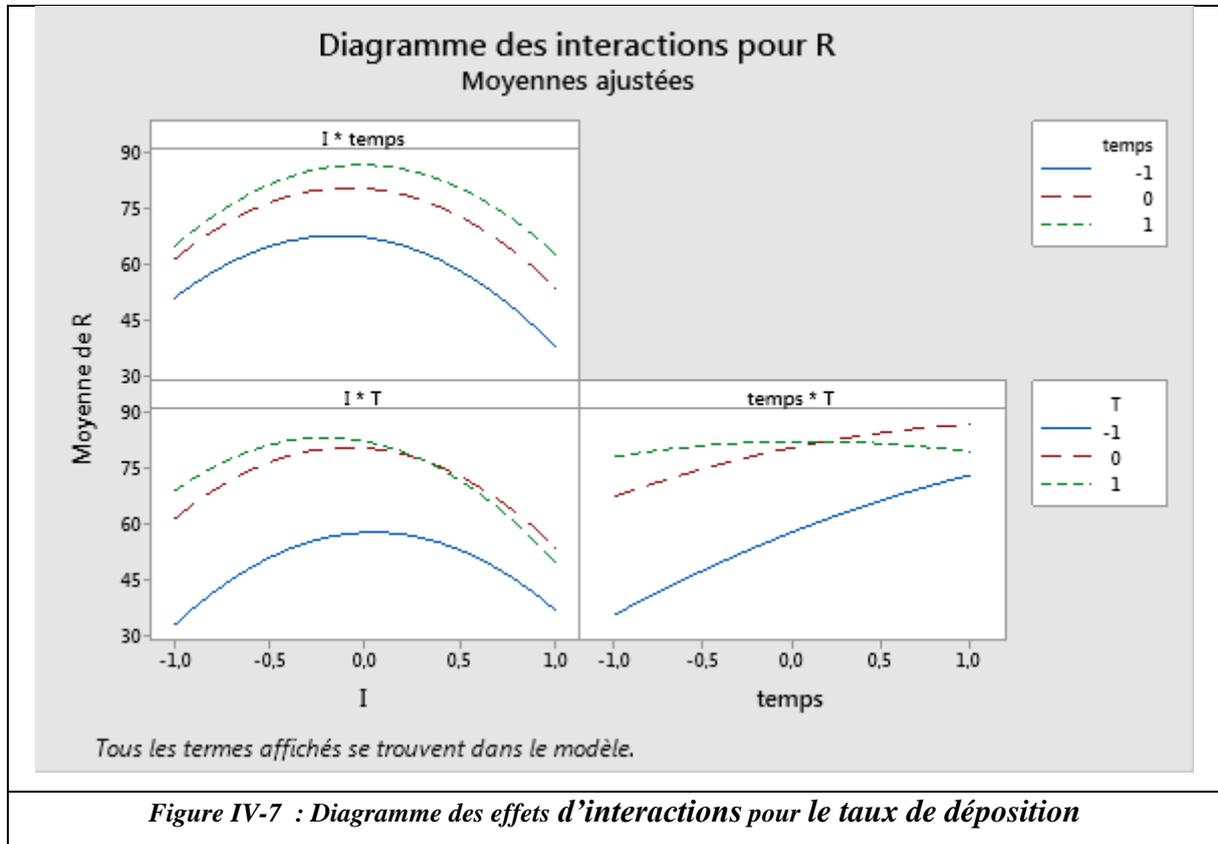
D'après la figure des effets principaux pour le taux de déposition, on peut noter les remarques suivantes :

- La réponse R augmente pour une densité de courant allant de 1 jusqu'à environ $2 A/dm^2$ puis, elle diminue avec l'augmentation de la densité de courant pour atteindre une valeur minimale 54% pour $I= 3 A/dm^2$
- on remarque la même chose pour la température, le taux de déposition augmente avec l'augmentation de la température, puis diminue après une température voisine de $60^{\circ}c$, mais cette diminution est faible en la comparant au effet de la densité de courant.
- pour le temps, on peut voir clairement que la durée d'immersion influe positivement la quantité de la matière déposée, cette augmentation est de façon lente, ce qui est remarqué par la pente de la courbe.

IV.3.8. Diagrammes des effets d'interactions des facteurs sur le taux de déposition

Les diagrammes des interactions (figure IV.7) sont généralement utilisés pour visualiser les interactions pendant une opération ANOVA, dans laquelle l'effet d'un facteur dépend du niveau d'un autre facteur.

Remarque Les diagrammes montrent que plus la différence de pente est grande entre les lignes, plus le degré d'interaction est élevé. Si les courbes sont parallèles indiquent l'absence d'interactions.



La figure IV .7 regroupe toutes les courbes d'interaction entre les différents facteurs mis en jeu. On remarque qu'il n'y a pas d'interaction entre I/T et I/t (ou bien cette interaction est très faible). On remarque aussi que le taux est maximale pour une densité de courant moyenne (niveau 0), et faible pour les valeurs extrêmes de la densité de courant. On assiste à une augmentation de la quantité de matière déposée d'une forme presque linéaire par rapport au temps pour les valeurs de la température, mais cette augmentation est d'une forme quadratique en variant la densité de courant. La quantité maximale de la matière déposée est notée pour le niveau (1) c'est – à dire pour une durée de maintien de 3 min.

Pour la deuxième ligne, on remarque une faible interaction I/T et t/T, cela est marqué entre les niveaux 0 et +1. A une certaine valeur de I (2,25A/ dm²), l'augmentation de la température conduit à une diminution de la quantité du nickel en dépôts. La même chose est remarquée pour un temps supérieur à 2,12 min .

IV.3.9. Les graphiques de contour

A partir du modèle mathématique validé et à l'aide du logiciel, on a réalisé graphiquement les contours 2D (*Figure IV.7*) et les graphiques en 3D (*Figure IV. 8*). Ces graphiques permettent de rechercher des solutions optimales plus désirables avec une meilleure précision possible. Cela nous permet d'examiner les résultats plus nettement. Les courbes de contour sont générées à l'aide du logiciel Minitab par la combinaison des trois facteurs induits. Nous avons choisi à chaque fois deux facteurs représentés sur les axes X et Y. La valeur de la réponse est représentée par une région ombragée dans la courbe de contour 2D ou la surface en 3D.

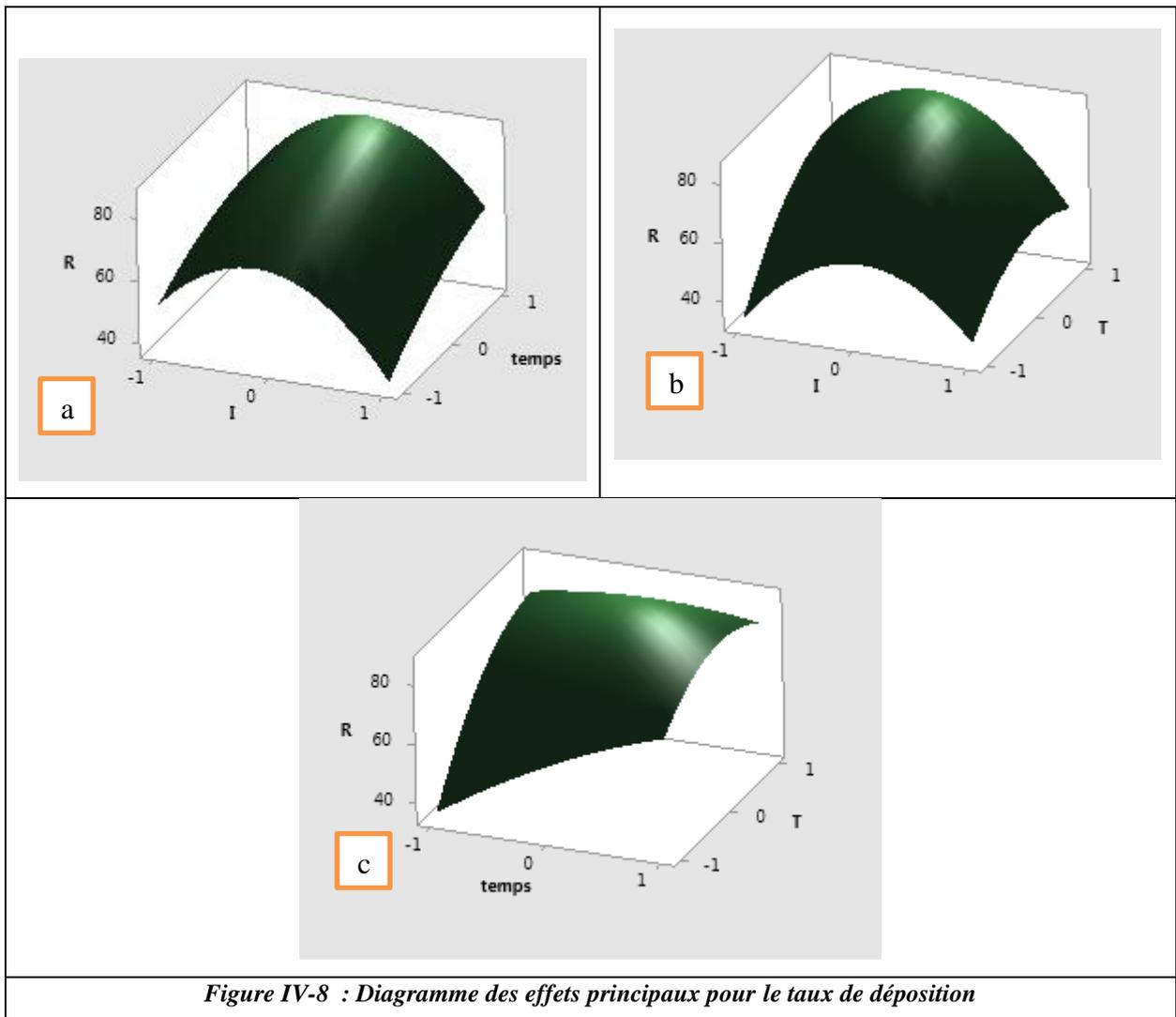


Figure IV-8 : Diagramme des effets principaux pour le taux de déposition

A partir de la courbe (a), on constate que la réponse est faible pour les valeurs extrêmes de la densité de courant, et la réponse augmente avec l'augmentation de la durée d'immersion (t). linéairement avec l'augmentation du temps (t). la quantité maximale déposée est remarquée pour une densité de courant moyenne et une durée de maintien maximale. La température a un effet quadratique sur la quantité de matière déposée, ce qui est claire sur la figure (b).

Pour l'interaction t/T , il est clair que la réponse est faible au point $(-1, -1)$ c'est-à-dire durée de maintien faible et température faible, puis cette réponse augmente dans les deux sens avec l'augmentation du temps et de la température.

Cette constatation est vérifiée par les graphiques de contours (2D), la quantité de matière déposée est faible pour les points $(-1, -1)$ pour les trois courbes (a, b, c), sa valeur est inférieure à 40%, puis elle augmente avec l'augmentation de la durée d'immersion jusqu'à une valeur supérieure à 80% pour t_{max} et I_{moyen} (a).

La projection de la figure (figure IV. 1-b) sur le plan (I,T) nous donne la figure (IV. 2-b), on constate que la réponse a la même forme que (a), cette variation est presque symétrique due à la forme quadratique des influences, le point central représente le point sommet de la courbe 3D, sa valeur est supérieure à 80%. La dernière courbe est la projection de la figure (figure IV. 3- c)

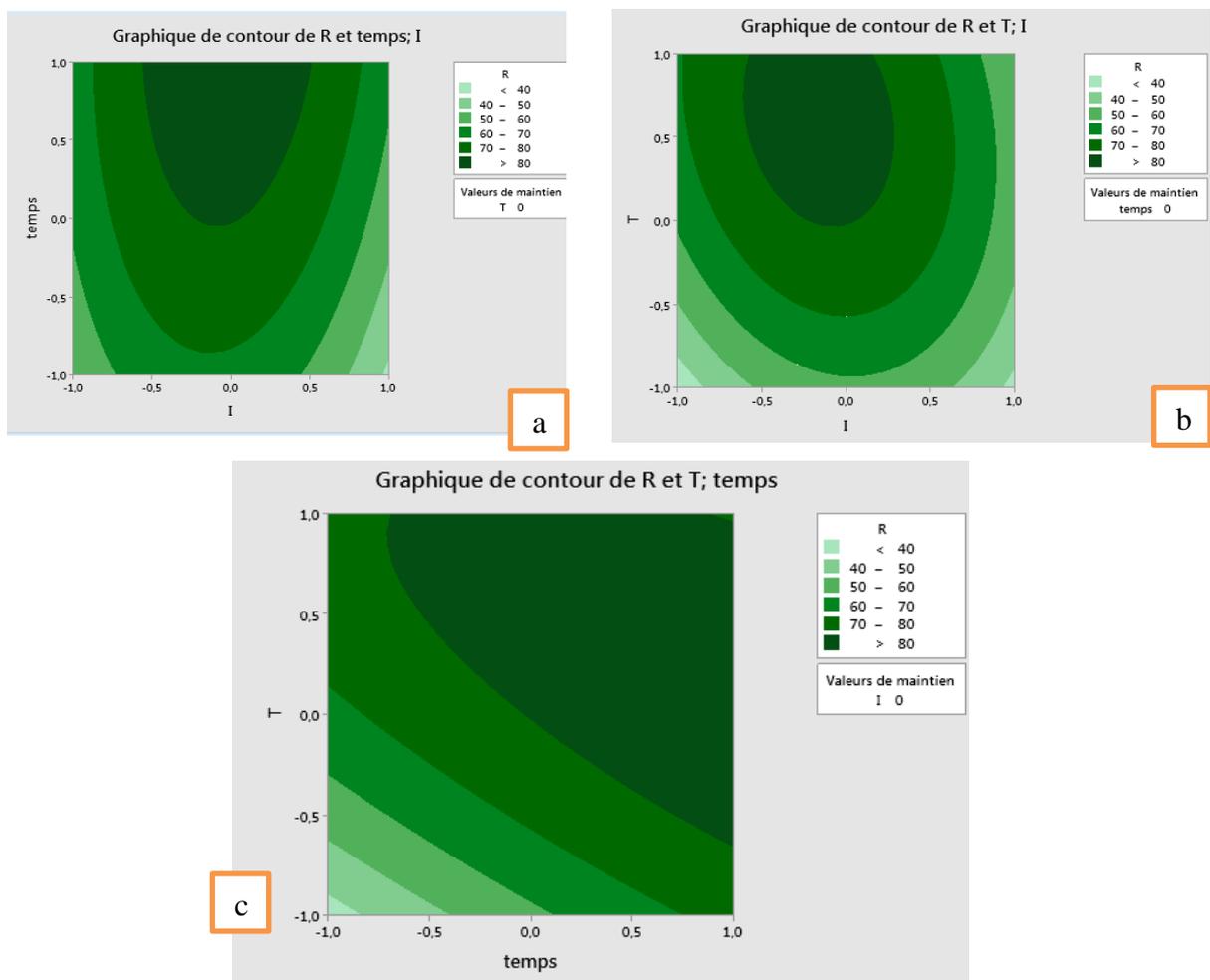


Figure IV-9 : Diagramme des effets principaux pour le taux de déposition

Sur le plan (t/T) , cette forme de contours revient à l'interaction de la température et le temps, la réponse R est très faible au point $(-1, -1)$ c'est-à-dire pour un temps et une température les plus

petits, puis elle augmente avec l'augmentation des deux facteurs, elle atteint une valeur de 70 à 80% pour une température allant d'environ 56 à 65, cela est marqué pour t=1,5 min.

Pour déterminer les paramètres correspondant à la quantité maximale de la matière Nickel déposée, on a utilisé le Minitab, voici le graphique dans cette figure.

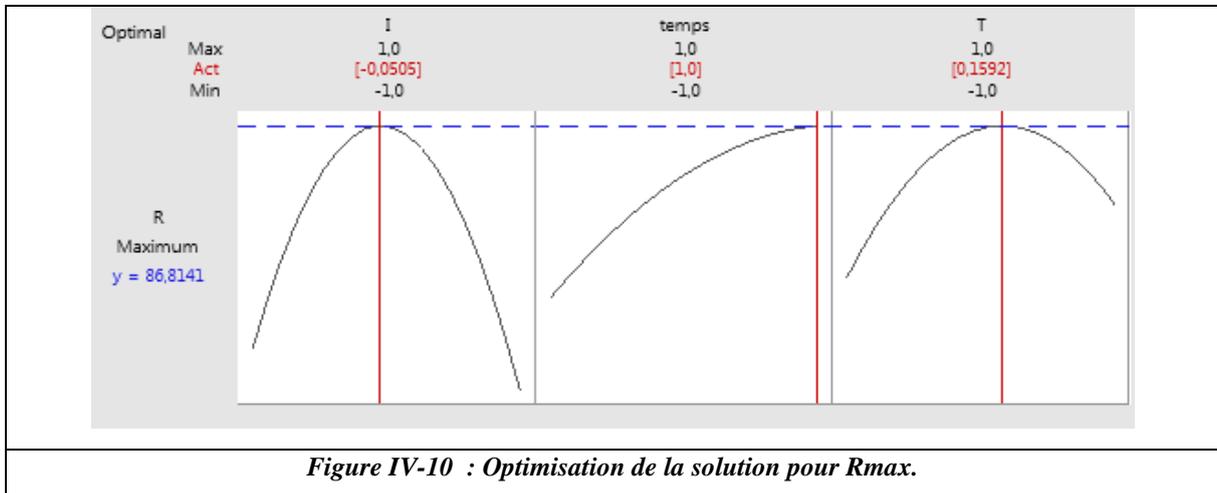


Figure IV-10 : Optimisation de la solution pour Rmax.

Par cette figure on peut déterminer qu'on estime un taux de 1,88 de la matière déposée au point de coordonnées codées :

I	t	T
-0,0505	1	0,1592

Par un calcul inverse, on peut déterminer les valeurs optimales réelles comme le suivant :

$ \text{valeur réelle} = X \times \Delta V + V_0 $	(IV- 6)
--	---------

Avec :

V_0 : Valeur réelle moyenne au centre [0].

ΔV : Le pas, où : $\Delta V = (V_0 - V_{\min}) = (V_{\max} - V_0)$.

V_{\max} : Valeur réelle maximale, au niveau [+1].

V_{\min} : Valeur réelle minimale, au niveau [-1].

X : Le point où s'effectue l'expérience.

On trouve finalement :

I	t	T
1,95 A/dm ²	2,5 min	57°C

Conclusion générale :

Ce travail a été divisé en deux parties : la première partie consiste à suivre la chaîne de production à l'unité BCR, dans un deuxième point procédé à l'élaboration et la caractérisation d'un dépôt électrochimique de Nickel sur l'acier ordinaire au niveau du laboratoire de Génie de l'environnement de notre université.

Nous avons premièrement assisté à l'électrodéposition du Nickel sur les échantillons sélectionnés, après les différentes opérations de préparation des échantillons (polissage, lavages), nous avons aussi défini les facteurs de l'expérience et leurs niveaux, cela a été fait après divers essais.

Notre but essentiel était d'optimiser les meilleures conditions et facteurs qui donnent la meilleure brillance, puis de faire une étude sur la quantité de la matière déposée.

Pour analyser nos échantillons, nous avons opté la méthode du plan de Behnken à trois facteurs (densité de courant, temps et température de maintien), les autres facteurs sont maintenus constants.

Malheureusement, malgré les meilleurs résultats obtenus pour la brillance, nous n'avons pas réussi à les quantifier.

Pour l'étude de la quantité de matière déposée, et pour les niveaux des facteurs utilisés, notre modèle a été validé, les paramètres qui influent grandement le taux de nickel en dépôt sont : le temps, la température et leur interaction dans un premier lieu, les autres paramètres ont une influence plus faible.

La quantité de la matière déposée est influencée positivement par le temps, pour T et I elle augmente à une certaine valeur maximale puis diminue.

Nous avons trouvé un taux maximal pour une densité de courant $1,95A/dm^2$, dans une température $57^{\circ}C$ pendant 2,5 min .

Reste à confirmer ce résultat, il est nécessaire de trouver un dispositif qui mesure la brillance pour quantifier ce paramètre décoratif, et faire d'autres mesures telles que la dureté, la corrosion...

References bibliographiques

- [1] Z. Gacem, L'influence du pH sur les propriétés des Revêtement Ni-Co synthétise par électrodéposition, université de Biskra: MÉMOIRE DE MASTER, 2019.
- [2] M.ZAROOUR, Élaboration et caractérisation des dépôts composites Cu/WC électro déposés, Univ-M.khider –Biskra: Mémoire master, 2016.
- [3] L. B. H. BOULABSEL, L'influence du pH sur la résistance à la corrosion des revêtements Zn –Ce, Universié de Djijel: Mémoire de Maaster, 2021.
- [4] L. ACHOURI, étude cinétique de l'électrodéposition d'un alliage Zn-Co en milieu acide, Université d'Annaba: Memoire de Magister, 2017.
- [5] H. KHERAZ, Contribution à l'étude électrochimique des dépôts du nickel sur le cuivre,, Université de Béjaia: Mémoire de Master, 2010.
- [6] BCR.
- [7] H. Aftis, M. Dekkar, Évaluation de la Performance d'un Système d'Information Comptable-SIC- Cas : Groupe BCR "Filiale SANIAK, Université de Bejaia: Mémoire de Master, 2015.
- [8] S.H. Della, O. Kaaloul, Caractérisation et valorisation des déchets industrielle de l'unité « BCR » Ain El Kebira, Université de Bejaia: Mémoire de master, 2015.
- [9] A. Bechikh, Traitement de surface et caractérisation de l'adhérence dans les assem,blages Métal/bio-composite, Université de Tunis : Thèse doctorat, 2020.
- [10] W. Harzallah, Préparation et caractérisation de dépôts composites electrodéposés en présence d'inhibiteurs organiques, université de Biskra: Mémoire de Magister, 2006.
- [11] L. Ghilani, Tenue à la corrosion d'un dépôt de chrome électrolytique sur un substrat en acier XC45, université de Batna: Memoire de Magistère, 2008.
- [12] Y. Abboud, Traitements et revêtements de surface des métaux, Université Hassan II Casablanca: Mémoire de Master.
- [13] O. Eschrougui, Électrodéposition de revêtement multicouche, université de Blida: Mémoire de master, 2015.
- [14] I. Djaghout, Étude de mécanisme d'action des brillanteurs sur le dépôt électrolytique De nickel, université de Guelma: Mémoire de Magister, 2010.
- [15] S. Mazit, F. Sadeli, Influence des paramètres de dépôt de cuivre par électrolyse, Université de Bejaia: Diplôme de Master, 2020.
- [16] J. Goupy, Les Plans d'expériences, Edition : Revue MODULAD, 12-14, 2006.
- [17] S. B. R. a. a. Ferreira, Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods,

Analytica Chimica Acta 597, 179-186, 2007.

- [18] Zhang, H., Li, Y., Wu, X., Zhang, Y., Zhang, D, Application of response surface methodology to the treatment landfill leachate in a three-dimensional electrochemical reactor. *Waste Management, Special Thematic Section, Sanitary Landfilling* 30, 2096-2102, 2010.
- [19] Manohar, M., Joseph, J., Selvaraj, T., Sivakumar, D, Application of Box Behnken design to optimize the parameters for turning Inconel 718 using coated carbide tools, 2013.
- [20] J. Goupy, Les Plans d'expériences, . Edition : Revue MODULAD, 12-14, 2006.
- [21] S. B. R. a. a. Ferreira, Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods, *Analytica Chimica Acta* 597, 179-186, 2007.

ملخص :

من عيوب الفولاذ العادي حساسيته لأنواع مختلفة من التآكل. تعتمد مكافحة هذا الأخير على تحقيق المعالجات السطحية. ومن بين هذه المعالجات الطلاء بالكهرباء الذي حظي باهتمام كبير في الصناعة بسبب خصائصه الجيدة. لقد درسنا الترسيب الكهربائي للنیکل على الفولاذ ، والعوامل التي تؤخذ في الاعتبار هي وقت الغمر ودرجة الحرارة وكثافة التيار. من خلال الخطة التجريبية ، حددنا المعلومات التي تعطي أفضل النتائج من حيث كمية الكتلة المودعة

Summary :

One of the disadvantages of ordinary steels is their sensitivity to different types of corrosion. The fight against the latter is based on the realization of surface treatments. Among these treatments is electroplating which has taken great interest in the industry because of its good characteristics. We have studied the electroplating of nickel on steel, the factors taken into account are the immersion time, the temperature and the current density. By the experimental plan, we determined the parameters which give the best results in terms of quantity of deposited mass.

Résumé :

Une des inconvénients des aciers ordinaires est leur sensibilité aux différents types de corrosions. La lutte contre cette dernière repose sur la réalisation des traitements de surfaces. Parmi ces traitements l'électrodéposition qui a pris un grand intérêt dans l'industrie à cause de ses bonnes caractéristiques. Nous avons étudié l'électrodéposition du nickel sur l'acier, les facteurs pris en compte sont le temps d'immersion , la température et la densité de courant. Par le plan d'expérience, on a déterminé les paramètres qui donnent les meilleurs résultats en termes de quantité de masse déposée.