

Ministère de l'Enseignement Supérieur et
de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



وزارة التعليم العالي
و البحث العلمي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

Projet de fin d'étude pour l'obtention du diplôme d'ingénieur
d'état en Métallurgie

THEME :

Conception et réalisation d'un électrolyseur pour déposition métallique

Exemples : Nickelage et Chromage

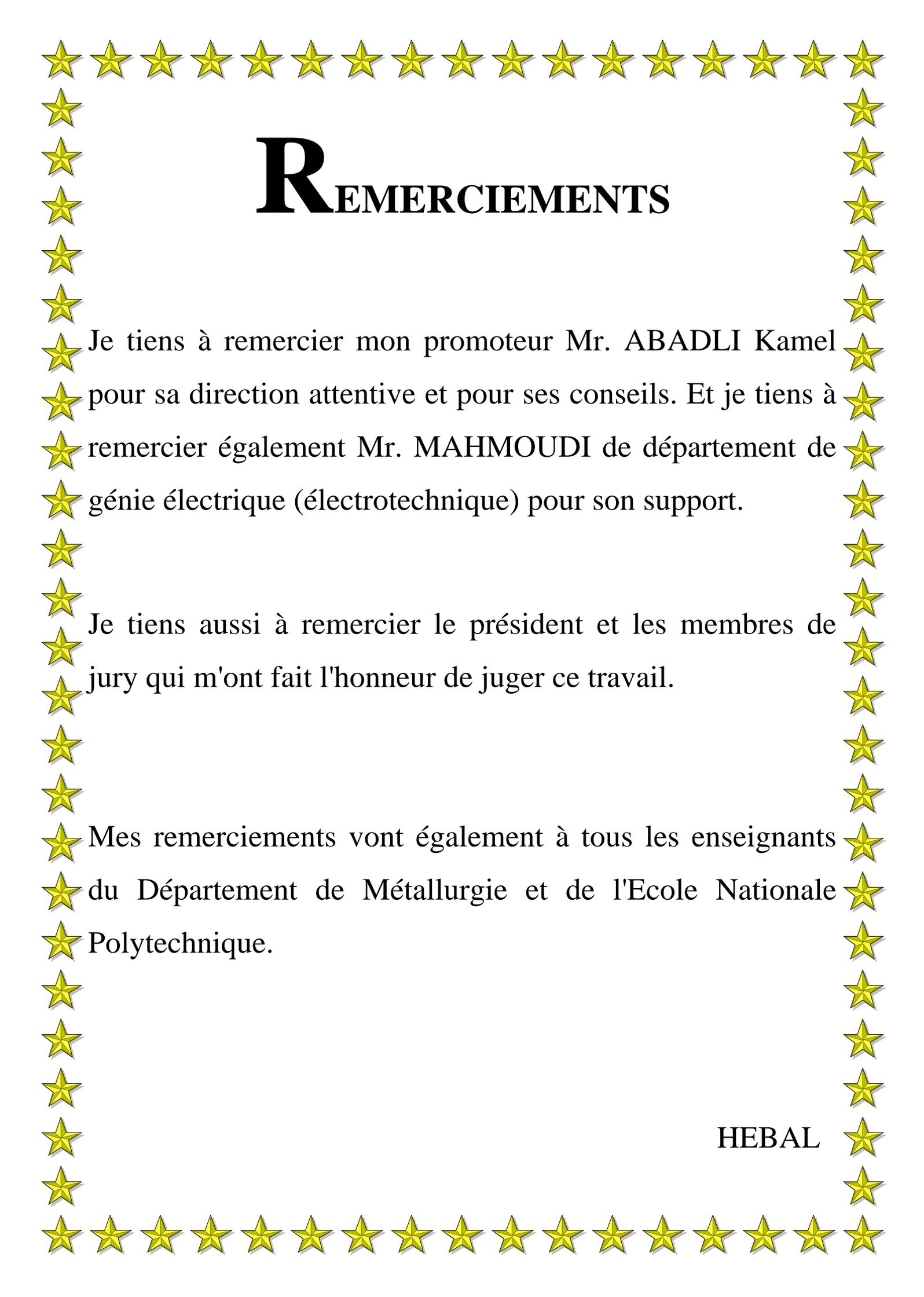
Réalisé par

M. HEBAL Zine el Abidine

Proposé et dirigé par

M. ABADLI Kamel

Promotion : Juin 2006



REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier mon promoteur Mr. ABADLI Kamel pour sa direction attentive et pour ses conseils. Et je tiens à remercier également Mr. MAHMOUDI de département de génie électrique (électrotechnique) pour son support.

Je tiens aussi à remercier le président et les membres de jury qui m'ont fait l'honneur de juger ce travail.

Mes remerciements vont également à tous les enseignants du Département de Métallurgie et de l'Ecole Nationale Polytechnique.

HEBAL

ملخص:

في هذا المشروع المسمى "دراسة و إنشاء جهاز لترسيب المعدني الكهروكيميائي، مثال : ترسيب النيكل و الكروم" ندرس ظاهرة الترسيب المعدني ذي الأصول الكهروكيميائية ككل، و القوانين التي تتحكم في تنقل الشوارد في المحلول الكيميائي قبل و أثناء مرور التيار الكهربائي فيه. بعد ذلك نتطرق بالتفصيل لتركيبة الجهاز و عمل كل عنصر فيه حيث أنه يتكون من محول للتيار الكهربائي من المتناوب إلى المستمر باستخدام أربعة صمامات ثنائية تشكل "جسر غريتز" و مكثفة و وشيعة، يخرج التيار من المحول مستمراً فنصل القطب الموجب بمهبط خلية التحليل الكهربائي و القطب السالب بمصعد الخلية حيث سيترسب المعدن، بعد إنجاز الجهاز نقوم بعدة تجارب للتحقق من فاعليته و ذلك بترسيب النيكل و الكروم على صفيحة من النحاس و ندرس النتائج.

Summary:

In this project named "Conception and realization of an apparatus for electroplating, examples: nickel and chromium electroplating" we study the electroplating phenomenon as a whole, and the laws of ions transport in the solution before and during the passage of the electric current. After that, we take in detailed study the composition of the apparatus and its principles of working, this apparatus contains a converter of the alternative current to a direct current (AC to DC current) composed by four diodes "graetz bridge", a capacitor and a self. The positive pole of the converter is related to the anode of the cell while the negative pole is related to the cathode of the cell. By the realization of the apparatus, we do some experiences to improve its efficiency. We have chosen for this purpose the electroplating of nickel and chromium on a copper support.

Résumé :

Dans ce projet intitulé "Conception et réalisation d'un électrolyseur pour la déposition métallique, exemples : nickelage et chromage", on étudie le phénomène de la déposition métallique par voie électrochimique, et les lois gérant le transport des ions dans une solution avant et au cours du passage d'un courant électrique. Après ça, on prend d'une façon détaillée la composition de cet appareil qui contient un redresseur de courant (de l'alternatif vers le continu) composé de quatre diodes "pont de graetz", une capacité et une inductance. Le pôle positif du redresseur est relié avec l'anode de la cellule et le pôle négatif est relié à la cathode. Après la réalisation de cet électrolyseur on effectue des tests pour assurer son efficacité, on a choisi pour ce but l'électrodéposition du nickel (le nickelage) et du chrome (le chromage) sur un support de cuivre.

Mots clés :

Electrochimie; électrolyse; redresseur; nickelage; chromage.

Sommaire

Introduction générale	1
I. bases d'électrochimie	3
I.1. Notions électrochimiques	3
I.1.1. Système électrochimique.....	3
I.1.2. Electrode.....	3
I.1.3. Type de fonctionnement d'une cellule électrochimique.....	3
I.2. Dissociation électrolytique.....	4
I.2.1. Classification des corps conducteurs de l'électricité.....	4
I.2.2. Ionisation, Théorie d'Arrhenius.....	4
I.2.3. Coefficient de dissociation.....	5
I.3. La loi de Faraday.....	6
I.4. Les réactions dans une cellule d'électrolyse.....	7
I.4.1. Etude des réactions secondaires.....	7
I.5. Migration des ions, Théorie de Hittorf.....	8
I.5.1. Répartition de la perte faradique.....	8
I.5.2. Théorie de Hittorf.....	8
I.5.3. Nombre de transport.....	9
I.5.4. Relation entre les nombres de transport et la vitesse des ions.....	9
I.5.5. Variation des nombres de transport.....	9
I.6. Conductibilité des électrolytes.....	9
I.6.1. Loi d'Ohm appliquée aux électrolytes.....	9
I.6.2. Mesure de la conductibilité des électrolytes.....	10
I.6.3. Variation de la conductibilité des électrolytes.....	11
I.6.4. Conductibilité des mélanges d'électrolytes.....	12
I.7. Force électromotrice.....	12
I.7.1. Thermodynamique des piles.....	12
I.7.2. Règle de Thomson.....	12
I.7.3. Formule de Helmholtz.....	13
I.8. Décomposition électrolytique et polarisation.....	13
I.8.1. Potentiel de décharge.....	13
I.8.2. Potentiel statique et potentiel dynamique.....	13
I.8.3. Polarisation, surpolarisation, et surtension électrolytique.....	13
II. Applications électrochimiques industrielles	14
II.1. Quelques principes généraux.....	14
II.1.1. Influence du choix des électrodes sur la consommation de l'énergie.....	14
II.1.2. Influence de la densité de courant et de la surtension sur les réactions secondaires.....	15
II.2. Rendements.....	15
II.3. Electrolyse par courant alternatif.....	16
II.4. Application métallurgique de l'électrolyse aqueuse.....	16
II.4.1. La galvanoplastie (ou le dépôt électrolytique).....	16
II.4.2. L'électroformage.....	25
II.4.3. L'anodisation.....	27
II.4.4. Affinage électrolytique des métaux.....	28
II.4.5. Extraction électrolytique des métaux.....	28
II.4.6. Le polissage électrolytique.....	28
II.4.7. La fabrication des poudres métalliques.....	29
Etude de conception et de réalisation	30
I. Etude de conception de l'appareil de galvanoplastie	31
I.1. La source électrique.....	31
I.1.1. Notions générales sur l'électricité.....	31
I.1.2. Les transformateurs.....	32
I.1.3. Le redresseur.....	36
I.1.4. Filtrage et lissage de courant.....	41
I.1.5. Régulation de courant et de tension.....	43
I.1.6. Le circuit électrique complet de notre projet.....	44

I.2. Le chauffage.....	45
I.3. L'agitation.....	45
I.4. La cuve.....	45
I.5. Les portes électrodes.....	46
I.6. Contrôle de l'intensité de courant.....	46
I.7. Contrôle de la tension.....	46
I.8. Contrôle de la température.....	46
I.9. Contrôle de l'agitation.....	46
I.10. Contrôle de pH.....	46
I.11. Types de montages et de disposition des électrodes.....	46
II. Réalisation de l'appareil de galvanoplastie.....	49
II.1. Montage du redresseur.....	49
II.1.1. Les composants de notre redresseur.....	49
II.1.2. Le montage.....	51
II.1.3. Précaution d'emploi.....	51
II.2. Les portes électrodes.....	51
II.3. La cuve.....	51
II.4. Le système de chauffage.....	51
II.5. Le système d'agitation.....	51
II.6. Le Montage complet.....	52
II.7. Contrôle de fonctionnement.....	53
II.7.1. Le nickelage.....	53
II.7.2. Le chromage.....	53
Etude de revêtement de nickel et de chrome.....	54
I. Etude expérimentale des revêtements de nickel et de chrome sur le cuivre.....	55
I.1. Les opérations de préparation de surface.....	55
I.1.1. Procédés mécaniques.....	55
I.1.2. Procédés chimiques.....	55
I.1.3. Procédés électrochimiques.....	56
I.1.4. Les opérations de préparation et de revêtements.....	59
I.2. Le montage expérimental.....	59
I.3. Préparation des électrodes.....	62
I.4. Préparation des bains.....	63
I.4.1. Préparation des bain de nickelage.....	63
I.4.2. Préparation du bain de chromage.....	64
I.5. La démarche des essais.....	64
I.6. Contrôle des revêtements par couloscopie.....	65
II. Etude de revêtements de nickel et de chrome.....	67
II.1. Etude de revêtements de nickel.....	67
II.2. Etude de revêtements de chrome.....	74
II.3. croissance de l'épaisseur des revêtements	78
Conclusion générale.....	81
Annexe.....	82
Bibliographie.....	84

Introduction générale

Les traitements de surfaces par revêtement métallique ont une importance considérable sur la qualité des composants et des structures métalliques. L'utilisation des revêtements répond à plusieurs objectifs dont :

- 1) Une protection contre la corrosion : dépôt de zinc, de cuivre, de nickel, de chrome, d'étain, de cadmium, d'argent, d'or.
- 2) Une amélioration de la conductivité électrique : dépôt de cuivre, d'argent, d'or.
- 3) Amélioration de la résistance à l'abrasion et à l'usure : chromage dur.
- 4) Amélioration de l'aspect et décoration : dépôt d'or, d'argent, de chrome, de nickel, de laiton, de bronze, de cuivre.

Parmi les procédés utilisés, nous citons les revêtements par voie électrochimique qui occupe une place de choix. Ce procédé offre un certain nombre d'avantages lorsqu'il est maîtrisé et l'ensemble des facteurs optimisés. En effet, la multiplication des facteurs qui ont des actions contradictoires (composition du bain, facteurs électriques, température, agitation...), nécessite une maîtrise sérieuse pour obtenir un dépôt uniforme, une épaisseur suffisante et un aspect de surface désiré.

Dans notre projet, nous avons fait une étude de conception et de réalisation d'un appareil d'électrodéposition. Nous avons étudié l'influence des différents paramètres sur la qualité des dépôts de nickel et de chrome sur un support de cuivre.

Les résultats de notre étude sont présentés dans ce mémoire qui est constitué des parties suivantes :

- Première partie : étude bibliographique.
- Deuxième partie : étude de conception et de réalisation de l'appareil de l'électrodéposition.
- Troisième partie : étude de l'influence de différents paramètres sur les revêtements de nickel et de chrome.

I

**ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE**

I. Bases de l'électrochimie

I.1. Notions électrochimiques :

I.1.1. Système électrochimique :

Un conducteur électrique est un corps au sein duquel des particules chargées sont susceptibles de se déplacer sous l'effet d'un champ électrique. Le conducteur est dit électronique lorsque les particules sont des électrons et ionique lorsque les particules sont des ions. Des ions et des électrons peuvent parfois se déplacer simultanément dans un même conducteur appelé dans ce cas conducteur mixte. Un système électrochimique est un système physique hétérogène formé de l'association de conducteurs électroniques et de conducteurs ioniques ou mixtes.

I.1.2. Electrode :

Le système électrochimique "simple" appelé électrode est souvent formé d'un conducteur électronique : métal ou composé métallique ou semi-conducteur, au contact d'un conducteur ionique ou électrolyte : sel dissous dans l'eau ... La surface de contact entre les deux conducteurs est appelée interface. Notre électrode considérée dans notre étude est constituée d'un métal au contact d'une solution aqueuse.

I.1.3. Types de fonctionnement d'une cellule électrochimique :

Une cellule électrochimique peut fonctionner en générateur électrochimique lorsqu'elle débite un courant dans un circuit résistif extérieur en transformant spontanément de l'énergie chimique en énergie électrique (Fig.I.1.A) ou en récepteur (électrolyseur ou générateur électrochimique en charge) lorsqu'elle est alimentée par un générateur externe qui lui fournit de l'énergie électrique permettant ainsi des transformations non spontanées d'espèces chimiques aux interfaces électrode / solution électrolytique (Fig.I.1.B) [1].

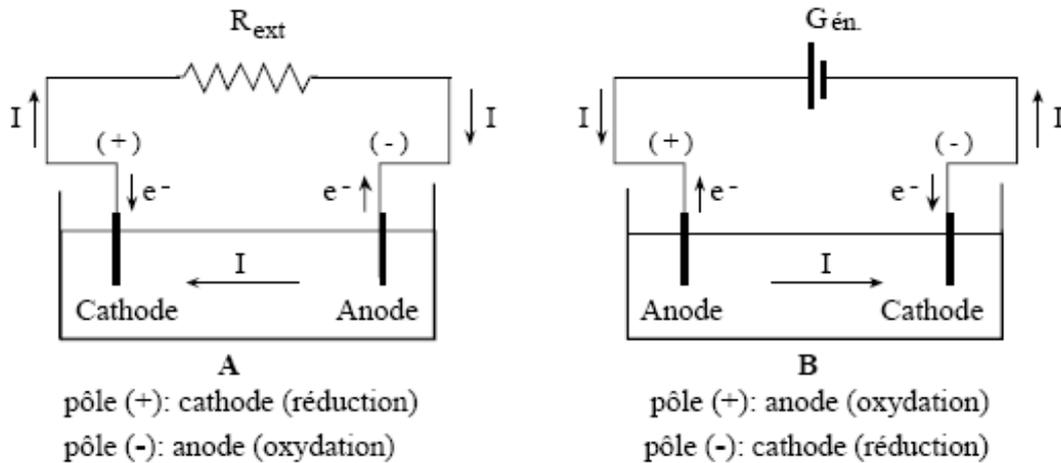


Fig.I.1. Représentation d'un système (cellule) électrochimique.

I.2. Dissociation électrolytique

I.2.1. Classification des corps conducteurs de l'électricité :

On peut distinguer deux types de conducteurs :

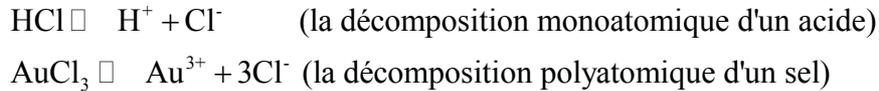
1. *les conducteurs inaltérables* : le courant n'y produit aucune modification d'ordre chimique.
2. *Les conducteurs altérables ou électrolyte* : le courant les décompose. On prend par exemple dans ce type les solutions des sels et les sels fondus.

Le fait fondamental de l'électrolyse (décomposition électrique d'un électrolyte) est que métaux sont libérés à l'électrode négative (la cathode), et les métalloïdes à l'électrode positive (l'anode). A défaut de métal (cas des acides), c'est l'hydrogène qui se dégage au pôle négatif.

I.2.2. Ionisation, Théorie d'Arrhenius :

Considérant un électrolyte constitué par une solution. Par définition cette solution est conductrice. Pour expliquer ce phénomène de conductivité, Arrhenius admit qu'antérieurement à toute action électrique extérieure, les ions portent des charges électriques positives ou négatives s'équilibrant de telle façon que la solution ne présente aucune électrisation apparente. Supposons qu'on plonge dans cette solution deux électrodes chargées, l'une positivement et l'autre négativement, les ions chargés positivement vont être attirés par l'électrode négative, et les ions chargés négativement par l'électrode positive. En arrivant au contact des électrodes, ces ions perdront leur charge par combinaison électronique. L'équilibre attractif sera rompu et les ions déchargés seront mis en liberté (dépôt, dégagement, précipitation). Mais au même temps qu'ils perdront leur charge, ces ions neutraliseront celles des électrodes pour maintenir constante la

différence de potentiel qui existe entre celle-ci, pour assurer la continuité de la réaction électrochimique il faudra alimenter les électrodes en électricité à l'aide d'une source électrique de courant continu. On voit de ce qui précède que la conductibilité des électrolytes résulte d'un phénomène de convection. *Les ions sont les véhicules matériels de l'électricité.* Comme exemples illustratifs de la décomposition ionique des électrolytes on peut citer :



I.2.3. Coefficient de dissociation :

Si on dissout N molécules d'un corps capable de s'ioniser dans une certaine quantité de liquide, on remarque que ces N molécules ne sont pas toujours totalement dissociables. Soit le nombre dissocié αN , avec $\alpha \leq 1$ (le nombre dissocié est toujours inférieur ou égale au nombre total), cet α s'appelle *le coefficient de dissociation* de cette solution. Si chaque molécule peut libérer q ions, alors le nombre des ions dans cette solution dû à la dissociation est : $\alpha q N$;

I.1.3.1 Effet de la concentration de la solution sur la dissociation :

Soit la réaction suivante : $AB \square A^+ + B^- + AB_{res}$;

Dans cette réaction on a la dissociation de AB en cations et anions et un peu de AB. On suppose que $q=2$, calculons le coefficient d'équilibre K

$$C_n = C_m - C_m \alpha = C_m (1 - \alpha),$$

$$C_a = C_c = \frac{1}{2} C_m \alpha q,$$

$$q = 2 \Rightarrow C_a = C_m \alpha$$

Tels que : C_n : la concentration des molécules neutres. C_a : la concentration des anions. C_c : la concentration des cations. C_m : la concentration de AB avant la dissociation. q et α sont comme définies précédemment.

Donc on a :

$$K = \frac{C_a C_c}{C_n} = \frac{C_m \alpha^2}{1 - \alpha}$$

I.2.3.2 Effet de la température sur la dissociation :

Pour ce type de variation on distingue deux cas :

1. Si la dissociation est exothermique, toute élévation de température détermine une diminution de α .

2. Si la dissociation est endothermique, toute élévation de température détermine une augmentation de α .

Si la dissociation est isochoire (dans des condition de volume constant) la formule de Van't Hoff s'écrit comme suit :

$$\frac{d \log K}{dT} = \frac{-Q}{RT^2}$$

Où : K est la constante d'équilibre (en relation avec α)

T est la température absolue (en °K)

Q est la chaleur correspondante à l'élévation de la température.

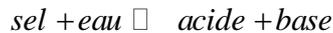
R est la constante des gaz parfaits ($R=8.31 \text{ J/°K mol} = 1.987 \text{ cal/°K mol}$).

Par intégration entre deux températures on tire :

$$\log \frac{K_2}{K_1} = \frac{Q}{R} \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right)$$

I.2.3.3 Effet de l'acidité ou l'alcalinité (basicité) des solutions sur la dissociation :

L'augmentation de l'acidité ou de la basicité augmente considérablement le coefficient de dissociation et ça est prouvé expérimentalement. Et on sait aussi que les solutions aqueuses de certains sels neutres présentent des propriétés acides ou basiques suivant l'équilibre :



Le comportement de cette solution suit l'espèce le plus dissociable soit l'acide ou la base.

I.3. La loi de Faraday :

La loi de Faraday relie la quantité de métal déposé avec la quantité d'électricité qui passe dans la solution, sa forme générale est :

$$m = \frac{1}{F} \times \frac{M}{n} \times q$$

Où :

F : le nombre de Faraday, $F=96500$ coulombs

m : la masse déposée (gr)

M : la masse molaire du métal (gr)

n : le nombre des électrons mis en jeu par chaque ion (la valence)

q : la quantité de l'électricité passée dans la solution (coulomb)

Le Faraday F est la quantité d'électricité contenue dans une mole d'électrons.

I.4. Les réactions dans une cellule d'électrolyse :

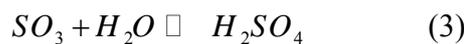
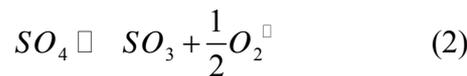
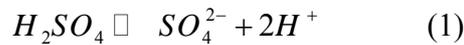
Dans une cellule on rencontre deux types de réactions, les réactions primaires qui sont les réactions liées directement au passage du courant et elles ont lieu uniquement à la surface de contact métal-solution, et les réactions secondaires qui sont provoquées indirectement par le passage de courant, en fait elles ont lieu même en l'absence de courant, quand les produits des réactions primaires sont présents.

I.4.3. Etude des réactions secondaires :

On limite notre étude ici aux réactions typiques suivantes :

1. Electrolyse d'un acide :

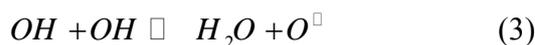
Prenons l'électrolyse de l'acide sulfurique comme exemple, par l'utilisation des électrodes insolubles on a ce processus :



Premièrement l'acide se décompose en ses ions, les ions sulfates se dirigent vers l'anode et les ions hydrogène vers la cathode, l'hydrogène s'échappe sous forme de gaz, et comme les ions sulfates ne peuvent être existés tous seuls, ils se dissocient en entraînant le dégagement de l'oxygène, le SO_3 réagit de nouveau avec l'eau d'où la régénération de l'acide sulfurique et sa concentration augmente.

2. Electrolyse d'une base :

Prenons comme exemple l'électrolyse d'une solution aqueuse de soude caustique avec des électrodes inattaquables. On remarque le même processus qu'avant avec les réactions suivantes :



3. Electrolyse d'un sel :

Si par exemple on fait l'électrolyse avec des électrodes inattaquables d'une solution aqueuse de sulfate de potassium (neutre), il se dégage deux volumes d'hydrogène à la cathode pour un volume d'oxygène à l'anode ; la région cathodique s'alcalinise (devient basique) et la région anodique s'acidifie. Ces faits s'expliqueraient de la même manière que les précédents.

4. Emploi d'une anode soluble :

Electrolysons par exemple une solution de sulfate cuivrique avec une anode en cuivre. Le métal du sulfate se dépose sur la cathode. A l'anode SO_4 se combine au cuivre constituant l'électrode



Et le sulfate cuivrique ainsi régénéré se dissout dans le bain. On voit en fin que la cathode se recouvre d'une couche de cuivre, que l'anode est rongée d'une quantité égale à celle qui est déposée et que la masse de sel en solution reste constante. Le seul effet du courant est donc, pratiquement, de transporter le cuivre de l'anode sur la cathode.

Autres réactions secondaires :

En plus des cas déjà mentionnés, il peut se produire à l'anode des oxydations et à la cathode des réductions ou d'autres réactions complexes, mais ces cas (déjà mentionnés) restent les cas typique les plus importants.

I.5. Migration des ions. –Théorie de Hittorf :

I.5.1. Répartition de la perte faradique :

Lorsque les réactions secondaires ne régènèrent pas le corps électrolysé, l'électrolyte s'appauvrit et la perte de substance dissoute résultant alors de l'électrolyse porte le nom de *Perte faradique*.

L'expérience montre que la concentration de la région centrale de l'électrolyte ne change pas (du moins pendant un certain temps) et que la perte faradique se localise dans le voisinage des électrodes. De plus, dans la majorité des cas, cette perte se partage inégalement entre les deux régions anodique et cathodique. L'importance de ces faits est capitale pour de nombreuses applications industrielles.

I.5.2. Théorie de Hittorf :

Lorsque les ions se déplacent sous l'action du champ électrique produit par des électrodes, il peut arriver suivant les cas que les vitesses de l'anion et du cation soient égales ou que ces vitesses soient différentes. Ce fait va agir sur les pertes faradiques cathodiques et anodiques de la manière suivante :

Soient : f la perte faradique totale, f_a la perte anodique, f_c la perte cathodique, V_a la vitesse des anions et V_c la vitesse des cations, alors on a

$$\frac{f_a}{f_c} = \frac{V_c}{V_a} \quad \text{et} \quad f_a + f_c = f$$

D'où :

$$\begin{cases} f_a = \frac{fV_c}{V_c + V_a} \\ f_c = \frac{fV_a}{V_c + V_a} \end{cases}$$

I.5.3. Nombre de transport :

On appelle *nombre de transport* de l'ion considéré le rapport $\frac{p}{p'}$, tels que p représente la quantité de l'ion qui passe de la zone cathodique vers la zone anodique ou inversement, et p' la quantité de cet ion qui, dans le même temps, est déposée sur l'électrode. Il est à noter que la somme des nombres de transport de l'anion et du cation d'un même électrolyte est égale à l'unité.

I.5.4. Relation entre les nombres de transport et la vitesse des ions :

Soient n_a le nombre de transport de l'anion, et n_c celui du cation, alors :

$$\begin{cases} n_a = \frac{V_a}{V_a + V_c} \\ n_c = \frac{V_c}{V_a + V_c} \end{cases}$$

On peut, donc, démontrer facilement que :

$$\begin{cases} f_a = fn_c \\ f_c = fn_a \end{cases}$$

I.5.5. Variation des nombres de transport :

I.5.5.1. En fonction de la concentration :

Il n'y a pas de règle générale qui contrôle la variation du nombre de transport dans une solution sauf qu'on sait que pour les solutions concentrées, il y'a beaucoup de frottement qui fait diminuer ce nombre.

I.5.5.2 En fonction de la température :

Le seul fait général actuellement connu est lorsque l'ion considéré est formé d'un seul atome et que celui-ci est monovalent, l'élévation de la température fait tendre son nombre de transport vers la valeur $\frac{1}{2}$.

I.6. Conductibilité des électrolytes :

I.6.1. Loi d'Ohm appliquée aux électrolytes :

Pour un conducteur électrique inaltérable (un métal par exemple) traversé par un courant électrique d'intensité I, la résistance de ce conducteur est R et la différence de potentiel entre ses bornes est U, la loi générale d'Ohm montre que $U = RI$.

Mais l'expérience montre que cette loi n'est pas applicable pour un conducteur altérable (électrolyte par exemple) qui est notre cas, pour ces conducteurs la formule s'écrit de la manière suivante :

$$U = RI + e$$

e étant une grandeur positive appelée *force contre-électromotrice*. Cette force est due au travail chimique qui s'accomplit dans la cellule. En multipliant par It les deux membres de la dernière équation, il vient :

$$\underbrace{UIt}_{\substack{\text{Energie} \\ \text{totale} \\ \text{fournie}}} = \underbrace{RI^2t}_{\substack{\text{Energie} \\ \text{calorifique} \\ \text{dégagée}}} + \underbrace{eIt}_{\substack{\text{Travail} \\ \text{chimique}}}$$

De même, l'expérience montre que la force contre-électromotrice apparaît aux surfaces de contact électrodes-électrolytes et non au sein de celui-ci.

I.6.2. Mesure de la conductibilité des électrolytes :

On ne peut pas mesurer la conductibilité d'un électrolyte par les méthodes ordinaires à cause de la présence de la force contre-électromotrice, donc il faut annuler cette force avant de procéder à mesurer la conductibilité ; pour ce fait on a deux méthodes pratiques :

I.6.2.1. Méthode de Kohlrausch :

Son principe consiste à remplacer le courant continu par un courant alternatif, ce qui annule le travail chimique grâce aux inversions de courant qui ne laissent pas l'électrolyte se décomposer en totalité (le dépôt créé par l'impulsion positive va se détruire par l'impulsion négative, et ainsi de suite). Le dispositif de Kohlrausch est le pont de Wheatstone représenté sur la figure ci-dessous :

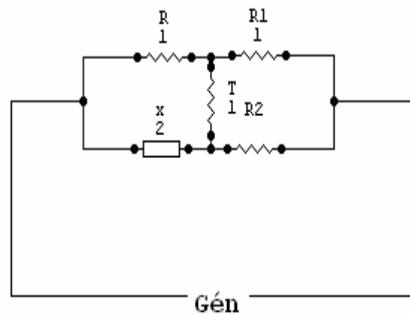


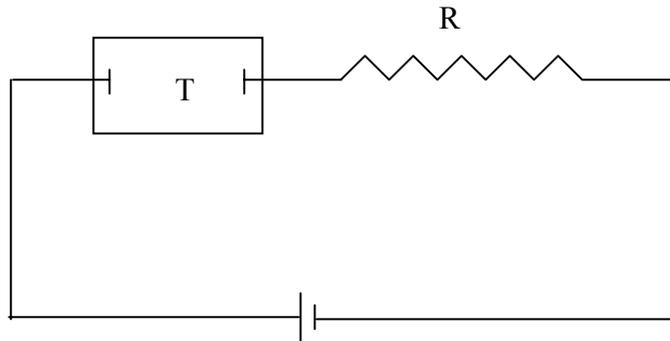
Fig.I.2. Schéma représentant le pont utilisé par la méthode de Kohlrausch

Gén représente le générateur du courant, x est la résistance de l'électrolyte recherchée, R , R_1 et R_2 sont des résistances connues dont une est variable. On varie cette dernière de sorte que le branchement T ne soit traversé par aucun courant, à ce moment on a :

$$\frac{x}{R} = \frac{R_2}{R_1}$$

I.6.2.2. Méthode de Fuchs et Lippmann :

L'idée ici est de minimiser la quantité d'électricité traversant l'électrolyte, et augmenter la surface des électrodes, donc rendre négligeable leur polarisation. Pour cela on branche en série avec la cellule une résistance considérable et on minimise le temps de mesure pour qu'il soit le plus court possible, le montage employé est comme suit :



FigI.3. Le montage utilisé par la méthode de Fuchs et Lippmann.

T représente la cellule, et R la résistance reliée avec elle, le circuit est en série donc le courant est constant et on a : $I = \frac{E_1}{x} = \frac{E_2}{R}$, où E_1 et E_2 sont respectivement les différences de potentiel aux bornes de T et R, on déduit :

$$x = \frac{RE_1}{E_2}$$

La méthode de Fuchs et Lippmann donne des résultats très précis.

I.6.3. Variation de la conductibilité des électrolytes :

I.6.3.1 Influence de la concentration :

La conductivité augmente en général avec la concentration puis elle diminue comme le représente la courbe suivante :

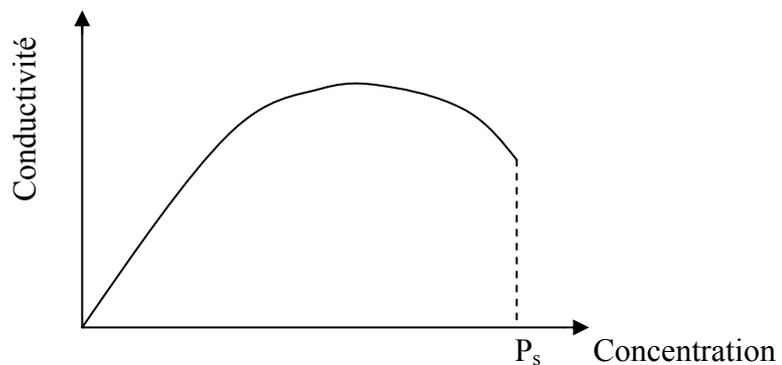


Fig.I.4. la variation de la conductivité en fonction de la concentration.

P_s est le point de saturation de la solution

I.6.3.2. Influence de la température :

Sauf pour très rares exceptions, la conductivité d'un électrolyte augmente avec la température, et on a la formule expérimentale de la conductivité :

$$C_T = C_0(1 + aT + bT^2)$$

Où

C_T est la conductivité à la température T , C_0 est la conductivité à 0°C , a et b sont des coefficients propres à l'électrolyte, T est la température en $^\circ\text{C}$.

I.6.4. Conductibilité des mélanges d'électrolytes :

La conductivité d'un mélange d'électrolytes s'écarte en général assez peu de la moyenne arithmétique des conductivités des électrolytes mélangés en prenant en compte les proportions volumiques dans le mélange. Cette règle présente un défaut lorsqu'on mélange des acides et des bases ou des solutions ayant un ion commun et qui n'ont pas la même concentration dans la solution.

Remarque : On peut en général augmenter la conductivité en ajoutant un acide à cause de la grande mobilité des ions H^{PP+} , l'ajout d'une base augmente la conductivité mais moins que les acides.

I.7. Force électromotrice :**I.7.1. Thermodynamique des piles :**

Les piles sont des appareils dans lesquels de l'énergie chimique se transforme en énergie électrique. La force électromotrice d'une pile doit donc être fonction de l'énergie fournie par les réactions qui s'y accomplissent et c'est cette relation qu'exprime la règle de Thomson. Enfin, la formule de Helmholtz apporte à celle-ci une correction nécessitée par l'existence de phénomènes calorifiques secondaires.

I.7.2. Règle de Thomson :

En partant du principe qui dit que l'énergie électrique est égale à l'énergie chimique dont elle provient, on aura :

$$xF = q,$$

D'où

$$x = \frac{q}{F} = \frac{1}{F} \times q$$

Avec x est la force électromotrice de la pile, F est la constante de Faraday, q est la chaleur associée à une quantité F d'électricité.

I.7.3. Formule de Helmholtz :

En supposant que le fonctionnement de la pile se fait dans des conditions isothermes, et avec la loi de Helmholtz déjà mentionnée représentée sous la formule :

$$\text{Energie compensée} = T \times \frac{d(-\Delta F)}{dT},$$

Avec $-\Delta F$ est la diminution de l'énergie libre du système, et on a dans notre cas $xF = -\Delta F$ (le premier F est le faraday), en remplaçant dans la loi de Helmholtz et on tire :

$$x = \frac{q}{F} + T \frac{dx}{dT}$$

Remarquons que pour $\frac{dx}{dT} = 0$, la relation de Helmholtz se réduit à celle de Thomson. Le facteur

$\frac{dx}{dT}$ est appelé *coefficient de température de la force électromotrice*.

I.8. Décomposition électrolytique et polarisation :**I.8.1. Potentiel de décharge :**

On appelle *potentiel de décharge* d'un ion la force électromotrice qu'il faut faire agir entre l'électrode et l'électrolyte pour continuer à déposer cet ion alors que sa libération soit de quantité sensible.

Pour un électrolyseur, la tension minimum qu'il faut appliquer aux bornes de la cellule est égale à la somme des potentiels de décharge de l'anion et du cation.

Si on plonge une électrode dans un électrolyte il se crée immédiatement une tension (différence de potentiel entre les deux), le potentiel de décharge est l'inverse de celle-ci.

$$V = -E$$

I.8.2. Potentiel statique et potentiel dynamique :

Le potentiel statique est le potentiel existant entre l'électrode et l'électrolyte dans le cas où il n'y a pas de passage de courant, or que le potentiel dynamique est le potentiel entre l'électrode et l'électrolyte avec le passage de courant dans la cellule, ce dernier est presque égale au potentiel de décharge.

I.8.3. Polarisation, Surpolarisation et Surtension électrolytique :

La surpolarisation est la différence entre le potentiel dynamique et le potentiel statique :

$$\text{Surpolarisation} = \text{Potentiel dynamique} - \text{potentiel statique} \quad (\text{Anode})$$

$$\text{Surpolarisation} = \text{Potentiel statique} - \text{potentiel dynamique} \quad (\text{Cathode})$$

Lorsque le produit de la réaction est un gaz dégagé à l'électrode, la surpolarisation prend le nom de surtension électrolytique

La polarisation est l'apparition de la force contre-électromotrice due aux modifications produites par l'électrolyse [2].

II. Applications électrochimiques industrielles

L'utilisation industrielle des procédés électrométallurgiques remonte pratiquement à 1871, avec la construction, pour la première fois, d'une installation de raffinage de cuivre, après un temps relativement court, le procédé a été développé pour l'extraction d'autres métaux comme l'antimoine, l'argent, l'or, le zinc...etc. L'électrométallurgie en solution aqueuse s'est développée suivant quatre voies particulières qui n'ont pas toutes la même importance économique. La plus importante est le raffinage électrolytique. Un métal contenant un certain pourcentage d'impureté est purifié par dissolution anodique et électrodéposition cathodique; ces méthodes de raffinage sont aussi appelées *procédés électrométallurgiques à anode soluble*. Les procédés à anode insoluble sont utilisés pour l'extraction des métaux des minerais par une voie similaire.

Un autre type a simplement pour but la production d'une couche mince d'un métal pour recouvrir un autre matériau, afin d'en améliorer les propriétés de surface de point de vue technique ou esthétique : accroissement de sa dureté, protection contre la corrosion, etc. Ces processus sont généralement appelés *galvanotechnique* et on range sous ce nom aussi tous ceux qui conduisent à la production direct d'objets, tels que celles des tubes sans soudure, par électrolyse, appelée *électrofaçonnage*. Le quatrième type de procédés diffère notablement des trois autres en ce sens qu'il a pour but la production de métaux pulvérulents, de granulation bien définie et aussi régulière que possible en vue d'usages spéciaux [3].

II.1. Quelques principes généraux :

II.1.1. Influence du choix des électrodes sur les consommations d'énergie :

Prenons un exemple simple, celui de l'électrolyse de l'eau, la tension de décomposition de l'eau est égale à 1,1V, mais cette tension change à cause des surtensions. La tension de décomposition a donc pour expression :

$$e = 1,1V + S_a + S_c$$

S_a et S_c représentent les surtensions anodique et cathodique qui sont propres aux électrodes utilisées d'où les différentes valeurs de e , en revenant à la formule de l'énergie dépensée :

$$E_{dépensée} = UIt = RI^2t + eIt$$

On peut remarquer facilement l'influence du choix des électrodes. Un autre exemple qui présente le cas du cuivrage, si on utilise une anode inattaquable (graphite par exemple) on a $e \neq 0$,

mais si l'anode est soluble (cuivre), le travail électrochimique est nul, c'est-à-dire $e = 0$ d'où une économie d'énergie.

II.1.2. Influence de la densité de courant et de la surtension sur les réactions secondaires :

II.1.2.1. Densité de courant :

En général, lorsque la densité du courant est forte, celle-ci va favoriser l'accomplissement des réactions secondaires qui exigent pour se produire la décharge simultanée de plusieurs ions en un même point de l'électrode. Mais si cette densité est excessive, il peut arriver que la vitesse de dépôt des ions qui doivent prendre part, après décharge, à une réaction secondaire soit supérieure à la vitesse de celle-ci et que, par suite, une partie des ions déchargés se décompose (s'ils sont instables) ou qu'une partie des gaz libérés se dégage, sans avoir pu intervenir dans la transformation chimique désirée.

II.1.2.2. Surtension :

La surtension permet de dépenser, au contact électrode-solution, une énergie supplémentaire qui peut s'employer non seulement à la libération du gaz mais aussi à l'accomplissement de certaines réactions secondaires (l'augmentation de la surtension augmente l'activité chimique du gaz libéré).

II.2. Rendements :

On peut considérer trois types de rendement à l'échelle industrielle :

- Le rendement chimique en quantité d'électricité ou rendement de courant : C'est le rapport désigné par η tel que $\eta = \frac{q}{q'}$, où q représente la quantité d'électricité calculée théoriquement pour obtenir une masse m du métal déposé, et q' est la quantité d'électricité dépensée réellement.
- Le rendement chimique en quantité d'énergie : $\eta' = \frac{E_{théorique}}{E_{réelle}}$
- Le rendement de l'énergie : $\eta_E = \frac{m_{réelle}}{m_{théorique}}$

$m_{réelle}$ est la masse déposée réellement sur la cathode; $m_{théorique}$ est la masse calculée théoriquement à partir de la loi de Faraday

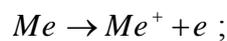
II.3. Electrolyse par courant alternatif :

Certains métaux ne peuvent pas être mis en solution que par un courant alternatif comme le cas du platine [1].

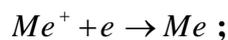
II.4. Applications métallurgique de l'électrolyse aqueuse :

II.4.1. La galvanoplastie (ou Le dépôt électrolytique) :

C'est l'opération qui consiste à déposer électrolytiquement, sur un objet métallique, une couche adhérente d'un autre métal (nickelage, chromage, cuivrage, argenture, dorure, ...) [4], pour effectuer une telle opération, on électrolyse un sel du métal à déposer en utilisant, si possible, une anode soluble. La cathode est constituée par l'objet à recouvrir. Le mécanisme de base de cette électrodéposition est similaire à celui de la corrosion électrochimique; la différence entre les deux est dans le sens de la réaction. La corrosion consiste à dissoudre le métal suivant la réaction :



Ou Me est un atome métallique, e est le symbole de l'électron. Or que l'électrodéposition consiste à déposer un ion métallique suivant la réaction :



Dans le domaine de l'électrodéposition, quand on parle de la densité de courant on veut dire la densité de courant cathodique, car la déposition se fait à la cathode. En général, les grains du dépôt sont des grains allongés en parallèle avec le flux de courant (perpendiculaire à la surface de la pièce). La formation de ces grains est par le procédé de germination-croissance ordinaire [4].

L'électrodéposition du métal peut s'effectuer selon quatre type principaux de structures :

1. Cristaux simples ou agrégats cristallins, isolés, bien développés et souvent orientés suivant les lignes de courant.
2. Dépôts orientés à partir de la base, faisant suite aux cristaux de support cathodique, ayant habituellement une structure compacte à gros grains.
3. Dépôts orientés par le champ électrique sous forme de faisceaux compacts de fibres fines parallèles aux lignes de courants, les surfaces des cristallites étant difficiles à distinguer.
4. Dépôts non orientés à structure inorganisée, finement granulés sans individualisation perceptible de cristallites.

Le tableau II.1 montre les effets des conditions d'électrolyse sur la structure du dépôt cathodique

Conditions d'électrolyse	Type de structure			
	1	2	3	4
Accroissement de densité de courant	—————→			
Augmentation de concentration	←————			
Accroissement de l'agitation	←————			
Élévation de la température	←————			
Augmentation de la polarisation	—————→			
Addition de colloïdes	—————→			
Addition d'électrolytes indifférents	—————→			

Tab.II.1. la variation de la structure en fonction des paramètres de l'électrolyse [3]

II.4.1.1 Le procédé industriel :

On résume ce procédé comme suit :

1. *Ordre des opérations et préparation des pièces* : En principe les opérations successives sont : polissage des objets, dégraissage, décapage, électrolyse, avivage des dépôts (ou parfois brunissage). Mais le travail peut comporter des variantes. **Le dégraissage** est le nettoyage de la surface qui va recevoir le métal, on utilise souvent de solvants organiques pour ce but, le corps employé pour le dégraissage est assez souvent le trichloréthylène, on peut dégraisser dans un bain d'électrolyse en mettant la pièce comme anode [4]. **Le décapage** en question ne doit pas être confondu avec un « décalaminage ». Son rôle est double, d'une part il enlève les traces d'oxyde qui ont pu se former sur le métal après polissage. D'autre part, il corrode la surface de l'objet, de manière à y créer des creux et des saillies minuscules qui favoriseront l'adhérence du dépôt électrolytique. Parfois le décapage s'effectue par électrolyse, donc dans ce cas la pièce fonctionne comme anode dans un bain approprié. **L'avivage** ou le **brunissage** est un traitement final pour donner un caractère brillant au produit par polissage ou autre manière.
2. *Matériel d'électrolyse* : Il comprend des sources de courant à basse tension, des redresseurs, des amenées de courant, des appareils de mesure et de réglage, des cuves, des dispositifs de chauffage, d'agitation et de filtrage des bains. Parmi les appareils de mesure, il convient de citer ici les cathomètres ou sondeurs, qui sont des instruments donnant directement la densité cathodique du courant. D'autre part, l'usine doit posséder le matériel de laboratoire nécessaire à la bonne préparation des solutions, et à leur analyse [4]. Il est à noter que le contrôle de pH rend de précieux services.

3. *Superposition de dépôts* : Prenons un exemple, le chromage direct de l'acier n'empêche aucunement celui-ci de rouiller. Par contre, le cuivre en raison de sa non-porosité est capable d'assurer la protection désirable. Il est donc indiqué de cuivrer d'abord la pièce d'acier, puis de la chromer pour lui donner l'aspect recherché. Mais ultérieurement, l'usure de la couche de chrome fera reparaître, par endroits, la couleur rougeâtre du cuivre. D'où l'idée de déposer entre le cuivre et le chrome une couche de nickel. Mais on ne peut pas effectuer directement le cuivrage dans un bain de sulfate, donc il est plus avantageux de nickeler d'abord la pièce d'acier ; en résumant ce procédé par la chaîne suivante : nickelage, cuivrage, nickelage, chromage [1] [4].
4. *pouvoir de pénétration* : On appelle pouvoir de pénétration d'un bain (fonctionnant dans des conditions déterminées) l'aptitude de ce bain à déposer électrolytiquement dans les régions de la cathode éloignées de l'anode que dans les régions qui sont rapprochées. Il est à citer que ce pouvoir augmente avec la conductivité de la solution, il augmente avec la polarisation cathodique, il est beaucoup plus grand pour les bains cyanurés que pour les bains de sel normaux.
5. *Facteurs influençant sur la qualité des dépôts* : On cite ici les facteurs très importants seulement
 - a) Nature du métal support : Il peut arriver que le métal d'apport en solution soit déplacé chimiquement par le métal support (objet cathodique) et forme alors sur ce dernier un premier dépôt mal adhérent qui empêche la fixation du dépôt électrolytique. C'est par exemple ce qui a lieu lorsqu'on tente de cuivrer du fer en bain de sulfate de cuivre. Pour éviter ce problème on a plusieurs solutions dont l'utilisation d'une haute densité de courant au début de l'électrolyse pour empêcher le déplacement chimique mais une telle intensité peut produire un dépôt spongieux (brûlé). Une autre solution est d'opérer avec un bain dans lequel on aura fait fortement rétrograder la dissociation des particules (molécules neutres, etc.) qui engendrent les ions de métal d'apport. On peut aussi déposer sur la pièce un troisième métal convenablement choisi comme l'exemple de cuivrage de fer dans un bain de sulfate.
 - b) Etat de la surface à revêtir : Cette surface doit être dégraissée et décapée.
 - c) Constitution des bains : Pour les bains de sels normaux, la polarisation cathodique est généralement faible (0,05V par exemple), même pour d'assez grandes densités de courant, ces bains n'ont qu'un faible pouvoir de pénétration et ils donnent des dépôts de structure plus ou moins grossière sauf pour le nickel, le cobalt et le fer. Il convient que la concentration des sel normaux (métalliques) soit grande, et cela pour plusieurs

raisons dont la meilleure conductivité du bain (ce qui accroît le pouvoir de pénétration), et la pellicule liquide cathodique risque moins de s'appauvrir exagérément en ion du métal, ce qui défavoriserait leur libération relativement à celle de l'hydrogène. Aussi il est désirable que le coefficient de dissociation du sel ne soit pas trop voisin de 1 « un », dans ce cas les molécules neutres du sel qui se trouvent dans la pellicule peuvent servir de réservoir d'ions métalliques. **Pour** les bains cyanurés (ils sont éminemment toxiques), ces bains contiennent essentiellement un sel double du métal à déposer et d'un métal alcalin. Les propriétés générales de ces bains sont :

- La surpolarisation cathodique est très élevée et croît considérablement avec l'augmentation de la densité de courant.
 - Ils ont un grand pouvoir de pénétration.
 - Ils donnent des dépôts de structure très fine.
 - Ils ont une alcalinité très marquée à cause de l'hydrolyse du cyanure. Donc ils peuvent être utilisés pour le dégraissage électrolytique.
 - Il exercent dans certains cas une action décapante ce qui entrave la formation des dépôts spongieux.
 - L'emploi de milieu cyanuré peut modifier considérablement l'ordre des potentiels de décharge indiqués par la série des tensions. Il résulte qu'on peut déposer un ensemble de métaux très éloignés l'un de l'autre dans la série (application : laitonnage).
 - La présence du cyanure alcalin libre facilite la dissolution des anodes.
 - L'élévation de la température provoque une altération chimique dans le bain cyanuré.
- d) Densité du courant : La structure du dépôt devient de plus en plus fine à mesure qu'on augmente la densité du courant. Mais les densités de courant trop élevées amènent le brûlage du dépôt par l'action à cause de la dislocation de l'assemblage cristallin par le dégagement de l'hydrogène, et surtout l'interposition entre les cristaux d'oxyde ou d'hydroxyde qui ne sont plus détruits par l'acide. Lorsque la densité de courant est voisine de la valeur pour laquelle il y a brûlage, la finesse de la structure rend souvent le dépôt brillant (notamment sur les arêtes) et très dur.
- e) Agitation du bain : Elle exerce en général une influence favorable, et cela de plusieurs manières dont l'égalisation des concentrations ; le détachement des bulles microscopique de l'hydrogène qui, en grossissant, formeraient des piqûres ; le polissage de l'agrégat cristallin par le frottement rapide de l'électrolyte

(Application : cathode tournant à grande vitesse). Mais l'agitation ne permet pas aux impuretés de se déposer au fond des cuves, et provoque alors l'insertion mécanique de ces particules dans le dépôt cathodique ce qui le rend rugueux, le filtrage continu des bains supprime cet inconvénient.

- f) Température : L'élévation de la température accroît les vitesses de diffusion et tend donc, comme l'agitation du bain, à empêcher les ion M et H de se raréfier exagérément dans la pellicule cathodique. La formation de dépôt spongieux peut être ainsi évitée malgré l'accroissement de la densité de courant. On remarque que la taille des grains augmente avec l'augmentation de la température, et encore le chauffage des bains diminue la tendance de certains dépôts (nickel, fer, ...) vers le grossissement de grains et peut, dans certaines solutions, produire des transformations chimiques nuisibles, en particulier l'altération des bains cyanurés.
- g) Présence d'agent d'addition : Certains de ces agents ont une action chimique.

II.4.1.2. Les dépôts industriels :

II.4.1.2.1. Le nickelage :

Dans le cas général, on utilise :

Le sulfate double de nickel et d'ammonium ($NiSO_4, (NH)_2SO_4, 6H_2O$) 80 grammes par litre. Mais cette méthode ne permet d'utiliser qu'une faible densité de courant (0.5 à 1 Ampère par dm^2).

De plus, les anodes se dissolvent mal (absence d'ions Cl). Le bain de substitution peut être :

Le sulfate de nickel cristallisé ($NiSO_4, 7H_2O$) 250gr/l ;

Chlorure de sodium (NaCl) 25gr/l ;

Acide borique 25gr/l ;

Densité de courant 3 à 10A/ dm^2 et la tension de 3 à 5 volts;

La température 50°C ;

L'anode est en nickel. La vitesse de déposition est de 1 μm /mn à 5A/ dm^2 [4].

La diminution de la quantité de cadmium dans le bain accroît le brillant du dépôt de nickel.

II.4.1.2.2. Le cuivrage :

Le cuivrage occupe une place particulière parmi tous les métaux car il est à la frontière des métaux nobles et communs. Il a trois applications principales : améliorer une propriété physique telle que la conductibilité électrique ou thermique; donner un aspect décoratif; ou permettre en tant que sous-couche les dépôts ultérieurs [4]. On emploie suivant le cas, deux sortes de bains, cyanuré ou sulfurique. Les bains cyanurés permettent seuls le cuivrage direct du fer ou du zinc. Mais la

densité de courant admissible dans ces bains est faible ($0,5\text{A}/\text{dm}^2$) ; aussi on achève toujours le cuivrage en bain sulfurique ($20\text{A}/\text{dm}^2$ dans certaines conditions). On peut aussi nickeler d'abord les pièces de fer ou de zinc, puis les cuivrer en bain sulfurique. Cette méthode est économique. Comme exemples de bains de cuivrage on cite :

1. Les bains cyanurés : cyanure cuivreux $25\text{gr}/\text{l}$; cyanure de potassium $45\text{gr}/\text{l}$; carbonate de potassium $20\text{gr}/\text{l}$; la densité de courant $0,4\text{ A}/\text{dm}^2$ à froid ou $0,6\text{ A}/\text{dm}^2$ à 45°C ; l'anode est en cuivre.
2. Les bains sulfuriques : sulfate cuivrique cristallisé 200 à $250\text{gr}/\text{l}$; acide sulfurique $65\text{gr}/\text{l}$; acide phénol-sulfonique $1\text{gr}/\text{l}$; la densité de courant étant $20\text{A}/\text{dm}^2$ et la température est comprise entre 30 et 45°C . On ne chauffe jamais les bains de cuivrage au-dessus de 50°C , afin de ne pas courir le risque de former de l'oxydure.

II.4.1.2.3 Le chromage :

Le bain a normalement pour composition : anhydride chromique (CrO_3) $250\text{gr}/\text{l}$; sulfate chromique cristallisé ($\text{Cr}_3(\text{SO}_4)_3, 18\text{H}_2\text{O}$) $6,46\text{gr}/\text{l}$. En effet, l'électrolyte doit satisfaire à la condition :

$$\frac{\text{Concentration en } \text{SO}_4}{\text{Concentration en Cr hexavalent}} = \frac{1}{50}$$

Pour que le dépôt soit bon et brillant, il faut que le rendement de courant soit compris entre 10 et 20% , le rendement optimal est 13% ; le tableau ci-dessous (dû à Schneidewind) donne les valeurs de la densité de courant en fonction de la température du bain pour un rendement de 13%

Température en $^\circ\text{C}$	Densité de courant cathodique correspondant à un rendement de 13% en A/dm^2
25	4
30	6
35	7.5
40	10
45	12.5
50	16
55	20
60	27

Tab.II.2. la densité de courant optimale en fonction de la température [1].

Le graphe suivant (dû aussi à Schneidewind) montre l'état du dépôt en fonction de la densité de courant cathodique et de la polarisation cathodique :

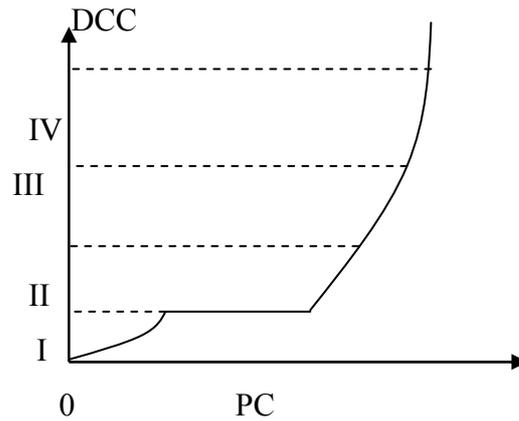


Fig.II.1. L'état du dépôt en fonction de la densité de courant et de la polarisation cathodique.

DDC : densité de courant cathodique ; PC : polarisation cathodique ; dans la zone I on n'a pas de dépôt, la zone II on a un dépôt laiteux, III on a un dépôt brillant, IV on a un dépôt brûlés.

II.4.1.2.4 Le zingage :

Il n'est effectué par électrolyse que dans des cas particuliers, il sert comme protecteur contre la corrosion dans les conditions atmosphériques ordinaires (notamment sous la pluie). Les bains employés peuvent être composés de sels normaux ou de cyanures. La composition des bains de sels normaux est en général : chlorure de zinc 136gr/l ; chlorure d'ammonium 214gr/l ; chlorure d'aluminium ($\text{AlCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$) 20gr/l ; la densité de courant 5 A/dm^2 (et jusqu'à 3 fois plus si le bain est agité) ; la température ordinaire ; l'anode est en zinc électrolytique. La composition des bains cyanures est : cyanure de zinc 65gr/l ; cyanure de sodium 20gr/l ; soude caustique 60gr/l ; la densité de courant $2,15 \text{ A/dm}^2$ à 36°C ; l'anode est en zinc pur.

II.4.1.2.5. L'étamage :

Le bain contient : stannate de sodium (Na_2SnO_3) 145gr/l ; soude caustique 18gr/l ; la densité de courant 2 A/dm^2 à 70°C ; anode insoluble de nickel ou de fer.

II.4.1.2.6. L'argenture :

Elle se pratique principalement sur le cuivre et ses alliages (notamment le maillechort), les bains sont cyanurés comme le suivant : cyanure double d'argent et de potassium 50gr/l ; cyanure de potassium 43gr/l ; carbonate de potassium 55gr/l ; densité de courant 1 A/dm^2 à une température ordinaire avec une anode en argent.

II.4.1.2.7. La dorure :

Elle se pratique généralement sur le cuivre et ses alliages ou sur les objets cuivrés ou laitonnés, quelquefois aussi sur l'argent. Le bain comporte : phosphate de sodium 50gr/l ; chlorure d'or (à 50% d'or) (AuHCl_4 , H_2O) 2gr/l ; sulfite de sodium 5gr/l ; cyanure de potassium 2,5gr/l ; la densité de courant 5 A/dm^2 ; ce bain est préparé à froid et il s'emploie vers 65°C. La dorure se fait fréquemment en deux phases, obtention de dépôt et coloration de ce dépôt.

II.4.1.2.8. Le laitonnage :

Les dépôts de laiton sont effectués soit à cause de leur aspect, soit pour faciliter le coulage du caoutchouc ; le bain de laitonnage contient : cyanure double de cuivre et de sodium 75gr/l ; cyanure double de zinc et de sodium 17,5gr/l ; cyanure de sodium 16,5gr/l ; carbonate de sodium anhydre 40gr/l ; la densité de courant est 0,3 A/dm^2 à la température ordinaire ; l'anode est soluble en alliage cuivre-zinc. Ce bain donne des dépôts qui contiennent environ 65% de cuivre. [1]

II.4.1.3. Les applications techniques du revêtement métallique :

Le tableau ci-dessous donne en général, les principales applications de quelques types de revêtement :

Objectif	Contre la corrosion	Pour la décoration	Pour améliorer les propriétés physiques
Revêtement	Zn, Cd, Sn, Cr, Laiton, Ni, Cu	Cr, Ni, Ag, Au, Pt, Laiton, Cu	Cr, Ni, Fe

Tab.II.3. les principales applications de revêtement. [4]

II.4.1.4. Etude quantitative des dépôts :

En pratique, il est essentiel de pouvoir déterminer différentes grandeurs relatives à l'opération d'électrolyse, par exemple, sa durée, l'épaisseur du dépôt et son poids. Ces quantités peuvent être déterminées approximativement par des calculs très simples. Si:

E représente l'équivalent électrochimique en gr/Ah (voir le tableau ci-dessous),

I l'intensité du courant en A, **S** la surface de l'objet en dm^2 , **J** la densité de courant à la cathode en A/dm^2 ,

d la densité du dépôt,

l son épaisseur en mm,

R_{cour} le rendement du courant dans les conditions de l'électrolyse,

t le temps en heures,

G le poids total d'électrolyte déposé en gr,

G' le poids du dépôt déposé en gr/dm^2 , donc on peut écrire les formules mathématiques suivantes :

Le poids :

Le poids total du dépôt électrolytique: $G = EItR_{\text{cour}}$;

Le poids par dm^2 est : $G' = \frac{G}{S} = \frac{EItR_{\text{cour}}}{S} = EJtR_{\text{cour}}$;

Le temps :

Le temps nécessaire pour l'obtention d'un dépôt de poids donné par dm^2 est: $t = \frac{G'}{EJR_{\text{cour}}}$;

Le temps nécessaire pour obtenir un dépôt d'épaisseur donnée est calculé comme suit :

$$G' = \frac{G}{S} = \frac{Gl}{Sl} = 10ld = EJtR_{\text{cour}} \text{ d'où } t = 10 \frac{ld}{EJR_{\text{cour}}} .$$

Par simple transformation de ces équations, on pourra déterminer toutes les grandeurs désirées. [3]

Elément	Masse atomique	Valence	gr/Ah
Sb	121.76	3	1.51440
Pb	207.22	2	3.8853
Cd	112.41	2	2.0969
Cr	52.01	6	0.3233
Fe	55.64	2	1.0410
		3	0.6941
Au	197.20	1	7.3560
		3	2.4520
Co	58.94	2	1.0990
Cu	63.57	1	2.3700
		2	1.1850
Ni	58.69	2	1.0950
Pt	195.23	4	1.8209
Rh	102.91	3	1.2800
Ag	107.87	1	4.0248
Zn	66.38	2	1.2190
Sn	118.70	2	2.2142
Hydrogène	1.0078	1	0.03769
Oxygène	16.000	2	0.29846

Tab.II.4. l'équivalent électrochimique de quelques éléments. [4]

II.4.1.5. Contrôle de qualité des revêtements métalliques :

Ici on résume quelques modes de contrôle des principales propriétés des revêtements concernant l'épaisseur, la continuité, la résistance à la corrosion, l'adhérence, l'aspect, les propriétés mécaniques. Le tableau 6 donne la répartition des méthodes d'essais normalisées en fonction de divers revêtements métalliques.

Revêtements électrolytiques	Epaisseur		Essai de continuité	Essai de corrosion	Adhérence	Essais divers	Référence aux normes françaises
	Méthode destructive	Méthode non destructive					
Nickel	BEGT	IK	L	OPQ	TU		NF A 91-101
Cuivre	BGH	IJK	L	OPQ	TU		NF A 91-101
Chrome décoratif	BEGH	IJK		OPQ	TU		NF A 91-101
Chrome dur		AIJ				X	NF A 91-301
Zinc	FH				T		NF A 91-102
Cadmium	FH				T		NF A 91-102

Tab.II.5. Méthodes d'essais des revêtements métalliques des normes française :

A- mesure directe, **B-** coupe micrographique, **E-** dissolution chimique et mesure du temps (essai à la goutte), **F-** dissolution chimique et mesure de temps (essai par goutte à cadence déterminée), **G-** dissolution anodique et mesure du temps, **H-** dissolution chimique avec dosage, **I-** mesure magnétique (attraction), **J-** mesure magnétique (flux), **K-** mesure électrique (courant de Foucault), **L-** essai de ferri–ferrocyanure, **O-** essai de brouillard salin, **P-** essai salin cupro–acétique, **Q-** essai Corrodokote, **T-** essai de rayure, **U-** essai de destruction à la lime, **X-** essai de microdureté. [7]

II.4.2. L'électroformage :

C'est l'opération qui consiste à reproduire électrolytiquement, sur un métal qui est en général le cuivre, un objet donné quelconque [4], pour cela on fait d'abord un moule de cet objet (avec de la guetta–percha, de la cire d'abeilles, de l'ozokérite, de la gélatine bichromatée, ...) puis on donne au moule une certaine conductibilité superficielle en le recouvrant de plombagine ou de

cuivre (métallisation), et on le fait fonctionner comme cathode. La galvanotypie est la galvanoplastie à la reproduction des planches typographiques [1].

L'épaisseur de la couche produite par l'électroformage est considérablement plus grande que celle produite par la déposition électrolytique, cette propriété donne la différence entre les deux procédés (toutes les autres propriétés sont similaires). La vitesse de déposition est élevée qui est obtenue par l'augmentation de la densité de courant avec une forte agitation de la solution ou des pièces, la densité de courant peut atteindre plus de $200\text{A}/\text{dm}^2$ dans l'industrie et elle est augmentée en fonction de l'augmentation de l'agitation, à cause de cette forte agitation on doit filtrer régulièrement les bains. La première étape dans ce procédé est la fabrication de la forme de la pièce à obtenir, cette forme est appelée Matrice. La matrice peut être permanente ou non, les matrices permanentes sont fabriquées à partir du métal qui a l'avantage d'être conducteur, donc il ne demande pas de traitement spécial pour le rendre conducteur comme le cas des matrices céramiques ou plastiques. Les matrices temporelles sont fabriquées en général par des alliages à bas point de fusion ou par d'autres matériaux organiques. La deuxième étape consiste à rendre les surfaces isolantes de la matrice des surfaces conductrices, on peut utiliser pour cela une solution contenant une poudre métallique. L'étape qui suit est la vérification de la disposition des électrodes dans le bain suivant la qualité souhaitée, et la contrôle du dépôt régulièrement. A la fin de l'opération, on sépare la matrice de la pièce par fusion de la matrice ou autre méthode convenable. Les propriétés de la pièce électroformée dépendent du détail technique de leur formation, quelques cas sont cités dans le tableau ci-dessous :

Métal	Opérations	Dureté de Brinell ou Vickers	Résistance à la traction en psi	L'élongation
Nickel	Dur, sans traitement	130–500	<132000	<20%
	Très dur, sans traitement	400–575	<160000	<9%
	Très dur, recuit de contraintes	300–400	<90000	<30%
	Complètement recuit, recristallisé	Pas de données	45000–50000	<50%
Cuivre	Sans traitement	30–120	30000–68000	5–20%
	Ductile, déformé à froid	65	<102000	40%
Fer	Sans traitement	225–350	50000–110000	5–20%
	Ductile, déformé à froid	140–165	40000–55000	27–40%
Cobalt	Sans traitement	150–375	Pas de données	Pas de données
Argent	Sans traitement	50–300	Pas de données	Pas de données

Tab.II.6. quelques propriétés importantes des pièces électroformées {1Pascal=14psi}.

L'électroformage, comme il est cité ci-dessus, est largement utilisé pour différentes applications, il est utilisé pour la fabrication des tube sans soudure (notamment de cuivre), pour la fabrication des

guides de haute fréquence (pour le radar ou la télévision) et d'autres applications dans la fabrication des moules pour les matériaux plastiques, ...etc. [4].

II.4.3. Oxydation anodique superficielle de certains métaux (ou L'anodisation) :

Cette opération se pratique principalement sur l'aluminium et ses alliages ; elle peut avoir pour but de les protéger contre la corrosion, de les durcir, de les rendre superficiellement isolants, ou encore de préparer leur surface à retenir une matière colorante ou une substance photosensible. En matière de normalisation, les couche d'oxydes sont classées par échelonnement d'épaisseur : 5, 10, 15, 20 μm . [7]

Il existe trois procédés qui sont :

1. Procédé BENGOUGH et STUART : Il consiste à faire fonctionner les pièces comme anodes dans une solution d'acide chromique, les cathode étant en carbone ou en tôle d'acier.
2. Procédé « ELOXAL » : Il diffère du précédent par les points suivante :
 - a. Le bain est une solution d'acide oxalique
 - b. Le courant électrique peut être continu (tension de 15 à 50 V) soit alternatif (tension atteignant 60 à 80 V), soit successivement l'un et l'autre. Le courant alternatif produit une couche protectrice relativement élastique dont les grains sont plus gros. Par contre un finissage au courant continu donne une couche très dure et très isolante, l'augmentation de la température diminue la dureté de la couche (la rend plus élastique), la durée de l'opération est de 20 à 60 minutes.
3. Procédé « ALUMILITE » : L'électrolyte est une solution aqueuse d'acide sulfurique dont la concentration en acide est comprise entre 15% et 65%, la tension (continu) est de 12 à 15 V, ce qui correspond à une densité de courant de 1,5 A/dm². La température est variable suivant les qualités exigées de la couche protectrice, et doit être très uniforme sur toute la surface de la pièce. La durée de l'opération peut varier entre 20 et 60 minutes, 20 minutes pour l'obtention d'une protection contre la corrosion et 60 minutes pour l'obtention d'une grande dureté et une grande résistance à l'usure. Parmi les applications de l'anodisation on trouve *la photographie sur l'aluminium* qui est effectuée en faisant subir au métal un traitement anodique convenable, puis en imprégnant sa surface d'une substance photo-sensible (règles à calcul, décoration des objets...) [1].

II.4.4. Affinage électrolytique des métaux :

Le métal brut est utilisé comme anode soluble. On s'arrange de telle manière qu'il se dépose à l'état pur sur la cathode. Ce procédé est généralement utilisé pour la purification du cuivre sous le nom *Raffinage de cuivre*, le tableau qui suit, donne des valeurs électriques pratiques utilisées dans le raffinage du cuivre.

	Système unipolaire	Système bipolaire
Tension électrique	0.2–0.5V	0.11–0.13V
Densité de courant	~200A/m ²	~200A/m ²
Rendement du courant	0.90–0.98	0.70–0.75
Consommation de l'énergie	0.25kWh/kg	0.16–0.17kWh/kg

TabII.7. valeurs sur le raffinage de cuivre [3]

II.4.5. Extraction électrolytique des métaux :

On attaque chimiquement le minerai de manière à le faire passer en solution, et l'on électrolyse avec une anode insoluble. [1]

II.4.6. Le polissage électrolytique

Le polissage électrolytique est une dissolution électrolytique sélective de métaux ou de certains semi-conducteurs permettant d'obtenir des surfaces lisses et brillantes, les parties en relief étant attaquées plus rapidement que les concavités. La pièce à traitée constitue, presque toujours, l'anode d'une cellule d'électrolyse alimentée par un courant continu ou pulsé; pour cette raison; ce procédé est appelé également *le polissage anodique*. Il est parfois possible de réaliser une dissolution sélective et un excellent polissage en utilisant un courant variable, en particulier, un courant alternatif. Pour qu'on puisse utiliser un électrolyte comme bain de polissage électrolytique, il est nécessaire qu'à certaines tensions électriques, il puisse provoquer la formation d'une couche compacte de diffusion. Il faut tenir compte encore d'autres facteurs pour le choix de l'électrolyte qui est choisi en fonction de l'état de surface à obtenir; le bain ne sera pas le même pour une opération de lustrage ou pour un polissage en vue d'un examen métallographique. Les solutions à base d'ions ClO_4^- forment un groupe important de bains pour ce type de polissage. Pratiquement on peut utiliser un bain constitué de l'acide perchlorique et l'acide acétique, avec une tension anodique de 10 à 50 V. L'avantage de ce bain est si la surface est correctement lavée après l'électrolyse, il ne subsiste aucune trace d'impuretés et cette solution présente de plus l'important avantage de ne pas passiver la surface traitée. Ce bain ne doit jamais avoir une concentration supérieure à 40% en poids et sa température ne doit pas dépasser 50°C, même localement.

II.4.7. La fabrication des poudres métalliques :

La préparation des poudres métallique prend une grande importance, car leur utilisation permet de réaliser des objets difficiles à fabriquer par d'autres méthodes comme la fonderie et le forgeage : préparation des pièces poreuses; travail des métaux durs; préparation de poudres pour réactions catalytiques, etc. Il existe différentes méthodes de préparation des poudres métalliques : électrolyse, réduction chimique d'oxydes pulvérulents, fragmentation de métaux durs et pulvérisation des métaux fondus, ... Cependant, le procédé électrolytique est qualitativement supérieur aux autres, car il donne des particules plus fines et de taille uniforme ayant de 0.1 à 30 μ m de diamètre. Pour préparer les poudres métalliques par électrolyse, l'opération s'effectue dans des conditions entièrement opposées à celles utilisées pour la formation de dépôts métalliques par galvanoplastie citées au-dessus. Il peut être important, lors de la préparation de poudres, d'obtenir une granulation uniforme. En général, les dépôts pulvérulents sont produits à densité de courant élevée, faible concentration ionique du cation à déposer, basse température, faible conductance et avec addition de colloïdes, il faut contrôler la composition du bain lors de l'opération, en particulier le pH. L'addition de colloïdes permet la production de poudres extrêmement fines en réduisant ou en éliminant complètement le dégagement simultané de l'hydrogène; on augmente ainsi le rendement. Les principales poudres métalliques obtenues industriellement sont les poudres de cuivre, zinc, fer, cadmium, étain, antimoine, argent, nickel et tungstène. [3]

II

ETUDE DE CONCEPTION ET DE REALISATION

I. Etude de conception de l'appareil de galvanoplastie

Introduction :

Les opérations de dépôts métalliques par voie électrochimique ou électrodéposition sont réalisées par l'utilisation d'une cellule électrochimique alimentée par un courant continu. Dans cette cellule, le métal substrat doit être polarisé cathodiquement.

L'opération, pour un revêtement choisi, nécessite les conditions suivantes :

- Choix de l'anode.
- Choix de la composition et de la concentration de l'électrolyte.
- Choix du potentiel et de la densité de courant.
- Choix de la température.
- Réalisation d'un système de filtration et d'agitation.

I.1. La source électrique :

I.1.1. Notions générales sur l'électricité :

Le courant électrique est le transport de charges électriques dans un conducteur ionique (les charges sont des ions – cas des liquides -) ou électronique (les charges sont représentées par des électrons – cas des solide à caractère métallique-).

On a deux grandes types de courant électrique :

1. Le courant continu où on n'a pas de changement entre les phases (changement de direction de courant), ce type de courant a des caractéristiques spécifiques dont :
 - la phase est toujours une phase (pôle positif), et le neutre est toujours neutre (pôle négatif)
 - on n'a pas de période (courant non périodique)
 - il y a une seule valeur significative de tension qui est la tension maximale
 - on l'obtient par des méthodes chimiques (piles...) ou après redressement et filtrage d'un courant alternatif
2. Le courant alternatif qui a aussi ses caractéristiques spécifiques dont :
 - on a une alternance entre les phases à une fréquence précise
 - ce courant est périodique
 - Ce courant a deux valeur significatif de tension qui sont la valeur efficace mesurée par les appareils courants, et la valeur maximale obtenue par la multiplication de la valeur efficace par $\sqrt{2}$

$$V_{\max} = V_{\text{eff}} \sqrt{2}$$

- on l'obtient par des méthodes mécaniques (alternateurs) ou après ondulation d'un courant continu.
- Dans le cas du courant de haute puissance, on prend la valeur moyenne de courant et de tension.

Schéma représentant les transformations possible d'un courant électrique :

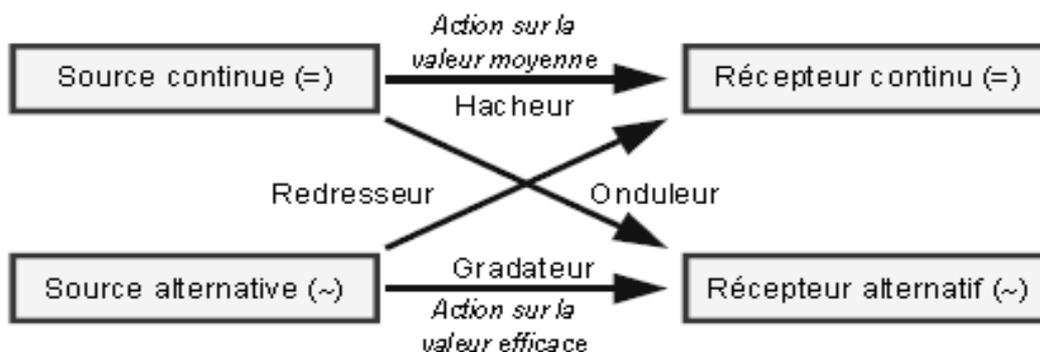


Fig.3-1. les différentes transformations possibles d'un courant.

Dans le cas de transformation du courant alternatif vers un courant continu, nous devons utiliser un redresseur.

I.1.2. Les transformateurs

I.1.2.1. Définition :

Un transformateur est un appareil statique permettant de modifier la présentation de l'énergie électrique. **Basé sur la loi de Lenz, il ne fonctionne qu'en alternatif.** Avec un excellent rendement (99% pour un transfo industriel), il permet de monter (ou abaisser) la tension tout en abaissant (ou montant) l'intensité. Le transfo sert beaucoup pour abaisser la tension 220V du réseau jusqu'à obtenir la valeur recherchée pour construire une alimentation à courant continue nécessaire pour tout appareil transistorisé (ampli, ordinateur, radio, télé, magnétoscope,...etc.) consommant trop de puissance pour être alimenté par piles. On peut aussi l'utiliser en adaptateur d'impédances et, mis en série avec un ampèremètre, comme transformateur de courant nécessaire pour la mesure d'intensités élevées (> 5 A).

I.1.2.2. Fonctionnement :

Le transformateur est une machine d'induction qui comporte principalement :

- Un circuit magnétique.
- Un circuit électrique (le circuit électrique d'entrée et le circuit électrique de sortie)
- Des organes mécaniques assurant les fonctions telles que : support, protection, manutention, refroidissement.

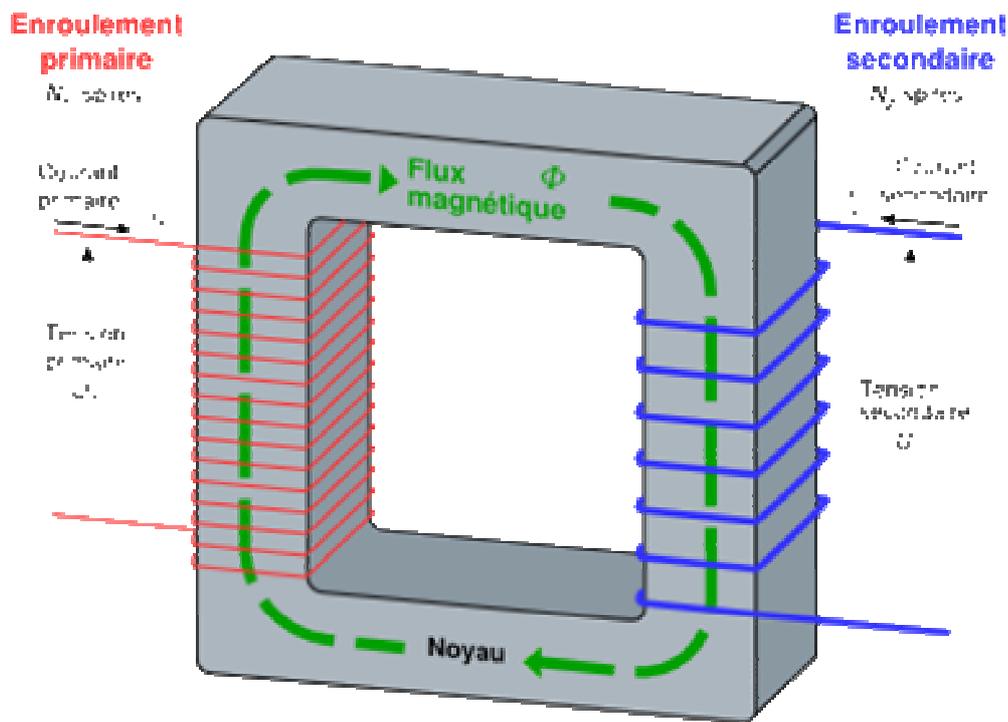


Fig.3-2. Forme d'un transformateur simple [8]

I.1.2.3. Constitution des transformateurs

a) Principe

On place deux enroulements sur un circuit magnétique. Lorsque l'enroulement primaire est traversé par un courant alternatif, il crée un flux alternatif. Ce flux variable crée aux bornes de l'enroulement secondaire une F E M. Si on place un récepteur aux bornes du secondaire, un courant alternatif parcourt le circuit. La puissance transite du primaire au secondaire par l'intermédiaire de la variation de flux.

$$\text{Rapport de transformation : } m = \frac{V_2}{V_1}$$

V_1 : la tension d'entrée du transformateur

V_2 : la tension de sortie du transformateur.

b) Constitution

- Circuit magnétique comprenant : des colonnes une culasse supérieure et une culasse inférieure.
- Bobines : 2 par noyau. L'une formant enroulement primaire, l'autre enroulement secondaire.
- Bornes haute tension.
- Commutateur de réglage de tension à + 5 %.
- Couvercle avec crochet de manutention.
- Cuve formant protection et contenant l'isolant liquide.

c) Le circuit magnétique

Son rôle essentiel est de canaliser le flux et de présenter le minimum de pertes par hystérésis et courant de Foucault. Ils peuvent être soit à deux ou trois colonnes soit cuirassé, c'est à dire que les enroulements sont placés sur 1 ou 3 colonnes centrales, et le flux se referme par chacun des cotés qui forment la cuirasse.

I.1.2.4 Matériau pour circuit magnétique en courant alternatif

Les matériaux utilisés sont des tôles isolées entre elles. Deux type de tôles sont employées :

- 1) Tôles laminées à froid à cristaux non orientées : Elles sont utilisées dans les transformateurs et machines tournantes. Les pertes sont de l'ordre de 1 à 1.6 W/kg.
- b) Tôles magnétiques à grains orientés : Ce sont des tôles d'acier au silicium qui subissent un traitement lors du laminage permettant une orientation de la structure du métal dans le sens du laminage. Les pertes sont plus faibles (de l'ordre de 0.55W/kg). La perméabilité est améliorée dans le sens du laminage. L'assemblage des tôles à grains orientés nécessite certaines précautions dans le cas des changements de direction du circuit magnétique. Ces tôles ont une épaisseur de 0.35 mm et sont isolées sur une face par oxydation superficielle.

D'une manière générale, l'isolation des tôles entre elles se fait par :

- Phosphatation : dépôt d'une couche de phosphate de 1 à 2 μm par procédé thermochimique.
- Vernis synthétique.

I.1.2.6. Le circuit électrique

Il est constitué par les enroulements primaire et secondaire et leur isolement. On distingue deux enroulements : L'enroulement haute tension (H.T) et l'enroulement basse tension (B.T) qu'il s'agisse d'un transformateur élévateur ou abaisseur.

I.1.2.7. Isolation

Plusieurs procédés sont utilisés pour l'isolation :

1- Ecran : Un écran isolant est placé entre la masse et les bobinages ou entre les bobinage H.T. et B.T. De plus on place une spire ouverte reliée à la masse entre la H.T. et la B.T. pour éviter la propagation des parasites.

2- Traversées isolantes : Elles assurent la liaison entre les enroulements et la ligne extérieure.

3- Les diélectriques : Selon les tensions appliquées aux enroulements, l'isolation peut être assuré par :

- De l'air pour les petits transformateur B.T.
- De l'huile Très employée dans tous les transformateurs de puissance, mais elle présente des risques d'incendie et d'explosion.

- Du pyralène ou diélectrique Chloré qui est incombustible (interdit car porté au-delà de 3000 degrés il se transforme en Dioxine, poison très dangereux).

- Du quartz C'est un sable qui étouffe les flammes mais rend le refroidissement plus difficile.

Le diélectrique assure à la fois l'isolement et le refroidissement du transformateur.

I.1.2.8. Organes mécaniques

I.1.2.8.1. Cuve et couvercle

Ils assurent les fonctions de :

- Protection mécanique
- Contenant du diélectrique et son refroidissement
- Support du circuit magnétique
- Fixation des traversées
- Manutention

I.1.2.8.2. Le refroidissement

Les pertes dans le circuit magnétique (fer et Foucault) et dans le cuivre (effet joule) provoquent des échauffements. Pour éviter la détérioration des isolants, on est obligé de refroidir les transformateurs. [9]

I.1.2.9. Normalisation

On définit les transformateurs par un groupe de quatre lettres

- 1^{ère} lettre : Nature du diélectrique

O Huile minérale

L Diélectrique chloré

G Gaz

A Air

S Isolant solide

- 2^{ème} Lettre : Mode de circulation du diélectrique

N Naturel

F Forcée

D Forcée et dirigée dans les enroulements

- 3^{ème} lettre Agent extérieur de refroidissement (une des lettres utilisées pour la nature du diélectrique).

- 4^{ème} lettre Mode de circulation de l'agent de refroidissement (une des lettres utilisées pour la circulation du diélectrique).

Exemple :

O N A N : Transformateur immergé dans l'huile, à circulation naturelle, refroidi par air à circulation naturelle.

I.1.2.10. Formules pratiques :

➤ Rapport de transformation : $m = \frac{V_2}{V_1}$

➤ Le rendement de transformation (la valeur réelle transmise divisée par la valeur théorique)
 η

➤ la valeur transmise théorique :
$$\begin{cases} \frac{V_2}{V_1} = \frac{n_2}{n_1} \\ \frac{I_2}{I_1} = \frac{n_1}{n_2} \end{cases}$$

➤ la valeur transmise réelle :
$$\begin{cases} \frac{V_2}{V_1} = \eta \frac{n_2}{n_1} \\ \frac{I_2}{I_1} = \eta \frac{n_1}{n_2} \end{cases} \quad [10]$$

Symbole d'un transformateur monophasé dans un circuit :

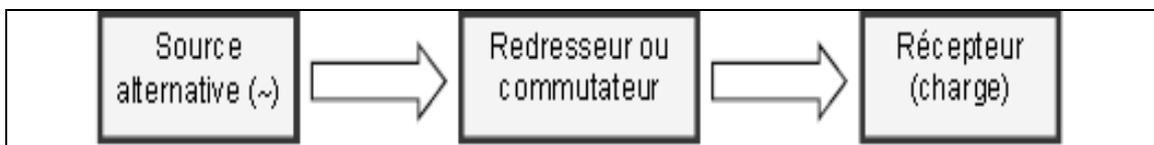
Le symbole d'un transformateur monophasé est représenté par le schéma suivant :



I.1.3. Le redresseur :

I.1.3.1. Définition :

Le redressement est la conversion d'une tension alternative en une tension continue. On utilise un convertisseur alternatif-continu pour alimenter un récepteur en continu à partir du réseau de distribution alternatif. On peut distinguer deux types de redresseurs, le redresseur non commandé à diode et le redresseur commandé à thyristor.



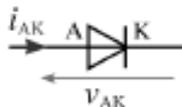
I.1.3.2. Le redressement non commandé à diode :

On l'appelle non commandé car on ne peut pas imposer la tension de sortie de redresseur. Le symbole synoptique de ce redressement est :



I.1.3.2.1. La diode :

La diode est un dipôle passif polarisé. En électrotechnique, la diode est équivalente à un interrupteur unidirectionnel non commandé. La diode est représentée par le symbole suivant :

**I.1.3.2.2. Paramètres essentiels des diodes :**

En fonction de l'application considérée, on s'intéressera à certains paramètres des diodes plutôt qu'à d'autres. Certains paramètres ne sont pas spécifiés pour tous les types de diodes, sauf les suivants qui sont incontournables :

V_F : tension de coude de la diode spécifiée à un courant direct donné.

I_F : courant direct permanent admissible par la diode à la température maxi de fonctionnement.

I_{FSM} : courant temporaire de surcharge (régime impulsionnel). En général, pour un courant de surcharge donné, le constructeur spécifie l'amplitude des impulsions, leur durée, le rapport cyclique, et dans certains cas, le nombre maxi d'impulsions qu'on peut appliquer.

V_R : la tension inverse maxi admissible par la diode (avant l'avalanche).

I_R : le courant inverse de la diode. Il est spécifié à une tension inverse donnée, et pour plusieurs températures (généralement 25°C et T_{max}). Ce courant n'est pas seulement celui dû aux porteurs minoritaires. Il provient aussi des courants parasites à la surface de la puce (le silicium est passivé par oxydation, et il peut subsister des impuretés qui vont permettre le passage de faibles courants). Le boîtier d'encapsulation de la puce de silicium est aussi source de fuites. Ces symboles sont ceux généralement employés par les différents constructeurs, mais il peut y avoir des variantes, et il est toujours sage de se reporter à la documentation du constructeur pour savoir comment sont spécifiés les paramètres, et à quoi ils correspondent exactement.

I.1.3.2.3. Diodes de redressement

La surface de la jonction PN (la diode est composée de deux parties semi-conductrices l'une est positive désignée par la lettre P est l'autre est négative désignée par la lettre N) est importante pour permettre le passage d'intensités importantes. La différence de potentiels de claquage est élevée.

I.1.3.2.4. Caractéristiques physiques :

Les diodes de redressement standard sont les moins sophistiquées, et ne font l'objet d'aucun traitement particulier, les conditions d'utilisations étant peu contraignantes. Elles ont des tensions V_R comprises entre 50 et 1000V environ, et les courants I_F vont de 1A à plusieurs centaines d'ampères. Avant le système de redressement, on a presque toujours un transformateur qui sert à abaisser la tension secteur (les montages électroniques fonctionnent souvent sous des tensions de polarisation allant de quelques volts à quelques dizaines de volts), et qui sert aussi à isoler les montages du secteur (220V, par exemple).

I.1.3.2.5. Redressement simple alternance :

C'est le redressement le plus simple qui soit : quand la tension aux bornes du transformateur V_t dépasse la tension de seuil de la diode, celle-ci conduit, laissant passer le courant direct dans la charge. La tension aux bornes de la charge V_r est alors égale à la tension aux bornes du transformateur moins la tension directe V_F de la diode.

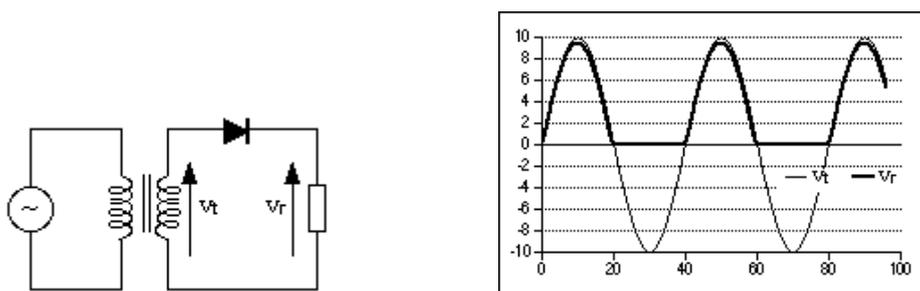


Fig.3-3. Redressement avec une diode.

I.1.3.2.6. Pont de Grætz :

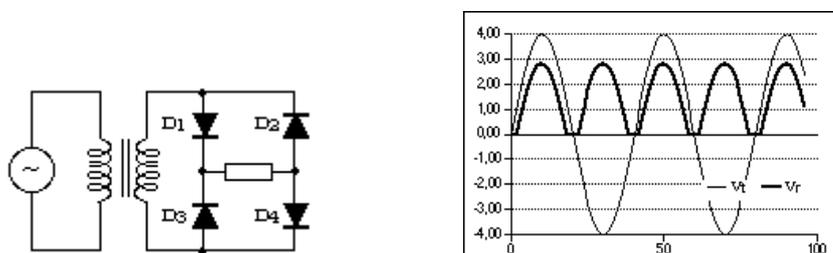


Fig.3-4. Redressement avec pont de diodes.

Il existe une autre manière de faire du redressement double alternance, ne nécessitant pas un transformateur à double enroulement : on utilise 4 diodes montées en pont. Des ponts tous faits sont disponibles dans le commerce, permettant de réduire le nombre de composants du montage.

Lorsque la tension aux bornes du transformateur est positive, D1 et D4 conduisent, et quand elle est négative, D2 et D3 conduisent.

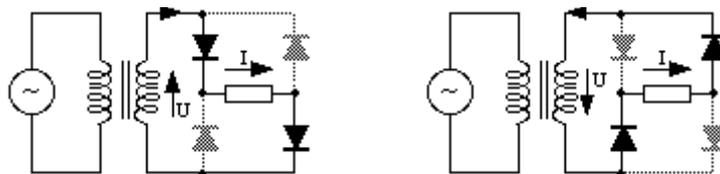


Fig.3-5. Alternance positive

Alternance négative.

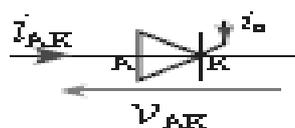
Chaque diode n'a à supporter qu'une fois la tension crête du secondaire du transformateur, mais en revanche, on a deux tensions directes de diode en série. La puissance totale dissipée dans les diodes est double par rapport à la solution précédente. [11]

I.1.3.3. Le redressement commandé à thyristor : on dit que le redressement est commandé, si la tension moyenne de sortie est réglable. Il est de symbole synoptique suivant :



I.1.3.3.1. Le thyristor :

Le thyristor est un dipôle passif polarisé. En électrotechnique le thyristor est équivalent à un interrupteur unidirectionnel à fermeture commandée et à ouverture naturelle. La fermeture est assurée par une impulsion de courant sur la gâchette du composant. Le thyristor est représenté par le symbole suivant :



A : anode

K : cathode

G : gâchette (commande)

Pour amorcer le thyristor Il faut :

- que la tension v_{AK} soit positive ;
- une impulsion de courant sur la gâchette

I.1.3.3.2. Principe de fonctionnement

Angle de retard à l'amorçage

L'instant où l'on envoie l'impulsion de gâchette par rapport au début de chaque demipériode s'appelle le retard à l'amorçage. Ce retard peut-être réglé, ce qui permet de faire varier la valeur

moyenne de la tension de sortie. Ce retard peut être traduit en angle : c'est l'angle de retard à l'amorçage.

I.1.3.3. Redressement commandé mono-alternance

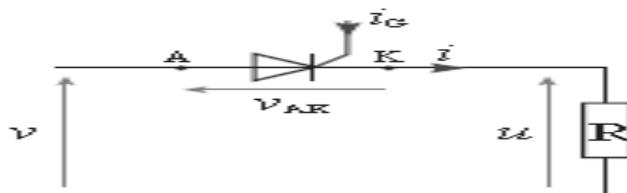


Fig3-6. montage d'un thyristor.

Le thyristor n'est passant qu'à partir du moment où l'on envoie le signal de gâchette et à la condition que la tension v_{AK} soit positive.

- L'amorçage s'effectue avec le retard t_0 après chaque début de période T.
- Le signal de gâchette doit être synchronisé avec celui de la tension v .
- L'angle $\alpha = \omega t_0$

Oscillogrammes :

α s'appelle l'angle de retard à l'amorçage.

Lorsque u devient négatif, le courant i le devient aussi puisque la charge est résistive ($u = R.i$). Le thyristor se bloque. L'alternance négative est éliminée d'où le nom de mono-alternance. Pour amorcer le thyristor il faut :

- une tension positive et
- un courant de gâchette.

Si l'on envoie un courant de gâchette alors que la tension est négative, le thyristor reste bloqué.

Voir (Fig. 3-7)

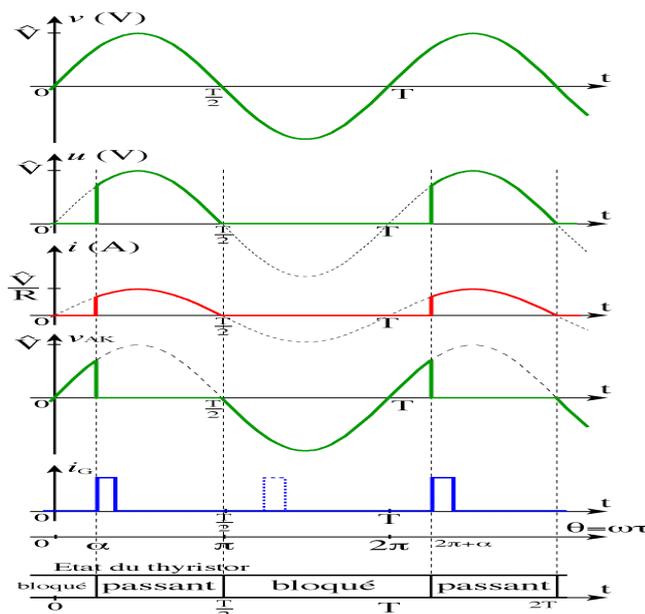


Fig.3-7. oscillogrammes

I.1.3.3.4. Redresseur à pont de thyristor :

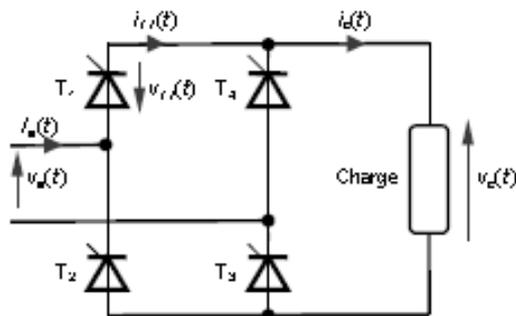


Fig.3-8. le pont thyristor.

Remarque : le comportement d'un pont à thyristor est le même que ce d'un pont à diode, sauf qu'en ce cas on peut régler la tension de sortie. [12]

I.1.3.4. Le redressement à pont mixte :

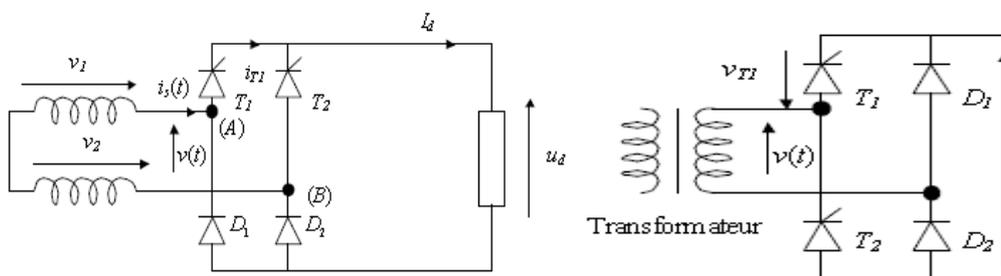


Fig.3-9. le pont mixte

Un pont mixte est formé pour moitié avec des thyristors et pour moitié avec des diodes. Comparé au pont classique tout thyristors, il a comme avantage de demeurer commandé tout en étant plus robuste, plus économique, (diodes plus robustes, commande plus simple car moins de thyristors) avec un meilleur rendement et un meilleur facteur de puissance (la chute de tension est supérieure à l'état *on* pour les thyristors).

I.1.4. Filtrage et lissage

Les montages précédents délivrent des tensions redressées mais non continues. Pour obtenir une tension (quasi) continue, il suffit de mettre un gros condensateur en parallèle avec la charge.

I.1.4.1. Redressement simple alternance :

Ici, la charge est absolument quelconque, et peut être un montage électronique complexe ayant une consommation en courant aléatoire.

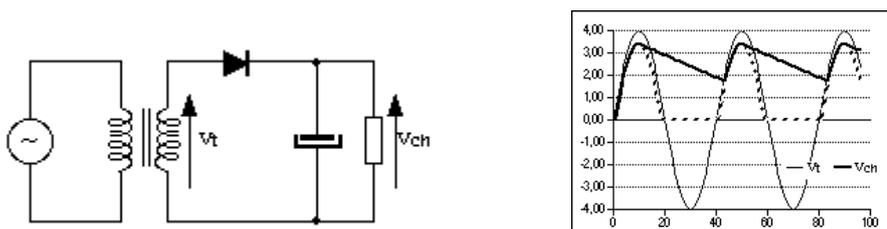


Fig.3-10. Redressement simple alternance et filtrage.

Sur le graphique de la figure, on voit en pointillé la tension redressée telle qu'elle serait sans condensateur. En traits pleins épais, on voit la tension filtrée. Sur ce graphe, le courant de décharge du condensateur est linéaire : il correspond à l'hypothèse de décharge à courant constant. Le fonctionnement est simple : quand la tension aux bornes du transformateur est supérieure à la tension aux bornes du condensateur additionnée de la tension directe de la diode, la diode conduit. Le transformateur doit alors fournir le courant qui va alimenter la charge et le courant de recharge du condensateur. Quand la tension du transformateur devient inférieure à celle du condensateur plus la tension de coude de la diode, la diode se bloque. L'ensemble condensateur / charge forme alors une boucle isolée du transformateur. Le condensateur se comporte comme un générateur de tension, et il restitue l'énergie accumulée dans la phase précédente. A noter que la tension aux bornes du condensateur étant en permanence voisine de la tension crête positive du transformateur, lorsque celui-ci fournit la tension de crête négative, la diode doit supporter deux fois la tension crête délivrée par le transformateur : on perd le seul avantage (hormis la simplicité) du montage à redressement simple alternance.

I.1.4.2. Calcul du condensateur :

Dans la littérature, on trouve classiquement le calcul du condensateur pour une charge résistive. La décharge est alors exponentielle et le calcul inutilement compliqué. Ce calcul est assez éloigné des besoins réels : en général, on ne fait pas des alimentations continues pour les faire débiter dans des résistances. Très souvent, ces alimentations redressées et filtrées sont suivies d'un régulateur de tension. La charge est fréquemment un montage complexe ayant une consommation variable au cours du temps. Pour faire le calcul du condensateur, on prendra donc une décharge à courant constant, le courant servant au calcul étant le maximum (moyenné sur une période du secteur) consommé par la charge. Le critère de choix ne sera pas un taux d'ondulation qui n'a souvent aucune utilité pratique, mais une chute de tension maxi autorisée sur le condensateur pour que le montage connecté en aval fonctionne correctement. Avec ces hypothèses, le calcul du condensateur devient très simple : On considère que le condensateur C se décharge à courant I_{\max} constant pendant un temps ΔT et que la chute de sa tension est inférieure à ΔV . On a alors la relation :

$$C \Delta V = I_{\max} \Delta T$$

Le temps ΔT choisi va être approximé à la période du secteur. En pratique, le condensateur va se décharger moins longtemps, on va donc le surdimensionner légèrement. L'erreur commise est en fait très faible comparée à la dispersion que l'on aura sur le résultat de par les tolérances des

composants, et notamment des condensateurs de filtrage : on utilise des condensateurs chimiques qui ont des tolérances très larges (-20% / +80% en général) et qui n'existent souvent que dans la série E6 (1 ; 1,5 ; 2,2 ; 3,3 ; 4,7 ; 6,8). Les transformateurs sont eux aussi assez dispersés, ce qui fait qu'au final, mieux vaut prévoir large pour éviter les mauvaises surprises ! Pour un redressement simple alternance, on aura un ΔT de 20ms, qui correspond à l'inverse de la fréquence secteur 50Hz. La valeur du condensateur est alors :

$$C = \frac{I_{\max}}{F \Delta V}$$

Il faudra veiller à choisir un condensateur supportant au moins la tension crête du transformateur à vide (la tension sera plus faible en charge du fait des chutes de tensions diverses (résistance du transfo, diode)).

I.1.4.3. Lissage de courant :

Les condensateurs sont utilisés pour le filtrage de la tension, mais pour lisser le courant on doit utiliser une inductance reliée en série pour diminuer les ondulations du courant.

I.1.5. Régulation de courant et de tension :

Pour cette partie de l'étude électrique on considère que le courant est continu. Dans le cas des cellules d'électrolyse on a besoin d'un réglage continu du courant et de la tension, ci pour cela on utilise des résistances montées en série ou en parallèle comme le montre les schémas suivants :

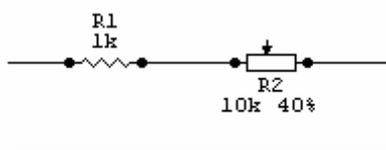


Fig.3-11. Pour le réglage de la tension

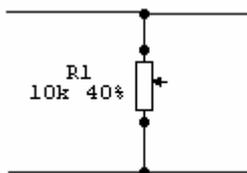


Fig.3-12. Pour le réglage de l'intensité

Donc le dispositif complet de régulation est :

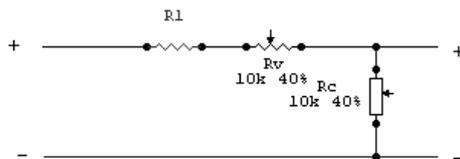


Fig.3-13.montage de régulation

Pour le dispositif de laboratoire on a un voltage d'entrée maximal de 40V et d'ampérage maximal de 15A, on a des pertes d'intensité dans la partie de réglage de tension et des pertes de tension dans la partie de réglage d'intensité. Le processus et les formules de réglage sont comme suit :

- les pertes en intensité : $I_p = \frac{V}{R + R_v}$
- les pertes en tension : $V = R_c I_c$
- la tension à la sortie de réglage de tension : $U_2 = \frac{R_v}{R + R_v} U_1$
- l'intensité à la sortie de réglage d'intensité : $I_2 = \frac{R_{ch}}{R_c + R_{ch}} I_1$ tel que :

R_{ch} : la résistance équivalente de la cellule d'électrolyse.

Ce montage peut être utilisé en mode intensiostatique (à courant imposé) ou potentiostatique (à tension imposée).

I.1.6. Le circuit électrique complet de notre projet :

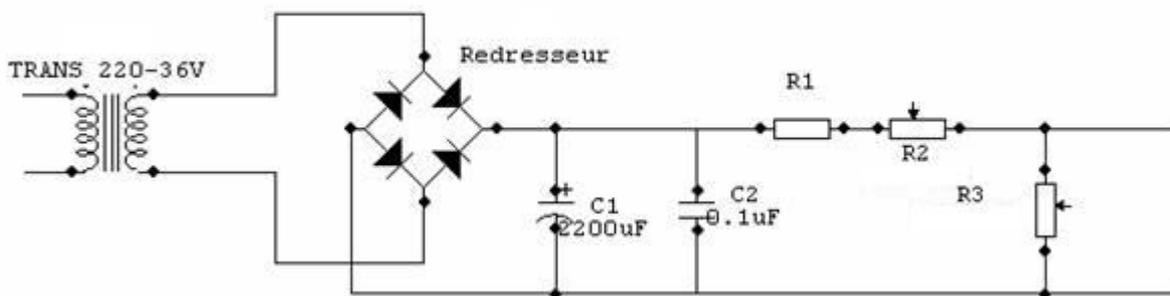


Fig.3-14.le circuit électrique final.

Dans ce montage on utilise :

- Un transformateur qui transforme le courant alternatif (220V-50Hz) en un courant alternatif (36V-50Hz) pour une tension max 50V.
- Un pont redresseur à diode. On préfère utiliser des diodes BYV32-200 à boîtier TO220 ce diode peut supporter un courant de 20A, 200V et sa tension de seuil de 1.2V.
- Un condensateur chimique C1 de capacité 2200μF qui peut supporter 50V.

- Un condensateur céramique C2 de capacité $0.1\mu\text{F}$ qui peut supporter 50V.
- Une résistance R1 constante de 1Ω .
- Une résistance variable R2 de $1 < R2 < 400\text{K}\Omega$.
- Une résistance variable R3 de $1 < R3 < 150\text{K}\Omega$.

Remarque importante :

On peut utiliser pour le réglage de la tension un autotransformateur afin d'éliminer le risque des chutes de tensions, et comme ça on enlève les résistance de réglage. [13], [14]

I.2. Le chauffage :

Pour le chauffage on utilise une résistance électrique plongée ou une plaque chauffante, résistance céramique, gaz...

I.3. L'agitation :

Pour l'agitation un agitateur à moteur électrique (plongé) ou un agitateur magnétique (à l'échelle industrielle on utilise une circulation du bain en circuit fermé avec un système de filtration et pompe).

I.4. La cuve :

I.4.1. forme

La forme de la cuve de laboratoire est soit cylindrique soit parallélépipédique, mais la plus couramment utilisée est la dernière. Les dimensions d'une cellule d'électrolyse dépendent de la quantité de travail souhaité, et peut trouver des cuves de longueur de plus de 20m.

I.4.2. matière

Suivant le milieu on choisi le matériau de la cuve. Pour les électrolyseurs industriels, on peut fabriquer des cellules par du béton qui peuvent fonctionner à des intensités relativement élevées (30000A). Ces réservoirs en béton, protégés et imperméabilisés par une couche de goudron sont très utilisés dans la production et le raffinage électrolytique des métaux. On peut trouver des cuves en bois traité sur la surface mais il tend à être remplacé par des résines synthétiques tels que la phénol-formaldéhyde et d'autres types de polymères qui sont non seulement inattaquables en milieu oxydant, mais qui résistent à des températures pouvant atteindre 100°C et parfois supérieures. [3]

I.4.3. disposition des composants :

La disposition globale des différents composants de l'électrodéposition sont présentés dans la figure 3-16

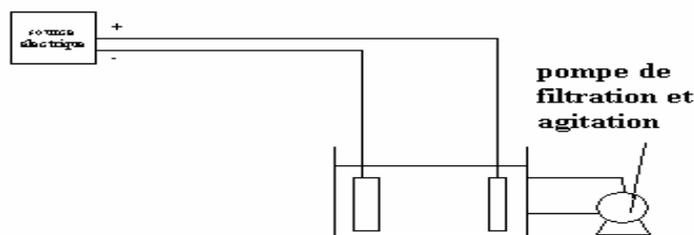


Fig.3-16. disposition des composants dans la cuve.

I.5. Les portes électrodes

Les portes électrodes sont des tiges et les pièces sont suspendues à l'aide des crochets. Elles sont métalliques (généralement en cuivre). L'alimentation est connectée aux extrémités des portes électrodes

I.6. Contrôle de l'intensité de courant :

- un ampèremètre pour mesurer le courant à la sortie du générateur
- un ampèremètre pour mesurer le courant aux bornes de la cellule

I.7. Contrôle de la tension :

- un voltmètre pour mesurer le voltage à la sortie du générateur
- un voltmètre pour mesurer le voltage aux bornes de la cellule

I.8. Contrôle de la température : - un thermocouple plongé (sonde Pt 100)

I.9. Contrôle de l'agitation - contrôle de la vitesse de rotation du moteur.

I.10. Contrôle de pH - un pH-mètre.

I.11. Types de montage et de disposition des électrodes :

Pour réaliser une opération d'électrolyse il nous faut un certain montage spécifique avec un électrolyte spécial dont la nature varie avec la nature de l'opération désirée. Le circuit électrique comprend une source de courant continu réglable en tension et en intensité ou un redresseur avec un dispositif de réglage. On établit aux bornes de la cellule une tension définie, variable suivant le métal et la composition du bain, à laquelle correspond une intensité spécifique.

On distingue trois types de montage dans une cellule à utilisation générale :

1. le montage potentiostatique : dans ce montage on impose la tension appliquée aux bornes de la cellule.

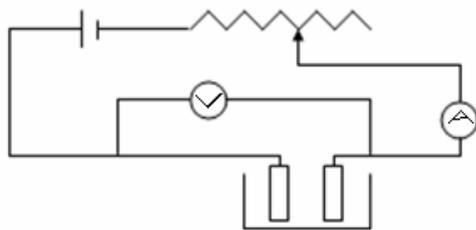


Fig.3-17. schéma d'un montage potentiostatique.

2. le montage intensiostatique : ici on impose l'intensité de courant qui passe dans la cellule.

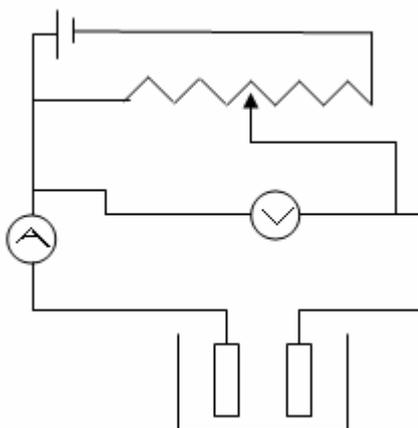


Fig.3-18. schéma d'un montage intensiostatique.

3. le montage mixte : dans ce montage on a un contrôle total sur la tension et l'intensité, il contient deux résistance variable l'une est branchée en série et l'autre en parallèle.

La disposition des électrodes dans la cellule peut varier. On peut utiliser des électrodes planes disposées verticalement (Fig.3-19), des électrodes planes horizontales (Fig.3-20) avec l'anode en haut, des électrodes horizontales avec l'anode en bas, des électrodes cylindriques coaxiales (Fig.3-21).

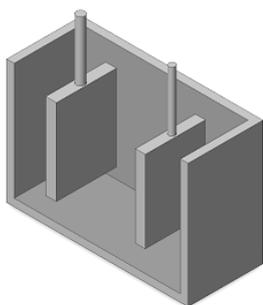


Fig.3-19. Electrodes disposées verticalement

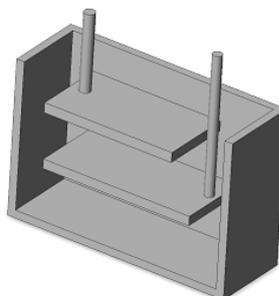


Fig.3-20. Disposition horizontale.

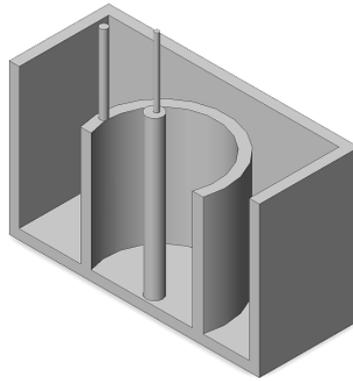


Fig.3-21. Deux électrodes cylindriques coaxiales.

La disposition des électrodes verticalement est le cas le plus utilisé à cause de sa simplicité et la rapidité de monter et démonter l'appareillage. Le cas des électrodes horizontales avec la cathode en bas et l'anode en haut peut apporter une augmentation de la vitesse de déposition à cause de l'effet gravitationnel mais l'inconvénient de cette méthode réside dans la déposition de impuretés lourdes sur le dépôt ce qui nous a amené à inverser la disposition. L'autre disposition proposée, deux électrodes cylindriques coaxiales, est utilisée pour faire un dépôt sur une surface cylindrique.

II. Réalisation de l'appareil de galvanoplastie

II.1. Montage du redresseur :

II.1.1 Les composants de notre redresseur :

- 1) Le transformateur : On utilise un autotransformateur de plage de tension allant de 0 à 240V, de la forme suivante :

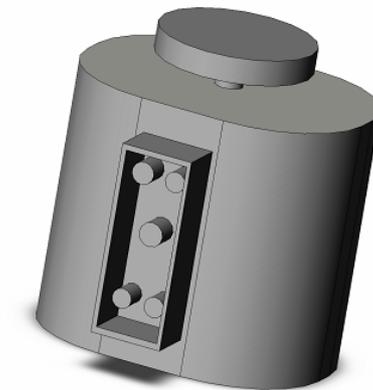


Fig.4-1. La forme générale de l'autotransformateur utilisé.

Pour cet autotransformateur, on a un bouton cylindrique tournant au dessus qui sert à varier la tension, le schéma d'alimentation et d'utilisation est représenté dans la figure 4-2 :

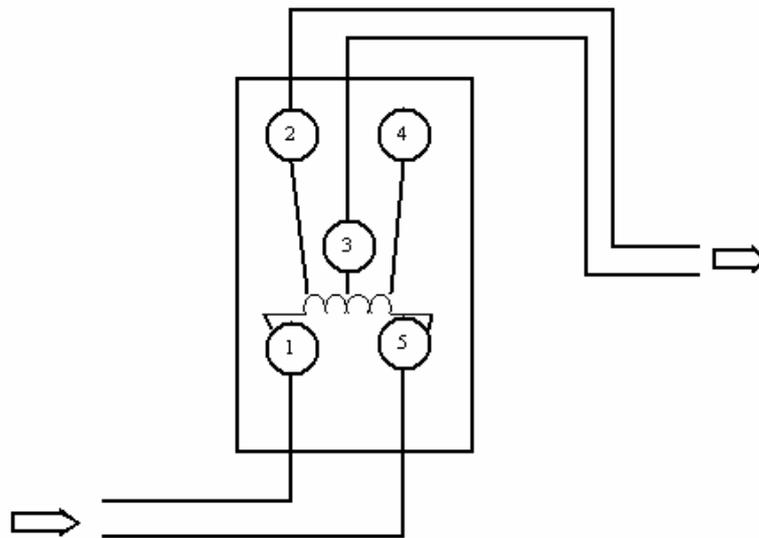


Fig.4-2. Schéma de montage de l'autotransformateur.

- 2) Le pont de diode : Le pont de diode utilisé est constitué de quatre diodes qui peuvent supporter une intensité de courant de 20A et une tension inverse de 120V, elle est de la forme générale comme le montre la figure suivante :

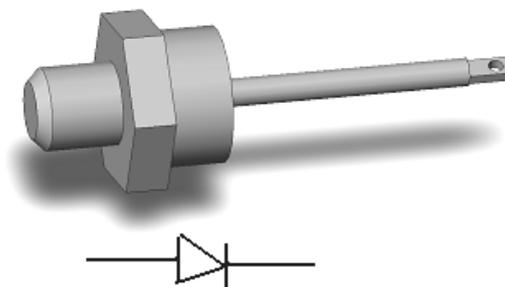


Fig.4-3. Représentation de la diode utilisée.

Le pont est constitué de quatre diodes montées d'une manière spécifique (voir la partie conception).

- 3) La capacité : On utilise pour le filtrage de courant une capacité chimique polarisée de 3200 μ F, qui peut supporter une tension de 25V, elle est de la forme suivante :

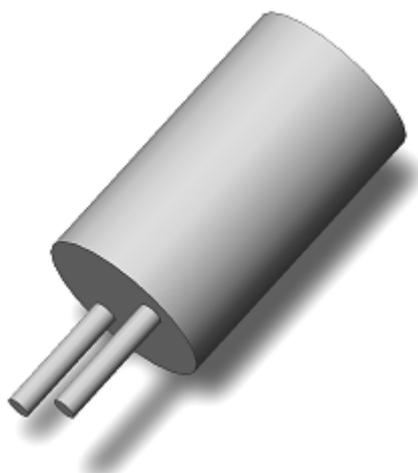


Fig.4-4. Représentation d'une capacité.

- 4) L'inductance (self) : On a utilisé dans notre montage deux selfs, chaque une a une inductance de 40mH pour le lissage du courant. La forme du self est identique que celle de la capacité mais plus petite.
- 5) Le réglage de la tension : dans notre montage on peut varier la tension à l'aide de l'autotransformateur ou à l'aide d'une résistance reliée en série avec la cellule.
- 6) Le réglage de l'intensité : on utilise la même résistance utilisée dans le réglage de la tension pour le réglage de l'intensité, pour cela on la branche en parallèle avec la cellule.
- 7) Le contrôle de la tension : On utilise un voltmètre relié en parallèle aux bornes de la cellule.
- 8) Le contrôle de l'intensité : On utilise un ampèremètre relié en série avec la cellule.

- 9) Le câblage : Il faut utiliser le câblage suivant l'intensité qui va le traverser, dans notre cas on utilise des fils de diamètre 2.5mm ou plus.

II.1.2. Le montage :

On monte notre redresseur selon le schéma suivant :

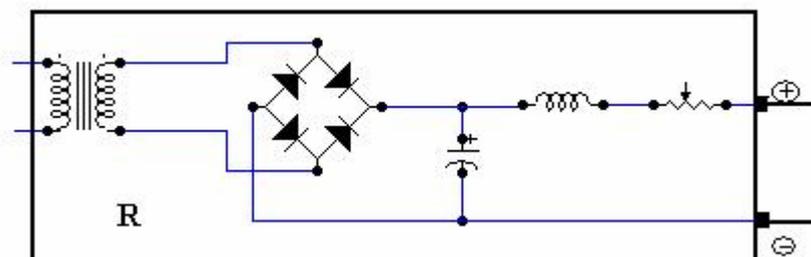


Fig.4-5. Schéma montrant le montage du redresseur.

De gauche à droite on a : l'autotransformateur, le pont de diode, la capacité chimique, l'inductance, la résistance variable, et la sortie du redresseur.

II.1.3. Précaution d'emploi :

Ce montage et à cause de la présence de la capacité qui ne peut supporter que 25V en maximum, doit être relié à un indicateur de tension pour ne pas dépasser 20V comme mesure de sécurité. Aussi il faut assurer que l'intensité de courant ne dépasse pas la valeur supportable par les composants et le câblage, cette valeur est estimée à 10A, c'est-à-dire si on utilise ce dispositif pour un dépôt qui consomme $2A/dm^2$, on ne peut pas dépasser $5dm^2$ de la surface cathodique immergée dans l'électrolyte.

II.2. Les portes électrodes :

Ce sont des tiges en cuivre maintenues horizontalement de telle façon à recevoir les électrodes à suspendre, elles sont de la forme :



Fig.4-6. Tige servant comme porte électrodes

II.3. La cuve : Dans notre travail, on a utilisé un Becher en verre pyrex de capacité de 600ml.

II.4. Le système de chauffage : Il est constitué d'une plaque chauffante qui peut assurer un chauffage jusqu'à $300^{\circ}C$.

II.5. Le système de l'agitation : C'est un agitateur mécanique plongé dans la cuve avec la possibilité de varier la vitesse de l'agitation.

II.6. Le montage complet :

Le montage expérimental complet utilisé est représenté sur le schéma suivant :

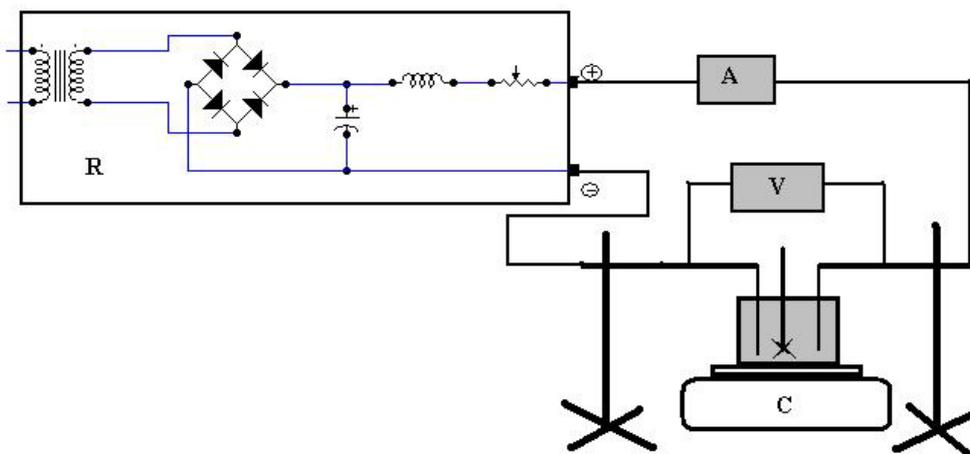


Fig.4-7. Schéma représentant le montage expérimental utilisé.

R- redresseur constitué d'un autotransformateur, un pont de diode, une capacité, une inductance et une résistance variable.

A- ampèremètre.

V- voltmètre

C- plaque chauffante

La borne négative du redresseur est reliée à la cathode, et la borne positive est reliée à l'anode.

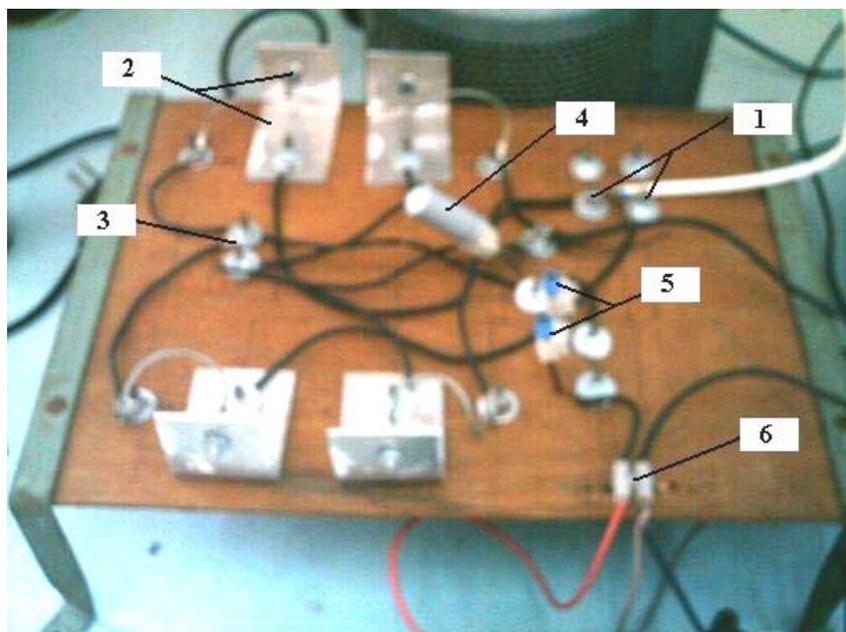


Fig.4-8. Photographie du redresseur réalisé.

1- L'entrée du redresseur.

2- Une diode avec son radiateur (sur la photo on voit quatre diodes qui construisent le pont de diode).

3- La sortie du pont de diode.

- 4- Une capacité.
- 5- deux selfs (inductances) reliés en série.
- 6- La sortie du redresseur.

II.7. Contrôle de fonctionnement :

Pour s'assurer du bon fonctionnement de notre redresseur, on a effectué deux opérations de revêtement métallique, la première consiste à nickeler une pièce et la deuxième à la chromer et voici le bilan de ces opérations :

II.7.1. Le nickelage :

Pour cet essai on a choisi un bain de nickelage constitué de sulfate de nickel six fois hydraté 200gr/l, chlorure d'ammonium 25gr/l, acide borique 30gr/l sous une tension de 4 volts et une densité de courant de $8A/dm^2$ à une température de $50^{\circ}C$ avec agitation, la durée de l'opération est 15minutes et l'anode est en nickel.

A la fin de l'opération on a obtenu un dépôt de nickel blanc brillant comme le montre la figure suivante :



Ech/Ni-Teste

II.7.2. Le chromage :

Le bain de chromage est constitué de l'anhydride chromique 250gr/l, et de l'acide sulfurique 2.5gr/l sous une tension de 5volts et une intensité de courant de $26A/dm^2$, la température du bain au cours de l'essai était de $50^{\circ}C$ et la durée était 15minutes, l'anode est en plomb et la cathode est en cuivre déjà nickelée au premier essai.

Le résultat obtenu est un dépôt blanc brillant comme le montre la figure suivante :



Ech/Cr-teste

Et par ces deux testes on a assuré que notre redresseur peut donner des résultats promettant à l'échelle du laboratoire.

III

ETUDE DE REVETEMENT DE NICKEL ET DE CHROME

I. Etude expérimentale des revêtements de Nickel et de Chrome sur le Cuivre

Nous avons réalisé une étude expérimentale du nickelage et du chromage sur un support de cuivre. Le but de cette étude est d'optimiser les paramètres des revêtements pour pouvoir ensuite utiliser le redresseur réalisé et vérifier sa fiabilité.

I.1 Les opérations de préparation de surface :

I.1.1 Procédés mécaniques (Le polissage mécanique) :

Il consiste à polir la surface en faisant subir à l'échantillon des passes de polissage successives au moyen d'abrasifs de grosseurs de grains décroissantes, chaque passe efface les rayures laissées par la précédente. On utilise pour le polissage de finition de la pâte diamantée ou de l'alumine.

I.1.2 Procédés chimiques

I.1.2.1 Dégraissage

- **Par saponification (solution alcaline)**
 - **Bain** : Solution à base de soude avec une teneur de 30 à 50 gr/l; on peut utiliser : carbonate de sodium; phosphate tri-sodique; silicate de soude.
 - **La température** : 50 à 70 °C
 - **Le temps** : entre 1 et 15 minutes (moins 5mn avec l'agitation)
- **Dégraissage acide**
 - **Bain** : On utilise des liquides détergents, moussants et solubles dans l'eau, la teneur est de 80 à 130 gr/l
 - **La température** : entre 30 et 35 °C
 - **Le temps** : de 10 à 20 minutes
- **Rinçage après dégraissage** : On fait deux rinçages, le premier est à l'eau chaude à 60°C et le deuxième à l'eau froide courante

I.1.2.2 Décapage

- **Par acide sulfurique H_2SO_4**
- **Concentration** : 96% en masse
- **Température** : 70 à 80 °C
- **Temps** : " très court, inférieur à 30mn "

- **Par acide chlorhydrique HCl**
- **Concentration** : 35 à 39% en masse
- **Température** : 18 à 20 °C
- **Temps** : environ 30 minutes
- **Rinçage après décapage** : A l'eau courante (sauf pour le décapage sulfurique, on fait le premier rinçage à l'eau chaude à 45°C)

I.1.3. Procédés électrochimiques

I.1.3.1 Polissage électrolytique

- **Les électrodes** : La pièce à polir constitue l'anode, la cathode est inattaquable en platine ou en graphite. Les électrodes sont suspendues dans le bain comme le montre la figure suivante :

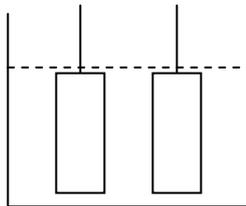


Fig.5-1. Disposition des électrodes dans la cellule de polissage électrolytique

- **Le bain** : En général, on utilise des solutions à base de ClO_4^- , comme exemple de bains utilisés pratiquement on a :
 - - acide perchlorique et anhydride acétique;
 - - acide acétique et perchlorate
 - ...
- **La tension** : Elle peut varier entre 10 et 50V
- **La densité de courant** : On utilise de faibles densités inférieures à $1\text{A}/\text{dm}^2$.
- **La température** : Ne dépasse pas 50°C
- **Le temps** : Suivant l'alliage et l'état de surface désiré. [15]

I.1.3.2 Dégraissage électrolytique

Sur le tableau suivant, on cite les conditions de dégraissage les plus utilisées :

	Bain cyanuré	Bain sans cyanure	Bain pour l'aluminium
Cyanure de sodium	35 ± 15 g/L	-	-
Soude caustique	40 ± 20 g/L	10 à 40 g/L	
Carbonate de soude	15 ± 5 g/L	15 à 30 g/L	
Phosphate trisodique	45 ± 25 g/L	10 à 40 g/L	90 g/L
Aluminate de soude			10 à 15 g/L
Métasilicate		50 ± 20 g/L	
Température	< 30 °C	50 ± 10 °C	35 ± 5 °C
Densité de courant anodique	4 à 6 A/dm ²	6 à 9 A/dm ²	
Temps d'attaque			
acier	10 à 20 s	30 à 30 s	
acier traité	20 à 40 s	30 à 40 s	
cuivre	5 à 10 s	10 à 20 s	
zinc et zamac	ne pas pratiquer	5 à 15 s	
Densité de courant cathodique	7 à 10 A/dm ²	10 à 15 A/dm ²	8 à 10 A/dm ² pendant 3 à 5 min
Temps d'attaque			
acier	60 à 90 s	80 à 150 s	
acier traité	40 à 60 s	60 à 120 s	
cuivre	40 à 70 s	60 à 90 s	
zinc et zamac	20 à 40 s	40 à 80 s	

Tab.5-1. Quelques procédés de dégraissage électrolytiques. [16]

- **Les électrodes** : La pièce à dégraisser constitue l'anode de la cellule
- **Le bain** : En général, on utilise une solution à base de sodium comme : soude; carbonate de sodium; cyanure de sodium...; de concentration de 45 à 90 gr/l
- **La densité de courant** : Entre 4 et 10 A/dm²
- **La température** : Entre 50 et 90 °C
- **Le temps** : Entre 30 secondes et 2 minutes

I.1.3.3 Décapage électrolytique :

Ce type de décapage est généralement pratiqué sur des aciers inoxydables. Les objectifs visés sont multiples :

- accélération de la pénétration du proton dans la couche d'oxydes (sous l'effet du champ électrique) ;
- réduction des oxydes « supérieurs » (calamines) en protoxyde de fer FeO;

- action des dégagements gazeux (oxygène + hydrogène) à l'interface métallique, résultant de l'alternance des polarisations anodique et cathodique, et favorisant la desquamation de la couche de calamine ;
- meilleur contrôle des conditions de décapage ;
- gain de productivité.

L'électrolyte utilisé, pour les aciers austénitiques, est généralement à base de sulfate et peut être acide ou neutre. Le décapage se fait à chaud afin d'éviter la cristallisation des sulfates métalliques. Les aciers ferritiques peuvent être décapés en milieu nitrique dilué, tout en conservant une très bonne brillance. Ce procédé présente un certain nombre d'inconvénients, essentiellement technologiques, liés au fait de l'utilisation d'un électrolyte, fortement concentré, en circuit fermé. Les contraintes environnementales tendent à pénaliser ce procédé en raison de la formation des sous-produits du décapage (nickel et chrome généralement hexavalent). Le tableau suivant donne des procédés de décapage électrolytique de quelques métaux :

	Composition	Utilisation	Remarques
Fer et aciers non alliés	200 à 500 ml/L HCl inhibiteur	température ambiante 5 s à 5 min	agitation des pièces recommandée pollution en fer maximale : 120 g/L
	200 à 250 ml/L H ₂ SO ₄ inhibiteur	40 à 50 °C jusqu'à 10 min	pollution en fer maximale : 80 g/L
Fontes	40 à 50 ml/L HF 10 à 15 ml/L H ₂ SO ₄	température ambiante 10 à 15 min	
	300 ml/L H ₂ SO ₄	température ambiante 30 à 60 s	décapage anodique 20 ± 10 A/dm ²
Aciers inoxydables	100 ml/L d'HNO ₃ 20 à 30 ml/L HCL (40 %)	température ambiante	
	150 ± 25 g/L Fe ₂ (SO ₄) ₃ 50 ± 10 g/L HF (40 %)	température ambiante	
	240 à 400 ml/L H ₂ SO ₄	30 à 35 °C	décapage anodique 20 A/dm ²
Cuivre	20 à 25 ml/L H ₂ SO ₄	température ambiante plusieurs minutes	nécessite une dépassivation
	30 à 40 g/L CrO ₃ et 50 à 200 ml/L H ₂ SO ₄	40 à 50 °C ou 25 °C pour les laitons	dépassive le cuivre

Tab.5-2. Les conditions expérimentales du décapage électrolytique.

I.1.4. Les opérations de préparation et de revêtements :

Dans le schéma qui suit, on représente les différentes étapes d'un procédé de revêtement métallique, on remarque que la première et la grande séquence est la séquence de préparation de surface.

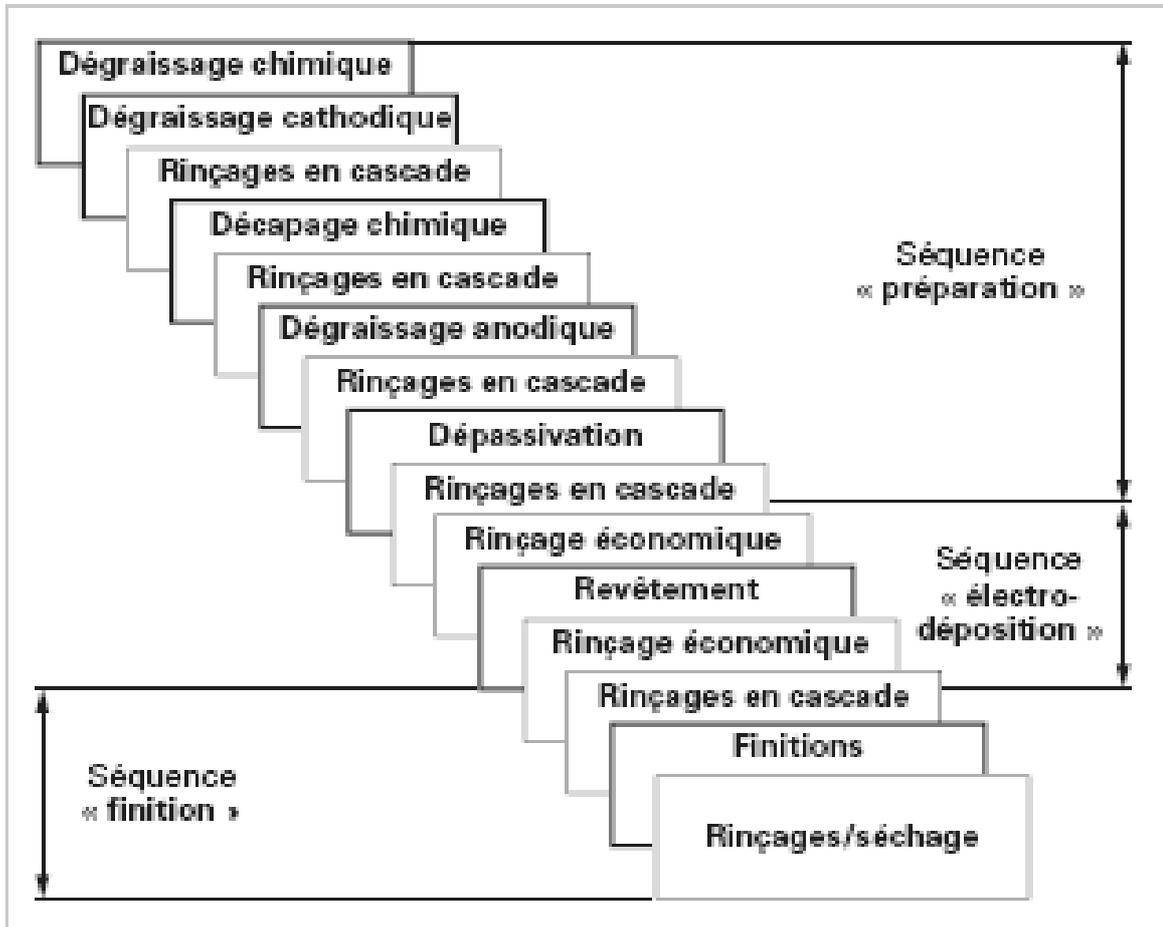


Fig.5-2. Schéma général des opérations de revêtement électrolytique [17]

I.2. Le montage expérimental :

Le montage utilisé est constitué des éléments suivants (Fig.5-3) :

- Une alimentation en courant continu (un redresseur de courant).
- Deux résistances variables pour le réglage du courant et de la tension.
- Un ampèremètre
- Un voltmètre
- Le câblage
- Une cuve : Becher en verre pyrex de capacité de 600ml
- Un agitateur : mécanique plongé avec la possibilité de varier la vitesse d'agitation
- Un système de chauffage : plaque chauffante qui peut aller jusqu'à 300°C

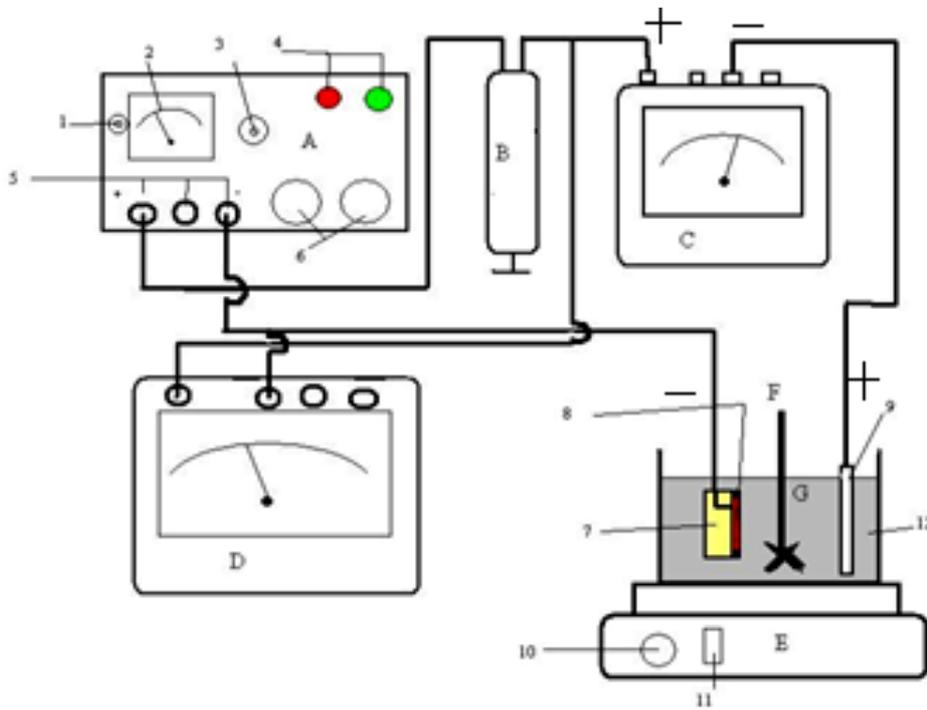


Fig.5-3. Le montage expérimental.

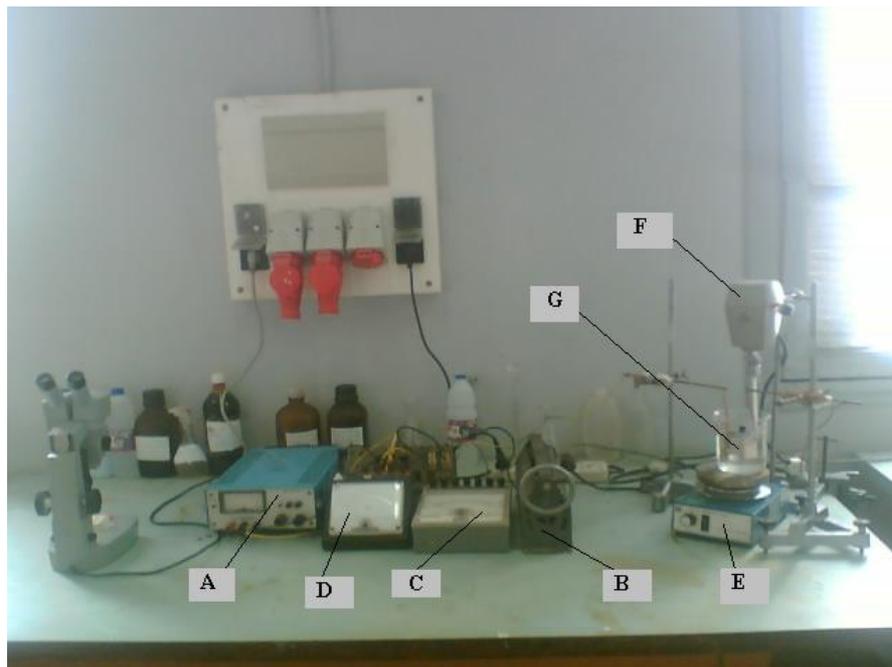


Fig5-4. Photographie du dispositif expérimental.

Légende du circuit :

Redresseur de courant **A**, (la source) contient :

1. Bouton de la mise en marche.
2. Volt et ampèremètre pour le contrôle de la sortie.
3. Choix du mode de réglage : intensiostatique ou potentiostatique.
4. Deux voyants lumineux.

5. La sortie électrique : à gauche le pôle positif, en milieu la terre, à droite le pôle négatif.
6. Réglage de tension et/ou de courant.

Résistance variable **B**.

Ampèremètre **C**.

Voltmètre **D**.

Plaque chauffante **E**, contient :

10. Réglage de la température.
11. Bouton de la mise en marche.

Agitateur **F**.

La cellule **G**, contient :

7. Enrobage de l'échantillon (isolation des autres surface).
8. La surface exposée de l'échantillon (la cathode).
9. L'anode.
12. L'électrolyte.

La cellule doit être alimentée par un courant continu réglable, ci pour cela on utilise le redresseur mentionné dans le circuit, le but du redresseur est de convertir le courant alternatif en un courant continu. Le redresseur utilisé a plusieurs fonctions dont :

- ✓ La possibilité de régler la tension entre zéro et quarante volts (le maximum nécessaire est de 20V).
- ✓ La possibilité de régler l'intensité de courant entre zéro et deux ampères (pour nos échantillons on a besoin de 1.8A maximum).
- ✓ Afficher la tension ou l'intensité sortante de la source à l'aide de l'indicateur intégré.
- ✓ Deux voyants lumineux : le rouge indique que le montage est en mode intensiostatique, et le vert indique que le montage est en mode potentiostatique.

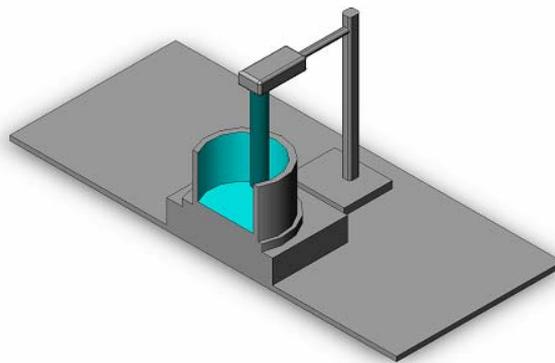


Fig.5-5. Le montage de l'agitateur

I.3. Préparation des électrodes :

I.3.1. Préparation des plaques :

On découpe une plaque de cuivre d'épaisseur de 1.5mm et de largeur de 2.5cm en pièces de longueur 2.5cm.

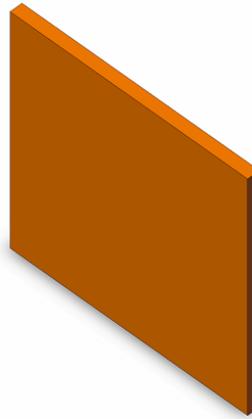


Fig.5-6. la forme de la plaque après découpage.

I.3.2. Soudage des fils :

On perce chaque plaque comme il est indiqué sur la figure 5-7, et on fait entrer un fil électrique dans le trou. Par l'application d'une pression mécanique à l'aide d'un marteau, ainsi le fil va s'élargir dans le trou d'où une bonne liaison et une bonne conductivité.

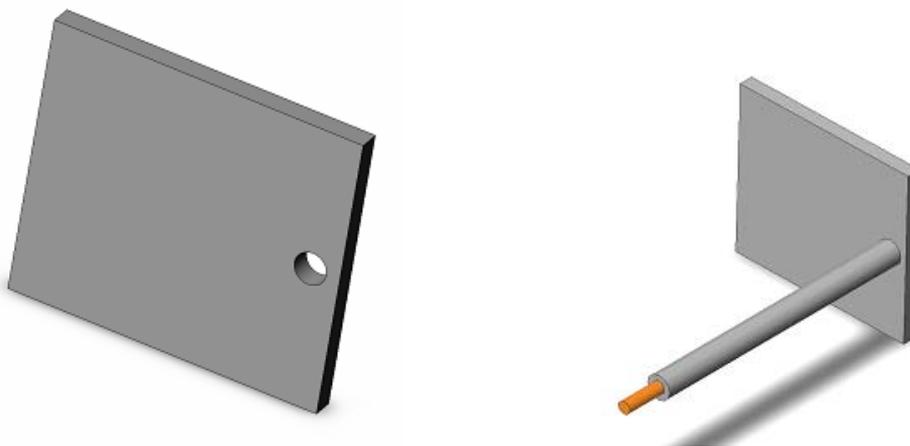


Fig.5-7. La forme de la plaque percée et de la plaque reliée au fil électrique.

I.3.3. Enrobage :

On fait l'enrobage pour isoler quelques surfaces pour la précision des mesures, et au même temps pour faciliter la manipulation de l'électrode. L'enrobage effectué dans notre cas est à la résine organique. On mélange deux volumes de la résine (en poudre) avec un volume d'un réactif approprié, on met notre plaque qui est déjà reliée au fil dans un moule d'enrobage de forme cylindrique (le fil vers le haut), et on verse le mélange au dessus et on attend pendant une quinzaine

de minutes tant qu'on assure la solidification complète de la résine. Après la solidification de la résine, on fait dégager notre électrode prête à polir.

I.3.4. Polissage :

Le polissage est effectué sur une polisseuse mécanique à disque tournant, le polissage est effectué à l'aide des disques abrasifs de granulométrie de 180-400-600.

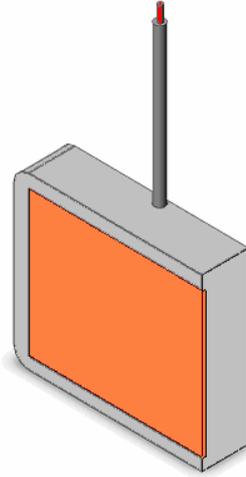


Fig.5-8. Forme générale d'une électrode.

I.3.5. Les anodes :

L'anode utilisée en nickelage est une plaque de nickel de dimensions $3 \times 6 \text{ cm}^2$

L'anode utilisée en chromage est une plaque en plomb de dimensions $3 \times 6 \text{ cm}^2$

I.4. Préparation des bains :

I.4.1. Préparation des bains de nickelage :

Le bain de nickelage utilisé est constitué de

- sulfate de nickel six fois hydraté ($\text{NiSO}_4, 6\text{H}_2\text{O}$)
- chlorure d'ammonium NH_4Cl
- acide borique H_3BO_3

Dans les expériences, on a utilisé trois bains qui diffèrent entre eux par la teneur de sulfate de nickel. Chaque bain est de 400ml. Les compositions sont comme suit :

$(\text{NiSO}_4, 6\text{H}_2\text{O})$	160 gr/l	\Rightarrow	64 gr/400 ml
NH_4Cl	25 gr/l	\Rightarrow	10 gr/400 ml
H_3BO_3	30 gr/l	\Rightarrow	12 gr/400 ml

$(\text{NiSO}_4, 6\text{H}_2\text{O})$	180 gr/l	\Rightarrow	72 gr/400 ml
NH_4Cl	25 gr/l	\Rightarrow	10 gr/400 ml
H_3BO_3	30 gr/l	\Rightarrow	12 gr/400 ml

$$\begin{cases} (NiSO_4, 6H_2O) & 200 \text{ gr/l} \Rightarrow 80 \text{ gr/400 ml} \\ NH_4Cl & 25 \text{ gr/l} \Rightarrow 10 \text{ gr/400 ml} \\ H_3BO_3 & 30 \text{ gr/l} \Rightarrow 12 \text{ gr/400 ml} \end{cases}$$

Les pesés sont faits à l'aide d'une balance numérique de deux chiffre après la virgule

On ajoute la composition du bain choisi à 400ml d'eau distillée.

I.4.2. Préparation du bain de chromage :

Ce bain est constitué de :

- anhydride chromique CrO_3 250gr/l
- acide sulfurique H_2SO_4 2.5gr/l

L'anhydride chromique est solide, donc il est pesé directement à la balance citée ci-dessus.

L'acide sulfurique est liquide de densité de 1.87gr/cm^3 (équivalent de 1.87gr/ml). Donc on convertit la masse en un volume de la manière suivante :

$$\left. \begin{array}{l} 1.87\text{gr} \rightarrow 1\text{ml} \\ 2.5\text{gr} \rightarrow x\text{ml} \end{array} \right\} \Rightarrow x = \frac{2.5 \times 1}{1.87} = 1.337\text{ml}$$

Donc on ajoute 1.337ml de l'acide sulfurique à une litre d'eau distillée

I.5. La démarche des essais :

On réalise et on vérifie le montage comme il est indiqué à la figure 4.II.1, le voltmètre et l'ampèremètre sont réglés pour lire les valeurs de courant continu, le voltmètre est branché au calibre 15, et l'ampèremètre au calibre 0.5. On pose le Becher sur la plaque chauffante, on le remplit par le bain choisi pour l'opération à effectuer, on met en marche la plaque chauffante et l'agitateur pendant quelques instants pour homogénéiser la température de bain qui est déjà réglée à l'aide du bouton tournant de la plaque. On place les électrodes dans le bain (après la préparation préalable) et on met la source en marche au même temps on déclenche le chronomètre pour le calcul du temps.

On poursuit l'expérience en décrivant :

- ✓ Numéro et but de l'expérience.
- ✓ Numéro de l'essai et de l'échantillon
- ✓ Nature et préparation des électrodes.
- ✓ La nature du bain et les concentrations existantes.
- ✓ Les conditions de l'essai.
- ✓ Observations au cours de l'essai.
- ✓ Observations après l'essai.

La lecture de l'intensité et de tension se fait par la méthode habituelle :

$$Valeur = \frac{Valeur \text{ lue} \times \text{Calibre}}{Echelle}$$

Pour l'intensité le calibre égale à 0.5, et l'échelle est de 100 donc :

$$I = \frac{0.5}{100} \text{valeur lue} \Leftrightarrow I = 0.005 \times \text{valeur lue}$$

Pour la tension le calibre égale à 15, et l'échelle est de 150 donc :

$$V = 0.1 \times \text{valeur lue}$$

I.6. Contrôle des revêtements par couloscopie :

La mesure des épaisseurs est une opération nécessaire pour le contrôle et l'estimation de la couche appliquée sur les pièces métalliques. Pour cela différentes méthodes y trouvent leur domaine d'application, parmi ces méthodes on choisira la coulométrie telle que décrite dans les normes : **ISO 2177-BS-5411/4, ASTM B504, DIN 50955 et NF A91-111.**

I.6.1. Définition :

Le couloscope est un appareil de mesure destructif destiné à mesurer l'épaisseur des revêtements les plus courants tels que : l'argent, le cadmium, le nickel, le chrome, le cuivre etc. (Fig.5-9). Ainsi que les revêtements double et triple couche : Cu/Ni/Cu. Exemple sur acier non ferreux et matériaux non conducteurs.

I.6.2. L'équipement de l'appareil :

L'appareil est équipé de deux unités :

I.6.2.1. Unité de contrôle :

Elle sert de base de temps et d'alimentation stabilisée et permet de sélectionner la surface dissoute à l'aide de touche, elle utilise des cartes programmes permettant d'obtenir les conditions optimales de dissolution.

I.6.2.2. Unité de mesure :

Elle positionne la cellule par rapport à la pièce, agite la solution avant et pendant la mesure, et, peut être adaptée à différentes formes géométriques par simple changement du joint.

I.6.3. Mesure et évaluation :

I.6.3.1. Préparation de la mesure :

a) Préparation de la pièce :

Cette étape consiste à s'assurer que la surface est propre et dégraissée et ne contient pas de couche oxydée ou passivée qui provoque l'arrêt de la dissolution.

b) Sélection de la carte programme :

Programmer l'appareil pour le problème de mesure à traiter en insérant la carte programme dans son logement, notons qu'elle contient des informations concernant le revêtement à mesurer en indiquant sa vitesse de dissolution et l'électrolyte approprié.

c) Joint de cellule :

Ce sont des joints qu'on insère au-dessous de la cellule, mise en contact avec la pièce à mesurer selon sa forme et sa dimension.

I.6.4. Procédure de mesure :

Après avoir rempli la cellule par l'électrolyte on immerge l'électrode à l'intérieur de celle-ci, on vérifie que la bonne carte sera sélectionnée et que la touche de joint soit sur le bon repère, ainsi nous démarrons la mesure.

Pendant les cinq premières secondes l'électrolyte est automatiquement dégazifié, l'afficheur est à zéro, puis la dégazification cesse, et, la dissolution commence. L'afficheur augmente progressivement pendant les sept secondes suivantes. Le galvanomètre se met à zéro automatiquement, puis, la dissolution se poursuit, les variations de potentiel sont visualisées sur le galvanomètre à la fin de la mesure. La tension indiquée sur le galvanomètre augmente soudainement jusqu'à 1.5 Volts, la dissolution s'arrête et le résultat est indiqué sur l'afficheur.

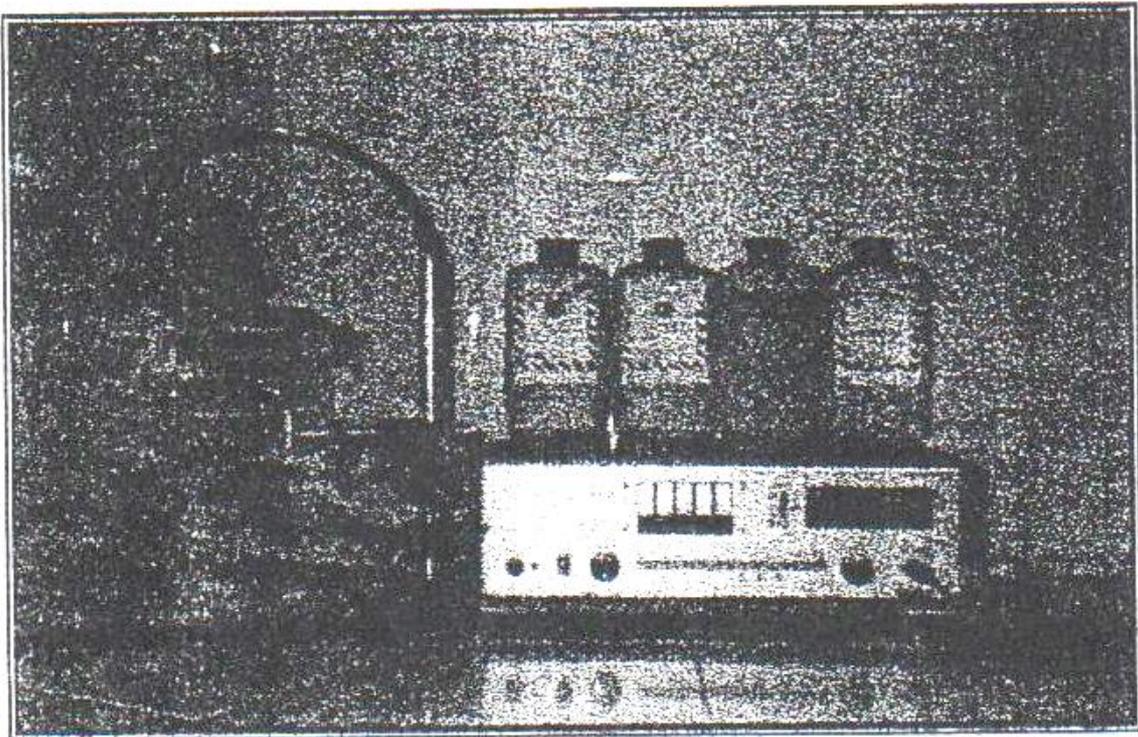


Fig.5-9. Photographie du couloscope.

II. Etude de revêtements de Nickel et de Chrome

II.1. Etude du revêtements de nickel :

II.1.1 Variation de la concentration du sulfate de nickel :

II.1.1.1. Première expérience :

a. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$ 160 gr/l

NH_4Cl 25 gr/l

H_3BO_3 30 gr/l

b. conditions de l'essai :

Les conditions choisies sont :

- température : 50°C
- tension : 4V
- densité de courant : 5A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

c. observation :

Au cours de l'expérience on observe une stabilisation de courant et de tension avec dépôt noir épais sur la cathode et dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. Après l'expérience on observe un dépôt gris-noir uniformément reparti (la matière noire est non adhérente et elle est facilement enlevée par rinçage)

II.1.1.2. Deuxième expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$ 180 gr/l

NH_4Cl 25 gr/l

H_3BO_3 30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 50°C
- tension : 4V
- densité de courant : 5A/dm²
- temps : 20 minutes

- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'expérience on a une stabilisation de courant et de tension et dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. Après l'expérience on observe un dépôt brillant uniformément reparti sur la surface avec des piqûres au voisinage de angles vifs.

II.1.1.3. Troisième expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$	200 gr/l
NH_4Cl	25 gr/l
H_3BO_3	30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 50°C
- tension : 4V
- densité de courant : 5A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation : au cours de l'essai stabilisation de courant et de tension et dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. Après l'essai on observe un dépôt brillant uniformément reparti avec des piqûres sur la surface.

II.1.2. Variation de la densité de courant :

II.1.2.1. Première expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$	180 gr/l
NH_4Cl	25 gr/l
H_3BO_3	30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 50°C
- tension : 4V
- densité de courant : 3A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai stabilisation de courant et de tension avec dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. Après l'essai on observe un dépôt uniforme brillant avec peu de piqûres essentiellement au voisinage des angles vifs.

II.1.2.2. Deuxième expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$	180 gr/l
NH_4Cl	25 gr/l
H_3BO_3	30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 50°C
- tension : 4V
- densité de courant : 4A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. Après l'essai on obtient un dépôt brillant blanc uniforme avec un peu de piqûres.

II.1.2.3. Troisième expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$	180 gr/l
NH_4Cl	25 gr/l
H_3BO_3	30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 50°C
- tension : 4V
- densité de courant : 7A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai stabilisation de courant et de tension avec dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. On observe après l'essai un dépôt brillant uniforme avec très peu de piqûres.

II.1.2.4. Quatrième expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$	180 gr/l
NH_4Cl	25 gr/l
H_3BO_3	30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 50°C
- tension : 4V
- densité de courant : 8A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai Fluctuation de courant et de tension mais après 8 minutes ils se stabilisent. On observe après l'essai un dépôt brillant avec peu de piqûres.

II.1.3. Variation de la température :

II.1.3.1. Première expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$	180 gr/l
NH_4Cl	25 gr/l
H_3BO_3	30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 25°C
- tension : 4V
- densité de courant : 5A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai on observe une légère fluctuation de courant avec une tension stable; dégagement de gaz sur la cathode. On observation après l'essai un dépôt uniforme brillant avec des piqûres.

II.1.3.2. Deuxième expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$ 180 gr/l

NH_4Cl 25 gr/l

H_3BO_3 30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 40°C
- tension : 4V
- densité de courant : 5A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai on a observé des fluctuation de courant et stabilisation de tension avec dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. Après l'essai on observe un dépôt brillant uniforme avec des piqûres.

II.1.3.3. Troisième expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$ 180 gr/l

NH_4Cl 25 gr/l

H_3BO_3 30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 90°C
- tension : 4V
- densité de courant : 5A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec dégagement de gaz sur les arêtes de la cathode et après l'essai un dépôt uniforme brillant avec peu de piqûres.

II.1.4. Variation du temps :

II.1.4.1. Première expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$	180 gr/l
NH_4Cl	25 gr/l
H_3BO_3	30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 90°C
- tension : 4V
- densité de courant : 5A/dm²
- temps : 10 minutes
- avec agitation

3. observation

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode et après l'essai un dépôt uniforme brillant.

II.1.4.2. Deuxième expérience :

1. le bain :

$(NiSO_4, 6H_2O)$	180 gr/l
NH_4Cl	25 gr/l
H_3BO_3	30 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 90°C
- tension : 4V
- densité de courant : 5A/dm²
- temps : 40 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai on observe des fluctuations de courant avec tension stable, et après l'essai un dépôt blanc laiteux.



Fig.6-1. Photographies des échantillons de nickelage

II.2. Etude de revêtement de chrome :

II.2.1 Variation de la densité de courant :

II.2.1.1. Première expérience :

1. le bain :

CrO_3	250 gr/l
H_2SO_4	2,5 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : ambiante
- tension : 6V
- densité de courant : 10A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec fort dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. Après l'essai on observe un dépôt brillant. Ce dépôt est uniforme et sans piqûres sauf sur les angles vifs.

II.2.1.2. Deuxième expérience :

1. le bain :

CrO_3	250 gr/l
H_2SO_4	2,5 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : ambiante
- tension : 6V
- densité de courant : 12A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec fort dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode. Et après l'essai un Dépôt brillant très fin. Ce dépôt est uniforme et avec quelques piqûres sur les angles vifs.

II.2.1.3. Troisième expérience :

1. le bain :

CrO_3	250 gr/l
H_2SO_4	2,5 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : ambiante
- tension : 6V
- densité de courant : 16A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec fort dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode et après l'essai un dépôt gris sur les arrêtes, brillant au milieu sans piqûres.

II.2.1.4. Quatrième expérience :

1. le bain :

CrO_3	250 gr/l
H_2SO_4	2,5 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : ambiante
- tension : 6V
- densité de courant : 20A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec fort dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode et après l'essai un dépôt brillant.

II.2.2. Chromage à 60°C :

1. le bain :

CrO_3	250 gr/l
H_2SO_4	2,5 gr/l

2. conditions de l'essai

- température : 60°C

- tension : 6V
- densité de courant : 20A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

3. observation :

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec fort dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode et après l'essai un dépôt uniforme laiteux.

II.2.3. Conditions industrielles de chromage :

II.2.3.1. le bain :

CrO_3	250 gr/l
H_2SO_4	2,5 gr/l

II.2.3.2. conditions de l'essai

- température : 60°C
- tension : 6V
- densité de courant : 27A/dm²
- temps : 20 minutes
- avec agitation

II.2.3.3. observation :

Au cours de l'essai on observe une stabilisation de courant et de tension avec fort dégagement de gaz sur les arrêtes de la cathode et après l'essai un dépôt brillant. Ce dépôt est uniforme et sans piqûres.



Fig.6-2. Photographie des échantillons résultants

II.3. Croissance de l'épaisseur des revêtements :

II.3.1. Le nickelage :

Après la réalisation des opérations de nickelage on a mesuré l'épaisseur de quelques échantillons par couloscopie, les résultats de ces mesures sont donnés dans le tableau 6-1

II.3.1.1. Influence de la densité de courant

La densité de courant i (A/dm ²)	3	4	7	8
L'épaisseur en μm	5.34	8.25	14.16	16.33

Tab.6-1. Variation de l'épaisseur en fonction de la densité de courant

Les résultats de ce tableau sont représentés sur le graphe suivant :

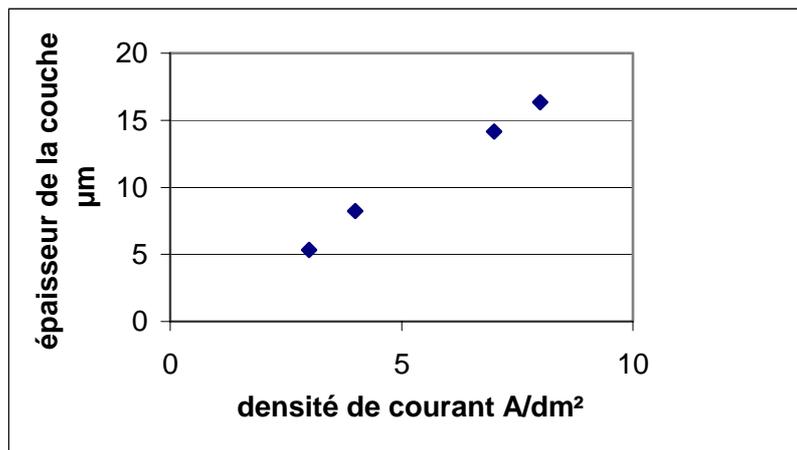


Fig.6-3. Représentation graphique de la variation de l'épaisseur de la couche de nickel en fonction de l'augmentation de la densité de courant.

Dans ce graphe on voit clairement l'augmentation de l'épaisseur de la couche de nickel en fonction de l'augmentation de la densité de courant, ce qui est logique car ce résultat est conforme avec la loi de Faraday qui dit que si on augmente la densité de courant, le nombre des ions transportés dans une solution augmente (augmentation de la vitesse des réactions).

$$m = \frac{M}{nF} \times tI$$

Donc si on augmente I la masse déposée m va augmenter aussi, et comme on a une même surface, on aura une augmentation de l'épaisseur.

II.3.1.2. Influence de la durée de l'essai :

Le temps en minutes	20	40	60
L'épaisseur en μm	10.32	16.56	23.10

Tab.6-2. La variation de l'épaisseur en fonction du temps.

Les résultats de ce tableau sont représentés sur le graphe suivant :

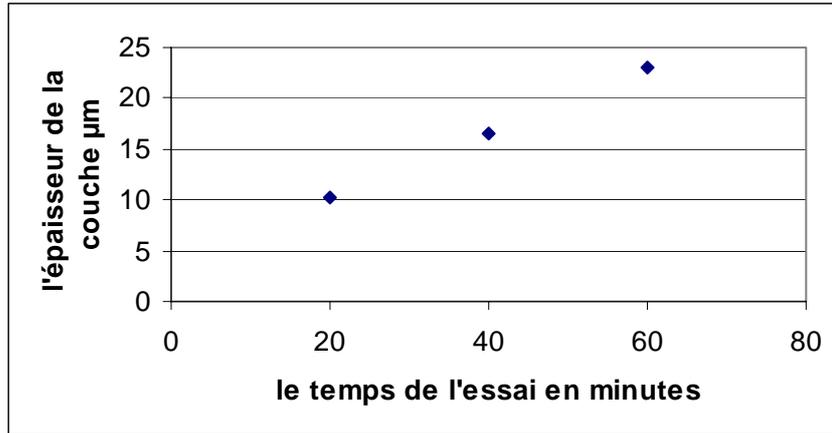


Fig.6-4. Représentation graphique de la variation de l'épaisseur en fonction du temps

On peut expliquer l'augmentation remarquée de l'épaisseur en fonction du temps de l'essai de la même manière précédente, en revenant à la loi de Faraday citée ci-dessus on peut voir clairement l'effet du temps sur l'épaisseur de la couche de dépôt.

II.3.2. Croissance de l'épaisseur du chromage :

Le tableau qui suit donne la variation de l'épaisseur de la couche de chrome en fonction de l'augmentation de la densité de courant :

La densité de courant en A/dm^2	10	12	16	20
Epaisseur de la couche en μm	19.75	23	27.5	32.5

Tab.6-3. La variation de l'épaisseur de la couche en fonction de l'augmentation de la densité de courant.

Les résultats de ce tableau sont représentés sur le graphe 6-5 suivant :

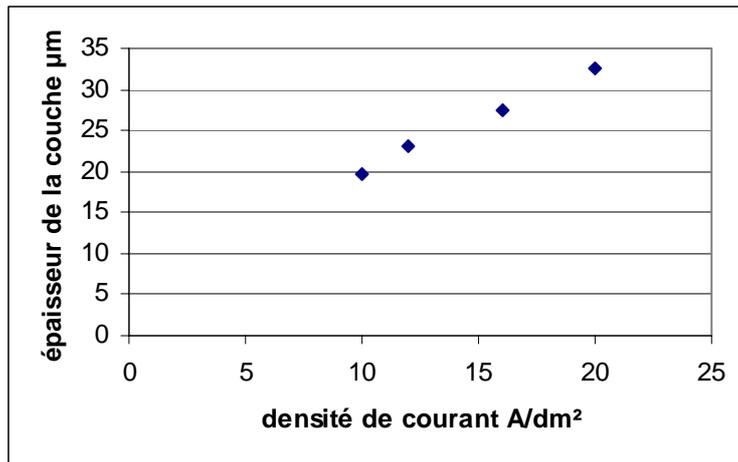


Fig.6-5. Représentation graphique de la variation de l'épaisseur de la couche en fonction de la densité de courant.

On a toujours la même explication pour l'augmentation de l'épaisseur en fonction de l'augmentation de la densité de courant. (Voir : II.3.1-1)

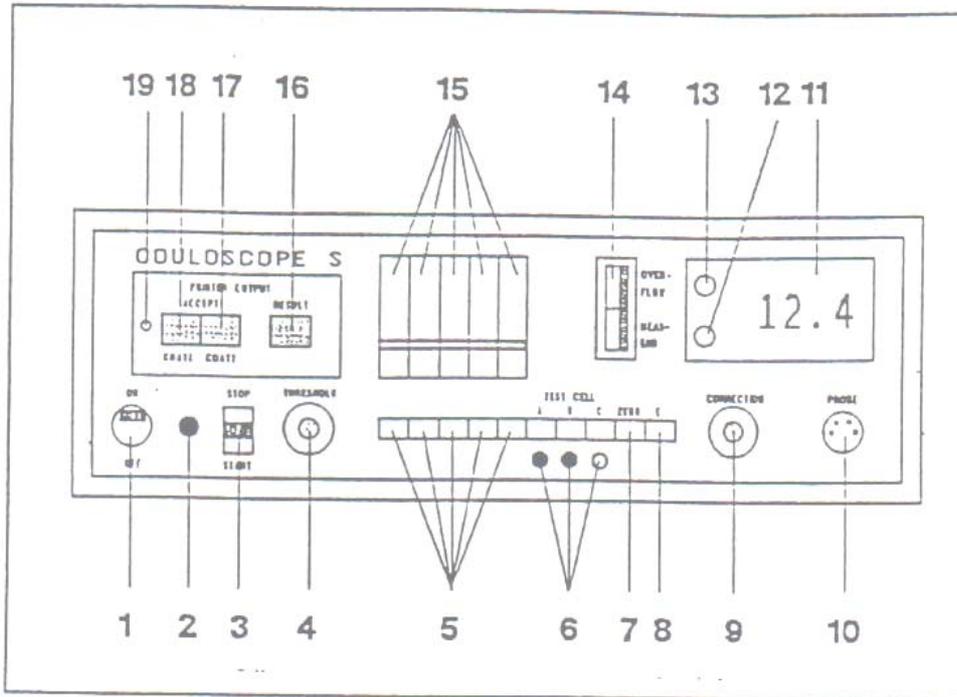
Conclusion générale :

Dans ce travail, on a essayé de donner un cahier des charges pour la réalisation d'un un appareil d'électrodéposition avec la précision des données et des informations nécessaires pour ce but que l'on peut les résumer dans les points suivants :

- L'aspect électrochimique : on a expliqué les notions fondamentales de l'électrochimie pratique utilisable dans le domaine de traitement de surface dont la migration des ions et la loi de Faraday et la loi d'Ohm...
- L'aspect pratique : il concerne l'utilisation pratique des lois de l'électrochimie dans les problèmes de traitement de surface.
- La réalisation d'une installation complète de traitement de surface : et ça est traité dans la deuxième partie. Cette installation comporte un redresseur de courant qui sert à convertir le courant alternatif en un courant continu, un dispositif de régulation de ce courant à la sortie du redresseur en tension et en intensité, un câblage convenable, des portes électrodes, une cuve et d'autre instruments de contrôle.
- L'étude de l'influence de quelques paramètres sur les dépôts de nickel et de chrome sur un support de cuivre en variant la densité de courant, la température et le temps de l'essai. On a abouti à des résultats tels que :
 - Les meilleures conditions de nickelage obtenues sont le nickelage à une densité de courant de $5A/dm^2$ sous tension de 4V et une température de $55^{\circ}C$ avec un bain ayant une concentration de sulfate de nickel de 180gr/l.
 - Les meilleures conditions de chromage sont à une température de $25^{\circ}C$, une densité de courant de $20A/dm^2$ et une tension de 5V

L' unite de controle

Face avant



No	Description	Fonction
1	Interrupteur	Mise en route/arrêt
2	Lampe témoin	Témoin de mise en route
3	Interrupteur start/stop	Commence (ou interrompt) la mesure.
4	Potentiometre "Threshold" Voir Par. 4.5	Potentiometre de sensibilité. Permet de regler l'arrêt automatique lors du saut de potentiel.
5	Touche de carte programme	Selection de la carte programme
6	Touche de joint	A: norme DIN diamètre 3.2 mm, couleur bleue B: diamètre 2.2 mm, couleur verte C: diamètre 1.5 mm, couleur jaune
7	Zero	Remise a zero du galvanometre lors de derive negative.

No	Description	Fonction
8	Touche Σ	Quand elle est enclenche avant demarrage de la mesure, cumule la mesure precedente a la nouvelle (par ex. si on doit renouveler l'electrolyte).
9	Potentiometre "control"	Permet de corriger la valeur de +/- 15% (correction)
10	Connecteur	Recoit le cable de liaison a la table de mesure.
11	Afficheur	4 digits: 0000 a 9999 μm
12	LED	Temoin de fin de mesure
13	LED	Temoin de depassement de capacite
14	Galvanometre	Visualise le potentiel dans la cellule
15	Logement carte	Recoit les 5 cartes programme
16	Resultat (S9)	Imprime les resultats pour une ou deux couches .Apres evaluation, les mesures sont effacees et le compteur remis a zero.
17	Couche 2 (S9)	Imprime ou transmet la mesure en cours pour la seconde couche.
18	Couche 1 (S9)	Imprime ou transmet la mesure en cours pour la premiere couche.
19	LED (S9)	En fin de mesure, indique que la valeur est memorisee temporairement et la lampe "Ready" s' allume; une pression sur "coating 1" ou "coating 2" permet de la prendre en compte pour evaluation; la lampe s' eteint alors

 Fonction des touche

 Particularite au
 COULOSCOPE S9

Bibliographie

- [1]. G.BARALL, B.LE GORREC, notions élémentaires sur les cellules électrochimiques (cours de polytechnique de GRENOBLE), 2003.
- [2]. Albert LEVASSEUR, l'électrochimie et l'électrometallurgie, T1 : Electrolyse, 5^{ème} édition, DUNOD, 1943
- [3]. G.MILAZO, électrochimie, T2 : Applications industrielles, DUNOD, 1969.
- [4]. Document de CONTROLAB, traitement de surface, 1983
- [5]. KEYSER, basic engineering metallurgy (electroforming and electroplating), 2^{ème} édition, PRINTICE-HALL, 1960.
- [6]. E. DARMOIS, électrochimie théorique, MASSON & CIE, 1960.
- [7]. Paul MORISSET, Emploi et contrôle des revêtements métalliques, M 1 560 Techniques de l'ingénieur, 1967.
- [8]. http://fr.wikipedia.org/wiki/Transformateur_%C3%A9lectrique
- [9]. Jean CHATELAIN, machines électriques, édition GEORGI, 1983.
- [10]. Document de cours du Lycée polyvalent Jean Monnet, Etude des systèmes techniques, Les transformateurs
- [11]. <http://courelectr.free.fr/DIODE/COURS.HTM>
- [12]. M. GAUDRY, Redresseurs et thyristors, DUNOD, Paris, 1969.
- [13]. Théodore WILDI, électrotechnique, 3^{ème} édition, DeBoeck Université, 2000
- [14]. Christophe François, Génie électrique, ellipse, 2004
- [15]. PFE, étude de la résistance à la corrosion des revêtements de nickelage et de cuivrage, USTHB, 2000.
- [16]. Patrick BENABEN, nickelage électrolytique, techniques de l'ingénieur, M 1 610, 2003
- [17]. Martine WERY, décapage des métaux, techniques de l'ingénieur, M 1 455, 2003