

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

جامعة عمار 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 :

BENAOUMEUR HADJER

THEME

---

**Élaboration de couches minces à base de Fer par électrodéposition**

---

*Soutenu publiquement devant le jury composé de :*

*Mr. Saidat Boubakeur*

*Pr*

*Président*

*Mr. Sebiane Sofiane*

*MAA*

*Examineur*

*Mr. Ferhat Mahmoud*

*Pr*

*Examineur*

*Mme. Hamdi Fatima Zohra Karima*

*MCB*

*Promotrice*

Annee Universitaire 2022/2023



## *Remerciements*

Tout d'abord, je voudrais remercier mon Dieu qui nous a donné force, courage et prospérité pour mener à bien ce travail.

Je remercie vivement Mr **Saidat Boubaker** professeur à l'université de Laghouat, département de sciences de la matière, pour avoir accepté de présider le jury de ma soutenance.

Je remercie vivement Mr **Ferhat Mahmoud**, professeur à l'université de Laghouat, département de sciences de la matière, d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie vivement Mr **Sebiane Sofiane**, enseignant à l'université de Laghouat, département de sciences de la matière, d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je voudrais remercier notre enseignante **M<sup>me</sup>. Hamdi.F. Z. Karima** pour sa confiance dans l'apprentissage de la véritable recherche. Je lui souhaite du succès dans sa vie pratique et sociale, ainsi que pour son aide scientifique, ses encouragements et son soutien moral, ainsi que pour sa contribution importante au développement de ce travail.

Enfin, je remercie le comité de discussion d'avoir accepté cette discussion.





## *Dédicace*

Tout d'abord, je tiens à remercier DIEU De m'avoir donné la force et le courage

de mener à bien ce modeste travail.

Au phare de la science et de l'imam Mustafa à l'analphabète qui a enseigné aux instruits au maître de la création notre maître Mohammad, la paix soit sur lui.

Si Dieu a mis le paradis sous les pieds des mères, ce n'est pas pour rien. Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur .Mon cher mère..

Permettez-moi de vous exprimer mon grand amour, mon affection et ma profonde gratitude. Je suis tellement fière d'être votre fille et de pouvoir enfin réaliser ce que vous vouliez et attendiez de moi. Vous n'avez jamais cessé de déployer tous vos efforts pour répondre à nos besoins, nous encourager et nous aider à choisir la voie du succès. Votre patience, votre gentillesse, vos précieux conseils et votre confiance en moi ont été des facteurs décisifs dans ma réussite. Mon cher père.

A ceux qui les aiment dans mes veines et les guident dans leurs souvenirs, je me tourne A mes sœurs , mes frères et mon petit Mayar.

Nous parcourons ensemble la route qui mène au succès et à la créativité et nous travaillons main dans la main. Nous cueillons des fleurs et apprenons à mes amis (Djihad, Fatima, Faiza, sanaa, Hanan, Nawal) et à mes collègues.

À ceux qui nous ont appris les lettres d'or et les mots et expressions des expressions les plus hautes et les plus belles de la science à ceux qui nous enseignent les lettres et leurs pensées phare nous éclairent la biographie de la science et le succès de nos professeurs distingués

**BENAOUMEUR HADJER**



## Liste de figures

<b>Figure I.1</b> : Présentation des principaux procédés de dépôt de couches minces.	<b>4</b>
<b>Figure II.1</b> : Représentation schématique du dispositif expérimental.	<b>12</b>
<b>Figure II.2</b> : Schéma d'une cellule électrochimique.	<b>13</b>
<b>Figure II.3</b> : Schéma d'une électrode au calomel saturé.	<b>13</b>
<b>Figure II.4</b> : Schéma de l'électrode de travail (cuivre).	<b>14</b>
<b>Figure II.5</b> : L'allure générale de la courbe voltampérométrique et ses grandeurs Caractéristiques.	<b>17</b>
<b>Figure II.6</b> : Schéma théorique de la courbe courant-temps pour la germination tridimensionnelle.	<b>18</b>
<b>Figure II.7</b> : Voltampérogramme cyclique de l'électrode de Cu plongée dans l'électrolyte support : 0,25M de Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> et 0,25 M de H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> .	<b>19</b>
<b>Figure II.8</b> : Voltampérogramme cyclique de l'électrode de Cu plongée 0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25M H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> et 0,1M NiSO <sub>4</sub> .	<b>20</b>
<b>Figure II.9</b> : Voltampérogramme cyclique de l'électrode de Cu plongée 0,25M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 0,25M H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> et 0,1M FeSO <sub>4</sub> .	<b>21</b>
<b>Figure II.10</b> : Voltampérogramme cyclique de l'électrode de Cu plongée 0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 0,25M H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> , 0,1 M NiSO <sub>4</sub> et 0,1 FeSO <sub>4</sub> .	<b>22</b>
<b>Figure II.11</b> : Courbes courant-temps lors de l'électrodéposition de couche mince Ni-Fe sur le cuivre à différentes potentiels de déposition. Condition opératoire : C=0,1M NiSO <sub>4</sub> , t=10min.	<b>23</b>
<b>Figure II.12</b> : Courbes courant-temps lors de l'électrodéposition de couche mince Ni-Fe sur le cuivre à différents temps de déposition. Condition opératoire : C=0,1M NiSO <sub>4</sub> , E=-1150mV.	<b>24</b>
<b>Figure II.13</b> : Courbes de voltammétrie cyclique lors de l'électrodéposition d'alliage Ni -Fe à différentes concentrations de NiSO <sub>4</sub> .	<b>25</b>
<b>Figure II.14</b> : Courbes courant-temps lors de l'électrodéposition de couche mince Ni -Fe sur le cuivre à différentes concentrations de Nickel. Condition opératoire : t=10min, E=-1150mV.	<b>26</b>

## Liste de tableaux

<b>Tableau I.1</b> : Propriétés physiques et chimiques du fer et du nickel.	<b>9</b>
<b>Tableau II.1</b> : Propriétés chimiques des produits utilisés.	<b>14</b>
<b>Tableau II.2</b> : Composition des électrolytes pour l'électrodéposition Nickel, Fer et de l'alliage Ni-Fe.	<b>15</b>

## Liste d'abréviation

**C** : Concentration.

**D** : Coefficient de diffusion.

**E<sub>pa</sub>** : Potentiel de pic anodique.

**E<sub>pc</sub>** : Potentiel de pic cathodique.

**E<sub>pa/2</sub>, E<sub>pc/2</sub>** : Les potentiels à mi-hauteur des pics anodiques et cathodiques.

**F** : Constant de Faraday (96500 C.mol<sup>-1</sup>).

**I** : Courant de l'électrolyse imposé pour déposer le métal M (A).

**I<sub>pa</sub>** : Courant de pic anodique.

**I<sub>pc</sub>** : Courant de pic cathodique.

**M** : La masse molaire (g/mol).

**S** : Surface de l'électrode (cm<sup>2</sup>).

**T** : Température.

**V** : La vitesse d'électrodéposition (m/s).

**m** : La masse déposée (g).

**n** : Nombre de moles d'électrons échangés dans la réaction de réduction (égale à la valence).

**i** : Densité de courant (A/cm<sup>2</sup>).

**q** : Quantité de charge.

**t** : Temps (durée du dépôt) (sec).

**ΔE<sub>p</sub>** : Potentiel de pic.

**ρ** : La masse volumique.

**ε** : L'épaisseur du film métallique.

# Sommaire

Remerciement	
Dédicaces	
Liste de figures	
Liste de tableaux	
Liste d'abréviation	
Introduction générale.....	1
<b>Partie I : Synthèse bibliographique</b>	
<b>I.1. Couches minces.....</b>	<b>3</b>
<b>I.1.1. Définition.....</b>	<b>3</b>
<b>I.1.2. méthodes d'élaboration des couches minces .....</b>	<b>3</b>
<b>I.2. Electrodeposition.....</b>	<b>4</b>
<b>I.2.1. Définition de l'électrodeposition .....</b>	<b>4</b>
<b>I.2.2. Principe d'électrodeposition et loi de Faraday .....</b>	<b>4</b>
<b>I.2.3. Mécanisme d'électrodeposition .....</b>	<b>5</b>
<b>I.2.3.1. transfert de masse.....</b>	<b>6</b>
<b>I.2.3.2. transfert de charge .....</b>	<b>6</b>
<b>I.2.3.3. cristallisation.....</b>	<b>6</b>
<b>I.2.4. Les facteurs influençant sur l'électrodeposition.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.4.1. nature du métal à déposer .....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.4.2. densité de courant.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.4.3. température.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.4.4. PH .....</b>	<b>8</b>
<b>I.2.4.5. Agitation du bain.....</b>	<b>8</b>
<b>I.2.4.6. composition.....</b>	<b>8</b>
<b>I.2.4.7. Additifs.....</b>	<b>8</b>
<b>I.3. Couches mince Ni-Fe.....</b>	<b>9</b>
<b>I.3.1. Propriétés physiques et chimiques.....</b>	<b>9</b>
<b>I.3.2. Electrodeposition des films mince Ni-Fe .....</b>	<b>9</b>

## Partie II: Partie expérimentale

<b>II.1. Montage expérimental.....</b>	<b>12</b>
<b>II.1.1. Cellule électrochimique .....</b>	<b>12</b>
<b>II.1.2. Electrodes.....</b>	<b>13</b>
<b>II.1.2.1. Electrode de référence .....</b>	<b>13</b>
<b>II.1.2.2. Contre électrode.....</b>	<b>14</b>
<b>II.1.2.3. Electrode de travail.....</b>	<b>14</b>
<b>II.1.3. Les produits chimiques utilisés.....</b>	<b>14</b>
<b>II.1.4. Bains électrolytiques.....</b>	<b>15</b>
<b>II.1.5. Préparation des substrats.....</b>	<b>15</b>
<b>II.2. Techniques de caractérisations électrochimiques.....</b>	<b>15</b>
<b>II.2.1 Voltampérométrie cyclique.....</b>	<b>16</b>
<b>II.2.2 Chronoampérométrie .....</b>	<b>17</b>
<b>II.3. Résultats et discussion .....</b>	<b>19</b>
<b>II.3.1. Voltamètre cyclique de l'électrolyte support .....</b>	<b>19</b>
<b>II.3.2. Voltammétrie cyclique de Nickel, Fer et alliage Ni-Fe.....</b>	<b>19</b>
<b>II.3.3. Effet des paramètres d'électrodéposition des couches minces Ni-Fe.....</b>	<b>22</b>
<b>II.3.3.1. Effet de potentiel de déposition .....</b>	<b>22</b>
<b>II.3.3.2. Effet de temps de déposition .....</b>	<b>23</b>
<b>II.3.3.1. Effet de la concentration de Nickel .....</b>	<b>24</b>
<b>a. Voltammétrie cyclique.....</b>	<b>24</b>
<b>b. Chronoampérométrie.....</b>	<b>25</b>
<b>Conclusions générales.....</b>	<b>28</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>30</b>

A decorative border consisting of a repeating pattern of asterisks surrounds the central text. The border is composed of a top row, a bottom row, and two vertical columns on the left and right sides, all made of small, black, eight-pointed asterisks.

# **INTRODUCTION GÉNÉRALE**

## Introduction générale

L'industrie technologique de pointe est aujourd'hui axée sur la recherche de nouveaux matériaux aux propriétés nanostructurales homogènes et élaborés par des techniques moins coûteuses et performantes. Ainsi, une connaissance détaillée de la nanostructure est une étape très importante dans la conception de matériaux [1] tels que les oxydes et les alliages de métaux.

Les nanostructures à base d'alliages Ni-Fe présentent un intérêt considérable car ces alliages donnent une meilleure protection à la corrosion que les films de nickel pur et ils possèdent de meilleures propriétés mécaniques et magnétiques.

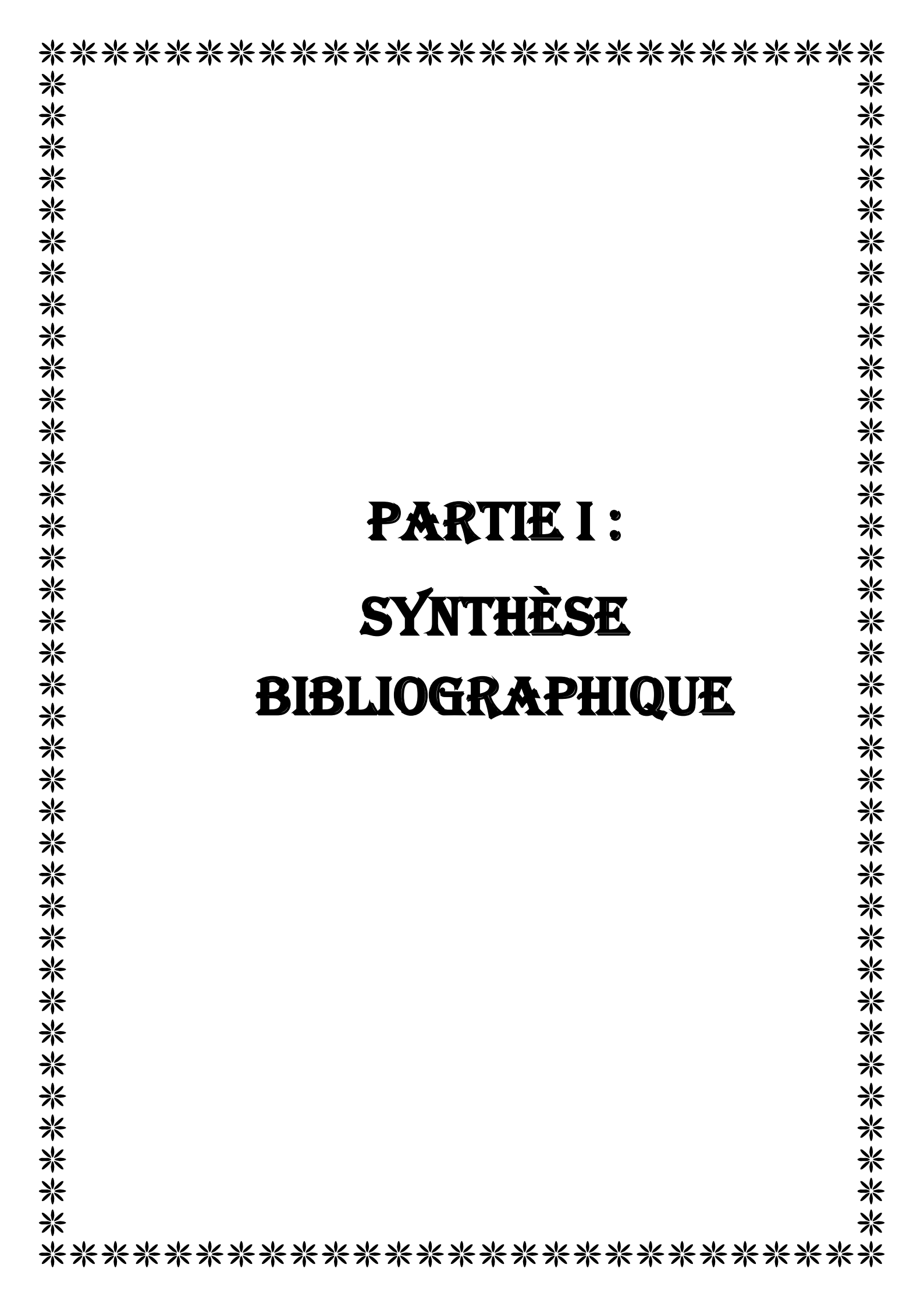
Actuellement, le choix entre les nombreux techniques d'élaboration est lié principalement d'une part aux propriétés physiques (Structurale, magnétique, mécanique,...) du matériau obtenu, et d'autre part au coût et au temps de réalisation.

L'électrodéposition se classe parmi les méthodes de choix pour la réalisation de ce type de matériaux, puisque elle possède plusieurs avantages: la simplicité de mise en oeuvre, rapide, économique et l'élaboration à la température ambiante.

Les propriétés de couche mince Ni-Fe dépendent 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 des ions dans le bain électrolytique, le pH du milieu, le potentiel ou le courant imposé, l'ajout d'additif, l'agitation mécanique, la température, le temps de déposition, etc.

Ce travail est axé sur l'élaboration de couche mince Ni-Fe et l'effet de la concentration du  $\text{NiSO}_4$ , le potentiel et le temps de déposition sur l'électrodéposition des couches minces Ni-Fe. Cette mémoire est répartie sur deux parties; La première partie présente quelques rappels, des définitions et des notions de bases sur l'électrodéposition.

Dans la deuxième partie, nous présentons les différentes techniques expérimentales utilisées pour l'élaboration des couches minces Ni-Fe sur un substrat de cuivre, les techniques mises en oeuvre pour leurs caractérisations électrochimiques et les résultats obtenus. Enfin, ce travail se termine par une conclusion générale résumant les principaux résultats obtenus et les perspectives pour la poursuite de ce travail.

A decorative border consisting of a repeating pattern of asterisks surrounds the central text. The border is composed of a top row, a bottom row, and two vertical columns on the left and right sides, all meeting at the corners.

**PARTIE I :**  
**SYNTHÈSE**  
**BIBLIOGRAPHIQUE**

Cette partie est consacrée à l'étude bibliographique relative à notre thème de recherche, deux sous parties essentielles ont été développées. Dans la première sous partie, nous décrivons quelques généralités sur les couches minces, l'électrodéposition des métaux et d'alliages, son principe, son mécanisme et ces facteurs influençant sur ce dernier, la seconde sous partie décrira les propriétés physiques et chimiques des couches minces Ni-Fe et l'électrodéposition des alliages Ni-Fe.

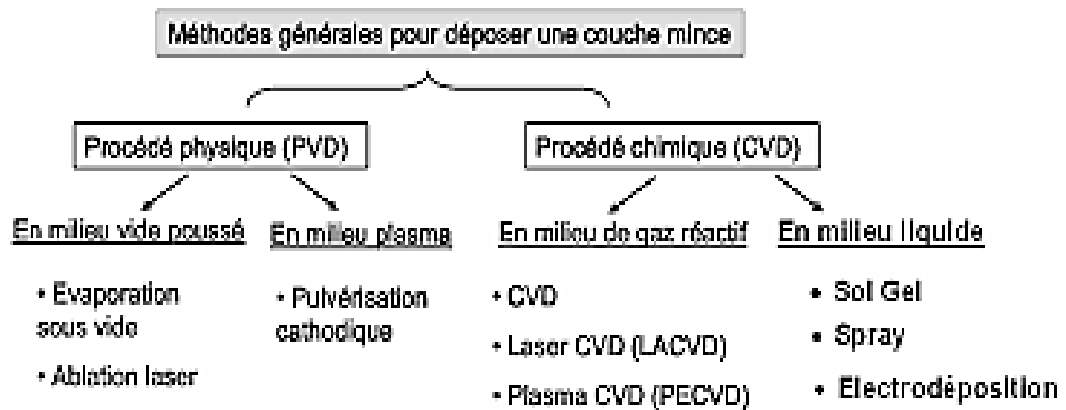
## **I.1. couches minces**

### **I.1.1. Définition**

La couche mince est une fine pellicule d'un matériau déposé sur un autre matériau, appelé substrat dont l'une des dimensions qu'on appelle l'épaisseur a été fortement réduite de telle sorte que cette faible distance entre les deux surfaces limites reste de l'ordre du  $\mu\text{m}$ , ce qui confère à la couche son caractère quasi bidimensionnel, cela entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physiques. La différence essentielle entre le matériau à l'état massif et celui en couches minces est que dans l'état massif on néglige généralement avec raison le rôle des limites dans les propriétés, tandis que dans une couche mince ce sont, au contraire, les effets liés aux surfaces limites qui sont prépondérants. Il est assez évident qu'à chaque épaisseur plus faible, cet effet de bidimensionnelle sera plus important. Cependant, lorsque l'épaisseur dépassera un certain seuil ; son effet deviendra minime et le matériau retrouvera les propriétés bien connues du matériau massif [2].

### **I.1.2. méthodes d'élaboration des couches minces**

Il existe de nombreuses techniques de dépôt des couches minces qui sont réparties en général classées en deux grandes familles : méthodes physiques et méthodes chimiques.



**Figure I.1:** Présentation des principaux procédés de dépôt de couches minces [3].

## I.2. Electrodeposition

### I.2.1. Définition de l'électrodeposition

L'électrodeposition est une méthode qui consiste à imposer un courant électrique ou une différence de potentiel entre deux électrodes plongées dans une solution contenant un sel métallique du métal à déposer. Cette technique d'élaboration présente l'avantage de faible coût et facile de mettre en œuvre. Toutes fois, elle a un inconvénient majeur d'incorporer dans les dépôts des impuretés existantes dans la solution électrolytique. Ce qui est susceptible d'influencer fortement le comportement physico-chimique des couches déposées par cette méthode [4].

### I.2.2. Principe d'électrodeposition et loi de Faraday

Le but de l'électrodeposition est de déposer un métal ou un film passif sur un autre métal pour donner à cette surface les différentes modifications et les propriétés désirées.

Soit un dépôt électrochimique effectué à un courant  $I$  imposé permettant la réduction du métal. L'analyse de la réponse  $E=f(t)$  enregistrée au cours d'une déposition permet de calculer la quantité de charges  $q$  qui traverse la cellule et d'en déduire la masse et l'épaisseur du dépôt [5].

$$q = I.t \quad (I.1)$$

Lorsqu'on dépose un élément de masse molaire  $M$  par électrolyse à partir de ses ions de valence  $n$ , la masse  $m$  déposée pendant le temps  $t$  peut être calculée par la loi de Faraday, si toute fois le rendement en courant est de 100% :

$$m = M.I.t/n. F = M.i.S.t/n.F \quad (I.2)$$

Où

**m** : masse déposée (g) ;

**M** : masse molaire de l'espèce réduite au cours de la réaction ( $\text{g.mol}^{-1}$ ) ;

**I** : courant de l'électrolyse imposé pour déposer le métal M (A) ;

**t** : temps du dépôt (s) ;

**i** : densité de courant ( $\text{A/cm}^2$ ) ;

**S** : surface de l'électrode ( $\text{cm}^2$ ) ;

**n** : nombre de moles d'électrons échangés dans la réaction de réduction (égal à la valence pour un ion simple) ;

**F** : constante de Faraday ( $96500 \text{ C.mol}^{-1}$ ).

La vitesse **V** d'électrodéposition peut être déduite de l'expression précédente, ainsi si on appelle  $\epsilon$  l'épaisseur du film métallique déposé pendant un temps t, la vitesse en m/s est donnée par :

$$V = \epsilon/t \quad (I.3)$$

La masse m est calculée, connaissant la masse volumique  $\rho$  du métal déposé :

$$m = \rho.S.\epsilon \quad (I.4)$$

De (I.2) et (I.4) on obtient :

$$V = M.i/n.F.\rho \quad (I.5)$$

### I.2.3. Mécanisme d'électrodéposition

Si un électrolyte contient un sel de l'électrode métallique, il est alors envisageable à un potentiel donné de déposer ce métal. Le processus d'électrocristallisation peut être décrit de manière simplifiée par les trois étapes suivantes :

### **I.2.3.1. transfert de masse**

Outre la réaction électrochimique de transfert de charge, une ou plusieurs étapes de transport de matière peuvent se produire et réguler le déplacement des espèces vers l'interface électrochimique. Ce transport peut se faire par migration, convection et diffusion.

Trois facteurs conjugués déterminent ce phénomène :

- a. La migration des ions sous l'effet du champ électrique résultant de la différence de potentiel entre l'anode et la cathode ;
- b. La diffusion liée au mouvement d'espèces due au gradient de concentration au voisinage de l'interface électrode-solution tendant à compenser la consommation de matière à l'électrode ;
- c. La convection de la solution (agitations mécanique, thermique...).

### **I.2.3.2. transfert de charge**

Dans le cas d'un dépôt métallique réalisé par voie électrochimique, le métal se dépose sur la cathode selon la réaction d'équation suivante :



Où  $M^{n+}$ , est l'ion métallique et n, sa valence.

Le transfert de charge au cours de l'électro cristallisation correspond à l'association des électrons du métal aux ions métalliques se trouvant au voisinage de la surface (dans le plan de Helmholtz)[6].

### **I.2.3.3 cristallisation**

Les adatoms 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. [7].

## **I.2.4. Les facteurs influençant l'électrodéposition**

Différents paramètres influencent la structure des dépôts électrolytiques. Cette caractéristique est d'une importance primordiale car elle conditionne les propriétés des dépôts. La structure dépend de plusieurs paramètres tels que : la nature du métal à déposer, l'état de surface du substrat, la densité de courant, la température, l'agitation du bain, le pH et la composition de l'électrolyte [8] :

### **I.2.4.1. Nature du métal à déposer**

Les métaux n'ont pas tous la même disposition à donner des structures compactes, à partir de sels simple ou fortement dissociés, on peut considérer trois groupes [9]:

- Les métaux ayant une tendance marquée à donner des dépôts grossiers : Ag, Pb, Sn.
- Les métaux qui conduisent à une structure grossière, mais compacte : Cu, Zn, Cd.
- Les métaux qui donnent des dépôts très fins, lisse et semi brillant : Fe, Co, Ni.

### **I.2.4.2. Densité de courant**

La densité de courant a une influence très marquée sur la structure du dépôt. Plus elle est élevée, plus la structure de dépôt est fine. Elle est tributaire de la concentration de l'espèce électroactif dans l'électrolyte. La concentration de l'espèce électroactif dépend de sa diffusion et donc son renouvellement, mais il existe une limite au-delà de laquelle le dépôt est brûlé, cette limite est atteinte lorsque l'espèce électroactif n'est plus suffisamment approvisionnée. Il peut se faire aussi que l'on atteigne une tension de la cathode ou un autre processus de réduction ait lieu comme le dégagement d'hydrogène [9].

### **I.2.4.3. 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 son solubilité. D'après le diagramme présenté par Dini, l'élévation de la température se traduit par un accroissement de

grosseur des grains, le dépôt acquis une structure grossière et qui tient moins bien, mais le grand intérêt est surtout d'élever les vitesses des dépôts [9].

#### **I.2.4.4. pH**

Le pH joue un rôle très important sur la structure des dépôts, car les protons provoquent l'élévation de la surtension et posent un problème pour les métaux possédant une surtension plus négative que l'hydrogène. L'augmentation du pH au niveau de la cathode entraîne la formation d'hydroxydes qui nuisent à la qualité du dépôt. Donc il faut utiliser des solutions tampons pour maintenir le pH constant [9].

#### **I.2.4.5. Agitation du bain**

Ce facteur favorise les échanges entre l'électrolyte et le sein de la solution, elle permet au niveau des électrodes de faciliter la diffusion, assurer l'égalité des concentrations et dans la plupart des cas d'accroître les densités de courant. En outre, lors de l'électrolyse, l'agitation provoque le départ des bulles de gaz qui se forment éventuellement sur le dépôt en cours d'élaboration et qui sont la source de piqûres [9].

#### **I.2.4.6. Composition**

Le métal à déposer peut être introduit sous forme de cations hydratés ou d'anions complexes. Dans le premier cas, il faut que la réaction d'électrode provoque d'abord leur transfert puis leur déshydratation avant la décharge; leur concentration est généralement assez élevée pour une question de réserve en métal dissous et de conductivité suffisante de la solution [10].

#### **I.2.4.7. Additifs**

Les bains électrolytiques contiennent généralement, outre les espèces métalliques à réduire et les sels minéraux, des additifs constitués de mélange de substances organiques ou inorganiques. Malgré leurs faibles concentrations dans les bains, le rôle des additifs est déterminant. En général les additifs interviennent en favorisant ou en bloquant la réduction des espèces électroactives. Ils permettent de maîtriser le procédé d'électrodéposition (régulation de l'électrodéposition) et donc la qualité du dépôt (contrôle des propriétés comme la structure, la dureté, la ductibilité, la brillance). Donc ce sont des composés ajoutés pour améliorer les propriétés finales des dépôts ou pour avoir des propriétés nouvelles [9].

### I.3. Couches mince Ni-Fe

#### I.3.1. Propriétés physiques et chimiques

En général, les alliages métalliques sont la combinaison de deux ou plusieurs métaux sous forme de couches minces métalliques, par exemple les alliages de type : Zn-Fe, Fe-Co-Ni, Zn-Ni....

Quelques propriétés physiques et chimiques du nickel et du fer sont présentées dans le tableau I.1 [10].

**Tableau I.1** : Propriétés physiques et chimiques du fer et du nickel.

Propriétés	Fe	Ni
Structure électronique	[Ar] 3d <sup>6</sup> 4s <sup>2</sup>	[Ar] 3d <sup>8</sup> 4s <sup>2</sup>
Numéro atomique (Z)	26	28
Rayon métallique (Å)	1.27	1.24
Point de fusion (°C)	1535	1453
Structure cristalline	Cubique centré & Cubique à faces centrées.	Cubique à faces centrées
Résistivité (à 20 °C)	10	7.8
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> ) à (20 °C)	7.874	8.902

#### I.3.2. Electrodeposition des films mince Ni-Fe

Ce système de codéposition a été classé comme étant un système anormal, c'est-à-dire que le métal Fe (le moins noble) est électrodeposé préférentiellement par rapport au métal Ni (le plus noble).

Les premiers chercheurs qui ont expliqué la codéposition anormale dans le système binaire FeNi sont Dahms et Croll [11]. Ils ont observé que lorsque le pH de la surface cathodique était très élevée, le rapport obtenu après le dépôt entre le métal le moins noble (Fe) et celui le plus noble (Ni) était beaucoup plus élevé que le rapport des Fe/Ni dans l'électrolyte avant le dépôt, ce qui engendré la formation des FeOH<sup>+</sup> considérés comme un facteur important dans la codéposition anormale. Hessami et Tobias [12] ont montré l'importance des réactions d'hydrolyse dans la solution, et ils ont proposé un modèle mathématique permettant de définir plusieurs paramètres : le comportement du courant, la composition du dépôt, etc...

Nakano et al. [13] ont étudié le mécanisme de codéposition d'alliage Ni-Fe en la comparant avec celle de l'alliage Zn-Fe. Ils ont démontré que la codéposition anormale est dépendante de la valeur du pH dans la solution.

Hu et Bai [14] ont effectué une étude vaste sur les dépôts binaires du groupe du Fer, et compris les alliages Fe-Co, Fe-Zn, Fe-Ni, Ni-Co, et les alliages Ni-Zn. Ils ont trouvé que l'adsorption à la cathode d'une couche de monohydroxyde entraînait l'inhibition de la codéposition anormale des alliages du groupe Fer.

A decorative border consisting of a repeating pattern of asterisks surrounds the central text. The border is composed of a top row, a bottom row, and two vertical columns on the left and right sides, all meeting at the corners.

**PARTIE II: PARTIE  
EXPÉRIMENTALE**

Dans cette partie nous présentons les produits chimiques, l'appareillage, les méthodes et des différentes techniques utilisées, mis en œuvre pour l'étude des dépôts électrolytiques Ni, Fe et l'alliage Ni-Fe sur des substrats en cuivre et les résultats obtenus.

## II.1. Montage expérimental

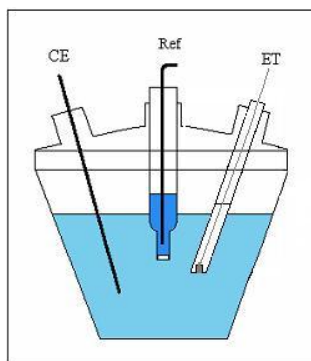
Les expériences électrochimiques sont réalisées avec un potentiostat/galvanostat de type Voltalab 40 (PGZ 402) piloté par un ordinateur qui enregistre les données. La cellule et les électrodes sont reliées directement au potentiostat (Figure II.1).



**Figure II.1 :** Représentation schématique du dispositif expérimental

### II.1.1. Cellule électrochimique

La cellule électrochimique est constituée d'un bécher en verre PYREX d'une capacité de 250 ml contenant un électrolyte dans lequel plongent les électrodes utilisées (travail, auxiliaire et référence) comme illustré dans la figure II.2.



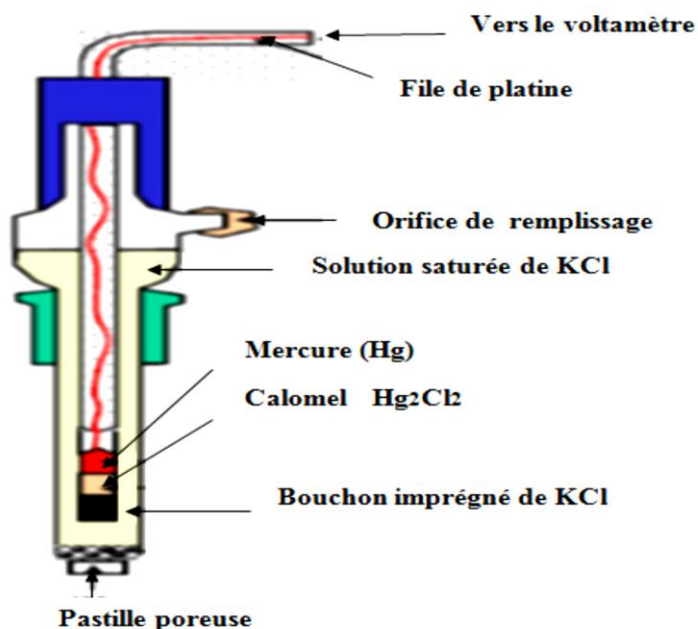
**Figure II.2 :** Schéma d'une cellule électrochimique.

## II.1.2. Electrodes

Nous avons utilisé trois types d'électrodes :

### II.1.2.1. Electrode de référence

L'électrode de référence choisie est une électrode au calomel saturée (ECS:  $\text{Hg} / \text{Hg}_2\text{Cl}_2 / \text{K}_{\text{Cl}}$ ) de potentiel à 0,244 V/ENH à 25°C). Toutes les valeurs de potentiel sont mesurées par rapport à cette électrode (**Figure II.3**).



**Figure II.3:** Schéma d'une électrode au calomel saturée.

### II.1.2.2. Contre électrode

Elle est en général en métal inerte comme le platine et le graphite. Dans notre cas, nous avons utilisé une contre électrode en platine de surface d'environ  $1\text{ cm}^2$ .

### II.1.2.3. Electrode de travail

L'électrode de travail est constituée d'un disque de cuivre de grande pureté (99.99 %) de surface totale égale à  $0.8\text{ cm}^2$  (Figure II.4).



Figure II.4: Schéma de l'électrode de travail (cuivre).

### II.1.3. Les produits chimiques utilisés

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

Tableau II.1 : Propriétés chimiques des produits utilisés.

Composition	La masse molaire (g/mol)	Formules	La pureté %
Sulfate de nickel hydrate	262,85	$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	99
Sulfate de fer hydrate	151.91	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	99,98
Sulfate de sodium	142.04	$\text{Na}_2\text{SO}_4$	99,9
Acide borique	61,83	$\text{H}_3\text{BO}_3$	99,5

## II.1.4. Bains électrolytiques

Le tableau II.2 synthétise les principales caractéristiques des bains utilisés dans notre étude.

**Tableau II.2 :** Composition des électrolytes pour l'électrodéposition de Nickel, Fer et de l'alliage Ni-Fe.

Produits chimiques	Electrolyte support	Solution 1 (Dépôt de Ni)	Solution 2 (Dépôt de Fe)	Solution 3 (Dépôt de Ni-Fe)	Condition opératoire
$\text{Na}_2\text{SO}_4$	0.25M	0.25M	0.25M	0.25M	*pH=4
$\text{H}_3\text{BO}_3$	0.25M	0.25M	0.25M	0.25M	*Température ambiante
$\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	0	0.1M	0	0.1M	*Avec agitation
$\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	0	0	0.1M	0.1M	

## II.1.5. Préparation des substrats

Pour obtenir une bonne reproductibilité des expériences, la surface de l'électrode est polie avant chaque dépôt en respectant les étapes suivantes :

- Polissage de la surface aux papiers abrasifs P 800 jusqu'à P 2000.
- Lavage à l'acétone.
- Lavage à l'eau distillée.
- Séchage de la surface

## II.2. Techniques de caractérisations électrochimiques

Nous allons au cours de cette section présenter un certain nombre de techniques électrochimiques. Les méthodes principalement utilisées sont la voltammétrie cyclique et la chronoampérométrie.

## II.2.1 Voltampérométrie cyclique

La voltamétrie est une technique d'électroanalyse basée sur la mesure du flux de courant résultant des phénomènes électrochimiques qui se produisent à la surface de l'électrode sous l'effet d'une variation contrôlée de la différence de potentiel entre deux électrodes spécifiques. La voltamétrie cyclique repose sur un balayage linéaire aller-retour du potentiel, permettant la mesure des courbes  $i = f(E)$  pour l'oxydation et la réduction du composé. Cette technique permet de calculer le potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ), le courant de corrosion ( $I_{corr}$ ) et la résistance à la polarisation ( $R_p$ ). Ces trois grandeurs sont déterminées en utilisant la méthode de polarisation linéaire à partir des courbes de voltamétrie cyclique (courbes densité de courant – potentiel) à l'aide d'un montage potentiodynamique à trois électrodes.  $E_{corr}$  correspond au potentiel à partir duquel le film de passivation s'altère et de ce fait la corrosion du biomatériau permet de déterminer l'intensité de courant critique ( $I_c$ ) ou la densité de courant critique ( $i_c$ ) qui sont les valeurs à atteindre pour passiver le matériau [15]. Les principales grandeurs caractéristiques d'un voltampérogramme sont données sur la figure II.5.

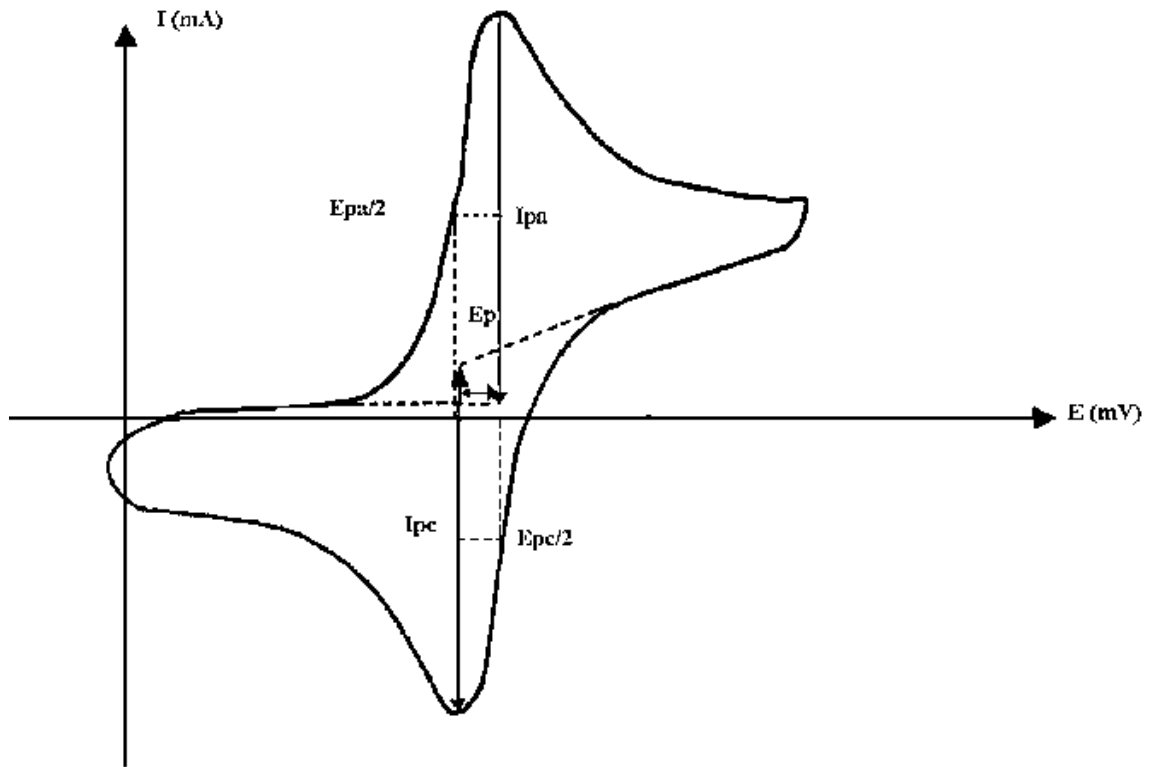
Avec :

**$I_{pa}$ ,  $I_{pc}$** : 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.

**$\Delta E_p$** : Différence de potentiel entre  $E_{pa}$  et  $E_{pc}$ .



**Figure II.5:** L'allure générale de la courbe voltampérométrique et ses grandeurs Caractéristiques.

## II.2.2 Chronoampérométrie

La chronoampérométrie est une méthode électrochimique qui consiste à imposer ou fixer un potentiel et faire varier le courant en fonction du temps. Cette méthode présente un intérêt principal dans le cas des processus avec formation d'une phase nouvelle, et notamment dans le cas des dépôts métalliques, elle permet alors de mettre clairement en évidence quantitativement (à l'aide des modèles théoriques) les phénomènes (transitoires) de nucléation, puis de croissance cristalline [16]. Dans le cas d'un système rapide contrôlé par la diffusion, l'expression du courant en fonction du temps est donnée par l'équation de Cottrell comme suit :

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

Où:

**i** : densité du courant.

**n** : nombre d'électrons échangés.

**F** : constante de Faraday.

**D** : coefficient de diffusion.

**C** : concentration.

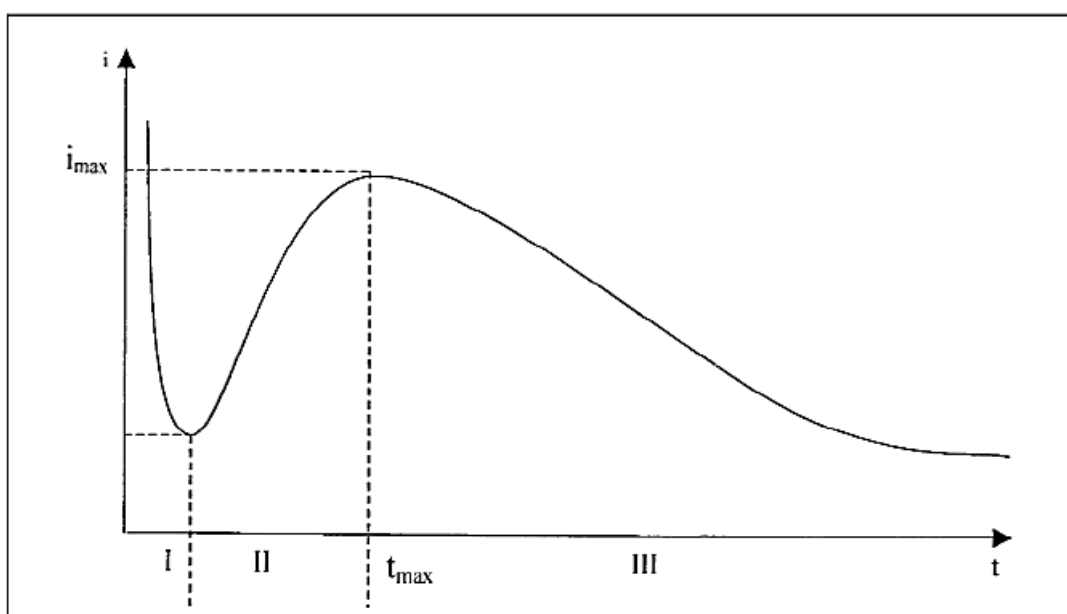
**t** : temps.

Le schéma théorique (**figure II. 5**) de la courbe courant-temps pour la germination tridimensionnelle comprend trois zones distinctes :

**Zone I** : Correspond à la zone de la double couche et au temps nécessaire pour former les germes.

**Zone II** : Correspond à la croissance des germes donc à l'augmentation de la surface active sur l'électrode.

**Zone III** : Traduit le fait que la diffusion des ions dans la solution devient l'étape limitant pour la réaction de croissance du film déposé.

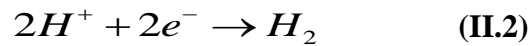


**Figure II.6:** Schéma théorique de la courbe courant-temps pour la germination tridimensionnelle

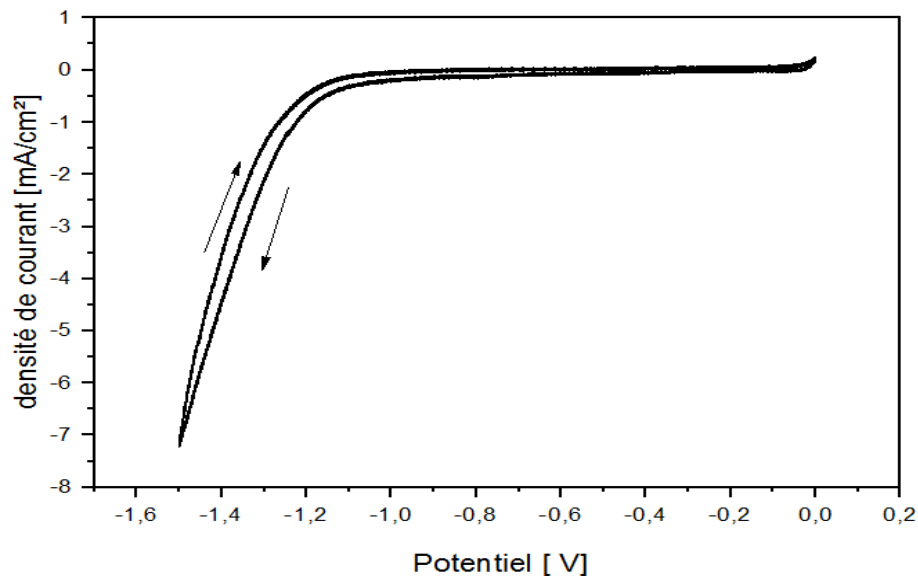
## II.3. Résultats et discussion

### II.3.1. Voltamètre cyclique de l'électrolyte support

Le domaine de stabilité de l'électrolyte support est une caractéristique importante dans l'étude des systèmes électrochimiques. La figure (II.7) montre un voltampérogramme d'un substrat de cuivre immergé dans une solution contenant l'électrolyte support (0.5M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et 0,5 M H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>). Le voltammogramme est tracé dans un domaine de potentiel allant de 0.0 jusqu'à -1.5V/ECS à une vitesse de balayage  $v_b = 10$  mV/s. En l'absence des ions métalliques actifs, on observe un courant cathodique important qui apparaît à partir d'un potentiel de -1.1 V/ECS liée à la réduction des protons  $H^+$  selon la réaction suivante:



Ceci indique clairement la présence inévitable de cette réaction concurrente lors de l'électrodéposition des métaux en solution aqueuse [17].



**Figure II.7 :** Voltampérogramme cyclique de l'électrode de Cu plongée dans l'électrolyte support : 0.25M de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et 0.25M de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> .

### II.3.2. Voltammétrie cyclique de Nickel, Fer et alliage Ni-Fe

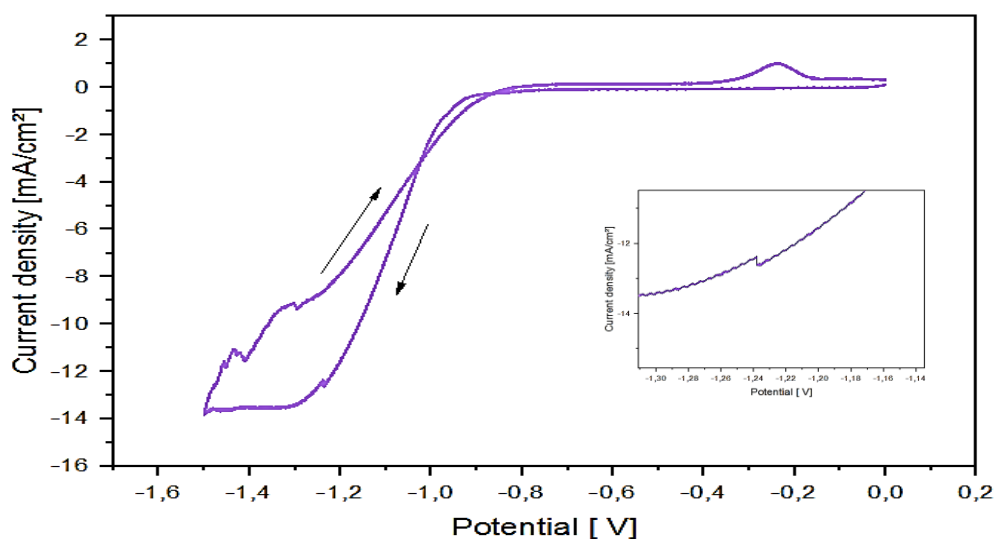
Les figures suivantes présentent une série des voltammogrammes cycliques de cuivre immergé, à température ambiante, dans le bain électrolytique contenant seuls des ions Ni<sup>2+</sup>

(Figure II.8),  $\text{Fe}^{2+}$  (Figure II.9) et  $\text{Ni}^{2+} + \text{Fe}^{2+}$  (Figure II.10). Les voltammogrammes sont tracés dans un domaine de potentiel allant de 0.0 jusqu'à -1.5V/ECS à une vitesse de balayage  $v_b = 10 \text{ mV/s}$ .

La figure II.8 montre un voltammogramme cyclique d'une solution contenant les ions de nickel. Lors du balayage aller, on observe un pic cathodique vers -1,15 V qui correspond à la réduction de nickel selon la réaction suivante:



Puis une augmentation importante du courant à des potentiels plus négatifs due à la réduction des protons. Au cours du balayage retour, l'apparition d'un pic aux environs de -0,24 V/ECS est lié à la dissolution du dépôt de Ni déjà formé.

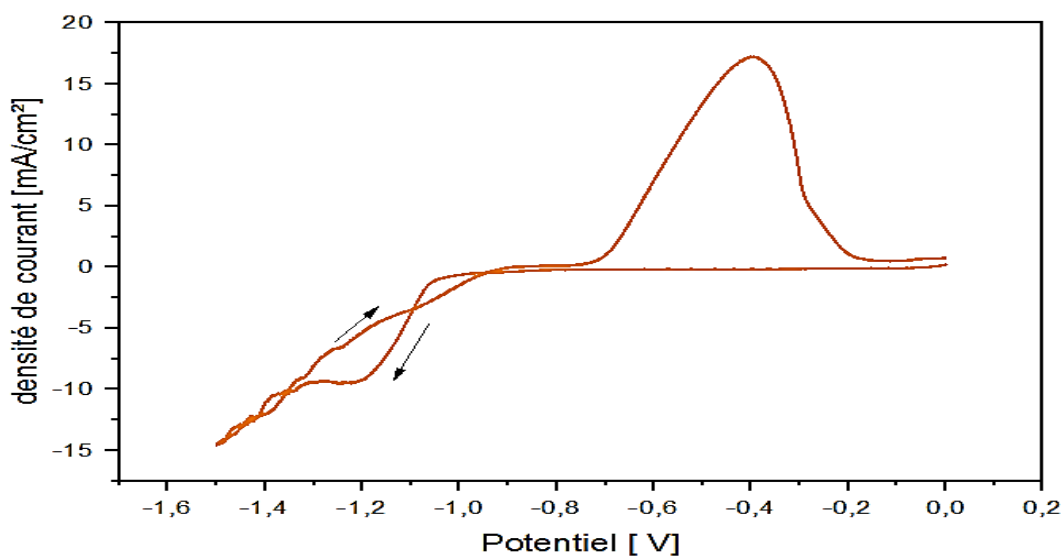


**Figure II.8 :** Voltampérogramme cyclique de l'électrode de Cu plongée 0.25 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , 0,25M  $\text{H}_3\text{BO}_3$  et 0,1 M  $\text{NiSO}_4$ .

La figure II.9 montre un voltammogramme cyclique d'une solution contenant les ions de fer. Lors du balayage aller, une augmentation du courant cathodique est observée à partir d'un potentiel autour de -0.92 V/ECS et l'apparition d'un pic cathodique vers à -1.2 V/ECS correspondant à la réduction des ions  $\text{Fe}^{2+}$  selon la réaction suivante:

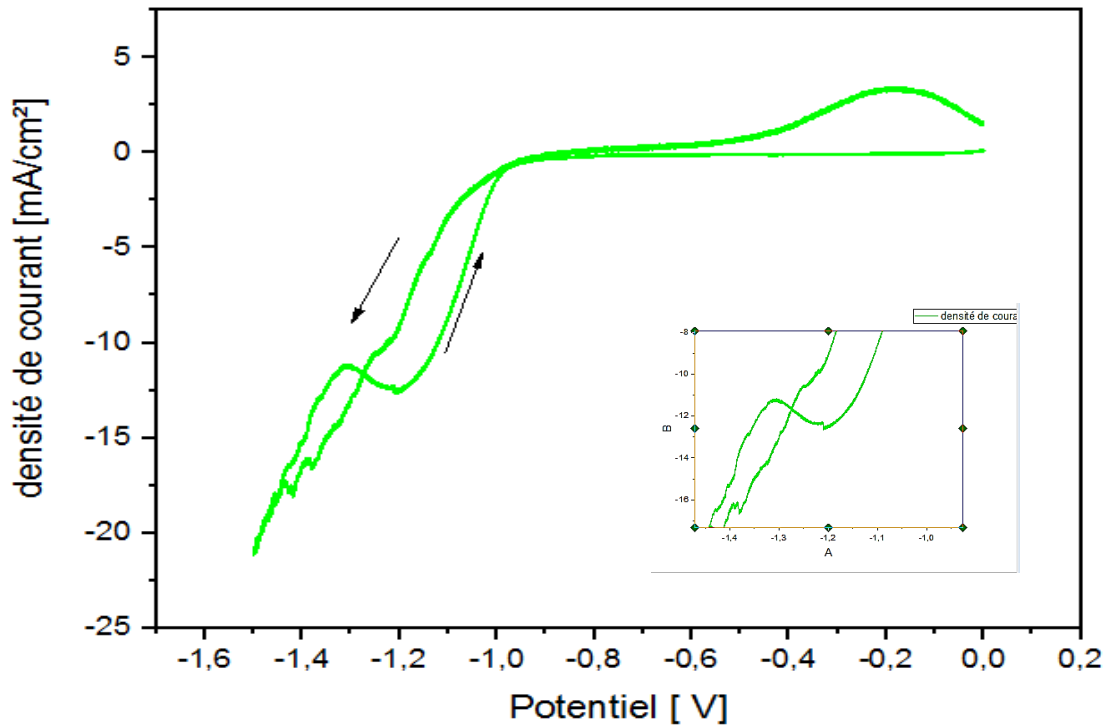


Le courant augmente rapidement après le pic de réduction des espèces  $\text{Fe}^{2+}$ , cette augmentation est due à la réduction de l'hydrogène. Au cours du balayage retour, un pic anodique situé à  $-0.39 \text{ V/ECS}$  correspondant à la dissolution de Fer déposé.



**Figure II.9 :** Voltampérogramme cyclique de l'électrode de Cu plongée 0,25 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , 0,25M  $\text{H}_3\text{BO}_3$  et 0,1 M  $\text{FeSO}_4$ .

La figure II.10 montre un voltammogramme de l'électrode de Cu immergé dans une solution contenant les ions de  $\text{Ni}^{2+}$  et  $\text{Fe}^{2+}$ . Lors du balayage aller, Un seul pic cathodique apparait au potentiel d'environ  $-1.18 \text{ V}$ , ce qui indique la formation de la couche Ni-Fe sur le substrat de cuivre. Au balayage inverse, le pic anodique situé à  $-0.19\text{V}$  est attribué à la dissolution des phases Ni-Fe formé. Une autre caractéristique de ces voltammogrammes est la présence d'un noeud de croisement des branches cathodiques et anodiques ce qui est due aux phénomènes de nucléation et de croissance cristalline [15, 16].

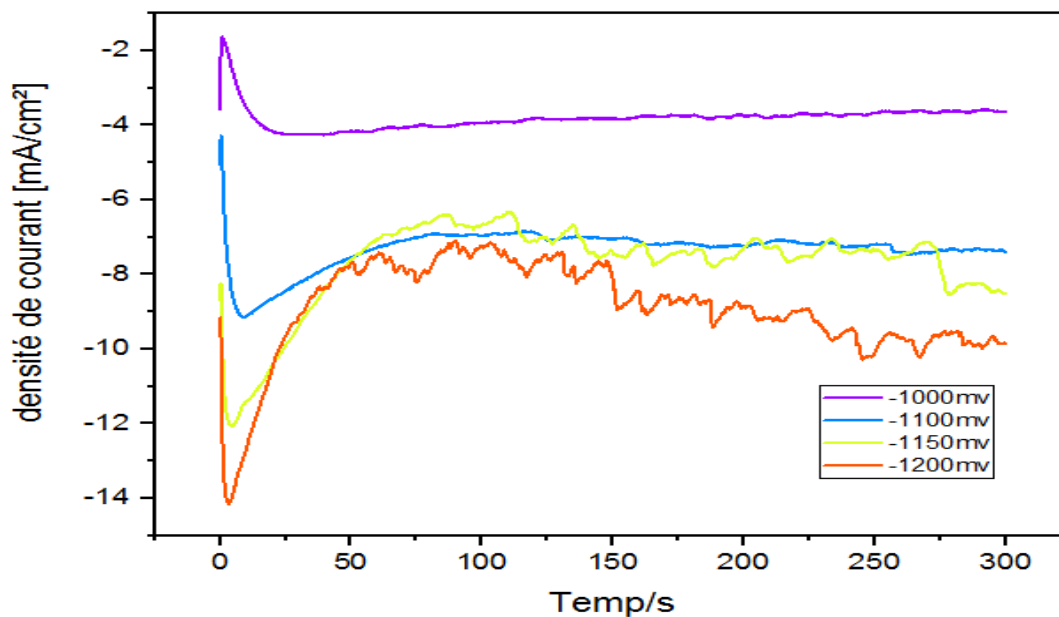


**Figure II.10 :** Voltampérogramme cyclique de l'électrode de Cu plongée 0.25 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0,25M H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 0,1 M NiSO<sub>4</sub> et 0.1 FeSO<sub>4</sub>.

### II.3.3. Effet des paramètres d'électrodéposition des couches minces Ni-Fe

#### II.3.3.1. Effet de potentiel de déposition

La figure II.11 présente une série des courbes  $i = f(t)$  obtenus à différentes valeurs du potentiel de déposition lors de la déposition de Ni-Fe sur cuivre. Les courbes obtenues montrent des allures similaires. En effet au début de chaque courbe, il y a une diminution du courant (en valeur absolue) qui correspond à la charge de la double couche [18] 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 jusqu'à une limite qui est imposée par la diffusion des ions à travers la solution vers la surface de l'électrode.

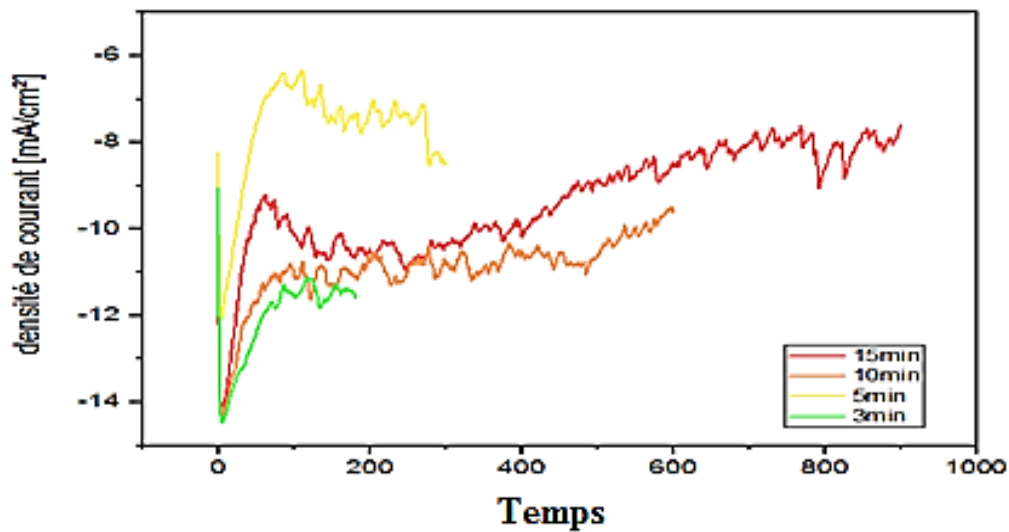


**Figure II.11:** Courbes courant-temps lors de l'électrodéposition de couche mince Ni-Fe sur le cuivre à différentes potentiel de déposition. Condition opératoire : C=0.1M NiSO<sub>4</sub>, t=10min.

On observe que le dépôt d'alliage Ni-Fe obtenu à **-1,150 V/ECS** a une très bonne adhérence au substrat et ce dernier est entièrement couvert.

### II.3.3.2. Effet de temps de déposition

La figure II.12 présente une série des courbes  $i = f(t)$  obtenus à différentes valeurs du temps de déposition lors de la déposition de Ni-Fe sur cuivre. Selon cette la figure, chaque courbe débute par un pic de courant capacitif provenant de la charge de la double couche et également de la formation des premiers germes sur des sites actifs de la surface, puis le courant croît du fait de l'augmentation du nombre des germes et la croissance individuelle de chaque germe, puis il diminue jusqu'à une limite qui est imposée par la diffusion des ions à travers la solution vers la surface de l'électrode.



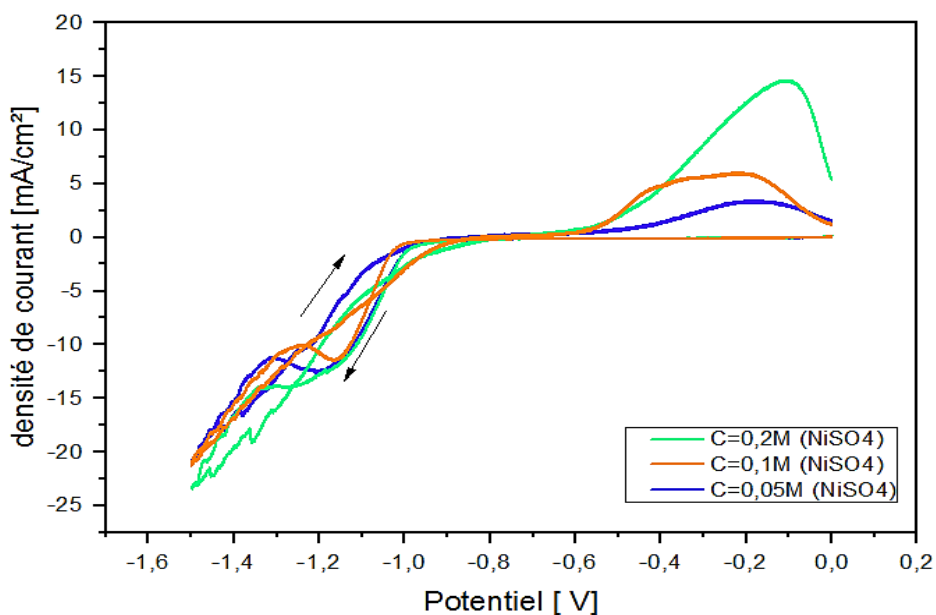
**Figure II.13:** Courbes courant-temps lors de l'électrodéposition de couche mince Ni-Fe sur le cuivre à différents temps de déposition. Condition opératoire :  $C=0.1M$  NiSO<sub>4</sub>,  $E=-1150mV$

On observe que le dépôt d'alliage Ni-Fe déposé à un temps égal à **10 min** a une très bonne adhérence au substrat et ce dernier est entièrement couvert.

### II.3.3.1. Effet de la concentration de Nickel

#### a. Voltammétrie cyclique

Dans le but d'étudier l'effet de la concentration des ions Ni<sup>2+</sup> dans le bain sur l'électrodéposition des alliages Ni-Fe, on a tracé des voltammogrammes cycliques pour différents bains à une vitesse de balayage de 10 mV.s<sup>-1</sup> (Figure II.13). L'influence de la concentration du Ni<sup>2+</sup> est bien clair. On remarque que la cinétique des réactions de réduction et d'oxydation est influencée par la concentration des ions Ni<sup>2+</sup> dans l'électrolyte. Cela est traduit par l'augmentation de la densité du courant des branches anodiques et cathodiques. L'augmentation de la concentration des ions Ni<sup>2+</sup> dans la solution fait augmenter l'intensité des pics de réduction et d'oxydation. On note aussi la présence d'un croisement de la branche cathodique et la branche anodique, qui est caractéristique d'un processus de nucléation et croissance électrochimique.

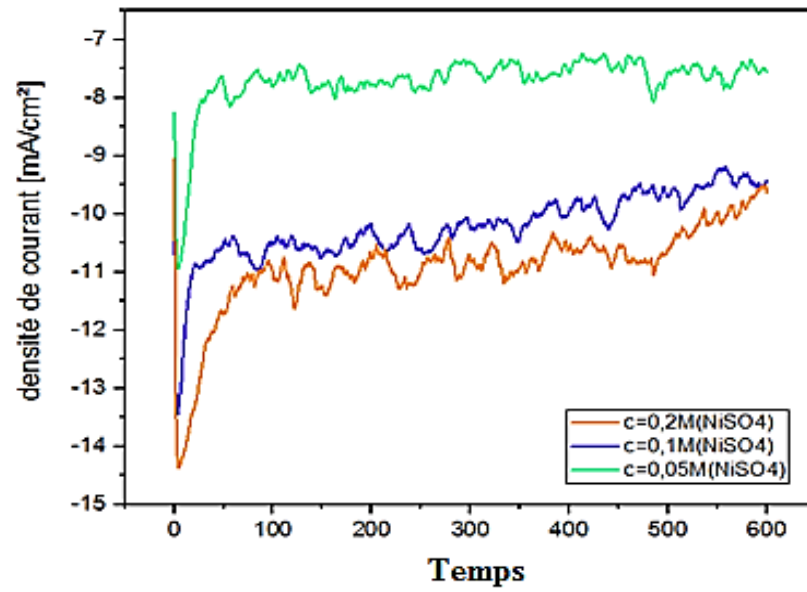


**Figure II.13:** Courbes de voltammétrie cyclique lors de l'électrodéposition d'alliage Ni-Fe à différentes concentrations de  $\text{NiSO}_4$ .

## b. Chronoampérométrie

La figure II.14 présente une série des courbes  $i = f(t)$  obtenus à différentes concentrations de  $\text{NiSO}_4$ . Les courbes obtenues montrent des allures similaires. On observe que les chronoampérogrammes commencent 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  $i_{\text{max}}$  pendant un temps égale à  $t_{\text{max}}$ ; cette partie correspond à la croissance des germes et leurs recouvrements [17, 18]. 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.

On observe que le dépôt d'alliage Ni-Fe élaboré par un bain contenu de 0.1M de  $\text{NiSO}_4$  a une très bonne adhérence au substrat et ce dernier est entièrement couvert.



**Figure II.14** : Courbes courant-temps lors de l'électrodéposition de couche mince Ni-Fe sur le cuivre à différentes concentrations de Nickel. Condition opératoire :  $t=10\text{min}$ ,  $E=-1150\text{mV}$ .

A decorative border of small asterisks surrounds the page, forming a rectangular frame. The asterisks are arranged in a regular grid pattern, with the corners being slightly more complex.

# **CONCLUSION GÉNÉRALE**

## Conclusions générales

L'électrodéposition des couches minces (Ni-Fe) dépend des paramètres d'électrodéposition tel que le pH du bain, le potentiel de déposition, la température, le temps,.... etc.

L'objectif principal de notre travail est l'élaboration par électrodéposition sur un substrat en cuivre des alliages Ni-Fe à partir d'un bain de sulfate contenant une les concentrations 0.1M  $\text{FeSO}_4$ , 0.25M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , 0.25M  $\text{H}_3\text{BO}_3$  et différentes concentrations de  $\text{NiSO}_4$  et d'étudier l'influence de certains paramètres tels que le potentiel de déposition, temps de déposition et la concentration des ions  $\text{Ni}^{2+}$  sur l'électrodéposition des couches minces par les techniques de voltammétrie cyclique et de chronoampérométrie .

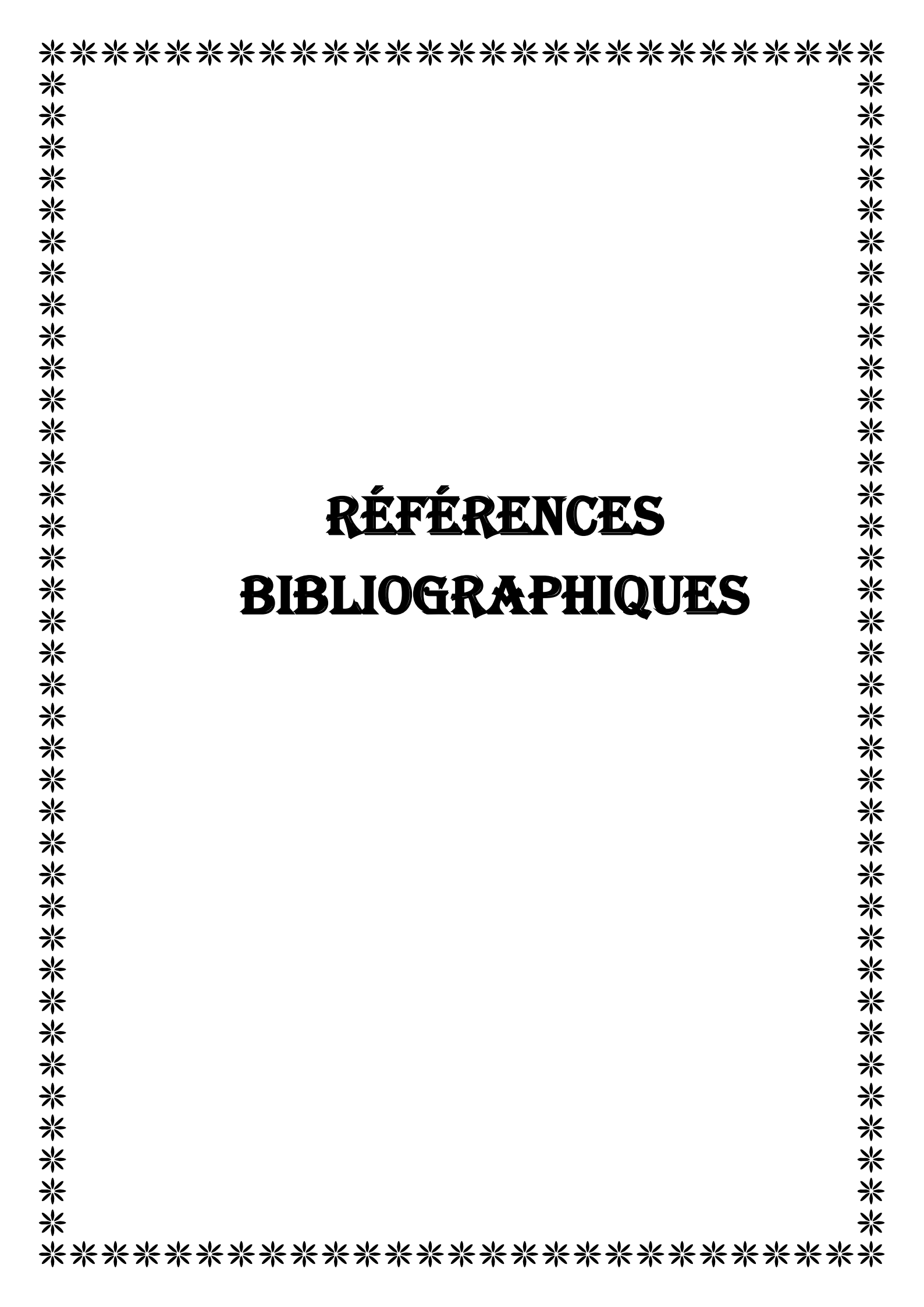
Les résultats suivants ont été obtenus :

L'étude cinétique d'électrodéposition de deux éléments Ni et Fe et d'alliage Ni-Fe a permis de déterminer la plage des potentiels de dépôt et de dissolution de chacun des deux éléments et alliage Ni-Fe sur la substrat de cuivre .

L'étude électrochimique que nous avons effectuée nous a permis de déterminer les conditions optimales suivantes : Le temps de déposition  $t = 10\text{min}$ , la concentration de fer  $C = 0.1\text{ M}$  et le potentiel de déposition  $E = -1150\text{ mV/ECS}$ .

- L'acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) ne joue pas seulement un effet tampon, il exerce en plus un effet d'inhibition sur la réaction de dégagement de l'hydrogène.

En perspective, il serait souhaitable de compléter ces résultats par la détermination de la morphologie et de la structure des films déposés et de les utiliser dans des applications industriel.

A decorative border of small asterisks surrounds the central text. The border is composed of a single row of asterisks along the top and bottom edges, and a single column of asterisks along the left and right edges, forming a rectangular frame.

**RÉFÉRENCES**  
**BIBLIOGRAPHIQUES**

## Références bibliographiques

- [1] Zhang, X. G. Galvanic corrosion of zinc and its alloys. *Journal of the Electrochemical Society*, 143(4), 1472-1484, (1996).
- [2] L. Herissi, « Élaboration par pulvérisation pyrolytique et caractérisation de couches minces semi-conductrices et transparentes d'oxyde de zinc : Perfectionnement du système de dépôt », Thèse Magister, Université de Larbi Ben M'hidi - Oum El Bouaghi (2008).
- [3] H. Abdelkader, « Dépôt et Caractérisation des Electrodes en Couches Minces Transparentes et Conductrices », Thèse Doctorat, Université des Freres Mentouri Constantine (2016).
- [4] Z. Boutheina, B. Imen, « Elaboration et caractérisation des couches minces de carbone obtenues par électrodéposition », Mémoire de Master, Université de 8 Mai 1945 –Guelma (2020).
- [5] H. Nadia « électrodéposition de films passifs sur différents supports », Thèse Magister, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (2011).
- [6] F. Azizi, « Etude de l'électrodéposition et de la corrosion des alliages Zn-Co », Thèse Doctorat, Université Ferhat Abbas - Sétif 1 (2016).
- [7] Djaghout, I. « Etude de l'influence des additifs organiques sur les propriétés des dépôts électrolytiques de nickel », Thèse Doctorat, Université de 8 Mai 1945 –Guelma (2016).
- [8] A. Talbi, « Etude Des Propriétés Structurales Et Magnétiques Des Couches Minces De Ni-Fe Et Ni-Fe-P Elaborées Par Electrodéposition », Thèse Doctorat, Université de 8 Mai 1945 - Guelma (2020).
- [9] Dahms, H., and I. M. Croll, *Journal of the Electrochemical Society*, 112, pp. 771-775, 1965.
- [10] Hessami, S. and C.W. Tobias, *Journal of the Electrochemical Society*, 136, pp. 3611-3616, 1989.
- [11] Nakano, H., M. Matsuno, S. Oue, M. Yano, S. Kobayashi, and H. Fukushima, *Materials Transactions, The Japan Institute of Metals*, 45, pp. 3130- 3135, 2004.
- [12] Chi-Chang Hu, Allen Bai. *Journal of The Electrochemical Society*, 149(11):C615-C622, 2002.
- [13] S. Andreia J. Popescu, « Films Minces de Dioxyde De Titane Déposés sur Titane par Mocvd : Microstructure et Biocompatibilité », Thèse de doctorat, Université de Toulouse (2008).

- [14] B. Trémillon, « Electrochimie Analytique et Réaction en Solution », Tome 2, édition Masson, Paris (1993).
- [15] A .N. Correa, S.A.S. Machado, *Electrochim. Acta* 45 (2000) 1733.
- [16] S. Fletcha, *Electrochim. Acta* 28 (1983) 917.
- [17] M. Cerisier, K. Attenborough, J.P. Celis, C. Van Haesendonck, *Appl. Surf. Sci.*166 (2000) 154.
- [18] E. Gomez, R. Pollina, E. Vallés, *J. Electroanal. Chem.* 397 (1997) 111.

## المخلص

كان الغرض من هذه الأطروحة هو تحضير السبائك المعدنية Ni-Fe الكهربية على الركيزة النحاسية. و درسنا أيضًا بعض التأثيرات، مثل تغيرات في تركيز نيكل و تأثير الزمن و فرق الكمون ، لتحسين ظروف المعالجة نتائج كانت تتمثل في زمن التموضع 10د و فرق الكمون التموضع -1150 فولت /الكتروود كلومال مشبع ، وتركيز نيكل 0.1 مول /لتر.

**الكلمات مفتاحية :** السبائك المعدنية، الترسيب الكهروكيميائي

## Résumé

L'objectif de ce mémoire était de préparer par voie électrochimiques des alliages métalliques de Zn-Fe sur un substrat en cuivre. Nous avons également étudié certains effets, tels que les changements de concentration de nickel, l'effet du temps l'effet du temps et effet du potential, afin d'améliorer les conditions d'élaboration.

Les résultats ont été représentés par le temps de positionnement 10 minutes, la différence de potentiel de positionnement -1150 volts/électrode chloromale, et la concentration en nickel de 0,1 mol/litre.

**Mots clés :** alliages métalliques, dépôt électrochimique

## Abstract

The objective of this thesis was to prepare by electrochemical way metallic alloys of Zn-Fe on a copper substrate. We also studied some effects, such as changes in nickel concentration, time effect, time effect and potential effect, in order to improve the elaboration conditions.

The results were represented by the positioning time 10 minutes, the positioning potential difference -1150 volts/chloromal electrode, and the nickel concentration of 0.1 mol/liter.

**Key words:** metal alloys, electrochemical deposition