

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار تليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT
كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES
قسم علوم المادة
DEPARTEMENT Sciences de la Matière



Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Option : Chimie Inorganique

Par:

Loueil Abdellah

Molinari Hayat

THEME

Effets des additifs organiques sur les dépôts électrolytiques

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

Mr. Hamdi Ahmed	MCA	President
Mr. Sebiane Sofiane	MAA	Examineur
Mme. Hamdi Fatima Zohra Karima	MAA	Rapporteur

Année Universitaire 2020/2021



Remerciements

Tout d'abord, Nous remercions chaleureusement toute l'équipe du laboratoire et toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Nous remercions particulièrement le Dr. hamdi FZK, pour la qualité de son encadrement, sur toutes les connaissances scientifiques, pour nous avoir dirigés et encouragés à faire ce travail.

Je souhaite au président du jury et aux membres du jury de trouver ici un grand merci pour l'honneur qu'ils nous ont fait, en acceptant d'examiner et de juger notre travail.

Enfin, nos sincères remerciements vont à tous nos parents et amis qui nous ont toujours soutenus et encouragés lors de la préparation de ce mémoire.



Dédicace

« Louange à ALLAH, le seul et unique »

Je dédie ce travail à : A toute ma famille et particulièrement mes chers parents qui m'ont toujours encouragé et soutenue durant les 17 années de mes études et leurs sacrifices pour m'offrir un climat de travail agréable.

A mes soeurs : Randa, Wissam et son mari Nadjib et son fils Safouane, et A mon frère Abdelhak

Aux amis qui nous ont réunis amour et fraternité: Hadjer, Imane, Nawal, Lamia, Zineb.

À tous les collègues de ma promotion 2017/2021 et tous les enseignants qui nous ont étudiés à travers l'université, et tous les enseignants de sciences de la matière

HAYAT



Dédicace

Je dédie ce travail à :

À mes chers parents

À mes sœurs et mes frères

À mes amis

*À tous les collègues de ma promotion 2017/2021 et tous les
enseignants qui nous ont étudiés à travers l'université, et tous
les enseignants de sciences de la matière*

ABDELLAH

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
------------------------------------	----------

PARTIE I PARTIE THEORIQUE

I.1. Introduction.....	4
I.2. Electrodeposition des métaux	4
I.2.1. Principe.....	4
I.2.2. Loi de Faraday	4
I.2.3. Relation de Nernst	5
I.3. Mécanisme de formation des dépôts électrolytiques.....	5
I.3.1. Transfert de masse	5
I.3.2. Transfert de charge :.....	6
I.3.3. Cristallisation (formation de dépôt).....	6
I.4. Influence des divers facteurs sur l'électrodeposition	7
I.4.1. Agitation de l'électrolyse.....	7
I.4.2. pH du bain	7
I.4.3. Température.....	7
I.4.4. Densité de courant	8
I.4.5. Concentration de l'électrolyte	8
I.4.6. Conductibilité de l'électrolyte	8
I.4.7. La nature du dépôt	8
I.4.8. La nature de substrat.....	9
I.4.9. Effet des additifs organiques sur l'électrodeposition et co-déposition des métaux.....	9
I.4.9.1 Principe d'action d'un additif	9
I.4.9.2 Classification des additifs	9
I.5. les avantages et les inconvénients de l'électrodeposition	10
I.5.1. les avantages de l'électrodeposition.....	10
I.5.2. les inconvénients de l'électrodeposition.....	11
I.6. Les propriétés physico-chimique du Nickel et Fer.....	11
I.7. Les propriétés physico-chimique des additifs.....	12

PARTIE II PARTIE EXPERIMENTALE

II.1. Introduction	14
II.2. Dispositif expérimental	14
II.2.1. Cellule électrochimique	14
II.2.2. Les électrodes	14
II.2.2.1. L'électrode de référence (ER)	14
II.2.2.2. L'électrode auxiliaire (contre électrode (CE)).....	15
II.2.2.3. L'électrode de travail (ET)	15
II.2.3. Montage et appareillage électrochimique	15
II.2.4. Préparation de la surface de substrat	16
II.2.5. Bains d'électrodéposition.....	16
II.2.5.1. Produits chimiques utilisée.....	16
II.2.5.2. Solution Blanc	17
II.2.5.3. Bain d'électrodéposition de Nickel	17
II.2.5.4. Bain d'électrodéposition de Fer.....	17
II.2.5.5. Bain d'électrodépositions d'alliage Nickel-fer.....	18
II.3. Méthodes électrochimiques utilisés.....	18
II.3.1. Voltamétrie cyclique	18
II.3.2. Chronoampérométrie.....	19
II.4. Résultats et discussion.....	20
II.4.1. Etude électrochimique.....	20
II.4.1.1. Voltammétrie cyclique de solution blanc	20
II.4.1.2. Voltammétrie cyclique de Nickel, Fer et alliage Ni-Fe.....	21
II.4.2. Etude de l'influence des additifs sur l'électrodéposition de l'alliage Ni-Fe.....	22
II.4.2.1. Influence de l'additif citrate de sodium ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$).....	22
II.4.2.2. Influence de l'additif Ethyldiaminetétraacétate (EDTA)	24
II.4.2.3. Influence de l'additif acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$).....	26
CONCLUSION GÉNÉRALE.....	30
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	32

Liste d'abréviation

- A : la surface de l'électrode (cm^2)
- CE : contre électrode (L'électrode auxiliaire)
- c : la concentration volumique initiale en ions actifs dans la solution
- D : le coefficient de diffusion
- E° : potentiel standard pris dans les conditions standard
- ER : électrode de référence
- ECS : Electrode au calomel saturé
- ET : électrode de travail
- E_{pc} : Potentiel de pic cathodique
- E_{pa} : Potentiel de pic anodique
- ΔE_p : Différence de potentiel entre E_{pa} et E_{pc}
- e : Epaisseur du revêtement (cm)
- F : Constante de Faraday (96500 C/mole)
- I : Courant d'électrolyse (A)
- I_{pa} : Courant de pic anodique
- I_{pc} : Courant de pic cathodique
- [M] : Métal
- M : Masse molaire (g/mol)
- n : le nombre des électrons mis en jeu
- Ox : Oxydant
- pH : Le potentiel hydrogène
- ρ : Masse volumique (g/cm^3)
- R : constante des gaz parfaits ($8.314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)
- Red : Réducteur
- S : Surface du substrat (cm^2)
- T : température ($^\circ\text{K}$)
- t : Temps d'électrolyse (s)

Liste de figure

Partie I: Partie Théorique

Figure	Titre	Page
Figure I.1	Profil de concentration au voisinage de la cathode en régime continu.	6

Partie II : Partie Expérimentale

Figure	Titre	Page
Figure II.1	Schéma de montage d'une cellule d'électrolyse.	14
Figure II.2	Schéma d'une électrode au calomel saturé.	15
Figure II.3	L'électrode de travail (cuivre).	15
Figure II.4	Montage expérimental utilisé pour l'élaboration des films minces de Ni-Fe.	16
Figure II.5	Voltampérogramme cyclique d'un couple redox.	19
Figure II.6	Allure générale d'un chronoampérogramme	20
Figure II.7	Voltampérogramme cyclique d'une électrode de cuivre dans un électrolyte contenant 0.2M de Na_2SO_4 et H_3BO_3 à $V=20$ mV/s.	21
Figure II.8	Voltampérogramme du substrat de cuivre plongé dans : (a) 0.1M NiSO_4 , (b) 0.1M FeSO_4 et (c) 0.1M NiSO_4 + 0.1M FeSO_4 avec l'électrolyte support (0.2M Na_2SO_4 + 0.2 H_3BO_3) à $V=20$ mV/s.	22
Figure II.9	(A) Courbes de voltammétrie cyclique lors de l'électrodéposition d'alliage Ni-Fe sur un substrat en cuivre pour différentes concentrations de citrate de sodium ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$). (B) Partie cathodique.	23

Figure II.10	Courbes courant-temps lors de l'électrodéposition de Ni-Fe sur le cuivre à différentes concentrations de citrate de sodium. Condition opératoire : $t=3\text{min}$, $E= -1200\text{ mV}$.	24
Figure II.11	(A) Courbes de voltammétrie cyclique lors de l'électrodéposition d'alliage Ni-Fe sur un substrat en cuivre pour différentes concentrations d'EDTA. (B) Partie cathodique.	25
Figure II.12	Courbes courant-temps des dépôts Ni-Fe obtenus pour différentes concentrations d'EDTA. Condition opératoire : $t=3\text{min}$, $E= -1200\text{ mV}$	26
Figure II.13	(A) Courbes de voltammétrie cyclique lors de l'électrodéposition d'alliage Ni-Fe sur un substrat en cuivre pour différentes concentrations d'acide citrique. (B) Partie cathodique.	27
Figure II.14	Courbes courant-temps des dépôts Ni-Fe obtenus pour différentes concentrations de l'd'acide citrique. Condition opératoire : $t=3\text{min}$, $E= -1200\text{ mV}$	28

Liste de tableaux

Partie I: Partie Théorique

Tableau	Titre	Page
Tableau I.1	Différents types d'additifs utilisés dans les bains électrolytiques à base d'étain et leurs fonctions.	10
Tableau I.2	Principales propriétés physiques et chimiques du Nickel et Fer	11
Tableau I.3	Principales propriétés physiques et chimiques des additifs	12

Partie II : Partie Expérimentale

Tableau	Titre	Page
Tableau II.1	Propriétés chimiques des produits.	17

Introduction Générale

INTRODUCTION GENERALE

L'électrodéposition des métaux présente un rôle important dans le développement de différentes industries telles que les traitements de surfaces, l'industrie électrique, l'électronique et la micro électronique. Les revêtements électrolytiques constituent actuellement une classe importante parmi les procédés de traitement de surface. Un dépôt électrolytique consiste à élaborer par voie électrochimique sur une surface conductrice une ou plusieurs couches métalliques, composées d'un ou de plusieurs métaux.

L'électrodéposition des métaux de groupe du fer est connue sous le nom de la codéposition anormale caractérisée par une déposition préférentielle du métal le moins noble par rapport au métal le plus noble [1]. La littérature est très abondante à ce sujet et plusieurs travaux ont été consacrés à l'étude de ce phénomène. En effet, plusieurs investigations expérimentales ont été rigoureusement consacrées à l'étude de la codéposition des alliages binaires de groupe du fer et en particulier le système Ni-Fe et différents mécanismes de la codéposition anormale de ce système ont été présentés [2].

Les propriétés des dépôts dépend de sa composition et de sa structure; ces dernières sont liées intimement aux différents paramètres d'électrodéposition à savoir : le type d'électrolyte, la concentration, le pH du milieu, le potentiel ou le courant imposé, l'ajout d'additif, l'agitation mécanique, la température, etc.

Ce travail de mémoire a été consacré à l'étude de l'effet des additifs organiques sur d'électrodéposition de l'alliage Ni-Fe.

Le mémoire est divisé en deux chapitres :

- ✓ La première partie est consacrée à une synthèse bibliographique sur le processus d'électrodéposition des métaux et des alliages.
- ✓ La deuxième partie est divisée en deux: la première est consacré à la présentation des dispositifs expérimentaux et les différentes techniques utilisées pour la réalisation de ce travail, et la deuxième partie est consacré aux les résultats et leurs discussions.

Enfin, ce manuscrit se terminer par une conclusion générale présentant les différents résultats ainsi obtenus.

Référence

[1] A. Brenner, *Electrodepositing of Alloys*, Vol. 1 and 2, Academic Press, Inc., New York (1994).

[2] Khantit Hanane, *L'effet des additifs organiques sur les propriétés de films minces Ni-Fe*. Mémoire De Magister. Université Ferhat Abbas-Sétif. 2011.

Partie I

Partie Théorique

I.1. Introduction

Cette partie a pour objet de définir quelques notions concernant le principe, le mécanisme de l'électrodéposition des métaux et ses alliages et l'effet des conditions opératoires sur l'électrodéposition des films minces.

I.2. Electrodeposition des métaux

I.2.1. Principe

L'électrodéposition est un processus électrochimique qui sert à préparer des dépôts solides sur la surface des matériaux conducteurs. Les dépôts électrolytiques sont formés sous l'action du passage d'un courant électrique dans une cellule électrochimique constituée de deux ou trois électrodes immergées dans un électrolyte. Généralement, l'électrolyte est une solution aqueuse contenant des ions cationiques et anioniques proviennent de la dissolution de sels métalliques [1].

La déposition d'un métal sur une surface solide par électrodéposition se fait selon un certain nombre d'étapes élémentaires de cristallisation électrolytique conduisant à la réduction des espèces dissoutes M^{n+} en atomes métalliques M , suivant la demi-réaction :



I.2.2. Loi de Faraday

Michael Faraday a montré dans ses travaux classiques que la quantité de métal déposée à la cathode et la quantité dissoute à l'anode sont proportionnelles à la quantité d'électricité mis en jeu, et le temps de l'électrodéposition.

Faraday relie également la quantité du métal déposés ou dissous à son poids atomique et aux nombre d'électrons impliqués dans la réaction électrochimique.

Le nombre d'électrons impliqués est désigné le nombre de valence du métal. Le poids atomique divisé par la valence nombre est dénommé l'équivalent chimique ou poids équivalent du métal [2].

$$m = \frac{1}{F} \cdot \frac{M}{n} \cdot I \cdot t \quad (\text{I.2})$$

Avec : $m = \rho \cdot S \cdot e$

ρ : Masse volumique (g/cm^3),

S : Surface du substrat (cm^2),

e : Epaisseur du revêtement (cm),

F : Constante de Faraday (96500 C/mole),

n : Valence du métal,

I : Courant d'électrolyse (A),

t : Temps d'électrolyse (s),

M : Masse molaire (g/mol).

Alors, l'épaisseur (e) du dépôt donnée par la formule suivante [3] :

$$e = \frac{1}{F} \cdot \frac{M}{n\rho} \cdot I \cdot t \quad (\text{I.3})$$

M, n et ρ sont des paramètres qui dépendent du matériau.

I.2.3. Relation de Nernst

Le potentiel spécifique auquel l'électrode d'un métal est en équilibre avec ses ions s'appelle le potentiel d'équilibre, réversible, ou statique. Ce potentiel peut être calculé selon l'équation de Nernst Eq [4] :

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \left(\frac{M^{n+}}{M} \right) \quad (\text{I.4})$$

Avec:

E^0 : Potentiel standard,

$[M^{n+}]$: Concentration de l'ion M^{n+} ,

$[M]$: Concentration du métal, par convention $[M]=1$,

n : Nombre d'électrons mis en jeu lors de la réaction,

F : Constante de Faraday (96500 C.mol⁻¹),

T : Température absolue (°K),

R : Constante des gaz parfaits (8,31 J.mol⁻¹.°K⁻¹).

I.3. Mécanisme de formation des dépôts électrolytiques

I.3.1. Transfert de masse

Le processus de l'électrodéposition des métaux comprend essentiellement une étape de transfert de masse suivie par une étape de transfert de charge.

Le transfert de masse est le transport des espèces au sein de la solution vers l'interface électrolyte/électrode selon trois modes [5] :

- **La diffusion:** c'est le transport des espèces ioniques sous l'effet de variation de concentration (gradient de concentration) créées à la suite des réactions au voisinage de l'électrode (Figure I.1).

Ce type de transport est limité dans la couche de diffusion (de faible épaisseur δ entre 0,1 mm et 1 μm).

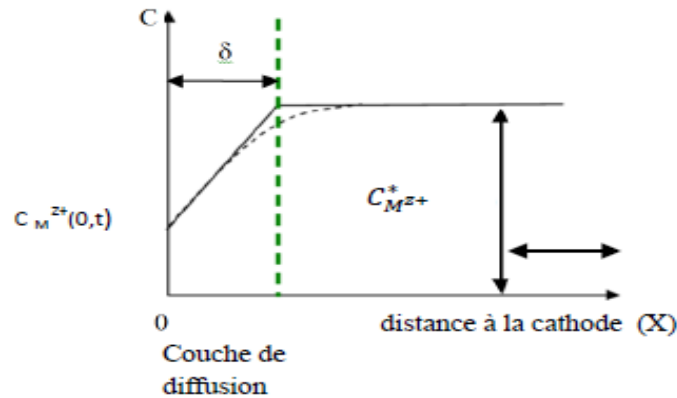


Figure I.1: Profil de concentration au voisinage de la cathode en régime continu.

- **La migration:** c'est le transport des espèces ioniques sous l'effet d'un champ électrique engendré par le gradient de potentiel électrique crée entre les électrodes.
- **La convection:** c'est le déplacement des espèces sous l'effet d'une agitation hydrodynamique. Cette agitation peut être mécanique ou thermique [6].

I.3.2. Transfert de charge :

Le transfert de charge est un processus qui se produit à l'interface électrode /solution dans une zone très proche de l'électrode appelée double couche électrochimique. Il peut se décomposer en plusieurs étapes :

- Adsorption de l'ion solvate sur la surface de l'électrode.
- De solvation de l'ion, c'est-à-dire perte de la gaine de solvation.
- Diffusion et fixation de l'ion solvate et adsorbe (adion) sur un défaut de site de la surface de l'électrode [7].

I.3.3. Cristallisation (formation de dépôt)

Les atomes vont, au cours de cette étape de cristallisation, soit venir consolider l'édifice cristallin en construction, favorisant ainsi la croissance de gros cristaux, soit donner naissance à de nouvelles cristallites. Si la vitesse de croissance des germes est inférieure à celle de nucléation (germination), le dépôt sera constitué de petits cristaux [8].

Le processus de cristallisation se produit sur la surface de l'électrode en trois étapes :

- Incorporation des ions adsorbés dans le réseau métallique;
- La formation de cristaux à partir de germes produits sur la surface (nucléation);
- Le grossissement cristallin de ces germes par addition de nouveaux atomes de métal (Croissance cristalline) [9].

I.4. Influence des divers facteurs sur l'électrodéposition

I.4.1. Agitation de l'électrolyse

L'agitation du bain a pour but :

- De provoquer le départ des bulles de gaz qui se forment sur le dépôt et qui sont la source de piquûre.
- D'augmenter l'intensité limite anodique ou cathodique, afin de faciliter la diffusion des espèces électro actives vers les électrodes et donc, d'éliminer le gradient de concentration et d'uniformiser la polarisation des électrodes dans le bain.
- ❖ L'agitation peut être assurée par:
 - Voie mécanique
 - Par insufflation d'air comprimé (N₂, Ar...) exempt d'huile.
 - Par utilisation des électrodes tournantes.
 - Par circulation du bain grâce à des jets d'électrolyte.

L'agitation présente un inconvénient majeur dans le cas de présence des boues au fond du bain. Lors de l'agitation, ces boues vont être fixées à la surface des dépôts, et par conséquent leurs aspects deviennent mats [10].

I.4.2. pH du bain

Le pH est à maintenir dans des limites compatibles avec la stabilité en solution du cation métallique ou du sel complexe. Il doit être stabilisé notamment si la réaction d'électrode est accompagnée d'une réaction acido-basique consommant ou libérant des H⁺ (ou des OH⁻).

I.4.3. Température

L'augmentation de la température agit en particulier en abaissant la viscosité du milieu, en agissant directement sur la vitesse de formation et de croissance des cristaux ainsi que la vitesse de diffusion. Dans le cas où le dépôt s'accompagne d'un dégagement d'hydrogène, la température peut modifier différemment les surtensions. Ce facteur exerce en outre une influence sur la vitesse de décomposition de certains sels en augmentant leur solubilité. D'après le diagramme présenté par Dini, l'élévation de la température se traduit par un accroissement de

gros grain, le dépôt acquis une structure grossière et qui tient moins bien, mais le grand intérêt est surtout d'élever les vitesses des dépôts [11].

I.4.4. Densité de courant

La densité de courant est en fonction du volume de la pièce à revêtir, elle présente une influence très marquée sur la qualité du dépôt de sorte que :

- Un accroissement de la densité de courant favorise le phénomène de germination au dépend du phénomène de croissance ce qui conduit à une structure plus fine de l'élément à déposer.
- Au-delà d'une limite de densité de courant, les dépôts deviennent spongieux ou caviteux et même il peut y avoir des dépôts brûlés.
- Une densité de courant trop faible, favorise la formation d'un dépôt mat à cause de la présence des gros cristaux [10].

I.4.5. Concentration de l'électrolyte

Les bains doivent contenir principalement un/ou deux sels précurseurs qui fournissent l'élément à déposer, en présence des additifs. Les bains avec des concentrations faibles en élément à électro déposer entraînent une augmentation de la surtension, ce qui engendre la formation de dépôts sous forme de couche minces avec une structure fine, par contre les bains avec des concentrations élevées dépassant une limite déterminée, le dépôt devient pulvérulent et sa vitesse de déposition diminue. Donc, il est nécessaire d'effectuer des essais de dépôts avec différentes concentrations de l'élément à déposer, afin d'optimiser la quantité du sel précurseur dans le bain d'électrolyse [10].

I.4.6. Conductibilité de l'électrolyte

L'addition d'électrolytes indifférents, c'est-à-dire qui ne prennent pas part au processus électrolytique mais permettant de diminuer la résistance de l'électrolyte, est souvent intéressante. La tension appliquée à la cellule peut être plus petite dans ce cas et, de ce fait, l'énergie consommée est plus faible [12].

I.4.7. La nature du dépôt

Les métaux n'ont pas tous la même disposition à donner des structures compactes, ainsi à partir de sels simple ou frottement dissociés (électrolyte fort), on peut considérer trois groupes :

- Les premiers correspondent aux métaux ayant une tendance marquée à donner des dépôts grossiers : Ag, Pb, Sn.

- Les seconds correspondent aux métaux qui conduisent à une structure grossière, mais compacte : Cu, Zn, Cd.
- Le troisième groupe est celui des métaux qui donnent des dépôts très fines, lisse, semi brillant : Fe, Co, Ni [11].

I.4.8. La nature de substrat

La surface des métaux ayant souvent subi des perturbations importantes, se trouve écaillée, pincionnée et il est donc souhaitable de provoquer un détensionnement. Pour cette raison, on élabore souvent des sous couches de métaux qui, par leurs caractéristiques, permettent d'obtenir une surface homogène, sans tension. L'état de surface de substrat et sa rugosité conditionne dans une large mesure la tenue à la corrosion, plus une surface est rugueuse, plus elle nécessite d'épaisseur de dépôt [11].

I.4.9. Effet des additifs organiques sur l'électrodéposition et co-déposition des métaux

I.4.9.1 Principe d'action d'un additif

Les additifs présentent un rôle important dans les bains électrolytiques, ils sont de natures organiques ou inorganiques. L'addition de ces additifs en faibles quantités permet de modifier les mécanismes de l'électrodéposition ainsi que les modes de nucléation (germination/croissance). Par ailleurs, l'utilisation de ces additifs est nécessaire afin d'améliorer les propriétés des revêtements métalliques telles que les propriétés physicochimiques et mécaniques. Généralement, chaque additif a sa propre façon d'agir qui dépend fortement du milieu du bain. Nous ne pouvons pas établir le mode et le principe général d'action de ces additifs [13].

I.4.9.2 Classification des additifs

D'une manière générale, les additifs peuvent être classés en fonction de leurs effets sur la qualité et les propriétés de dépôts. Ils sont utilisés dans les bains électrolytiques pour réduire la rugosité de la surface, améliorer la brillance, la morphologie et la microstructure cristalline des dépôts et de raffiner la taille de grains. Dans la littérature, ces additifs sont classés en plusieurs catégories: surfactants, affineurs-brillants, nivelant et agents complexant). La fonction de chaque additif est illustrée dans le tableau I.1 [1].

Tableau I.1: Différents types d'additifs utilisés dans les bains électrolytiques à base d'étain et leurs fonctions.

Type d'additifs	Fonction	Exemple
Surfactants	-Réduire la tension de surface de l'électrolyte.	Dodécyle sulfate de sodium (SDS), Bromure de cetyltriméthylammonium (CTAB).
Affineurs-brillanteurs	-Affiner les grains. -Améliorer la brillance du dépôt. -Réduire la rugosité de la surface	Thio-urée, Saccharine.
Agents complexant	-Stabiliser le bain électrolytique. -Favoriser la co-déposition des métaux.	Citrate, Gluconate, Ethylène diamine tétra acétique (EDTA), Triéthanolamine, thio-urée.
Nivelant	-Réduire la rugosité de la surface.	Coumarine.

I.5. les avantages et les inconvénients de l'électrodéposition

I.5.1. les avantage de l'électrodéposition

Les avantages de l'électrodéposition sont :

- La production en une seule étape de pièces ayant des formes complexes répondant à des normes précises.
- Ce processus peut être utilisé aussi bien à l'échelle industrielle qu'à l'échelle artisanale.
- Le plan de base et les équipements pour la protection de certaines pièces précises n'est relativement pas cher.
- L'habilité de la production des produits recouverts par des couches très minces et sans porosité [14].

I.5.2. les inconvénients de l'électrodéposition

Les problèmes qui limitent l'utilisation de cette méthode sont :

- Les tensions internes inter cristallines.
- La distribution non uniforme du métal.
- La faible vitesse de déposition [14].

I.6. Les propriétés physico-chimique du Nickel et Fer

Tableau I.2 : Principales propriétés physiques et chimiques du Nickel et Fer

Propriétés physiques et chimiques	Nickel	Fer
Symbole chimique	Ni	Fe
Numéro atomique	28	26
Groupe, période	Bloc 10, 4, d	Bloc 8, 4, d
Configuration électronique	[Ar] 4s ² 3d ⁸	[Ar] 4s ² 3d ⁶
Masse atomique (g/mol)	58.6934	55.845
Masse volumique (g/cm)	8.902 à (20°C)	7.874
Rayon atomique (pm)	135 (149)	140 (156)
Rayon de covalence (pm²)	124 ± 4	152 ± 6
Electronégativité	1.91 (Echelle de Pauling)	1.83 (Echelle de Pauling)
Etats d'oxydation	0, +II, +III	0, +II, +III
Potentiel standard/ESH (V)	(Ni ²⁺ /Ni) : E° = -0.25	(Fe ²⁺ /Fe) : E° = -0.44 (Fe ³⁺ /Fe ²⁺) : E° = +0.77
Point de fusion (°C)	1455	1538
Point d'ébullition (°C)	2913	2861
Conductivité thermique(w.m⁻¹.K⁻¹)	90.7	80.2

I.7. Les propriétés physico-chimique des additifs

Tableau I.3 : Principales propriétés physiques et chimiques des additifs

Propriétés physiques et chimiques	citrate de sodium	EDTA	acide citrique
Formule	$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	$\text{N}_2\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_8$	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$
Masse molaire (g/mol)	258,069	292,242	192.12
T° fusion (°C)	>300	245	153
Solubilité (dans l'eau à 25°C) (g.L ⁻¹)	425	1	592

Partie II

Partie Expérimentale

II.1. Introduction

Dans cette partie nous présentons les produits chimiques, l'appareillage et les méthodes électrochimiques, mis en œuvre pour l'élaboration des couches minces de l'alliage Ni-Fe sur un substrat en cuivre et l'interprétation de nos résultats expérimentaux.

II.2. Dispositif expérimental

II.2.1. Cellule électrochimique

La cellule électrochimique est constituée d'une cellule en verre PYREX d'une capacité de 250 ml contenant une électrolyte lequell plongent les trois électrodes, une électrode de travail, un contre électrode en platine et une électrode de référence au calomel saturé (Figure II.1).

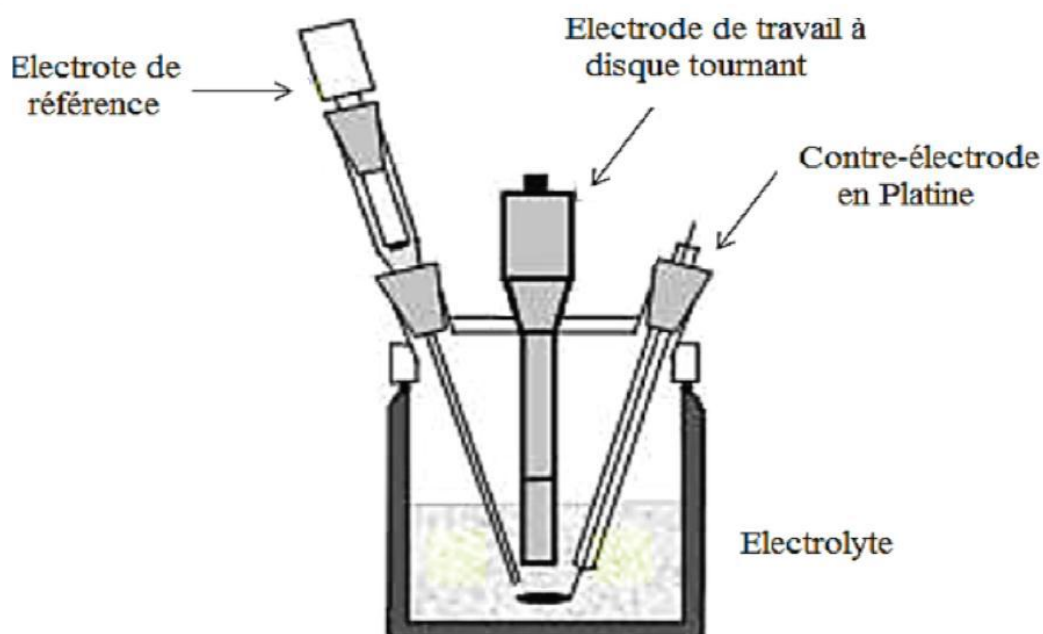


Figure II.1 : Schéma de montage d'une cellule d'électrolyse.

II.2.2. Les électrodes

Les trois électrodes utilisées pendant ce travail sont les suivantes :

II.2.2.1. L'électrode de référence (ER)

Toutes les valeurs de potentiels sont mesurées par rapport à une électrode saturée en chlorure de potassium (ECS) (Figure II.2). L'électrode de référence est placée dans une allonge contenant l'électrolyte support et se terminant par un verre fritté.

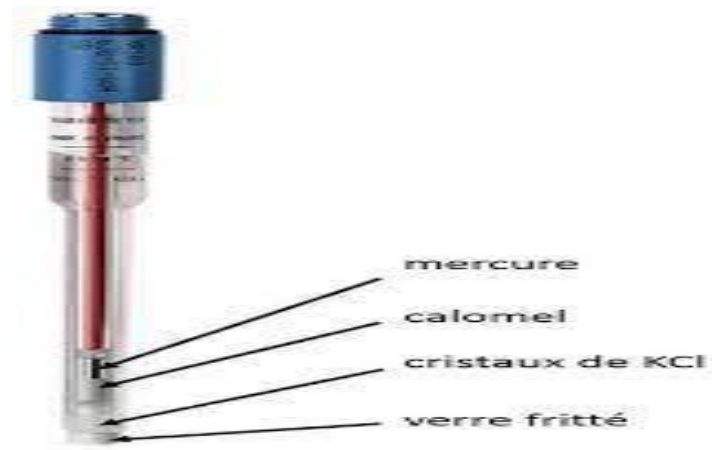


Figure II.2: Schéma d'une électrode au calomel saturé.

II.2.2.2. L'électrode auxiliaire (contre électrode (CE))

La contre électrode utilisée dans tous les essais électrochimiques est constituée d'un fil de platine placé en parallèle à l'électrode de travail pour assurer une bonne répartition des lignes du courant.

II.2.2.3. L'électrode de travail (ET)

Dans notre cas l'électrode de travail qui sert comme substrat de dépôt est une plaque de cuivre de surface 0.8 cm^2 (figure II.3).



Figure II.3: L'électrode de travail (cuivre).

II.2.3. Montage et appareillage électrochimique

Les expériences électrochimiques sont réalisées avec un potentiostat/galvanostat de type Voltalab PGZ 401 piloté par un micro-ordinateur doté d'un logiciel Voltmaster 4 qui enregistre les données. La cellule et les électrodes sont reliées directement au potentiostat (Figure II.4).

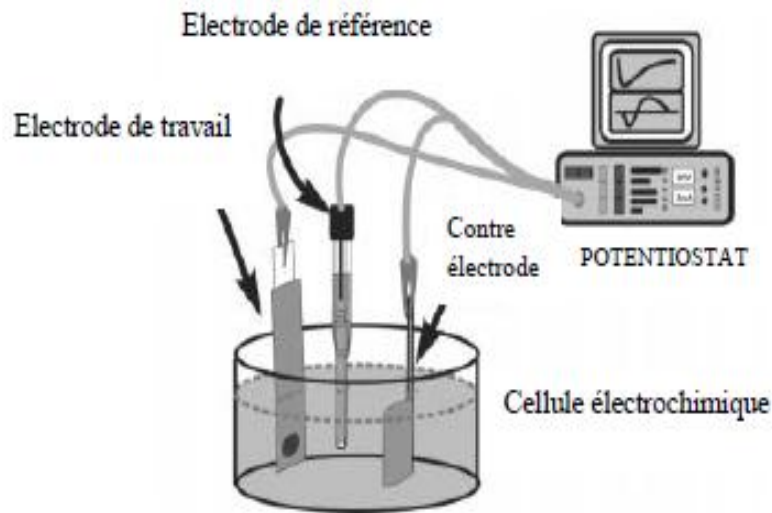


Figure II.4 : Montage expérimental utilisé pour l'élaboration des films minces de Ni-Fe.

II.2.4. Préparation de la surface de substrat

Pour obtenir une surface plane et brillante, la surface de substrat suit les étapes de préparation suivantes :

- Frotter l'échantillon sur papier abrasif de différent granulométrie (P1200, 2000) .Et est le lubrifie avec l'eau pour éviter un échauffement de l'échantillon.
- Le rinçage avec l'acétone
- Lavage à l'eau distillée.

II.2.5. Bains d'électrodéposition

II.2.5.1. Produits chimiques utilisée

Les produits chimiques utilisés dans notre travail sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau II.1: Propriétés chimiques des produits.

Composition	Concentration (mol/L)	Masse molaire (g/mol)	Formules	Pureté %
Sulfate de Nickel hydraté	0.1	262.85	NiSO ₄ .6H ₂ O	99
Sulfate de Fer hydraté	0.1	278.02	FeSO ₄ .7H ₂ O	99.5
Sulfate de Sodium	0.2	142.04	Na ₂ SO ₄	99.9
Acide Borique	0.2	61.84	H ₃ BO ₃	99.5
Acide de Sulfurique	0.2	98.079	H ₂ SO ₄	98
Hydroxyde de Sodium	0.1	39.997	NaOH	98

II.2.5.2. Solution Blanc

- Sulfate de sodium (Na₂SO₄) 0.2M
- Acide borique (H₃BO₃) 0.2M.
- V= 100 ml eau distillée
- pH= 3.7 et Température ambiante.

II.2.5.3. Bain d'électrodéposition de Nickel

- Solution blanc
- Sulfate de Nickel hydrate (NiSO₄.6H₂O) 0.1M
- V= 100 ml eau distillée.
- pH = 4 et Température ambiante.

II.2.5.4. Bain d'électrodéposition de Fer

- Solution blanc
- Sulfate de fer hydrate (FeSO₄.7H₂O) 0.1M
- V= 100 ml eau distillée.
- pH = 3.7 et Température ambiante.

II.2.5.5. Bain d'électropositions d'alliage Nickel-fer

- Solution blanc
- Sulfate de Nickel hydrate ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.1M
- Sulfate de fer hydrate ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.1M
- $V = 100$ ml eau distillée.
- $\text{pH} = 3.5$ et Température ambiante.

Nous avons utilisé H_2SO_4 et NaOH pour régler le pH .

II.3. Méthodes électrochimiques utilisés

Dans notre travail nous avons utilisé deux techniques la Voltamétrie cyclique et chronoampérométrie.

II.3.1. Voltamétrie cyclique

En voltampérométrie cyclique, le potentiel d'électrode suit un potentiel modifié linéairement avec le temps, le potentiel est mesuré entre l'électrode de référence et l'électrode de travail et le courant entre l'électrode de travail et le contre électrode

Ces données sont ensuite tracées comme l'intensité (i) en fonction du potentiel (E) le balayage qui s'ensuit produit un pic de courant pour tous les composés qui peuvent être réduits dans l'intervalle de potentiel du balayage

Le courant s'accroît lorsque le potentiel atteint le potentiel de réduction de l'électrolyte, puis chute lorsque la concentration de l'électrolyte est en baisse autour de la surface de l'électrode lorsque le potentiel appliqué est inversé, il atteindra le potentiel qui oxydera le produit formé lors de la première réaction de réduction et produit un courant de polarité inversée de balayage suivant.

Le pic d'oxydation aura de manière usuelle une forme similaire au pic de réduction, par conséquent, l'information sur le potentiel redox et les proportions de composés obtenus lors de la réaction électrochimique [15]. Les principales grandeurs caractéristiques d'un voltampérogramme sont données sur la figure II.5

Avec :

I_{pa}, I_{pc} : Courants de pic anodique et cathodique,

E_{pa}, E_{pc} : Potentiels de pic anodique et cathodique,

$E_{pa/2}, E_{pc/2}$: Les potentiels à mi-hauteur des pics anodiques et cathodiques,

ΔE_p : Différence de potentiel entre E_{pa} et E_{pc} .

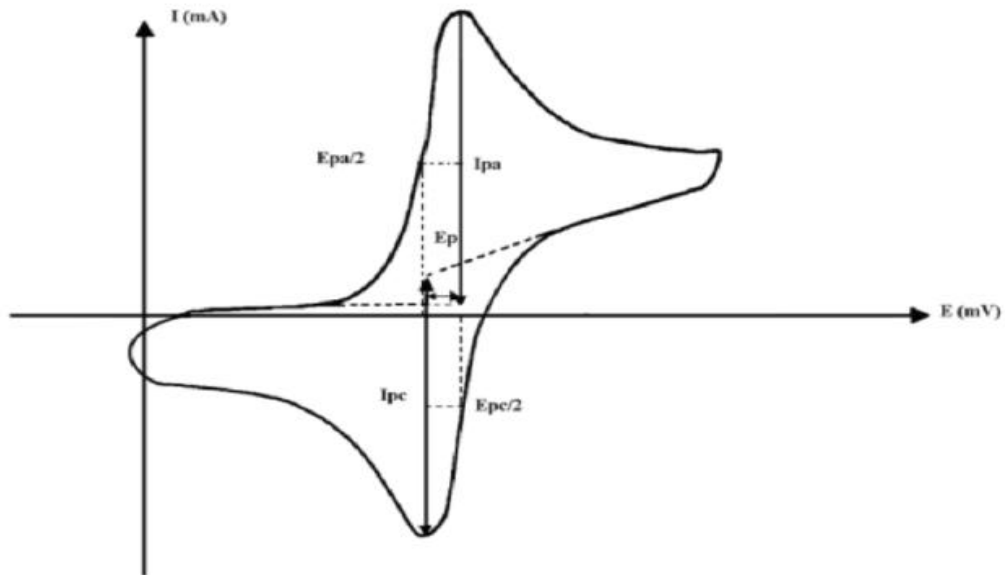


Figure II.5 : Voltampéromogramme cyclique d'un couple redox.

II.3.2. Chronoampérométrie

La chronoampérométrie fait partie des techniques transitoires apparentes à la voltampérométrie en régime de convection naturelle. Lors de l'étude voltampérométrique, la variation continue du potentiel de l'électrode, en régime (non stationnaire) de convection naturelle, rend difficile l'analyse de la réponse $i = f(t)$. Pour mieux appréhender l'interprétation quantitative de la réponse électrochimique de notre système, on fixe l'une des deux grandeurs électriques contrôlées. Cette technique consiste à imposer un potentiel pendant un temps t et à enregistrer le courant résultant en fonction du temps. Une telle transition est toujours suivie par la variation du courant décrite par l'équation de Cottrell [16].

$$I = n \cdot F \cdot A \cdot C \cdot (D/\pi t)^{1/2} \quad (\text{II.1})$$

Où:

I : Courant appliqué (A),

n : est le nombre des électrons mis en jeu,

C : est la concentration volumique initiale en ions actifs dans la solution,

A : est la surface de l'électrode (cm^2),

F : est la constante de Faraday (96500 C),

D : est le coefficient de diffusion ($\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$).

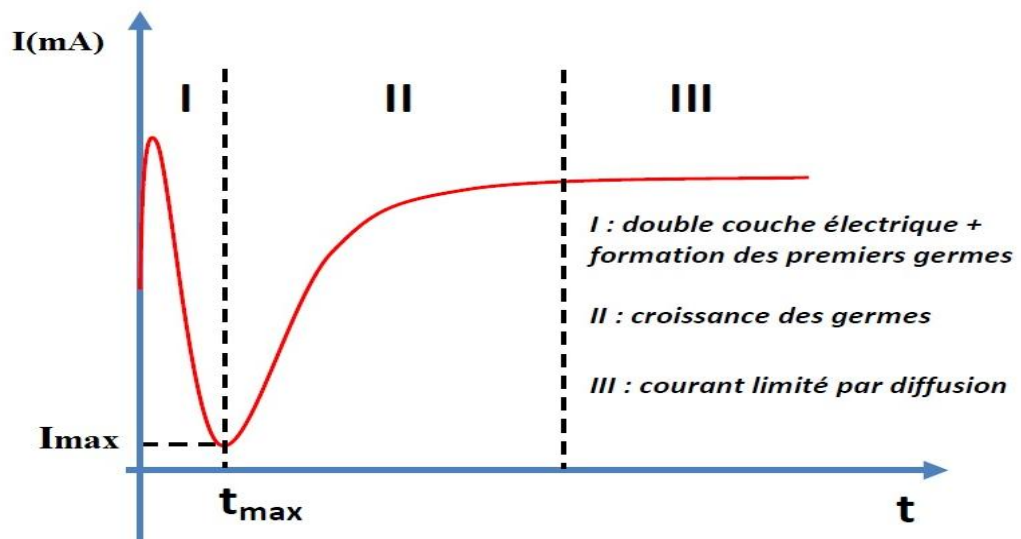


Figure II.6: Allure générale d'un chronoampérogramme.

II.4. Résultats et discussion

II.4.1. Etude électrochimique

II.4.1.1. Voltammétrie cyclique de solution blanc

Comme on a vu dans cette partie, la voltammétrie consiste à étudier la variation de la densité de courant en fonction du potentiel; les voltampérogrammes obtenus nous permettent donc de déterminer la gamme du potentiel dans laquelle l'électrodéposition est possible. Nos premières expériences ont été faites dans le but d'étudier le comportement électrochimique du substrat de cuivre.

La **figure II.7** présente le voltampérogramme de notre substrat plongé dans une solution contenant seulement l'électrolyte support ($0.2\text{M Na}_2\text{SO}_4 + 0.2\text{M H}_3\text{BO}_3$), tracé dans un domaine de potentiel allant de -0.1 jusqu'à -1.5 V/ECS à une vitesse du balayage $V = 20$ mV/s. On note qu'en absence des ions de Ni^{2+} et de Fe^{2+} dans la solution, aucune réaction ne se produit à la surface de l'électrode à l'exception de celle de dégagement d'hydrogène qui est inévitable dans les solutions aqueuses et elle commence à partir d'un potentiel d'environ -0.8 V.

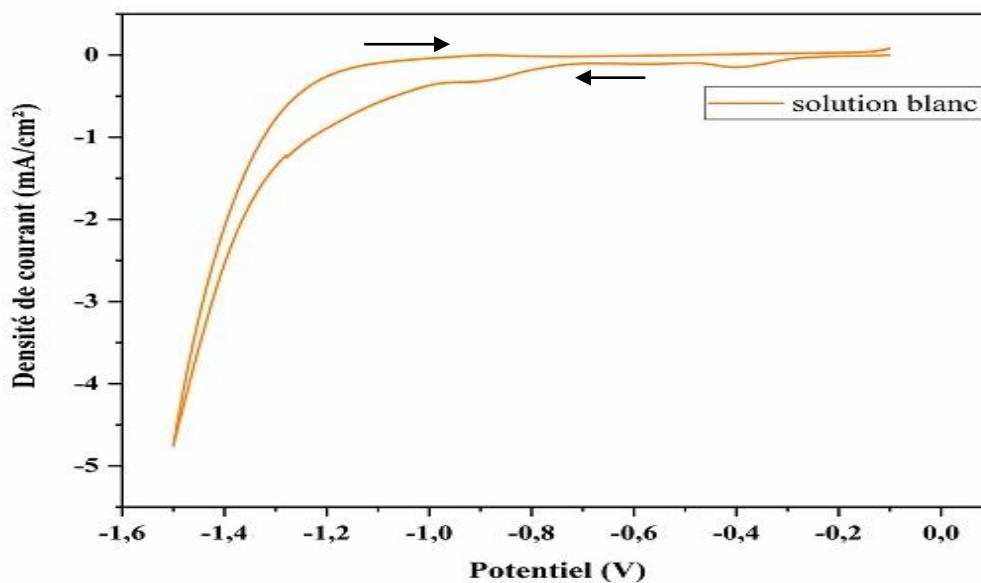


Figure II.7 : voltampérométrie cyclique d'une électrode de cuivre dans un électrolyte contenant 0.2M de Na_2SO_4 et H_3BO_3 à $V=20$ mV/s.

II.4.1.2. Voltammétrie cyclique de Nickel, Fer et alliage Ni-Fe

La **figure II.8** montre les voltampérométries cycliques pour la déposition des métaux individuels Ni et Fe et celle de Ni-Fe.

Pour la solution contenant ($0.2\text{M Na}_2\text{SO}_4 + 0.2\text{M H}_3\text{BO}_3 + 0.1\text{M NiSO}_4$) (figure II.8 (a)), on observe qu'au cours du balayage aller, la réduction des ions Ni^{2+} commence à un potentiel de -0.89 V/ECS et donne un pic cathodique à -1.34 V/ECS. Après ce pic, le courant augmente jusqu'à un potentiel de -1.5 V/ECS. Cette augmentation est due à la réduction de l'hydrogène sur les germes de nickel déposé sur la surface du cuivre. Au balayage retour, un pic anodique est observé au potentiel -0.08 V/ESC, indiquant la dissolution de la couche Ni déposée précédemment.

Pour la solution contenant ($0.2\text{M Na}_2\text{SO}_4 + 0.2\text{M H}_3\text{BO}_3 + 0.1\text{M FeSO}_4$) (figure II.8 (b)), On remarque lors du balayage aller, une augmentation du courant cathodique est observée à partir d'un potentiel autour de -0.97 V/ESC et donne un pic cathodique à -1.35 V/ECS correspondant à la réduction de Fe^{2+} en Fe métallique. Au balayage retour, un pic anodique situé à -0.36 V/ECS est caractéristique d'une dissolution de la couche du Fer.

Pour la solution contenant ($0.2\text{M Na}_2\text{SO}_4 + 0.2\text{M H}_3\text{BO}_3 + 0.1\text{M NiSO}_4 + 0.1\text{M FeSO}_4$) (figure II.8 (c)), une augmentation du courant cathodique est observée à partir d'un potentiel autour de -0.95 V/ECS, ce qui indique la formation du dépôt Ni-Fe sur le substrat de Cu. Au balayage retour, deux pics d'oxydation localisés à : -0.16 V/ECS et à -0.26 V/ECS sont observés, l'apparition de ces pics s'explique par la dissolution de différentes phases formées tel que le pic

le plus proche du pic de nickel présente une phase riche en nickel alors que le pic qui proche du pic de fer présente une phase plus riche de fer.

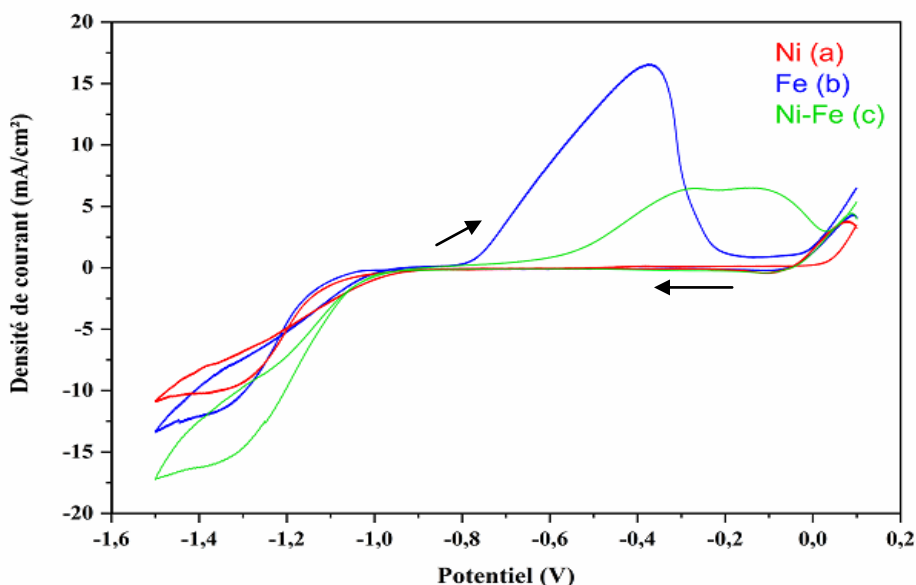


Figure II.8 : Voltampérogramme du substrat de cuivre plongé dans : (a) 0.1M NiSO₄, (b) 0.1M FeSO₄ et (c) 0.1M NiSO₄ + 0.1M FeSO₄ avec l'électrolyte support (0.2M Na₂SO₄ + 0.2 H₃BO₃) à V=20 mV/s.

II.4.2. Etude de l'influence des additifs sur l'électrodéposition de l'alliage Ni-Fe

II.4.2.1. Influence de l'additif citrate de sodium (Na₃C₆H₅O₇)

a. Voltammetrie cyclique

Dans le but d'étudier l'effet du citrate de sodium sur le comportement électrochimique de l'alliage Ni-Fe nous avons effectué trois voltamogrammes tracé dans un domaine de potentiel allant de 0.1 jusqu'au -1.5 V/ECS à une vitesse du balayage $V = 20$ mV/s. La Figure II.9 représente les voltamogrammes cycliques en présences de différentes concentrations du citrate de sodium (0.01, 0.05 et 0.1 M). A partir de cette figure, on observe que l'ajout de citrate de sodium influe remarquablement sur le mécanisme et la cinétique de déposition de l'alliage Ni-Fe. En effet, la présence de citrate de sodium entraine une diminution des densités du courant des pics cathodiques indiquant que le processus de déposition est devenu plus lent que celui du dépôt sans additif. La densité de courant d'électrodéposition et la réaction de dégagement d'hydrogène dépendent fortement de la concentration de citrate de sodium.

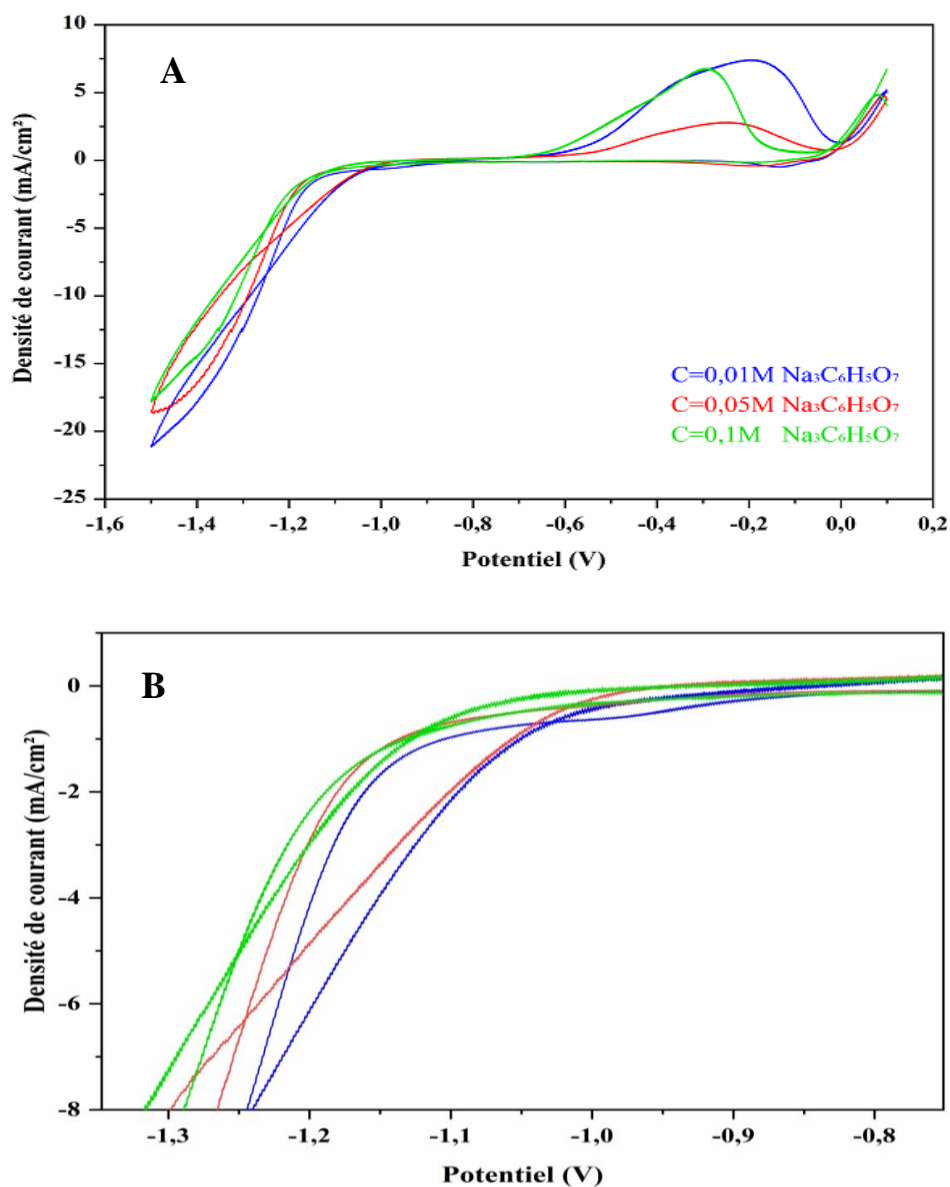


Figure II.9 : (A) Courbes de voltammétrie cyclique lors de l'électrodéposition d'alliage Ni-Fe sur un substrat en cuivre pour différentes concentrations de citrate de sodium ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$). (B) Partie cathodique.

b. Chronoampérométrie

La chronoampérométrie est une technique qui révèle des informations très intéressantes sur les premiers instants du dépôt sur le substrat qui détermine ensuite la croissance des étapes ultérieures.

La figure II.10 présente une série des transitoires $i = f(t)$ obtenus à différentes concentrations de citrate de sodium. Ces courbes montrent des allures similaires. On observe que les chronoampérogrammes débutent par un saut du courant qui correspond à la charge de la double couche électrique et au temps nécessaire pour former les premiers germes de nucléation, puis il

croît pour atteindre un maximum i_{max} pendant un temps égale à t_{max} ; cette partie correspond à la croissance des germes et leurs recouvrements [17]. Ensuite, le courant décroît jusqu'à une limite qui est imposée par la diffusion des ions à travers la solution vers la surface de l'électrode.

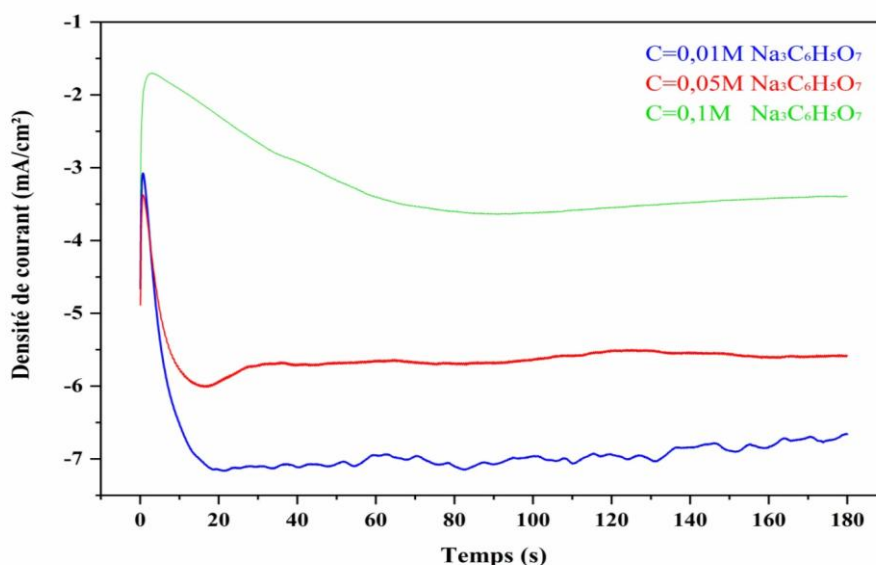


Figure II.10: Courbes courant-temps lors de l'électrodéposition de Ni-Fe sur le cuivre à différentes concentrations de citrate de sodium. Condition opératoire : $t=3\text{min}$, $E= -1200\text{ mV}$.

II.4.2.2. Influence de l'additif Ethyldiaminetétraacétate (EDTA)

a. Voltammetrie cyclique

Pour mettre en évidence l'effet d'EDTA sur la cinétique de déposition de l'alliage Ni-Fe, on a effectué une série de mesure voltamétrique. La figure II.11 rassemble les voltamogrammes réalisés à partir des bains contenant ($0.2\text{M Na}_2\text{SO}_4 + 0.2\text{M H}_3\text{BO}_3 + 0.1\text{M NiSO}_4 + 0.1\text{M FeSO}_4$) et différentes concentrations d'EDTA (0.01, 0.02, 0.03, 0.04 et 0.05 M) comme additif. On remarque que la cinétique des réactions de réduction et d'oxydation est influencée par la concentration d'EDTA dans l'électrolyte. On voit clairement que l'ajout d'EDTA aux bains électrolytiques provoque l'augmentation de l'intensité des pics cathodiques où la densité du courant augmente au fur et à mesure que la concentration d'EDTA augmente dans la solution.

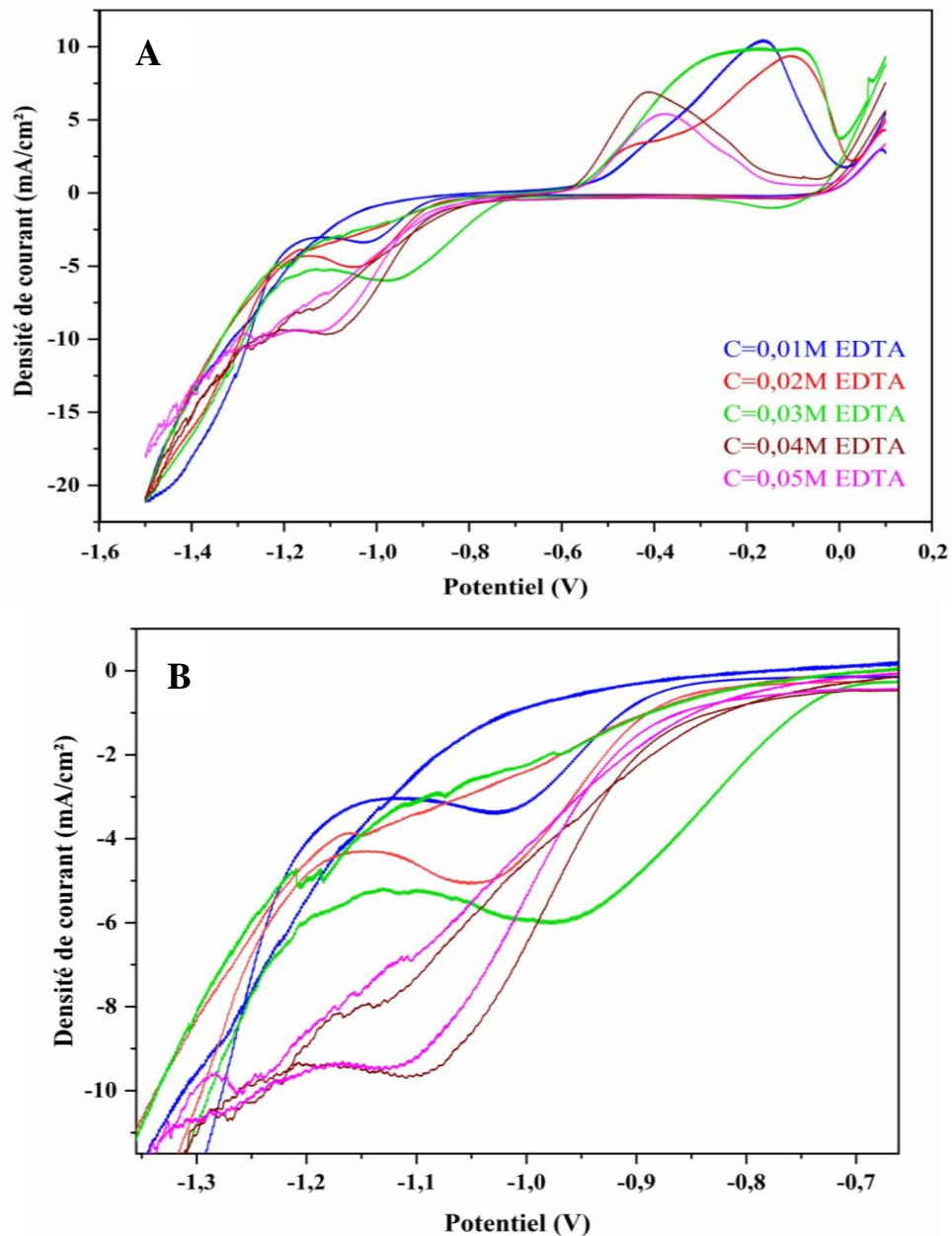


Figure II.11: (A) Courbes de voltammétrie cyclique lors de l'électrodéposition d'alliage Ni-Fe sur un substrat en cuivre pour différentes concentrations d'EDTA. (B) Partie cathodique.

b. Chronoampérométrie

La figure II.12 présente l'ensemble des transitoires $i = f(t)$ obtenus en présence de l'additif (EDTA). Les courbes obtenues montrent des allures similaires. En effet au début de chaque courbe, il y a une diminution du courant qui correspond à la charge de la double couche et donc la formation des premiers germes sur les sites actifs de la surface. En suite, le courant augmente jusqu'à atteindre un maximum i_{max} pendant un temps t_{max} suite à l'augmentation du nombre des germes, puis il diminue pour atteindre le courant limite indiquant la réponse d'un système électrochimique sous contrôle diffusionnel linéaire.

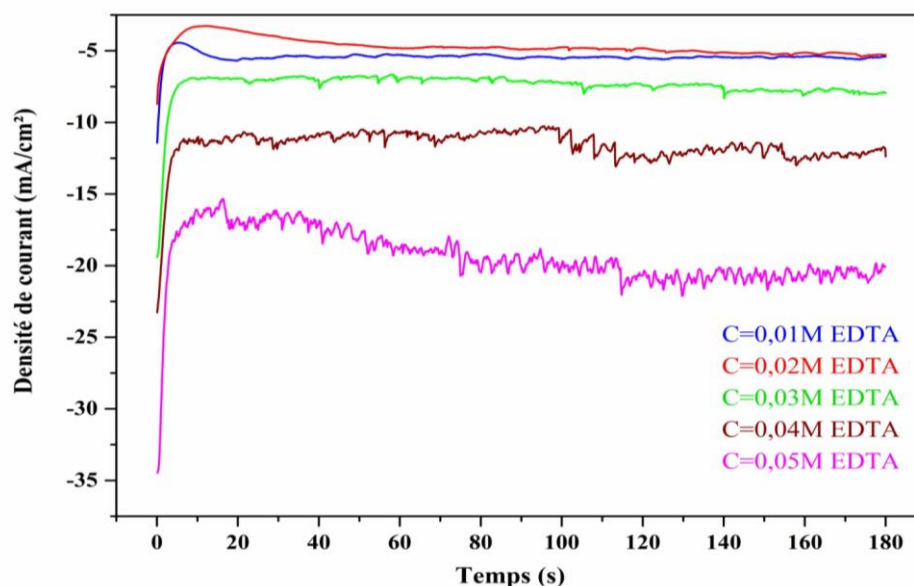


Figure II.12: Courbes courant-temps des dépôts Ni-Fe obtenus pour différentes concentrations d'EDTA. Condition opératoire : $t=3\text{min}$, $E= -1200\text{ mV}$

II.4.2.3. Influence de l'additif acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)

a. Voltammetrie cyclique

Dans le but d'étudier l'effet de l'acide citrique sur le comportement électrochimique de l'alliage Ni-Fe nous avons effectué cinq voltammogrammes tracé dans un domaine de potentiel allant de 0.1 jusqu'au -1.5 V/ECS à une vitesse du balayage $V = 20\text{ mV/s}$. La Figure II.13 représente les voltammogrammes cycliques en présences de différentes concentrations d'acide citrique (0.01, 0.02, 0.03, 0.05 et 0.1M). Il est clair que l'allure des cycles est influencée par la présence de l'additif, pour tous les concentrations, on remarque l'augmentation de la densité du courant dans les deux parties ; cathodique et anodique. La cinétique des réactions de réduction et d'oxydation est influencée par la concentration d'acide citrique dans l'électrolyte.

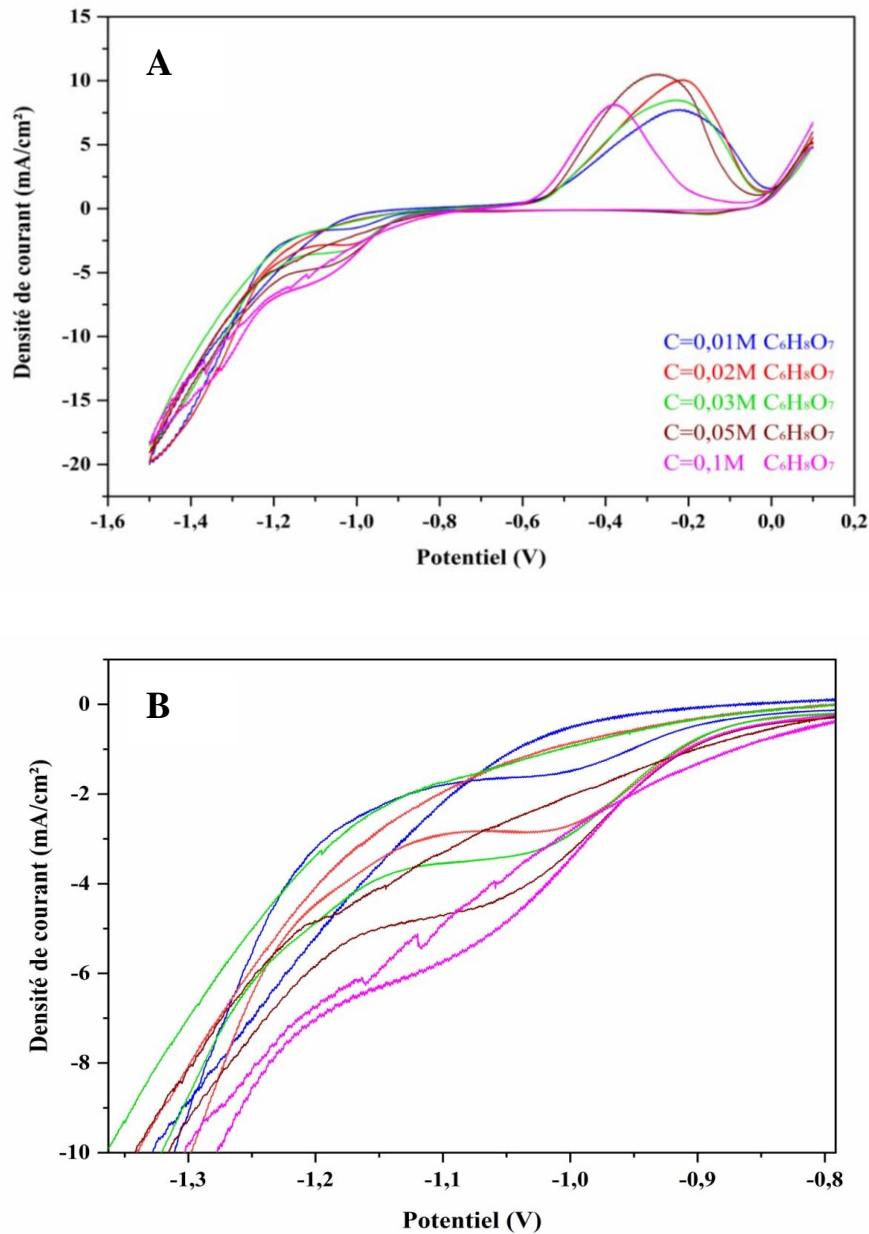


Figure II.13: (A) Courbes de voltammétrie cyclique lors de l'électrodéposition d'alliage Ni-Fe sur un substrat en cuivre pour différentes concentrations d'acide citrique. (B) Partie cathodique.

b. Chronoampérométrie

Une série des transitoires en présence d'acide citrique à différente concentration, est représentée sur la figure II.14. La première partie des courbes est caractérisée par une diminution rapide du courant attribuée à la charge de la double couche électrique et la formation des premiers germes de nucléation, puis le courant croît pour atteindre un maximum i_{max} pendant un t égale à t_{max} ; cette partie correspond à la croissance des germes et leurs recouvrement. Ensuite, le courant diminue pour atteindre le courant limite indiquant la réponse d'un système électrochimique sous contrôle diffusionnel linéaire.

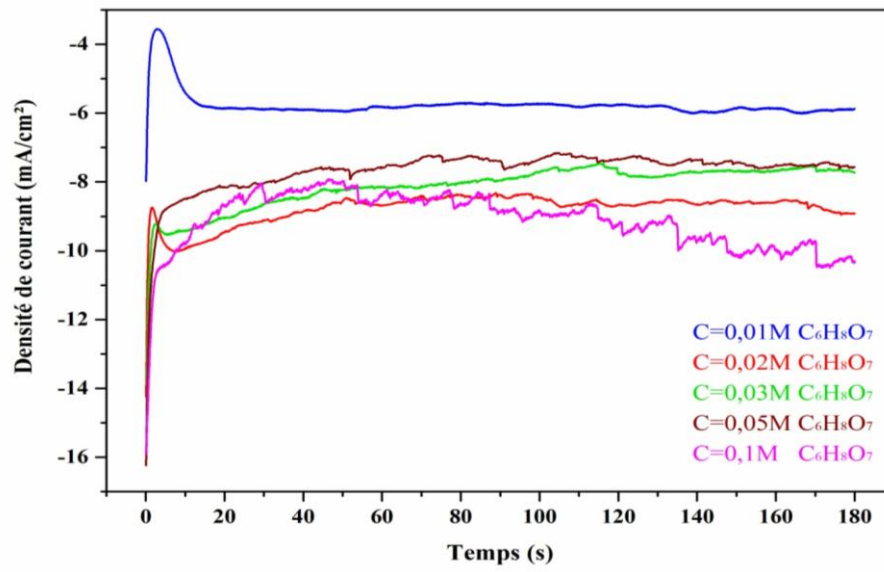


Figure II.14: Courbes courant-temps des dépôts Ni-Fe obtenus pour différentes concentrations de l'acide citrique. Condition opératoire : $t=3\text{min}$, $E= -1200\text{ mV}$

Conclusion Générale

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'objectif principal de ce travail est l'élaboration par électrodéposition sur un substrat en cuivre des alliages Ni-Fe à partir du bain sulfate en absence et en présence de citrate de sodium, EDTA et acide citrique avec différentes concentrations.

Les principales conclusions tirées de cette étude sont :

- Etude sans additifs

Après l'étude cinétique par la voltamétrie cyclique, nous avons déduit la gamme des potentiels applicables pour une élaboration électrochimique des dépôts Ni, Fe et Ni-Fe. Ensuite, nous avons utilisé la technique chronoampérométrique pour la réalisation de ces dépôts.

- Etude avec additifs

L'ajout des additifs dans les bains ont causé des changements remarquables sur le processus d'électrodéposition de l'alliage Ni-Fe.

1- Avec citrate de sodium ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$)

La présence de citrate de sodium dans le bain entraîne une diminution des densités du courant sur les courbes voltamétriques comme sur les courbes chronoampérométriques. Cet effet indique que l'ajout de citrate a réduit la cinétique de déposition des films.

2- Avec Ethyldiaminetétraacétate (EDTA)

L'ajout de l'EDTA dans l'électrolyte provoque une augmentation de l'intensité des pics cathodiques où la densité du courant augmente au fur et à mesure que la concentration d'EDTA augmente dans la solution.

3- Avec l'acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)

La présence de l'acide citrique dans la solution entraîne une augmentation de l'intensité des pics cathodiques où la densité du courant augmente au fur et à mesure que la concentration d'acide citrique augmente dans la solution.

En conclusion, la cinétique des réactions de réduction et d'oxydation est influencée par l'ajout des additifs dans l'électrolyte.

En perspective, il serait souhaitable de compléter ce travail par une caractérisation structurale et morphologique des dépôts élaborés.

Références bibliographique

Références bibliographiques

- [1] Kesri.Fatima, *Contribution à l'étude de l'électrodéposition de l'étain et à la co-déposition de l'étain par voie électrolytique*. Thèse de doctorat. Université 8 mai 1945 Guelma. 2020.
- [2] *Nickel plating handbook*. Un Livre. www.nickelinstitute.org. 2014.
- [3] Y. Badé, *Revêtements Métalliques par Voie Electrolytique*. Cuivrage M 1605. Technique de l'ingénieur. 2000.
- [4] Nia NS, *Relations état métallurgique-propriétés dans les alliages électrodéposés de Ni-W nanostructurés*. Université de La Rochelle France. 2014.
- [5] J. Amblard, *Electrocristallisation Aspects fondamentaux*. Techniques de l'ingénieur D906. 1976.
- [6] I. Mazerie, *Développement de capteurs électrochimiques basés sur la voltammétrie par échantillonnage de courant sur réseau d'électrodes*. Thèse de doctorat. Université de rennes1 France. 2016.
- [7] Lahag Lemya DW, *Etude phytochimique du Daphne gnidium L. et son effet sur l'électrodéposition du nickel*. Mémoire de master. Université 8 mai 1945 Guelma. 2019.
- [8] Dahmane Yasmina, *Elaboration et propriétés de nanofils de CoPt et FePt électrodéposés*. Thèse de doctorat. Université Joseph-Fourier-Grenoble I. 2007.
- [9] Khelladi Mohamed Redha. *Etude des mécanismes de l'électrodéposition des alliages Co-Cu sur un substrat semi-conducteur*. Thèse de doctorat. Université de Sétif 1-Ferhat Abbas.2012.
- [10] Tahar Derabla. *Etude de l'effet de différents paramètres Physico-chimiques d'électrolyse en vue de la préparation de revêtements électrolytiques de chrome à partir des bains de chrome trivalent*. Mémoire De Magister. Université 8 Mai 1945 Guelma. 2012.
- [11] Djaghout, Ilhem. *Etude de l'influence des additifs organiques sur les proprietes des depots electrolytiques de nickel*. Mémoire De Magister. Université 08 mai 1945 Guelma. 2016.
- [12] Chekkal Hala, Serraiat Khawla, *Elaboration et caractérisation des dépôts composites NICKEL-ALUMINEN sur substrat de cuivre*. Mémoire de master. Université Mohamed Khider de Biskra. 2020.
- [13] C. Meudre, *Obtention de revêtements électrochimiques de bronze en milieu acide avec ajout d'additifs organiques à base de gélatine*. Thèse de doctorat. Université de Franche-Comté. France 2015.
- [14] S. Boudinar, *Électrodéposition du système manganèse-bismuth: cinétique du dépôt*. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou. 2015.

- [15] Mezghiche Sonia et Madi Fadila, *Electrodéposition et étude cinétique de composite à base de zinc*. Mémoire de fin de cycle. Université A. Mira–Bejaia. 2019.
- [16] Y. Messaoudi, N. Fenineche, A. Guittoum, A. Azizi, G. Schmerber, A. Dinia, *J Mater Sci. Mater Electron*. 24 (2013) 2962.
- [17] S. Tebbakh, *Effets de l'ajout de la saccharine sur les propriétés de nanostructures de Ni-Co obtenues par électrodéposition*. Thèse de doctorat. Université de Ferhat Abbas Sétif 1. 2016

الملخص :

نهتم في هذا العمل بدراسة تأثير المواد المضافة على التوضع الكهروكيميائي لرقائق السبيكة نيكل-حديد على ركيزة نحاس في محلول كبريتات. سبائك النيكل-حديد تم الحصول عليها من محلول يحتوي على حمض البوريك 0.2 مولاري و كبريتات الصوديوم 0.2 مولاري و ايونات النيكل 0.1 مولاري بالإضافة الى ايونات الحديد 0.1 مولاري. برهنت النتائج على ان حركية التوضع تتأثر بإضافة المواد المضافة.

Résumé:

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'effet des additifs (citrate de sodium, EDTA et acide citrique) sur d'électrodéposition des films minces d'alliage Ni-Fe électrodéposés sur un substrat de cuivre à partir de bain sulfate. Les films minces Ni-Fe sont obtenus à partir d'un électrolyte contenant du sulfate de sodium (0.2M), acide borique (0.2M), sulfate de nickel hydraté (0.1M) et sulfate de fer hydrate (0.1M). Les résultats ont montré que la cinétique de l'électrodéposition des alliages Ni-Fe a été considérablement améliorée par l'ajout des additifs.

Abstract:

In this work, we investigated the effect of additives (sodium citrate, EDTA and citric acid) on electroplating thin films of Ni-Fe alloy electrodeposited on a copper substrate from a sulfate bath. Ni-Fe thin films are obtained from an electrolyte containing sodium sulfate (0.2M), boric acid (0.2M), hydrated nickel sulfate (0.1M) and hydrated iron sulfate (0.1M). The results showed that the electroplating kinetics of Ni-Fe alloys was significantly improved by the addition of the additives.