



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences de la Matière

# MÉMOIRE DE MASTER

Domaine des Sciences de la Matière  
Filière de Physique  
Spécialité Physique des matériaux

Réf. : Mémoire de fin d'étude en Master

---

Présenté et soutenu par :  
**Gacem zohra**

Le : Sam 22 juin 2019

## L'influence du pH sur les propriétés des Revêtement Ni-Co synthétise par électrodéposition

---

### Jury :

Pr.	Lehraki Nadia	MAA	Université Med khider -Biskra	Président
Pr.	Herzallah Ouahiba	MAA	Université Med khider -Biskra	Rapporteur
Dr.	Benyahia Nawel	MCB	Université Med khider -Biskra	Examineur

# *Dédicace*

Je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents

Mes sœurs et mes frères

Toute ma famille

Tous qui donnent une contribution de réalisation de ce

Mémoire.

Gacem Zohra

# Remerciement

*Tout d'abord, je remercie le bon Dieu, notre créateur de m'avoir  
donné la force, la*

*Volonté et le courage afin d'accomplir ce travail modeste.*

*Je voudrais remercier ma famille pour tous les soutiens moral et  
matériel apporté*

*pendant ces années d'étude - jusqu'à*

*J'exprime mes profonds remerciements à l'encadreur de cette mémoire  
le Mme **Ouahiba Herzalla** pour son aide précieuse, Sa confiance et  
ses encouragements.*

*Je tiens remercier à M<sup>me</sup> **lehraki Nadia** d'avoir accepté de  
présider le jury de la soutenance.*

*Je témoigne également ma reconnaissance à M<sup>me</sup> **Benyahia  
Nawel** d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

*J'adresse mes sincères remerciements à tous les enseignants  
du département des Sciences de la Matière, Univ .Med.*

*Khider, Biskra.*

*Je remercie très fortement, M<sup>me</sup> **Asma Ababsa**.*

*Je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou  
de loin à l'élaboration de ce travail.*

## Sommaire

Dédicace	
Remerciement	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	I
<b><i>Chapitre I: Notions Fondamentales Moyens de Protection</i></b>	
I-1 Protection par revêtement	4
I-1-1 Revêtements chimiques	4
I-1-2 Revêtements organiques	4
I-1-3 Revêtements métalliques	4
a- Les revêtements anodiques	4
b- Les revêtements Cathodiques	5
I-2 Phénomène de Co-déposition	5
I-2-1. Différents types de Co-déposition	5
➤ Co-déposition régulière	5
➤ Co-déposition irrégulière	5
➤ Co-déposition à l'équilibre	6
➤ Co-déposition anormale	6
➤ Co-déposition induite	6
I-3 Électrodéposition des alliages	6
I-3-1 Co déposition de métaux	7
I-4- Procédé d'électrodéposition	8
I-4-1 Définition	8
I-4-2 Principe d'électrodéposition	9
I-5 Mécanisme d'électrodéposition	12
I.5.1. Transfert de masse	12
a)-La migration	12
b)-La diffusion	12
c)-La convection	12
I.5.2. Transfert de charge	12
I-6. Propriétés et structure des dépôts	13

I-7- les propriétés physico-chimique et électrochimique de Cobalt	15
I-8 Propriétés de Nickel	16
I-8-1 les propriétés physiques	16
I-9 Potentiel Standard de réaction d'électrode par Rapport a l'électrode normal à hydrogéné	16 17
I-10- Nickelage électrochimique	17
I-10-1 Réactions aux électrodes lors du nickelage	18
I-11. Influencée différents paramètres sur l'électrolyse	19
I-11-1. Influence du pH	19
I-11-2 Influence de la température	20
I-11.3. Influence de la concentration de la solution	20
I-11-4. Influence de la densité de courant	20
I-11-5. Influence de l'agitation du bain	21
I-11-6 Conductibilité de l'électrolyte	21

## ***Chapitre II: Procédure expérimentale et techniques caractérisation***

<b>II.1.INTRODUCTION</b>	23
<b>II.2. DESCRIPTION DE MONTAGE EXPERIMENTALE</b>	23
II.2.1 les produits chimiques	23
II.2.2.Matériels utilises	24
II.2.3.Matériaux	24
II.2.3.1.Substrat utilisé (métal de base)	24
II.2.3.2.Plaque de Nickel	25
<b>II.3.LES ETAPES EXPERIMENTALES DE TRAVAIL</b>	25
II.3.1.Préparation des substrats	25
II.3.1.1.Polissage mécanique	25
II.3.1.2.Dégraissage électrolytique	26
II.3.1.3.Décapage chimique	27
II.3.1.4.Rinçage	27
II.3.2.Réalisation des dépôts	27
II.3.2.1.L'électrolyte Ni – Co	28

II.3.2.2 Conditions expérimentales	29
II.3.2.3. Cellule expérimentales	29
II.3.2.4. Les conditions opératoires	30
II.3.2.5. Les conditions opératoires	30
<b>II.4. CONTROLE DE DEPOT</b>	30
II.4.1. Mesure de l'adhérence de la couche	30
II.4.2. Mesure de l'épaisseur de dépôt	30
II.4.3. Microscopie optique	31
II.4.4. Diffractomètre des rayons X	32
II.4.5- Techniques électrochimiques	33
II.4.5.1- Techniques de la masse perdue	33
II.4.5.2- Techniques de La dureté	35
<b><i>Chapitre III: Résultats et discussion</i></b>	
<b>III.1- Introduction</b>	39
III.2- Détermination la masse de dépôt	39
III.3- CARACTERISATION DES DEPOTS	40
III.3.1. Mesure de l'adhérence au substrat	40
III.3.2. Mesure de l'épaisseur	40
III.3.3. Microscopie optique	41
III.3.4. Diffraction des rayons X	43
III.3.5. Taille des grains	44
III.4- Étude de la corrosion des dépôts	45
III.4.1. Test de corrosion (la masse perdue)	46
III.4.2. La dureté	47
<b><i>Conclusion générale</i></b>	II
<b><i>Références bibliographiques</i></b>	
<b><i>ملخص</i></b>	
<b><i>Résumé</i></b>	

## *Liste des figures*

<i>Figure</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
<b>Figure (I-1)</b>	Représentant le revêtement anodique.....	5
<b>Figure (I-2)</b>	Représentant le revêtement cathodique.....	5
<b>Figure (I-3)</b>	Représentation de la codé position de deux métaux  M1 et M2 à partir des courbes de polarisation  Cathodique à une densité de courant jet et un potentiel $E$ .....	8
<b>Figure ( I-4)</b>	Schéma de principe du dépôt par voie électrolytique .....	9
<b>Figure (I-5)</b>	Courbe de polarisation .....	10
<b>Figure (I-6)</b>	Étapes élémentaires lors de la croissance électrochimique.....	13
<b>Figure (I-7)</b>	le procédé de code position électrolytique Ni/Co.....	14
<b>Figure (I-8)</b>	Procédé de dépôt électrolytique (nickel pur).....	19
<b>Figure (II.1)</b>	Photo d'une polisseuse utilisée dans le polissage mécanique.....	26
<b>Figure (II.2)</b>	Schéma de montage de dégraissage électrolytique.....	26
<b>Figure (II.3)</b>	Schéma de décapage chimique.....	27
<b>Figure (II.4)</b>	Schéma de montage de la cellule de l'électrodéposition.....	29
<b>Figure (II.5)</b>	microscope optique.....	32
<b>Figure (II.6)</b>	Diffractomètre des rayons X.....	33
<b>Figure. (II.7)</b>	Dispositif expérimental de la technique de la masse perdue.....	34
<b>Figure (II.8)</b>	Micro-duromètre de type Wolpert Wilson Instruments  model402UD.....	35
<b>Figure (II.9)</b>	La forme de pénétrateur.....	36

<b>Figure (II.10)</b>	La forme de l’empreinte.....	36
<b>Figure (III.1)</b>	Variation de l'épaisseur en fonction de pH.....	41
<b>Figure (III.2)</b>	Microstructure des dépôts à différent : (a) PH=3.1, (b) pH=4.1, (c) pH=5.....	42
<b>Figure( III.3)</b>	. Les spectres DRX des revêtements déposés à différentes valeurs de pH. (b) pH 3,1, (c) pH 4,1, (d) pH 5,4.....	43
<b>Figure (III.4)</b>	Taille des grains des dépôts Ni-Co en fonction du pH .....	45
<b>Figure (III-5)</b>	Taux de corrosion des dépôts 50%Ni-50%Co (la mass perdue).....	46
<b>Figure (III.6)</b>	Variation de la dureté en fonction du pH.....	47

## *Liste de Tableaux*

<b>Tableaux</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Tableau (I-1)</b>	principales propriétés physiques et chimiques du cobalt.....	15
<b>Tableau (I-2)</b>	Les propriétés physiques de nickel.....	16
<b>Tableau (I-3)</b>	Potentiel Standard de réaction d'électrode par rapport à l'électrode normale à hydrogène.....	17
<b>Tableau (II.1)</b>	les produits chimiques utilisés.....	23
<b>Tableau (II.2)</b>	les matériaux utilisés.....	24
<b>Tableau (II-3)</b>	composition chimique de l'acier utilisé.....	25
<b>Tableau (II-4)</b>	les conditions expérimentales.....	28
<b>Tableau (II.5)</b>	composition du bain d'électrodéposition 50%Ni +50%Co.....	30
<b>Tableau(III.1)</b>	Masses des dépôts 50% Ni+ 50%Co.....	39
<b>Tableau (III.2)</b>	Mesure des épaisseurs de revêtement.....	40
<b>Tableau(III.3)</b>	Valeurs de la taille de grain des différentes couches Électro déposés.....	44
<b>Tableau (III-4)</b>	Taux de corrosion du dépôt électrolytique Ni-Co.....	46
<b>Tableau (III.5)</b>	Mesure de la dureté des différents revêtements.....	47

## *Introduction générale*

Les aciers sont largement utilisés dans l'industrie, ils sensibles à différents type de corrosion (corrosion uniforme, corrosion galvanique, corrosion par piqure, corrosion inter granulaire.....etc.

Cependant la lutte contre la corrosion des matériaux et des structures repose sur la réalisation des traitements de surface. Ces dernières années, l'électrodéposition est de plus en plus utilisée car elle présente certains avantages. Elle est plus économique de point de vue matériaux et équipement. Elle est aussi simple à utiliser et permet de réaliser de grandes surfaces de formes géométriques complexes. C'est aussi une technique adaptable à l'industrie. L'électrodéposition des métaux sur différents substrats a été largement étudiée [1].

Notre étude consiste à une élaboration et caractérisation d'un alliage Nickel-Cobalt électro déposé sur des substrats d'acier préalablement traité afin d'étudier l'effet de pH sur les dépôts élaborés.

La caractérisation de ces couches élaborées nécessite donc des méthodes d'analyse appropriées pour chacune de ces propriétés. De ce fait, l'adhérence, la diffraction des rayons X est toujours le moyen qui nous informe sur la structure cristalline des couches obtenues. Ainsi, la microscopie optique s'avère être un outil intéressant pour la caractérisation morphologique. La tenue à la corrosion des dépôts élaborés dans les milieux agressifs suivants : NaCl (3,5%) a été étudiée par la méthode de la masse perdue pour étudier le comportement électrochimique des différents dépôts élaborés. En plus la Microduremètre pour estimer la propriété mécanique de nos dépôts.

Le manuscrit présenté est donc subdivisé en trois chapitres précédés d'une introduction générale. Le premier chapitre présente les notions de base sur le revêtement des métaux et alliages en milieux aqueux: un rappel théorique sur l'électrodéposition et enfin les facteurs qui influencent à l'électrodéposition

Le deuxième chapitre est divisé en deux parties : dans la première, nous avons décrit les principales étapes de la préparation d'une surface. La seconde est exprimée les différentes techniques expérimentales utilisées pour bien mener cette étude font l'objet du troisième chapitre.

Le troisième chapitre de ce mémoire est donc consacré à l'interprétation et à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus.

Enfin, on arrive à une conclusion générale qui rappelle les différents points décrits dans le mémoire et les principaux résultats obtenus.

# Chapitre I: Notions Fondamentales et Moyens de Protection

### ***I-1 Protection par revêtement***

Les revêtements sont des couches protectrices utilisées pour protéger la surface du métal, il existe différents types de revêtements qui sont :

#### **I-1-1 Revêtement chimique :**

On produit les revêtements chimiques par anodisation, dans ce processus on produit le revêtement, généralement un oxyde sur une surface de métal de façon à ce que le métal soit une anode dans une pile contenant un électrolyte

#### **I-1-2 Revêtements organiques :**

Il existe une grande variété de revêtements organiques parmi lesquels les polymères et les peintures, ces revêtement limitent ou empêchent l'accès du milieu corrosif au métal et sont souvent faciles à appliquer. L'utilisation des oxydes de zinc et le carbonate de calcium comme des additifs à la peinture, fait diminuer la perméabilité du revêtement [2]

#### **I-1-3 Revêtements métalliques :**

##### **a- Les revêtements anodiques**

Le métal protecteur est moins noble que le métal à protéger. C'est le cas du procédé de galvanisation (revêtement de zinc) qui consiste à appliquer une couche de zinc sur la surface du métal.

En cas de défaut du revêtement, IL y a formation d'une pile locale et Ce dernier se corrode en protégeant catholiquement le métal de base.

La protection reste donc assurée tant qu'une quantité suffisante de revêtement est présente, donc dans ce type de revêtement l'épaisseur joue un rôle important en général, elle est comprise entre 100 et 200  $\mu\text{m}$  [3]

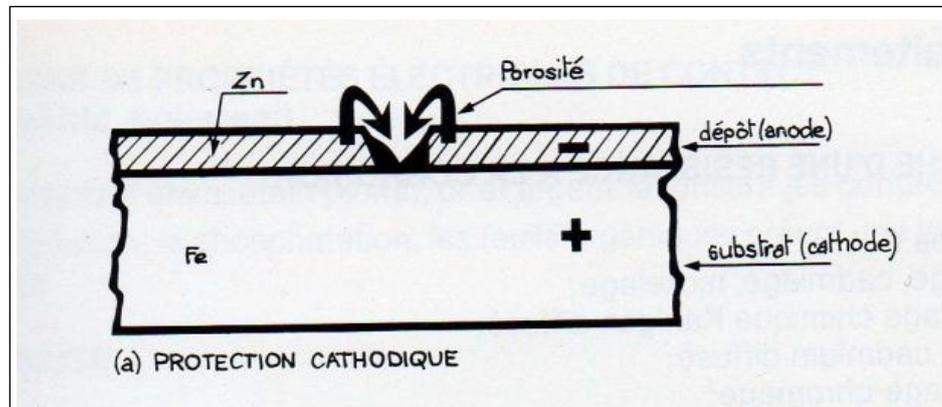


Figure (I-1) Représentant le revêtement anodique [3]

### b- Le revêtement Cathodique

Le métal protecteur est plus noble que le métal à protéger. C'est le cas par exemple d'un revêtement de nickel ou de cuivre sur de l'acier. En cas de défaut du revêtement, la pile de corrosion qui se forme peut conduire à une perforation rapide du métal de base, aggravée par le rapport "petite surface anodique" sur "grande surface cathodique". Dans ce cas, la continuité du revêtement est donc le facteur primordial [3]

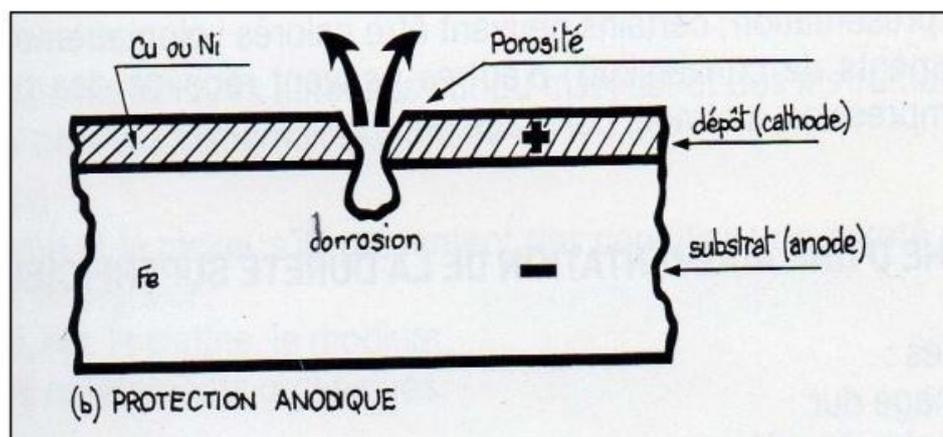


Figure (I-2) Représentant le revêtement cathodique [3].

### I-2-Phénomène de Co-déposition

Théoriquement, l'électro cristallisation d'alliages résulte d'une Co-déposition d'au moins deux métaux pouvant cristalliser dans une des phases du diagramme de phases. Cependant, certaines conditions d'électro cristallisation favorisent les solutions de métaux réputés

insolubles. L'électro cristallisation rend possible l'existence de phases hors de leur domaine de stabilité thermique ainsi que celle de composés intermétalliques inconnus par ailleurs. Dans certains cas, les alliages électro déposés peuvent être obtenus avec une finesse de grains pouvant aller jusqu'à une structure amorphe. Cependant, l'électro cristallisation des alliages est plus complexes à étudier que celle des métaux purs, les phénomènes de Co déposition sont plus complexes et ne trouvent pas d'explications rigoureuses. A l'heure actuelle, il existe très peu d'études fondamentales concernant les mécanismes de Co déposition et les phénomènes mis en jeu [14].

### **I-2-1. Différents types de Co-déposition**

Les bains en eux-mêmes ne présentent aucune caractéristique spécifique. C'est le processus de dépôt qui caractérise chacun des types de Co-déposition à l'exception de la codéposition à l'équilibre. Il existe cinq modes de Co-déposition que l'on classe suivant l'influence de certains facteurs [14].

#### ➤ **Co-déposition régulière**

Elle est caractérisée par un dépôt sous contrôle de la diffusion de la réaction cathodique du métal le plus noble. Ce type de Co-déposition apparaît dans les cas où les potentiels thermodynamiques des espèces déposées sont éloignées les uns des autres (diffusion de l'espèce la plus noble) et où les métaux ne forment pas de solution solide.

#### ➤ **Co-déposition irrégulière**

Elle est aussi caractérisée par un dépôt contrôlé par la diffusion et est symptomatique des systèmes où les potentiels thermodynamiques des éléments de l'alliage sont très rapprochés et où les métaux forment des composés intermétalliques ou des solutions solides.

Dans ce cas, les facteurs cinétiques et surtout les facteurs thermodynamiques jouent un rôle dans la détermination de la composition de l'alliage.

#### ➤ **Co-déposition à l'équilibre**

Elle est caractérisée par un rapport identique entre les éléments métalliques dans la phase solide et dans l'électrolyte. Ceci est possible seulement par l'application de très petits courants d'électrolyse qui n'éloignent pas le système de son état d'équilibre.

➤ **Co-déposition anormale**

Dans le cas de la Co-déposition anormale, l'élément le moins noble est déposé Préférentiellement. Ce type de Co-déposition est rare et lié dans la plupart des cas à la codé position d'un élément du groupe du fer (fer, cobalt, nickel).

C'est le cas des alliages ZnNi, ZnCo, CoFe...

➤ **Co-déposition induite**

Elle a lieu pour certains métaux qui ne peuvent normalement pas être déposés seuls en solution aqueuse tels que le germanium, le molybdène ou le tungstène. La Co-déposition induite est caractérisée par l'électrodéposition de ses espèces comme composant d'un alliage (alliés habituellement à un élément du groupe du fer). C'est le cas de CoFeMo [14]

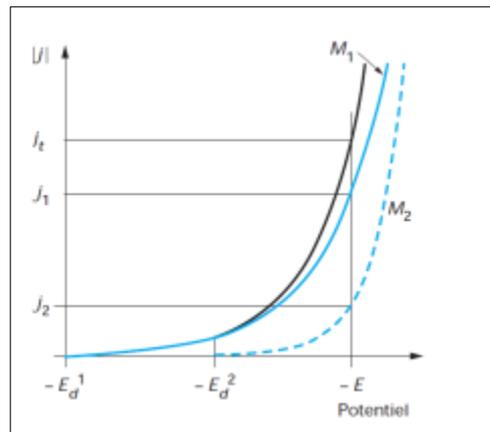
### ***I-3 Électrodéposition des alliages:***

Un grand nombre de combinaisons d'alliages possibles existe dans divers domaines d'application tels que la protection contre la corrosion (Zn-Cd, Zn-Sn, Cd-Sn, Cr-Ni, Cr-Re, Zn-Ni), la résistance à haute température (Cr-Mn, Cr-W, Cr-Mo, W-Fe), l'électronique (Ni-Co, Ni Fe, Ni-Fe-Co, Co-W, Co-Pt, Fe-Pt), la résistance mécanique (Ni-C, Ni-S, ...) [4]. Le rôle des éléments d'alliages sur les propriétés intrinsèques des métaux fait l'objet de discussions en métallurgie classique suite à divers traitements thermo mécaniques (durcissement par solution solide, stabilité des phases, modification des propriétés électroniques, magnétiques, etc.) [5, 6].

La plupart des structures obtenues sont à l'équilibre thermodynamique, ce qui n'est pas le cas pour des alliages obtenus par électrodéposition. Il est donc essentiel de comprendre les mécanismes qui conduisent à la formation de ces systèmes hors-équilibre afin de mieux comprendre leurs propriétés physico-chimiques. Dans cette partie, nous allons principalement nous intéresser aux principes généraux de la déposition simultanée, appelée également la codé position de deux métaux.

#### **I-3-1 Co déposition de métaux**

En particulier, la déposition simultanée de deux métaux, à partir d'une solution simple de leurs sels métalliques, est possible uniquement lorsque leurs potentiels sont assez proches [4]. Différents moyens peuvent être utilisés pour rapprocher le potentiel de deux métaux et sont discutés dans le paragraphe suivant



**Figure ( I-3) :** Représentation de la codé position de deux métaux M1 et M2 à partir des courbes de polarisation cathodique à une densité de courant jet et un potentiel E [7].

#### ***I-4- Procédé d'électrodéposition***

##### **I-4-1 Définition**

L'électrodéposition est une méthode électrochimique de formation de films aussi bien métalliques que sous forme d'oxydes. C'est un processus très utilisé dans l'industrie pour beaucoup de types d'applications [8]. Les termes "déposition" et "électrodéposition" sont des termes anglophones. Il serait plus correct d'utiliser "dépôt" ou "électro dépôt" pour parler de l'objet déposé, mais aussi de l'action de déposer. Ces termes étant malgré tout peu usités dans ce dernier sens, même dans la littérature scientifique francophone, nous avons choisi d'utiliser malgré tout les termes anglophones [9]

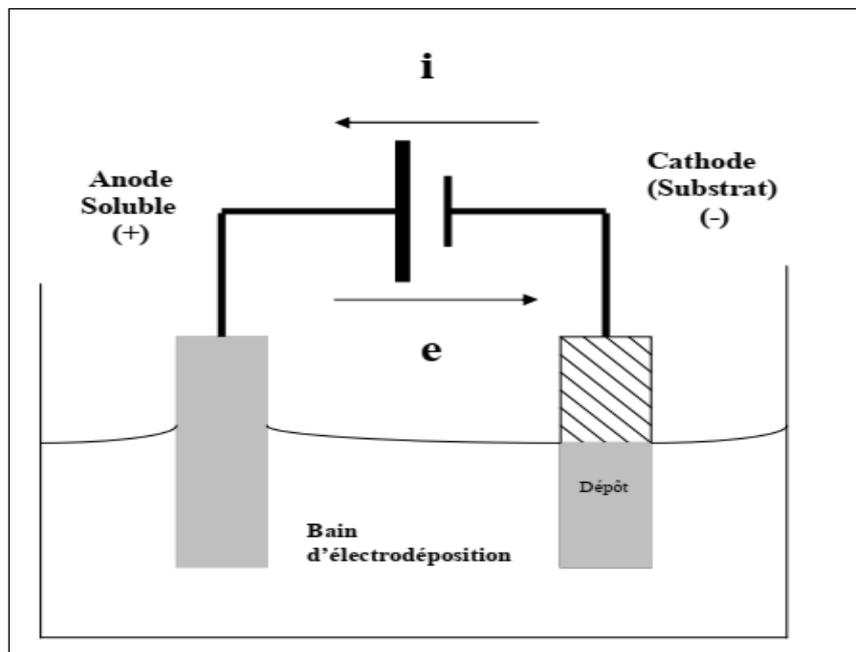
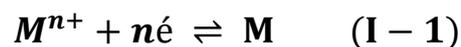


figure ( I-4) Schéma de principe du dépôt par voie électrolytique [10]

#### I-4-2 Principe d'électrodéposition

Le but de l'électrodéposition est d'appliquer une couche superficielle sur un métal pour conférer à cette surface les différentes propriétés désirées. L'électrodéposition est une réaction d'oxydoréduction qui est déclenchée par une source de courant. Le bain d'électrolyse contient le sel métallique approprié, le substrat (électrode de travail) sur lequel doit s'effectuer le dépôt et l'électrolyte dans lequel il baigne les ions métalliques.

$M^{n+}$  de charge positive. La polarisation des électrodes va provoquer une migration de ces ions vers la cathode où l'ion métallique est neutralisé par les électrons fournis par la cathode et se dépose sur celle-ci sous forme de métal  $M$  suivant la réaction:



La réduction de l'ion  $M^{n+}$  et l'oxydation de l'atome métallique  $M$  se produisent simultanément. L'équation susmentionnée est associée un potentiel d'équilibre qui suit la loi

$$E_{eq} = E_o + \frac{RT}{nF} \ln \left( \frac{a_{ox}}{a_{red}} \right) \quad (\text{I} - 2)$$

Ou (I-2)

$E_o$  : le potentiel standard du couple ox/red (V),

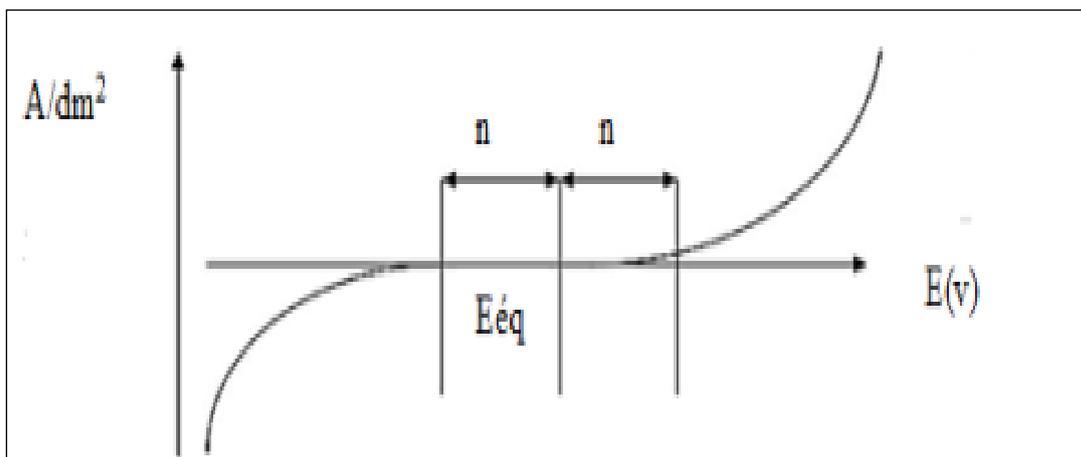
R : la constante des gaz parfaits ( $8.314 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ ),

T : la température à laquelle s'effectue la réaction (K),

n : le nombre d'électrons mis en jeu,

F: la constante de Faraday ( $96485,338 \text{ C / mole d'électrons}$ ),

a : l'activité du réactif ou du produit ( $a = \gamma * \text{concentration [mol. L}^{-1}]$ , où  $\gamma$  n'est que très rarement égal à un. On confond cependant très souvent activité et concentration). Lorsque l'on soumet l'électrode métallique à un potentiel  $E_i$  différent du potentiel  $E_{eq}$ , on favorise la réaction soit dans le sens 1 de la réduction, soit dans le sens 2 de l'oxydation. En particulier, lorsque le potentiel appliqué est inférieur à  $E_{eq}$ , IL y a réduction de l'ion métallique en solution et dépôt du métal sur l'électrode.



**Figure (I-5) Courbe de polarisation [11]**

La différence de potentiel entre le potentiel de l'électrode et le potentiel d'équilibre est appelée la surtension. Elle s'exprime de la manière suivante :

$$\eta = E_I - E_{eq} \quad (\text{I} - 3)$$

Où  $E_I$  : le potentiel appliqué (V),

$i$  : le courant d'électrolyse, considéré négatif par convention dans le cas d'une réduction (A).

Expérimentalement, nous mesurons une surtension d'électrode ( $\eta_{exp}$ ) qui diffère de  $\eta$  par terme  $IR_s$  qui représente le terme de chute ohmique (La résistance de solution est propre à l'électrolyte et aux positions relatives des électrodes (travail- référence) selon l'équation :

$$\eta_{exp} = \eta + IR_s \quad (\text{I} - 4)$$

Lorsqu'on dépose un élément d'une masse molaire  $M$  par électrolyse à partir de ses ions ou à partir des espèces dans lesquelles cet élément est au nombre d'oxydation  $n$ , la valeur de la masse  $m$  déposée pendant le temps  $t$  peut être calculée avec l'expression de Faraday :

$$m = M \cdot I \cdot \frac{t}{nF} \quad (\text{I} - 5)$$

Où :

$I$  est l'intensité du courant de l'électrolyse utilisée pour déposer le métal ;  $F$  est le faraday.

La vitesse de déposition peut être déduite de l'expression précédente ; ainsi si on appelle  $\varepsilon$  l'épaisseur de métal déposée pendant un temps  $t$ , la vitesse aura la forme :

$$v = \varepsilon / t \quad (\text{I-6})$$

La masse  $m$  peut être en fonction de la masse volumique  $\rho$  du métal et de la surface  $S$  du dépôt

$$m = \rho \cdot S \cdot \varepsilon \quad (\text{I} - 7)$$

$$\text{Ou } m = M \cdot I \cdot \frac{t}{nF} = M \cdot i \cdot S \cdot \frac{t}{nF} \quad (\text{I} - 8)$$

De (I.6) et (I.8), on déduit  $v = \varepsilon / t = M \cdot i / n \cdot f \cdot \rho$  (I.9)

Où :  $i$  est la densité du courant [12]

### ***I-5 Mécanisme d'électrodéposition***

Dès lors que l'on modifie l'équilibre établi par la relation (I.1) dans le sens 1, soit en polarisant l'électrode soit en appliquant un courant d'électrolyse, les ions métalliques sont réduits et le métal se dépose sur la cathode. Ce processus, appelé électro cristallisation, se déroule en trois étapes : transfert de masse, transfert de charge et cristallisation.

#### **I.5.1. Transfert de masse**

Lors de la formation du dépôt métallique, les ions présents dans la solution se déplacent : c'est le transfert de masse. La mobilité ionique responsable du passage du courant est constituée elle-même de plusieurs phénomènes qui coexistent [12]:

*a)-La migration*: les ions se déplacent sous l'effet du champ électrique engendré par le gradient de potentiel existant entre les électrodes.

*b)-La diffusion* : les ions se déplacent également en raison du gradient de concentration entre l'interface électrode-électrolyte et le sein de la solution. Ce gradient résulte de la consommation de l'espèce ionique métallique, dite espèce électro active, à la cathode.

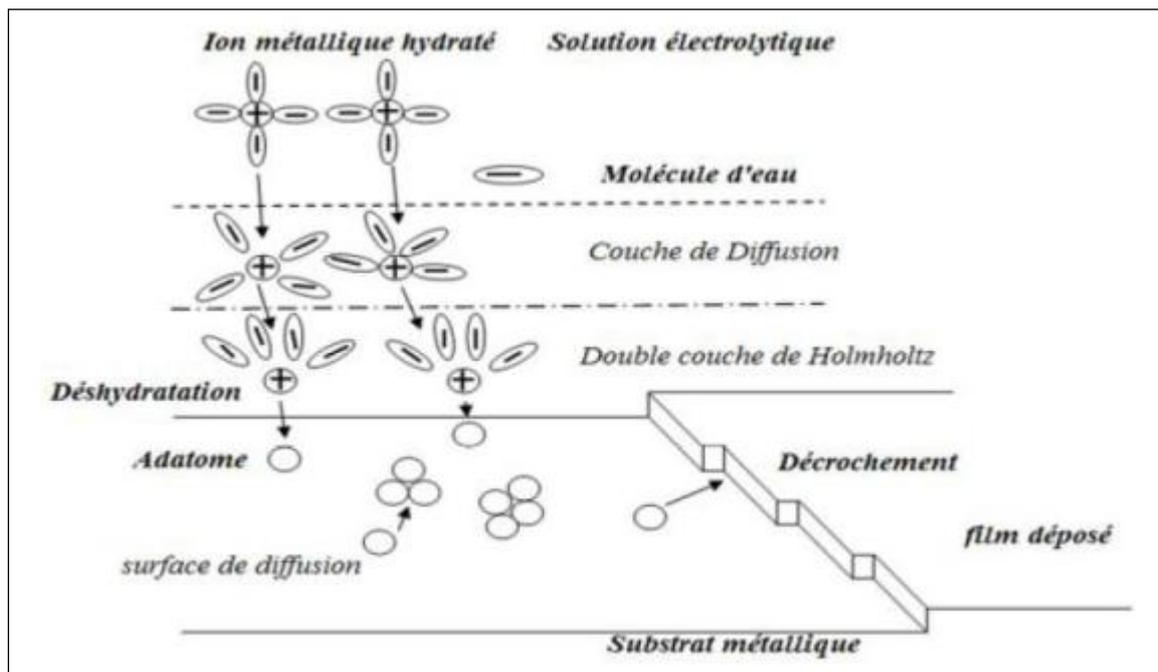
*c)-La convection* : elle provient du mouvement hydrodynamique du fluide engendré par une agitation mécanique, thermique...

#### **I.5.2. Transfert de charge**

Les théories actuelles sur la formation des dépôts confirment le processus dit de neutralisation. En effet, il a été remarqué que le centre de l'ion positif se trouve lors de cette réaction situé à plusieurs angströms du réseau cristallin. Au cours du transfert de charge, il ne se formerait pas d'atomes proprement dits.

En fait, on schématise le mécanisme de transfert de charge à l'interface électrode-solution comme suit :

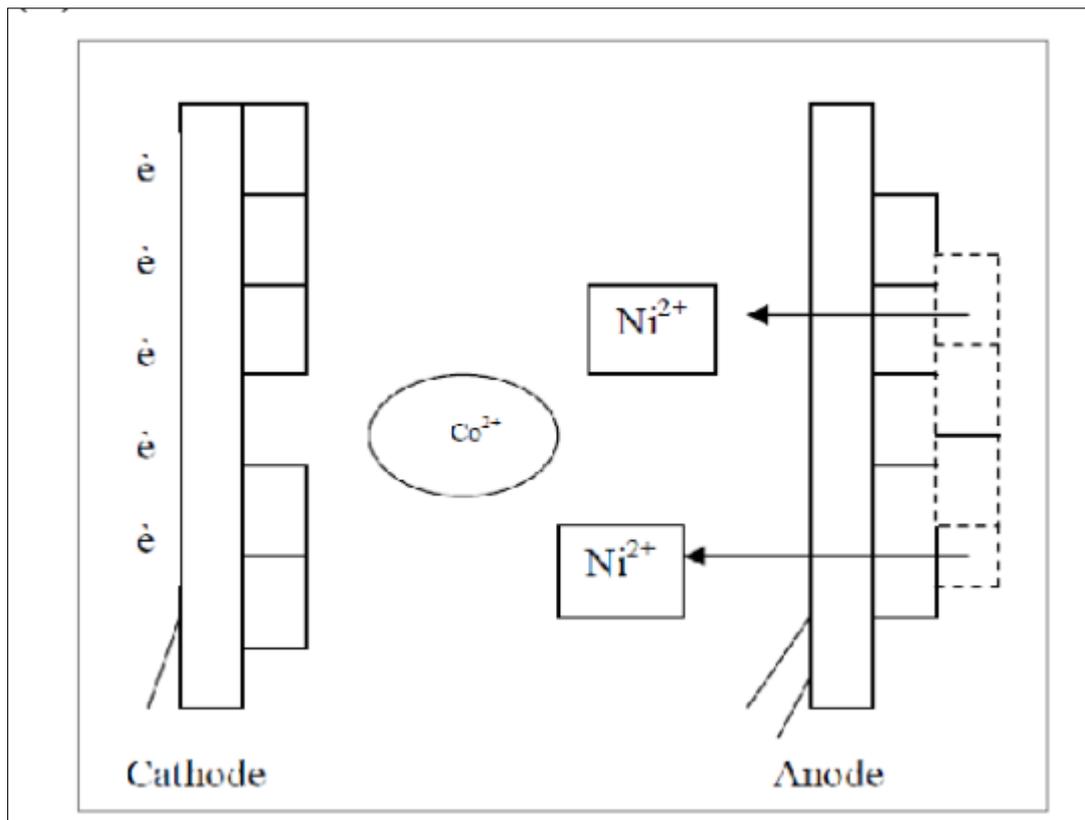
$M^{n+} + ne \rightarrow M$  (Adsorbé à la surface). M ne représente peut-être pas un atome, on le désigne sous le nom d'adion, par abréviation d'ion adsorbé [12].



Figure(I-6) : Étapes élémentaires lors de la croissance électrochimique [1]

### ***I-6. Propriétés et structure des dépôts***

Ces caractéristiques dépendent de très nombreux paramètres, composition d'électrolyte, présence d'additifs spécifiques ou d'impuretés, conditions d'électrolyte (agitation, et parfois post traitement : Thermiques, usinages, autres dépôts.). La qualité et la stabilité d'un bain de dépôt chimique ne peuvent être obtenues que par un ajustage précis d'un certain nombre de paramètres.[4].



**Figure (I-7) le procédé de code position électrolytique Ni/Co**

Le procédé d'obtention du dépôt composite Ni - Co, consiste à effectuer un montage simple à deux électrodes : une anode soluble du métal à déposer (Ni), une cathode (substrat) sur laquelle s'effectue le dépôt (l'acier). [15]

**I-7- les propriétés physico-chimique et électrochimique de Cobalt****Tableau (I-1) principales propriétés physiques et chimiques du cobalt [3]**

Numéro atomique	<b>27</b>
Masse atomique	<b>58.9332 g.mol<sup>-1</sup></b>
Électronégativité de Pauling	<b>1.8</b>
Masse volumique	<b>8.9 g.cm<sup>-3</sup> à 20 °C</b>
Température de fusion	<b>1495 °C</b>
Température d'ébullition	<b>2900 °C</b>
Rayon atomique (Van der Waals)	<b>0.125 nm</b>
Rayon ionique	<b>0.078 nm (+2); 0.063 nm (+3)</b>
Énergie de première ionisation	<b>757 kJ.mol<sup>-1</sup></b>
Énergie de deuxième ionisation	<b>1666.3 kJ.mol<sup>-1</sup></b>
Energie de troisième ionisation	<b>3226 KJ.mol<sup>-1</sup></b>
Potentiel standard	<b>-0.28V(Co<sup>+2</sup>/Co); +1.84V(Co<sup>+3</sup>/Co<sup>+2</sup>)</b>

***I-8 Propriétés de Nickel*****I-8-1 les propriétés physiques****Tableau (I-2) Les propriétés physiques de nickel [15]**

<b>Symbole</b>	<b>Ni</b>
Masse volumique	<b>8.9 g/cm<sup>3</sup> (dépôts électrolytiques: variant de 8.85à 8.93)</b>
Température de fusion	<b>1455 °C</b>
Coefficient de dilatation	<b>13.6 10<sup>-6</sup>(°C)<sup>-1</sup>à20 °C</b>
Conductivité thermique	<b>6.85 μΩ.cm (de 6.8 à 11.5 pour les dépôts électrolytiques)</b>
Résistivité électrique	<b>&gt;350 MPa</b>
Résistance à la rupture Rm	<b>150MPa</b>
Limite élasticité Re	<b>Cubique faces centrées (a<sub>0</sub>=0.3524nm)</b>
Cristallisation	<b>359 °C</b>
Température de curie	<b>280à400A/m (Fer:50à80A/m)</b>
Champ coercitif	<b>0.61 T (fer : 2.16 T)</b>
Aimantation à saturation	<b>&gt; 350MPa</b>

***I-9 Potentiel Standard de réaction d'électrode par rapport a l'électrode normal à hydrogéné***

**Tableau (I-3) Potentiel Standard de réaction d'électrode par rapport a l'électrode normal à hydrogéné**

Réaction de dissolution	Potentiel réversible standard de réaction (volt/ENH)
$Au \leftrightarrow Au^{+3} + 3e^{-}$	+1,5
$Pt \leftrightarrow Pt^{+2} + 2e^{-}$	+1,188
$Ag \leftrightarrow Ag^{+} + e^{-}$	+0,799
$Hg \leftrightarrow Hg^{+2} + 2e^{-}$	+0,796
$Cu \leftrightarrow Cu^{+2} + 2e^{-}$	+0,337
$H_2 \leftrightarrow 2H^{+} + 2e^{-}$	0
$Pb \leftrightarrow Pb^{+2} + 2e^{-}$	-0,126
$Sn \leftrightarrow Sn^{+2} + 2e^{-}$	-0,136
$Mo \leftrightarrow Mo^{+3} + 3e^{-}$	-0,200
$Ni \leftrightarrow Ni^{+2} + 2e^{-}$	-0,257
$Co \leftrightarrow Co^{+2} + 2e^{-}$	-0,277
$Fe \leftrightarrow Fe^{+2} + 2e^{-}$	-0,440
$Cr \leftrightarrow Cr^{+3} + 3e^{-}$	-0,740
$Zn \leftrightarrow Zn^{+2} + 2e^{-}$	-0,763
$Al \leftrightarrow Al^{+3} + 3e^{-}$	-1,66

***I-10- Nickelage électrochimique:***

Les dépôts nickel s'effectuent par électrolyse de solutions des sels nickel (sulfate, chlorure, fluo borate) à pH acide (compris entre 2 et 5), à des températures de l'ordre de 50 à 75°C, et à des densités de courant variant de 2 à 30 A/dm<sup>2</sup>. Les anodes sont en nickel : leur dissolution assure un apport constant en cations [16].

Les dépôts électrolytiques de nickel, réalisés par électrolyse de solutions aqueuses de différents types de sels suivant l'application envisagée et caractéristiques des dépôts que l'on cherche à produire [2].

Le nickelage électrolytique est une application de galvanoplastie qui consiste en un dépôt électrolytique de solutions aqueuses de différents sels sur un matériau.

Les revêtements de nickel sont utilisés pour traiter des surfaces en acier, alliages de cuivre ou d'autres métaux, plastique, verre ou céramique. Le nickel est déposé sur les métaux en toute épaisseur [17].

Le nickel possède des qualités particulières offrant :

- Une bonne tenue à la corrosion
- Des propriétés de résistance mécanique et de conductivité.

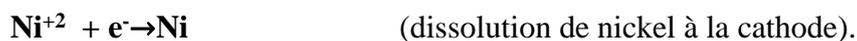
#### **I-10-1 Réactions aux électrodes lors du nickelage :**

Les sels simples fournissent une haute activité en cations  $\text{Ni}^{+2}$  puisque entièrement dissociés.

Anode et cathode sont alors le de réactions symétriques assurant ainsi la constante de l'électrolyte :



et:



La plupart des procédés de nickelage ont un rendement cathodique voisin de 95 à 97 %

Entre pH 2 et 6 [17].

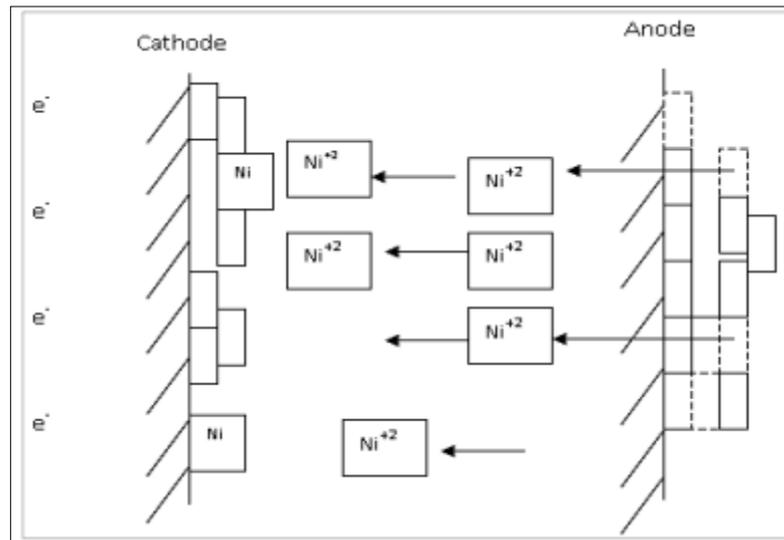


Figure (I-8) : Procédé de dépôt électrolytique (nickel pur).[17]

### *I-11. Influencée différents paramètres sur l'électrolyse*

#### **I-11-1. Influence du pH**

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

##### **a- La diminution du pH peut provoquer:**

- La fragilisation par l'hydrogène ; étant donnée que les potentiels d'équilibres sont en générale négatifs et qui ne peuvent être déposés sur la surface de la cathode sans qu'il y ait un dégagement d'hydrogène (H<sub>2</sub>). Cette fragilisation est causée par l'interaction avec les dislocations du réseau, les atomes d'hydrogène entraînent une diminution importante de la capacité de déformation (ductilité) du métal. IL est extrêmement important de respecter les conditions d'électrolyse prescrites dans le but de contrer les effets non visibles mais néfastes de la fragilisation par l'hydrogène (rupture soudaine des matériaux).

- ✓ Une diminution du rendement de courant
- ✓ Diminution de l'épaisseur de dépôt.

##### **b- L'augmentation du pH peut conduire à:**

- La déposition des sels hydroxydes sur la cathode

- Un dépôt mat.

Pour éviter ces inconvénients; l'ajout d'un sel tampon (exemple: l'acide borique) aux bains électrolytiques est indispensable pour maintenir un pH constant et d'avoir une meilleure qualité de dépôt. [18]

### **I-11-2. Influence de la température**

L'influence de la température sur l'électrolyse et le dépôt en général peut être visualisée par son augmentation qui conduit aux effets suivants:

- ✓ Une augmentation du flux de matière (mobilité des ions électro actifs se présentant à la cathode), qui est dû à la diminution de la viscosité du milieu.
- ✓ Une augmentation de la vitesse de formation de dépôt,
- ✓ Une augmentation excessive de la température peut former des microcristaux sur le Dépôt en obtenant des structures plus grossières à la surface du substrat. L'intérêt principal d'une élévation de la température est l'augmentation de la vitesse de dépôt [18-19]

### **I-11.3. Influence de la concentration de la solution**

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. [18]

### **I-11-4. Influence de la 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 capiteux 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. [18]

#### **I-11-5. Influence de l'agitation du bain**

L'agitation du bain à pour but :

- De provoquer le départ des bulles de gaz qui se forment sur le dépôt et qui sont la source de piqûre.
- 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 (N<sub>2</sub>, 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 . [18]

#### **I-11-6 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 [17].

# Chapitre II: Procédure expérimentale et techniques caractérisation

## II.1.INTRODUCTION

Les dépôts par électrolyse est une méthode pour produire un revêtement sur un métal pour le protéger à l'oxydation à haute température ou à la corrosion dans des milieux agressifs.

Le dépôt élaboré dans l'ensemble de nos tests est un dépôt composite Ni - Co. Les éléments Ni, Co appartiennent au même groupe de la classification périodique, ce qui leur confère des propriétés voisines, cela permet de les déposer dans un électrolyte de sels simples.[21]

## II.2.DESCRPTION DE MONTAGE EXPERIMENTALE

### II.2.1 les produits chimiques

Toutes les solutions utilisées ont été préparées dans l'eau distillée avec les produits chimiques suivants :

Tableau (II.1) les produits chimiques utilisés

Les produit	Leur composition chimique
Chlorure de Cobalt hydraté	$\text{CoCl}_2, 6\text{H}_2\text{O}$
Chlorure de Nickel hydraté	$\text{NiCl}_2, 6\text{H}_2\text{O}$
Chlorure d'ammonium	$\text{NH}_4\text{Cl}$
Chlorure de Sodium	$\text{NaCl}$
Acide borique	$\text{H}_3\text{BO}_3$
Hydroxyde de Sodium	$\text{NaOH}$
Acide Chlorhydrique	$\text{HCl}$
Carbonate de sodium	$\text{Na}_2\text{CO}_3$

## II.2.2. Matériels utilisés

Tableau (II.2) les matériaux utilisés

Materials	Modèle
Polisseuse	<b>MECAPOL-P260</b>
Generator de courant continue	<b>GPS-18500</b>
Agitateur mécanique avec leur barre aimant	<b>LMS-1003</b>
Balance électronique	<b>FA-2004B</b>
pH- mètre	<b>Model 903</b>
Thermometer	/
Microscope optique	<b>LINITRON A6-1588</b>
Diffractomètre des rayons X	<b>Miniflex 600</b>
<b>Micro-duromètre</b>	<b>Zwick /Rosll</b>

## II.2.3. Matériaux

### II.2.3.1. Substrat utilisé (métal de base)

- ✓ Désignation Européenne Fe590-2 + E335 ou 1.0060  
Désignation Allemande St60-2  
Désignation Française A60-2 ou A60

- ✓ **Masse volumique: 7.8 Kg/dm<sup>3</sup>:**

- ✓ Composition chimique

**Tableau (II-3): composition chimique de l'acier utilisé**

Élément	% mini	% maxi
<b>P Phosphore</b>		0.055
<b>S Soufre</b>		0.055
<b>N Azote</b>		0.014
<b>Fe Fer</b>	Le reste	

### II.2.3.2. Plaque de Nickel

Comme anode, nous avons utilisé deux plaques de nickel rectangulaire d'une part et d'autre de la cathode, 99.7% environ de pureté.

## II.3. LES ETAPES EXPERIMENTALES DE TRAVAIL

### II.3.1. Préparation des substrats

Avant toute déposition, les substrats ont subis un traitement de surface :

#### II.3.1.1. Polissage mécanique

Le polissage est essentiellement une opération de finition en vue de diminuer la rugosité ou de modifier la topologie de surface. La vitesse tangentielle de l'outil à polir est un paramètre essentiel pour que l'opération se passe dans de bonnes conditions. [21] Le polissage mécanique de substrats a été réalisé par papier abrasif. une polisseuse rotative, menue d'un disque abrasif de différentes granulométries été utilisé (120, 240, 320, 600, 800 1000, 1200)



Fig. (II.1) Photo d'une polisseuse utilisée dans le polissage mécanique

### II.3.1.2. Dégraissage électrolytique

Cette opération de préparation de surface, dite de « finition ». On a utilisé l'électrolyte d'une solution alcaline contenant un mélange d'hydroxyde de sodium (NaOH) et du carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ). L'opération est réalisée pendant 3 min sous une densité de courant de l'ordre de  $3\text{A}/\text{dm}^2$  et à une température d'environ  $45^\circ\text{C}$ .



Fig. (II.2) Schéma de montage de dégraissage électrolytique

### II.3.1.3. Décapage chimique

Le but d'un décapage chimique est d'éliminer par dissolution les oxydes de surface qui sont de nature très différentes, ainsi que les couches dites « perturbée » formées durant les opérations de traitement thermique des pièces ou après fonctionnement à chaud. [22] Le décapage chimique des substrats a été réalisé dans l'acide chlorhydrique à 10% (en volume). Les plaquettes d'acier ont été totalement immergées dans la solution d'acide pendant 2 min.



Fig. (II.3) Schéma de décapage chimique

#### II.3.1.4. Rinçage

Les rinçages eau sont réalisés après chaque sortie d'un bain dit « actif » aussi bien au niveau de la préparation de surface qu'à celui des pré-dépôts et des dépôts d'origine chimique et électrolytique. [21]

#### II.3.2. Réalisation des dépôts

##### II.3.2.1. L'électrolyte Ni – Co

L'électrolyte de Ni- Co est un mélange complexe d'espèces suivantes :

1.  $\text{CoCl}_2, 6\text{H}_2\text{O}$  : la source des cations  $\text{Co}^{2+}$
2.  $\text{NiCl}_2, 6\text{H}_2\text{O}$  : la source des cations  $\text{Ni}^{2+}$

3.  $\text{NH}_4\text{Cl}$  : éviter la précipitation d'hydroxyde de nickel

4.  $\text{H}_3\text{BO}_3$  : faiblement ionisé ( $\text{H}_3\text{BO}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{BO}_3^- + \text{H}^+$ )

- Il agit comme tampon dans la solution
- Il agit en régulant le pH dans le film cathodique
- Il minimise l'alcalinisation due à la consommation des ions  $\text{H}^+$
- Il évite la précipitation d'hydroxyde de nickel, il est valable pour  $\text{pH } 4 \pm 1$ .

Avant toute déposition, la solution utilisée comme électrolyte est soumise à l'agitation pendant 48h pour assurer une bonne dispersion des particules

### II.3.2.2 Conditions expérimentales:

Dans la réalisation des essais de ce travail, un certain nombre des conditions ont été pris pour l'opération de dépôt : le pH, le temps, la température, la densité de courant, la vitesse de l'agitation et le volume de la solution (200ml).

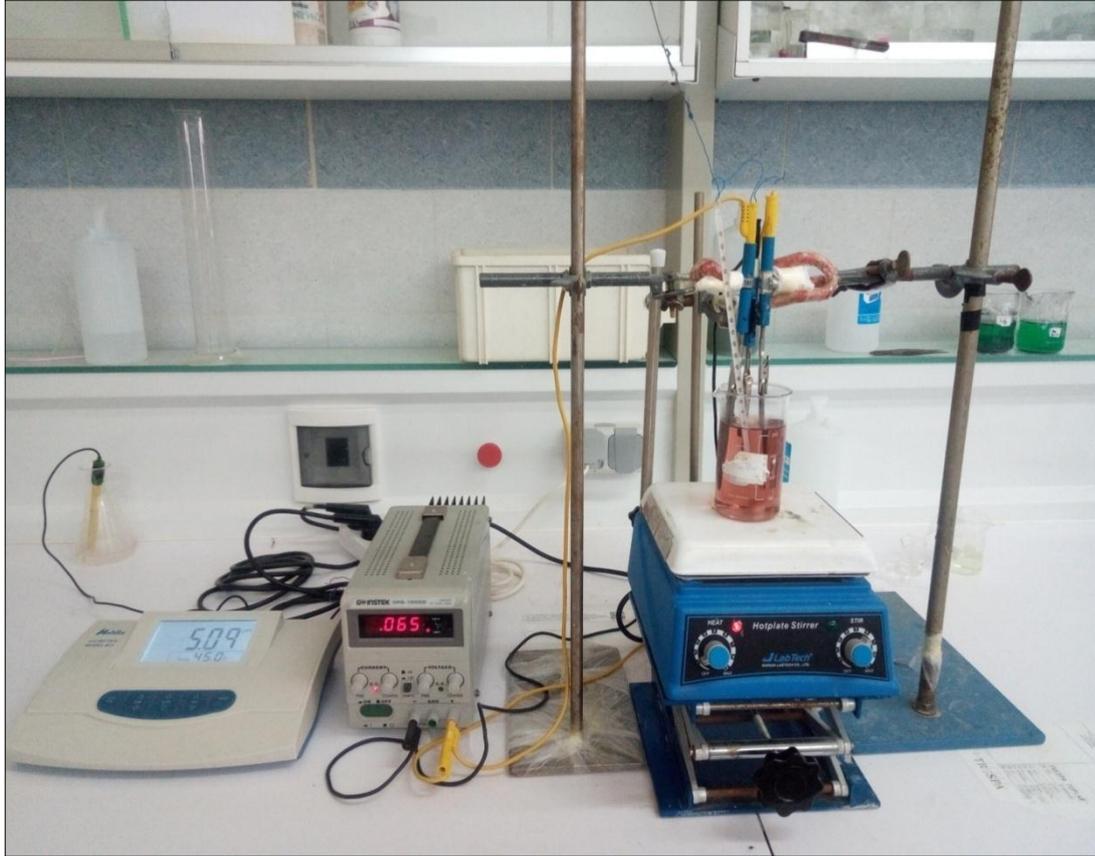
Le tableau suivant représentés ces conditions :

. Tableau (II-4):les conditions expérimentales.

t (min)	Ph	J (A/dm <sup>2</sup> )	T (°C)
45	3.1	3	45
45	4.1	3	45
45	5.4	3	45

Les conditions sont choisies en se référant à des travaux auteurs.

### II.3.2.3. Cellule expérimentales



**Fig. (II.4) schéma de montage de la cellule de l'électrodéposition**

Un montage électrochimique a été réalisé pour toutes les opérations de déposition électrolytique, **fig. (II.4)**. La plaquette rectangulaire d'acier est prise comme cathode, alors que comme anodes nous avons utilisé deux plaques de nickel de géométrie rectangulaire. Ces électrodes sont plongées dans un bain d'électrolyse avec un thermomètre et une électrode de verre à un PH- mètre. Le bain est soumis à une agitation magnétique pendant toutes les opérations d'électrodéposition.

#### **II.3.2-4 Bain d'électrodéposition 50% Co+50% Ni :**

Le tableau suivant (II.1) récapitule la composition et les concentrations utilisées pour l'électrodéposition d'une couche à 50% Co+50% Ni

**Tableau (II.5) composition du bain d'électrodéposition 50%Ni +50%Co**

Composition	Concentration(mol/L)	Concentration(g/L)
<b>NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O</b>	0.05	11.85
<b>CoCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O</b>	0.05	11.89
<b>NH<sub>4</sub>CL</b>	0.40	21.4
<b>H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub></b>	0.30	18.5

**II.3.2.5.Les conditions opératoires**

T=45°C, J=3A/dm<sup>2</sup>, t=45min

**II.4.CONTROLE DE DEPOT**

Comme il vient d'être dit, la caractérisation et le contrôle des revêtements et traitements de surface dépendent du domaine d'application visé. Ils vont porter sur leurs différents propriétés caractéristiques : aspect, rugosité, adhérence, épaisseur, tenue à la corrosion, dureté superficielle, état des contraintes résiduelles... les méthodes disponibles sont nombreuses et variées, certaines sont spécifiques des surfaces externes et d'autre plus spécifiques du volume et de l'étude d'un gradient de composition ou de propriété mécanique.[21]

**II.4.1.Mesure de l'adhérence de la couche**

La mesure de l'adhérence des couches électrodeposées a été effectuée par la méthode du choc thermique (chauffage des aciers 3000C pendant 1heure, puis trempe à l'eau à température ambiante).

### II.4.2. Mesure de l'épaisseur de dépôt [10]

La mesure de l'épaisseur des couches a été effectuée par la méthode pondérale selon la l'équation suivante :

$$e = \frac{m_{\text{dépôt}}}{\rho \cdot S} \quad (\text{II} - 1)$$

Ou:

**e** (cm): épaisseur du dépôt

**$\rho$**  (g / cm<sup>3</sup>): masse volumique de dépôt ( **$\rho_{\text{Ni}}=8.9$  g/cm<sup>3</sup>,  $\rho_{\text{Co}}=8.9$ g/cm<sup>3</sup>)**

**S** (cm<sup>2</sup>) : surface soumise au test

**m**(g) : masse de dépôt.

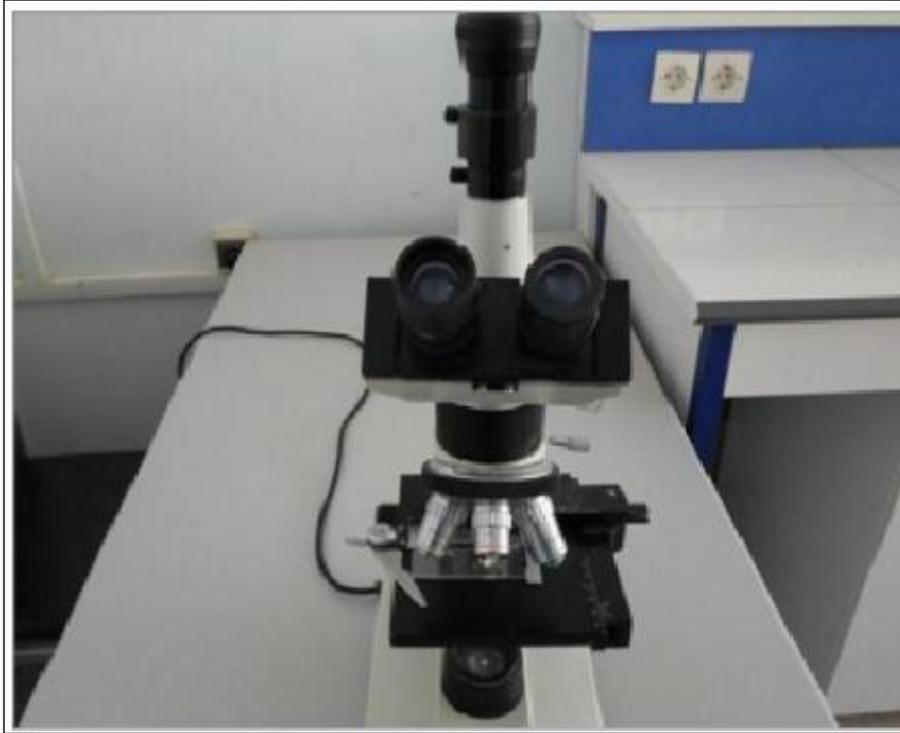
$$m_{\text{dépôt}} = \Delta m = m_f - m_i \quad (\text{II} - 2)$$

**m<sub>f</sub>** : la masse de l'échantillon après revêtement.

**m<sub>i</sub>** : la masse de l'échantillon avant revêtement

### II.4.3. Microscopie optique

L'observation microscopique nécessite un polissage fin de la surface ou de la coupe de du dépôt à observer. L'appareillage utilisé est une microscopie optique de type LINITRON A6-1588 (Fig.II.5) permet d'examiner la microstructure de nos échantillons. Ce microscope s'accompagne d'un appareil numérique. L'avantage du microscope optique, outre sa grande facilité d'utilisation, et de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.



**Fig. (II.5) microscope optique**

#### **II.4.4. Diffractomètre des rayons X**

L'étude de la caractérisation structurale des dépôts composite Ni-Co exige l'emploi de la technique de la diffraction des rayons X. La diffraction des rayons X est un phénomène de diffusion cohérente et élastique qui se produit lorsqu'un faisceau de rayon X (l'onde électromagnétique) tombe sur un matériau. L'onde diffractée résulte de l'interférence des ondes diffusées par chaque atome. Elle dépend donc de la structure cristallographique. La direction du faisceau diffracté est donnée par la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta_n \quad (II - 3)$$

$\lambda$  : longueur d'onde du faisceau de rayons X

$d$  : distance de deux plans réticulaires.

$\theta$  : l'angle d'incidence des rayons X.

$n$  : l'ordre de diffraction.

Les radiations X possèdent la propriété de traverser un matériau et d'être diffractées par les atomes. La technique permet de déterminer les distances interatomiques et l'arrangement des atomes dans le réseau cristallin [10]



Fig. (II.6) Diffractomètre des rayons X

#### **II.4.5-Techniques électrochimiques :**

Afin de confirmer notre étude, les tests de corrosion ont été effectués en utilisant différents méthodes à savoir : la méthode la masse perdue.

##### **II.4.5.1-Techniques de la masse perdue:**

Cette méthode présente l'avantage d'être d'une mise en œuvre simple, de ne pas nécessiter un appareillage important, mais ne permet pas l'approche des mécanismes mis en jeu lors de la corrosion. son principe repose sur la mesure de la perte de poids subie par un échantillon de surface ( $S=2.166 \text{ cm}^2$ ), pendant le temps d'immersion ( $t=15 \text{ jours}$ ) dans une solution corrosive maintenue (chlorure de sodium à 3.5%) à température ambiante .

Les éprouvettes ont été pesées avant immersion, la surface devant être immergée est délimitée par un vernis qui joue le rôle d'un isolant. Après cette période d'immersion, les échantillons ont été retirés des béciers , nettoyés bien pour enlever les produits de corrosion .

Finalement, les échantillons ont été rincés dans de l'eau distillée, séchées et ensuite pesées par Balance électronique (FA-2004B) [16]

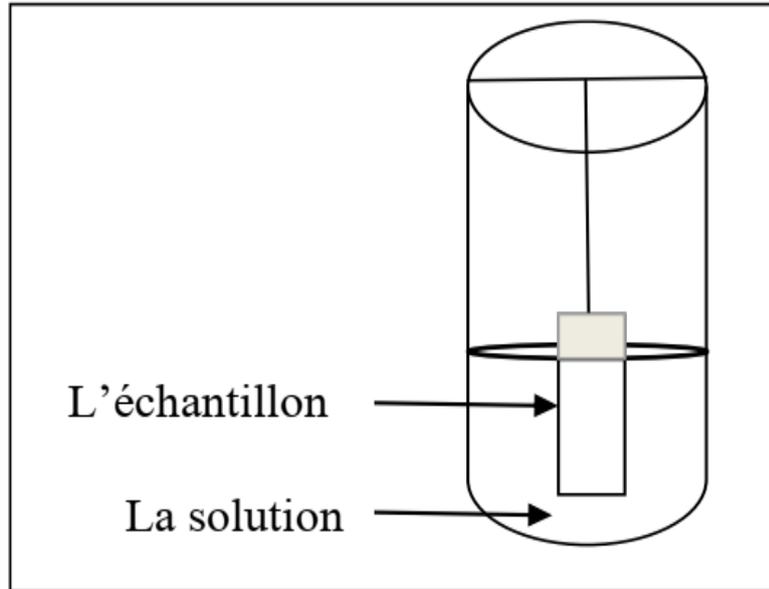


Fig. (II.7) Dispositif expérimental de la technique de la masse perdue [22]

- ✓ Le taux de corrosion est calculé par la formule suivante :

$$T_{\text{corr}} = \left( \frac{\Delta m}{S_{\text{imm}} \cdot t} \right) \times 365 \left[ \frac{\text{g}}{\text{cm}^2} \cdot \text{an} \right] \quad (\text{II} - 4)$$

Aven

$T_{\text{corr}}$ : Taux de corrosion en  $[\text{g}/\text{cm}^2 \cdot \text{an}]$

$\Delta m$ : Différence de masse en  $[\text{g}]$ ;  $\Delta m = m_1 - m_2$

$m_1$ : la masse de l'échantillon avant l'immersion.

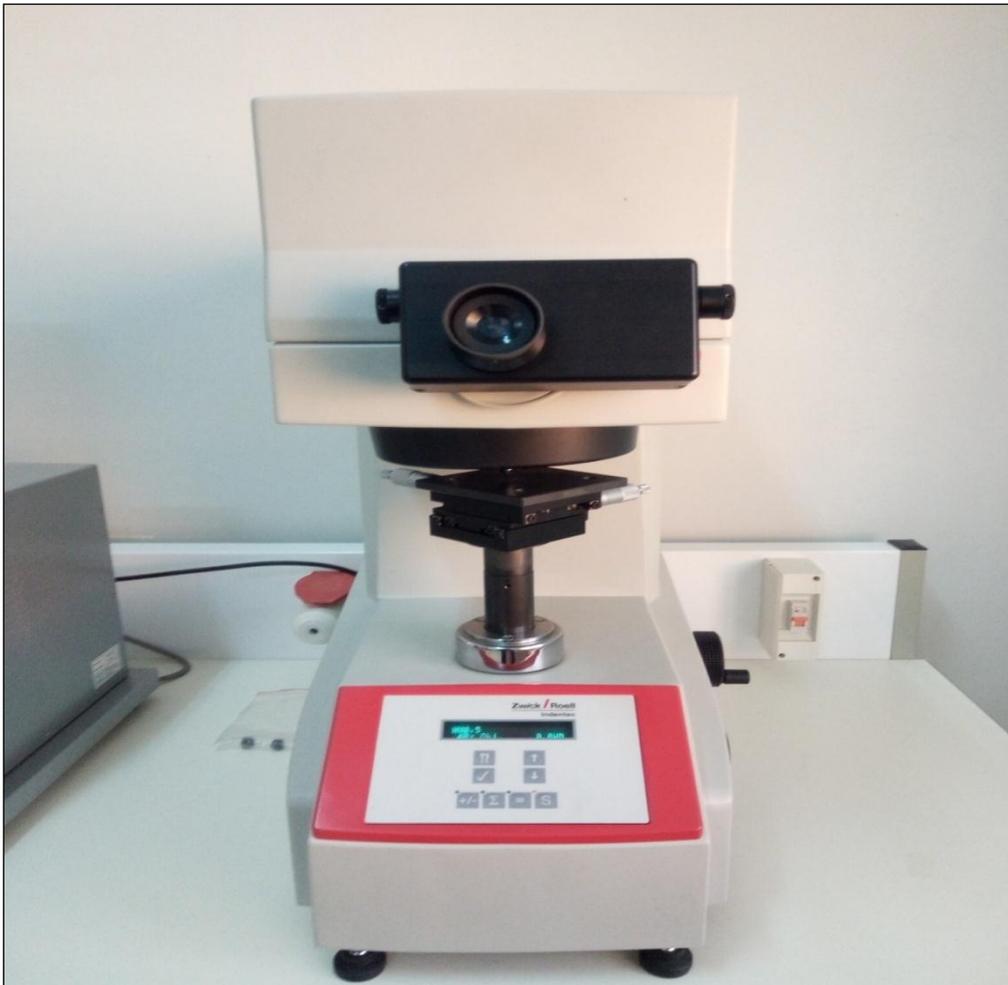
$m_2$ : la masse de l'échantillon après l'immersion.

$S$ : la surface active  $[\text{cm}^2]$ .

$t$ : temps de l'exposition [jours].

#### II.4.5.2- Techniques de La dureté :

Après avoir analysé la qualité des revêtements et reconnu leurs structures par le biais des méthodes décrites ci-dessus, dans cette partie on va caractériser les revêtements en mesurant leurs micro-duretés. Pour cela, on utilise généralement des essais de rebondissement ou de pénétration. Dans notre cas, on a utilisé des essais de pénétration. Ces essais ont l'avantage d'être plus simples à réaliser et de donner des résultats reproductibles. Réalisés sous très faible charge, les essais de micro-dureté permettent des mesures très localisées. A l'aide d'un micro-duromètre, on peut par exemple déterminer la dureté d'une phase donnée dans un échantillon polyphasé ou celle d'un échantillon très fragile et mince. Le micro-duromètre qu'on a utilisé est de type Wolpert Wilson Instruments model 402UD. au département de physique de l'université de Biskra (**Fig. (II.8)**)



**Fig. (II.8): Micro-duromètre de type Wolpert Wilson Instruments model 402UD.**

L'empreinte a donc la forme d'un carré et on mesure les deux diagonales ( $d_1$ ) et ( $d_2$ ) de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur ( $d$ ) en effectuant la moyenne de ( $d_1$ ) et ( $d_2$ ). C'est cette valeur ( $d$ ) qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force ( $F$ )

et de dureté de l'appui sont également normalisées. Le degré de dureté est ensuite lu sur un abaque [11]

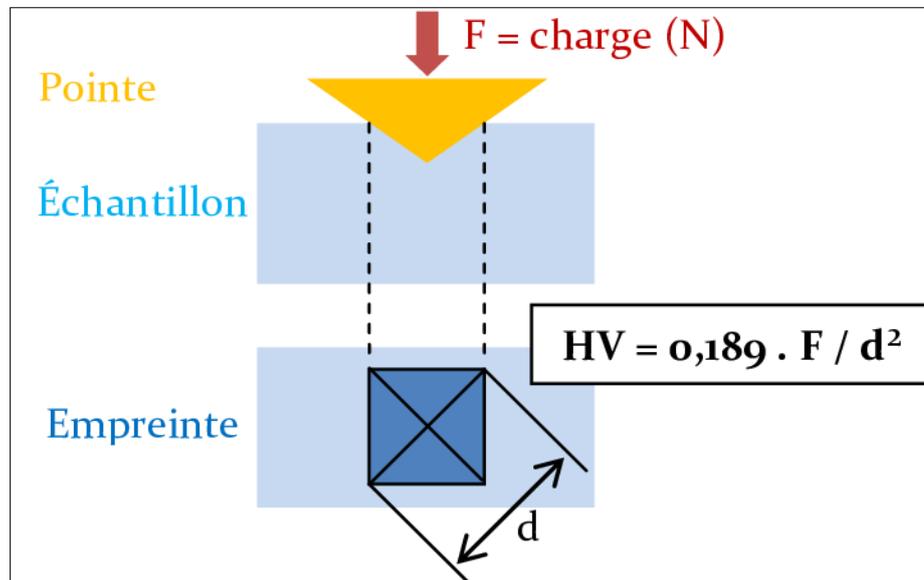


Fig. II.8 .Schéma de principe de la mesure de la micro –dureté par la méthode Vickers .

# Chapitre III

## Résultats et discussion

**III.1- Introduction :**

Les auteurs pensent que la variation des paramètres d'électrolyse (densité de courant, pH du bain, granulométrie des particules, l'agitation et la température) peut améliorer la qualité du dépôt (l'adhérence, l'épaisseur et la dureté), pour cela nous avons essayé de trouver les conditions optimales qui satisfont à cet objectif. [10]

**III.2- Détermination la masse de dépôt :**

Pour chaque opération de dépôt on a mesuré la masse d'échantillon avant ( $m_1$ ) et après le dépôt ( $m_2$ ); la différence entre les deux mesures c'est le dépôt ( $\Delta m$ ) Ces mesures présentées dans les tableaux suivent :

**Tableau III.1: Masses des dépôts Ni-Co.**

Bain	N° échantillon	$m_1$ (g)	$m_2$ (g)	$\Delta m$ (g)
<b>pH=3.1</b>	1	4.1310	4.1843	0.0533
	2	4.9265	4.9709	0.0444
	3	5.0370	5.0801	0.0431
<b>pH=4.1</b>	1	4.2925	4.3528	0.0603
	2	5.1223	5.1729	0.0506
	3	4.3163	4.3801	0.0638
<b>pH=5.4</b>	1	4.2627	4.3129	0.0502
	2	4.3129	5.7105	0.0713
	3	4.2831	4.3269	0.0438

### **III.3 - CARACTERISATION DES DEPOTS**

#### **III.3.1. Mesure de l'adhérence au substrat**

Le test de choc thermique pour différentes couches nous amène à conclure que ces revêtements ont une très bonne adhérence.

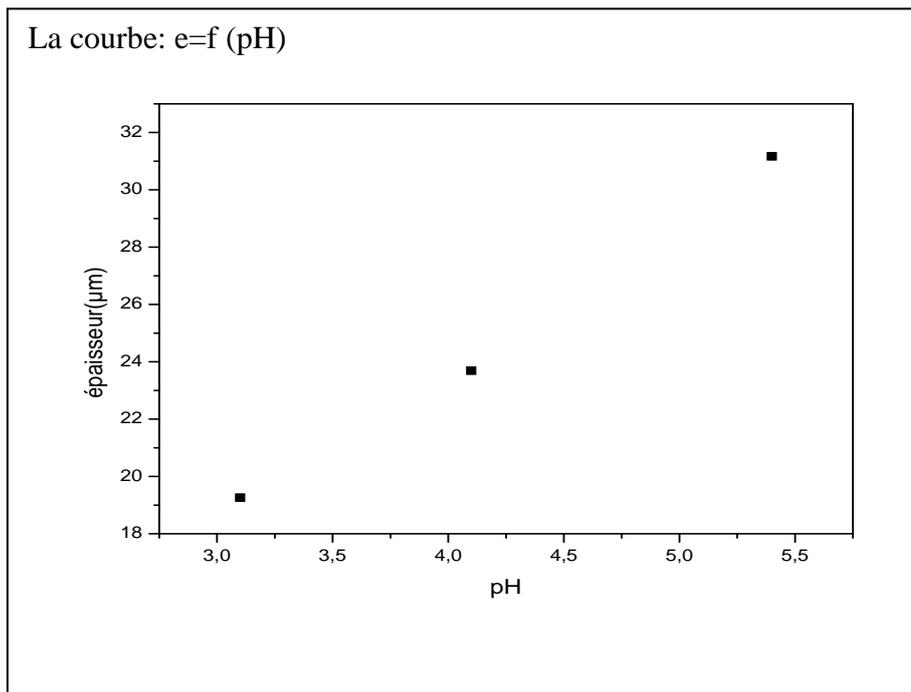
#### **III.3.2. Mesure de l'épaisseur**

Après la détermination de la masse de dépôt, les épaisseurs des dépôts Ni – Co ont été calculées selon la relation :

Le tableau (III.2) illustre les mesures des épaisseurs obtenues.

**Tableau (III.2) Mesure des épaisseurs de revêtement Ni-Co.**

<b>Échantillon</b>	<b>Épaisseur (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>pH=3.1</b>	19.26
<b>pH=4.1</b>	23.69
<b>pH=5.4</b>	31.17

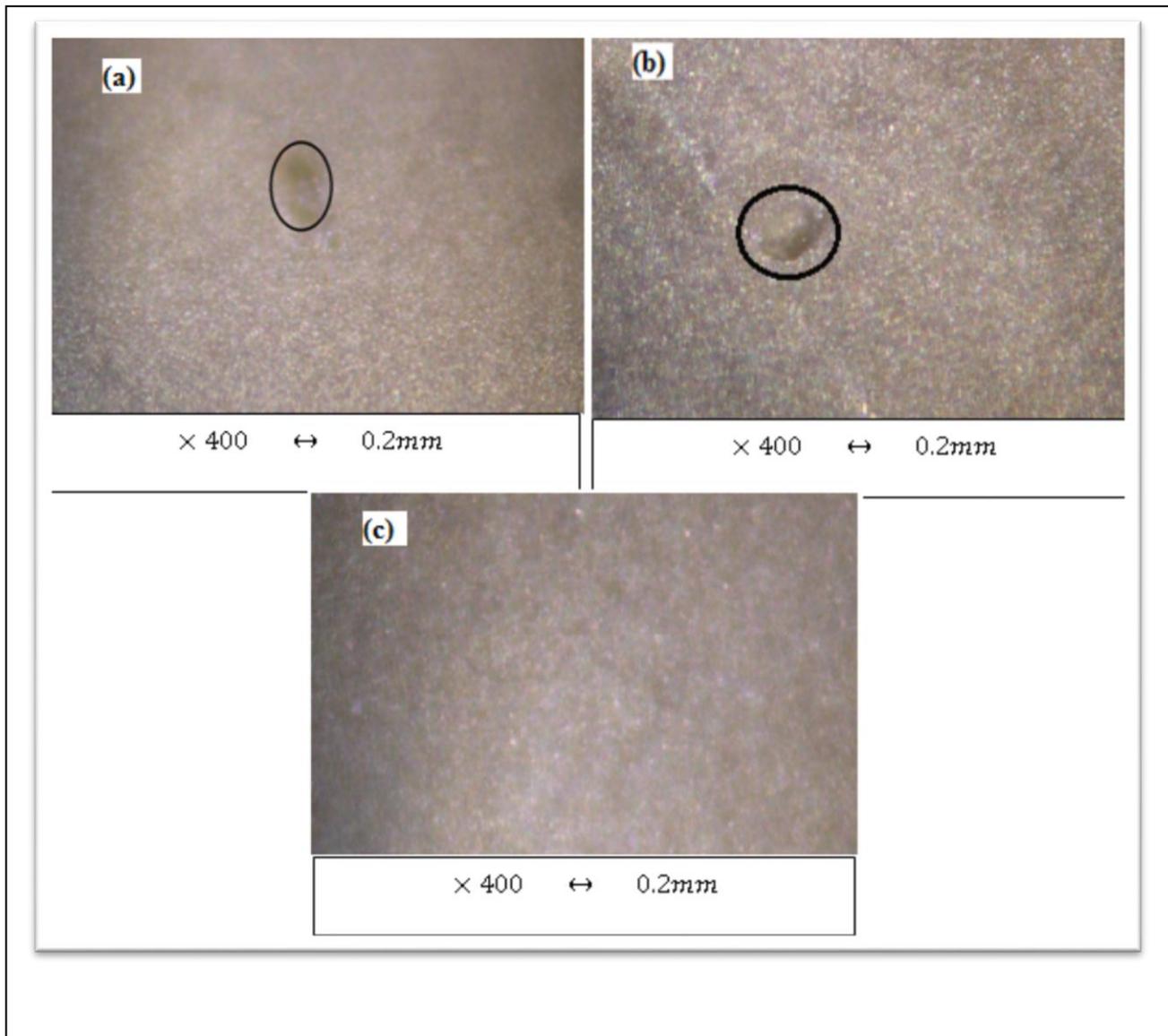


**Figure (III.1). Variation de l'épaisseur en fonction de pH**

La figure(III.1) montre que, l'épaisseur du dépôt augmente de  $19,26\mu\text{m}$  à  $31,17\mu\text{m}$ , quand la valeur du pH passant de 3,1 à 5,4. Cela est dû essentiellement à l'augmentation du pH dans notre bain qui provoque une augmentation des particules incorporées dans la matrice métallique.

### III.3.3.Microscopie optique

L'examen de la morphologie des dépôts électrodéposés a été réalisé à l'aide d'un microscope optique. L'observation des différents échantillons a donné les résultats présentés ci-dessous :



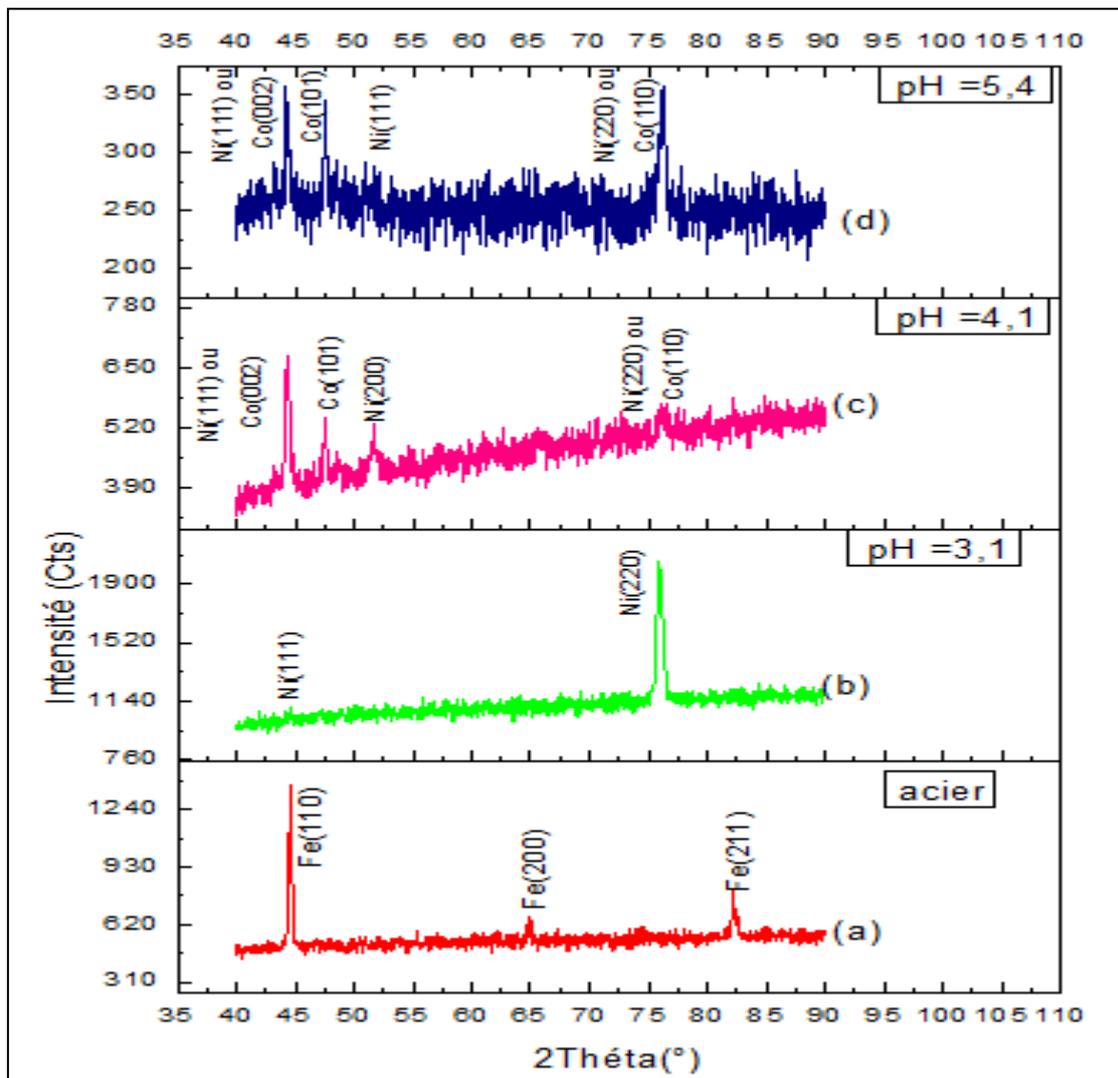
**Figure (III.2).**Microstructure des dépôts à différent pH

: (a) pH=3.1, (b) pH=4.1, (c) pH=5.4,

Au pH =3,1, le bulle d'hydrogène et les hydrures dominant dans les revêtements. Les quantités de trous de cercle noir sont étudiées à la surface comme indiqué sur la figure (III.2), ce qui indique que l'évolution de l'hydrogène influence fortement le dépôt. À un pH plus élevé (4,1 et 5,4), l'influence de l'hydrogène et des hydrures devient moins apparente et les trous du cercle sombre disparaissent presque. [25]

### III.3.4. Diffraction des rayons X

Une étude DRX a été réalisée sur tous les échantillons revêtus ainsi que sur le substrat afin d'identifier les phases présentes sur les surfaces. La figure (III.4) montre le spectre DRX de substrat (acier) et le spectre DRX d'échantillons codés posés aux (pH =3.1, 4.1 et 5.4).



**Figure(III.3).** Les spectres DRX des revêtements déposés à différentes valeurs de pH. (b) pH 3,1, (c) pH 4,1, (d) pH 5,4.

Le DRX de substrat (acier) ne montre que des pics  $\alpha$ -Fe (Figure III.3.a.).

Les spectres de DRX des revêtements composites aux pH=4.1 et 5.4 (Figures III.3c et III.3d) indiquent quatre pics qui correspondent les orientations suivant: (111), (101),

(200) et (220) avec une diminution importante de pic (220) dans le dépôt au PH =4.1. Les quarts pics de diffraction correspondent aux plans (002), (101) et (110) de la structure hexagonale compactée du cobalt (JCPDS n° 00-001-1254). [22,23]

La figure (III. 3) b présente les pics de diffraction à  $2\theta = 44,5$  et  $75,1$  indexés en tant que (111), et (220) plans de la structure cubique à face centrée (Fm-3m) du nickel (JCPDS n° 00-001-125). [24]

### III.3.5. Taille des grains

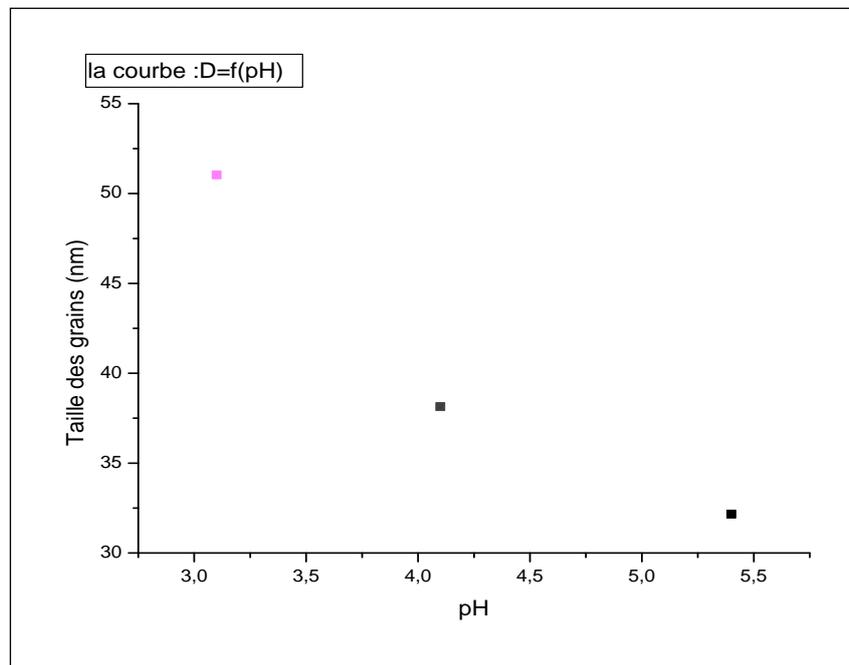
La taille des grains a été déterminée à partir de la largeur du pic à l'aide de l'équation de Scherrer modifiée par Warren et Biscope [1]

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \times \cos \theta} \quad (\text{III} - 2)$$

Où  $\theta$  est la position du pic dans la diffractogramme des rayons.  $\beta$  est relatif à l'intégrante élargissement du pic (en radians) qui été approchée à la largeur à mi-hauteur (LMH),  $\lambda$  est la longueur d'onde en ( $\text{Å}$ ) et D est la taille des grains.

**Tableau(III.3) : Valeurs de la taille de grain de différentes couches électro déposées**

Enchantions	$2\theta(^{\circ})$	$\cos \theta$	FWHM( $^{\circ}$ )	$\beta(\text{rad})$	D ( $\text{Å}$ )	D (nm)
pH=3.1	75.9543	0.9993	0.206	0.0036	510.49	51.04
pH=4.1	47.4755	0.9153	0.206	0.0036	381.4	38.14
pH=5.4	56.03	0.8828	0.294	0.0051	321.65	32.16



**Figure III.4 : Taille des grains des dépôts Ni-Co en fonction du pH**

Figure(III.4). Illustre l'influence du pH sur la taille des grains des revêtements Ni-Co. La taille des grains des revêtements diminue avec l'augmentation du pH du bain. C'est-à-dire, plus valeur du pH donne la meilleure qualité de la couche de protection.

### ***III.4- Étude de la corrosion des dépôts:***

#### **III.4.1. Test de corrosion (la masse perdue) :**

Cette technique est réalisée par l'immersion de différents dépôt élaborés Ni-Co dans une solution agressive de 3.5% NaCl pendant 15 jours. Ces échantillons seront retirés du milieu corrosif rincés, séchés puis seront pesés afin de déterminer la masse perdue. La forme de corrosion rencontrée dans la corrosion par piqure, elle consiste en des attaques locales du film passif dues à la présence de pores sur les dépôts effectués. Tous les essais effectués sont résumés dans les tableaux (III-4) et les résultats sont illustrés sur la figure (III-4).

Tableau (III-4) : Taux de corrosion du dépôt électrolytique Ni-Co

Dépôt	$m_i$ (g)	$m_f$ (g)	$\Delta m$ (g)	S (cm <sup>2</sup> )	$T_{corr}$ (g/cm <sup>2</sup> .an)
pH=3.1	4.9708	4.9594	0.0114	2.59	0.1706
pH=4.1	4.3528	4.3486	0.0042	2.15	0.0475
pH=5.4	4.3069	4.3037	0.0032	2.174	0.0358

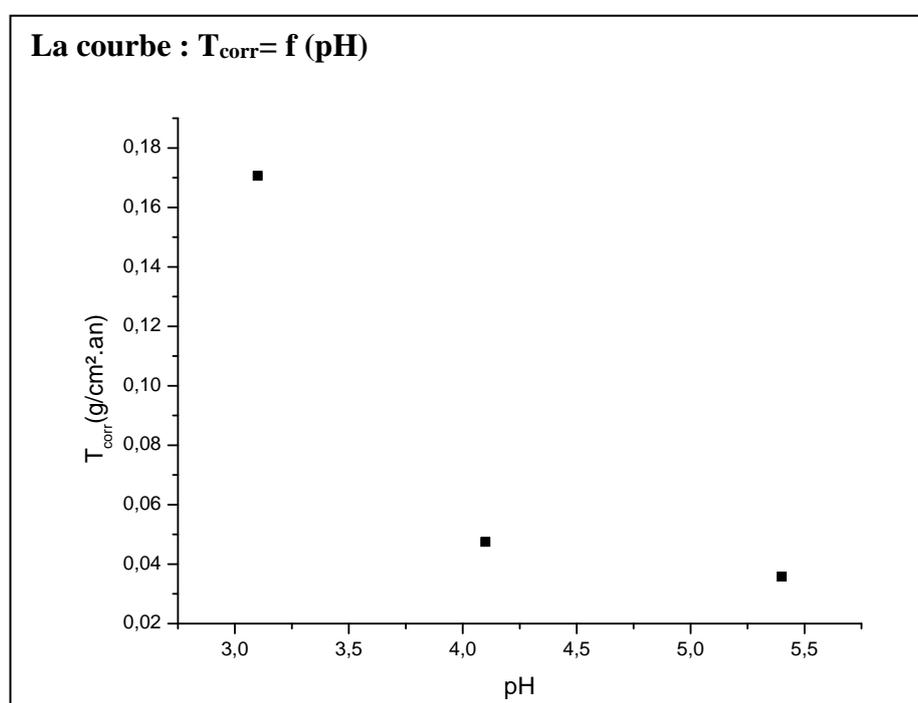


Figure (III-5) : Taux de corrosion des dépôts 50%Ni-50%Co (la masse perdue).

La figure (III.5). Présente le taux de corrosion des dépôts Ni-Co. Ces résultats révèlent que le taux de corrosion diminue avec l'augmentation de pH de l'électrolyte.

Le dépôt de pH=5.4 indique le taux de corrosion le plus bas (**0,0358** g/cm<sup>2</sup>.an) cela est dû à la petite taille des grains qui améliore la résistance à la corrosion du matériau.

Simultanément, les revêtements ont tendance à être plus compacts avec l'augmentation de la valeur du pH cela est dû à l'affaiblissement l'évolution de

l'hydrogène à un pH plus élevé. Des résultats similaires ont été observés par Liangliang Tian, et al. lors de leurs études sur l'influence du pH sur les propriétés des revêtements Ni-Co synthétisé par électrodéposition [25].

### III.4.2. La dureté :

Les valeurs de la micro dureté des différents dépôts composites Ni-Co sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau (III.5) Mesure de la dureté des différents revêtements Ni-Co.

Échantillon	Dureté (HV)
Acier	194.3
pH=3.1	222.3
pH=4.1	259.3
pH=5.4	307.3

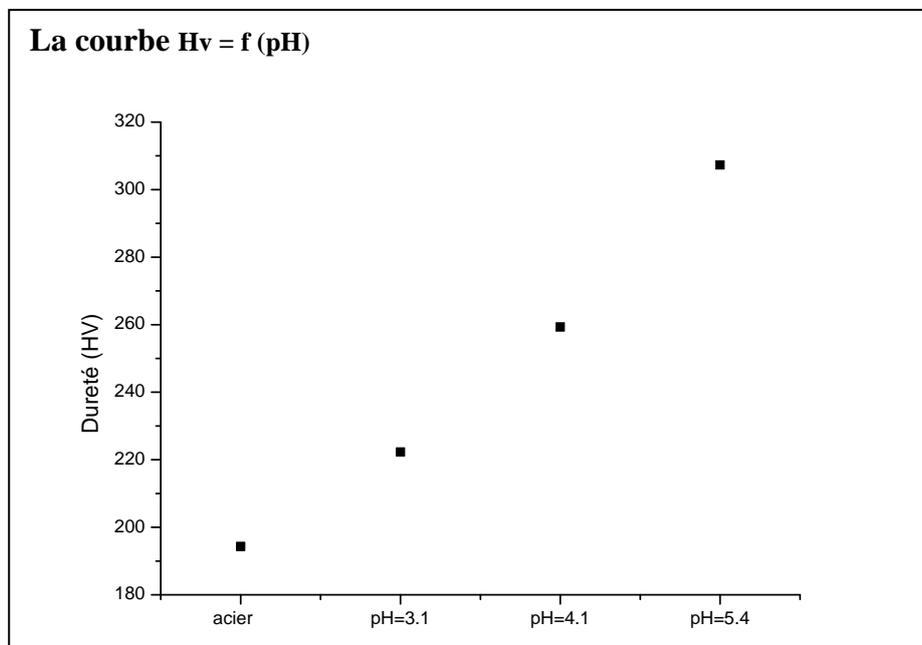


Fig. (III.6). Variation de la dureté en fonction du pH

L'analyse de ces résultats montre que, la dureté de dépôt Ni-Co augmente avec l'augmentation du pH. L'explication à cette augmentation progressive de la micro dureté est la réduction progressive de la granulométrie avec l'augmentation du pH de l'électrolyte. Notez que le dépôt Ni – Co microcristallins montrent la maximum dureté à environ pH 5.4, ce qui peut être associé à la plus petite granulométrie mentionnée dans le secteur de l'analyse de la microstructure. Cette augmentation est due essentiellement à l'amélioration des propriétés mécaniques des dépôts. Généralement, les dépôts Ni-Co sont des dépôts durs. [21]

## ***CONCLUSION GENERALE***

Cette étude, nous a permis d'obtenir les résultats suivants :

1. Les revêtements composites de Nickel-Cobalt par la méthode d'électrodéposition dépendent d'un grand nombre de paramètres tels que le pH du bain, la densité de courant, la température, le temps de l'expérience, le métal de base, etc. L'optimisation des conditions d'élaboration nous a permis d'obtenir les meilleurs dépôts à une durée de 45min, un pH=5.4 (acide), une densité de courant  $J=3A/dm^2$  et à une température 45°C.
2. L'épaisseur de dépôt Ni- Co augmente avec l'augmentation du pH.
3. La morphologie du dépôt, examiné par microscopie optique, possède une structure métallique homogène .de plus, pour les revêtements Co-déposés, il apparait qu'aux conditions d'élaboration choisies, un haut degré de Co-déposition est obtenu.
4. On peut aussi remarquer pour le dépôt Ni-Co au pH=3.1, une diminution importante des intensités des pics qui est probablement due à une structure compacte par rapport aux autres dépôts.

Enfin, l'augmentation du pH conduit à une meilleure cristallisation des dépôts

5. la taille des grains du revêtement composite diminue avec l'augmentation du pH
6. Les tests de corrosion par la technique de la masse perdue ont montré que, le taux de corrosion diminue avec l'augmentation du pH dans le bain électrolytique.
7. Les essais de micro dureté sur les différents revêtements composites électro déposés, a montré que, ces derniers possèdent une bonne dureté, qui augmente avec l'augmentation du pH dans la matrice métallique, cette augmentation est due essentiellement à l'amélioration des propriétés mécaniques des dépôts.

## *Références bibliographiques*

- [1] ZAROOUR Medjda "Élaboration et caractérisation des dépôts composites Cu/WC électro déposés " Mémoire master, Univ-M.khider –Biskra, Juin 2016.
- [2] RACHED Imane "Évaluation de corrosion des dépôts composites Ni-AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Ni-Co-AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>" Mémoire master, Univ –M.Khider –Biskra ,2016/2017.
- [3] L.ACHOURI "Étude cinétique de l'électrodéposition d'un alliage Zn-Co en milieu acide " Mémoire master, Univ –Badji Mokhtar –Annaba ,2017.
- [4] Y.D.Gamburg, G.Zaugari, theory and Practice of Metal Electrode position, Springer, 2011.
- [5] K.S.Kumar, H.van swygenhoven, s.surech (2003). Mechanical behavior of nanocrystallin metals and allys.Acta Material 51(19):5743-5774.
- [6] S.C.Tjony, H. Chen (2004) Nanocristalline matériels and coatings .Materials sciences and Engineering.R: Reports 45(1-2).
- [7]E.chassaing (2006) Alliges électro déposés Techniques de l'ingénieur Traitements de surface des métaux en milieu aqueux base documentaire : TIB 359DUO (réf .article :m1620)
- [8] Jeremy Mallet "Électrodéposition et Propriétés magnétiques de nauofils d'alliage Co<sub>x</sub>-Pt<sub>x-1</sub>" .thèse de doctorat, université de Reims Champagne –Ardenne, 2004.
- [9] Z.Fekih "Électrodéposition des métaux (Fe, Ni, Mo, Co ...) sur Silicium et Silicium Poreux ", thèse de doctorat, université Abou Bakr Belkaid -Tlemcen, (2013).
- [10]Marmi Hayat "Élaboration et Caractérisation des dépôts composites Ni-Co par Voie Electrolytique "" Mémoire magister, université –M.Khider –Biskra ,23-06-2008.
- [11]Djoughri –chiba "Effets des Paramètres d'Électrodéposition sur les revêtements composites Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>"Mémoire de master, université Kasdi merbah, Ouargla (2017).
- [12]S .Derbal "Électrodéposition et Caractérisation de couches minces métalliques teruaires CuZnSn", Mémoire de magister, université Ferhat Abbas –Sétif (2014).

- [13] A. Brenner, "Électrodéposition of Alloys: principles and practice", Academic Press, (1963).
- [14] C.Rochaix, "Électrochimie, Thermodynamique –Cinétique ", Edition Nathan, (1996).
- [15] M.Missaoui "Effet du pH sur la Résistance à la corrosion de couches de Nickel Electrodeposités ", Mémoire master, Univ –M.Khider –Biskra, (2014).
- [16] Patrick Benaben, Frédéric DURUT, Nickelage électrolytique "Caractéristiques ", technique de l'ingénieur, M 1 610 .2002.
- [17] AMER Mekkaoui, "Élaboration et Caractérisation des Revêtements de Nickel Dépôts Par Voie Electrochimique", université –M.Khider –Biskra, 2012-2013.
- [18] T. 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 de l'université de 8Mai 1945, Guelma (2012) .
- [19] H.MARMI, "Amélioration de la résistance à la corrosion électrochimique des aciers Par utilisation des inhibiteurs ", thèse de doctorat , université –M.Khider –Biskra, 06-07-2017.
- [20] Herzallah ,A , "L'effet de l'alumine sur le dépôt Ni-Co " , Mémoire master, Univ – M.Khider –Biskra, (2016).
- [21] Liping Wang, Yan Gao, Qunji Xue, Huiwen Liu, Tao Xu, Microstructure and tribological properties of electrodeposited Ni–Co alloy deposits, Applied Surface Science 242 (2005) 326–332.
- [22] Allen Bai, Chi-Chang Hu, Effects of electroplating variables on the composition and morphology of nickel\_cobalt deposits plated through means of cyclic voltammetry, Electrochimica Acta 47 (2002) 3447\_ 3456
- [23] B. Tury , M. Lakatos-Varsányi , S. Roy, Ni–Co alloys plated by pulse currents, Surface & Coatings Technology 200 (2006) 6713–6717.

[24] S. Premlatha, G.N.K. Ramesh Babu, Fabrication of Co-Ni alloy nanostructures on copper foam for highly sensitive amperometric sensing of acetaminophen, *Journal of Electroanalytical Chemistry* 822 (2018) 33–42.

[25] Liangliang Tian, Jincheng Xu, Songtao Xiao, The influence of pH and bath composition on the properties of Ni-Co coatings synthesized by electrodeposition, *Vacuum* 86 (2011) 27-33.

## Name and formula

Reference code: 00-001-1262

PDF index name: Iron

Empirical formula: Fe

Chemical formula: Fe

## Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic

Space group: Im3m

Space group number: 229

a (?): 2,8570

b (?): 2,8570

c (?): 2,8570

Alpha (°): 90,0000

Beta (°): 90,0000

Gamma (°): 90,0000

Measured density (g/cm<sup>3</sup>): 7,93

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 23,32

Z: 2,00

RIR: -

## Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD

Subfiles: Inorganic

Quality: Blank (B)

## Comments

Color: Silvery white

Additional pattern: To replace 3-1050 .

Melting point: 1539

## References

Primary reference: Davey *Phys. Rev*(1925) ,753 ,**25** .

Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*

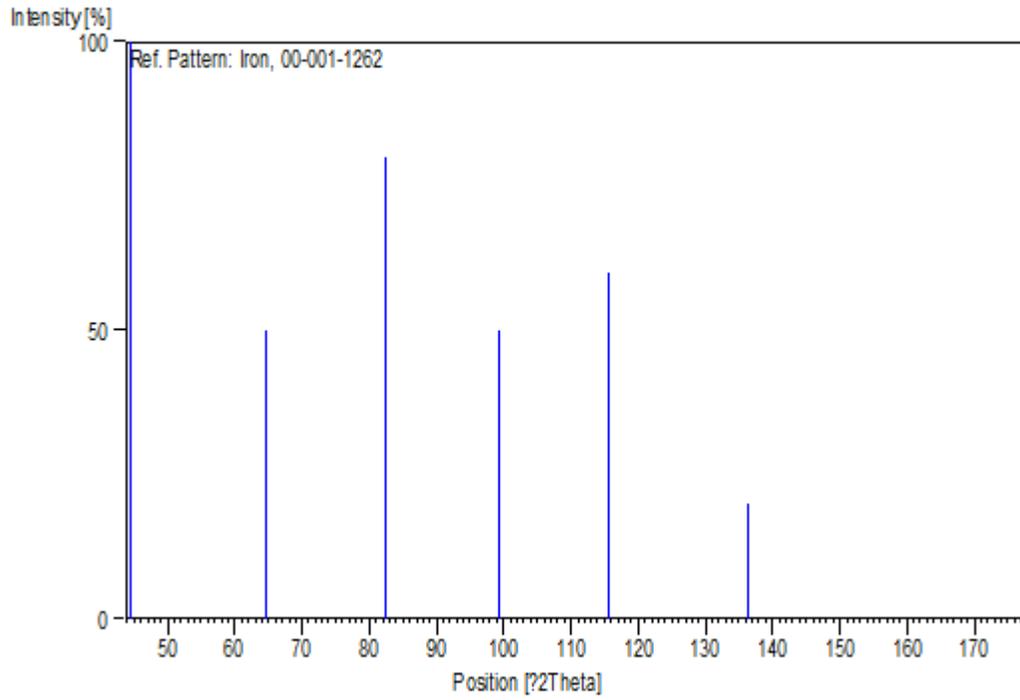
Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed .*

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I	[%]
100,0	44,600	2,03000	0	1	1	1	
50,0	64,678	1,44000	0	0	2	2	
80,0	82,352	1,17000	1	1	2	3	
50,0	99,401	1,01000	0	2	2	4	

60,0	115,662	0,91000	0	1	3	5
20,0	136,273	0,83000	2	2	2	6
60,0		0,76000	1	2	3	7
30,0		0,67000	0	3	3	8
20,0		0,64000	0	2	4	9
20,0		0,61000	2	3	3	10
20,0		0,58000	2	2	4	11

**Stick Pattern**



## **Name and formula**

Reference code: 00-001-1258  
Compound name: Nickel  
PDF index name: Nickel  
Empirical formula: Ni  
Chemical formula: Ni

## **Crystallographic parameters**

Crystal system: Cubic  
Space group: Fm-3m  
Space group number: 225  
a (Å): 3,5400  
b (Å): 3,5400  
c (Å): 3,5400  
Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 90,0000  
Measured density (g/cm<sup>3</sup>): 8,72  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 44,36  
Z: 2,00  
RIR: -

## **Status, subfiles and quality**

Status: Marked as deleted by ICDD  
Subfiles: Inorganic  
Quality: Blank (B)

## **Comments**

Color: White  
Creation Date: 01/01/1970  
Modification Date: 01/01/1970  
Deleted Or Rejected By: Deleted by NBS card  
Color: White  
Melting Point: 1455.

## **References**

Primary reference: Hull., *Phys. Rev.*, **17**, 571, (1921)  
Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*

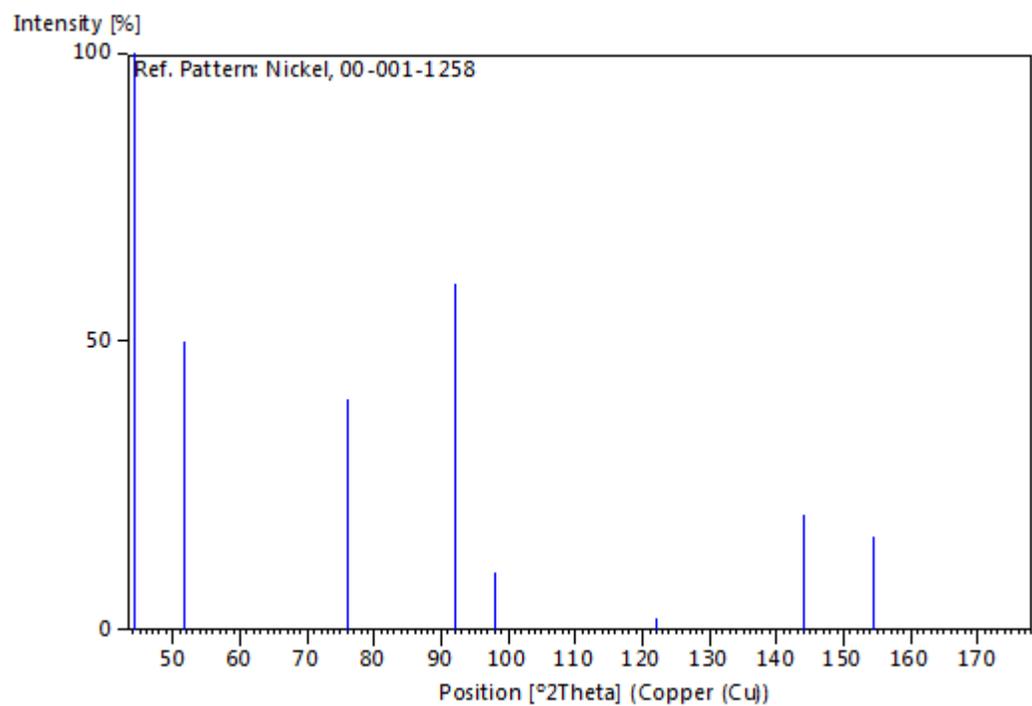
Optical data:

*Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*

### **Peak list**

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,04000	44,370	100,0
2	2	0	0	1,77000	51,596	50,0
3	2	2	0	1,25000	76,084	40,0
4	3	1	1	1,07000	92,094	60,0
5	2	2	2	1,02000	98,085	10,0
6	4	0	0	0,88000	122,171	2,0
7	3	3	1	0,81000	143,974	20,0
8	4	2	0	0,79000	154,356	16,0
9	4	2	2	0,72000		10,0
10	5	1	1	0,68000		10,0
11				0,63000		2,0
12	5	3	1	0,60000		8,0
13	6	0	0	0,59000		4,0

### **Stick Pattern**



## **Name and formula**

Reference code: 00-001-1254  
Compound name: Cobalt  
PDF index name: Cobalt  
Empirical formula: Co  
Chemical formula: Co

## **Crystallographic parameters**

Crystal system: Unknown

RIR: -

## **Status, subfiles and quality**

Status: Marked as deleted by ICDD  
Subfiles: Inorganic  
Quality: Low precision (O)

## **Comments**

Creation Date: 01/01/1970  
Modification Date: 01/01/1970  
Deleted Or Rejected By: Delete: see Weissmann comments November 1956.

## **References**

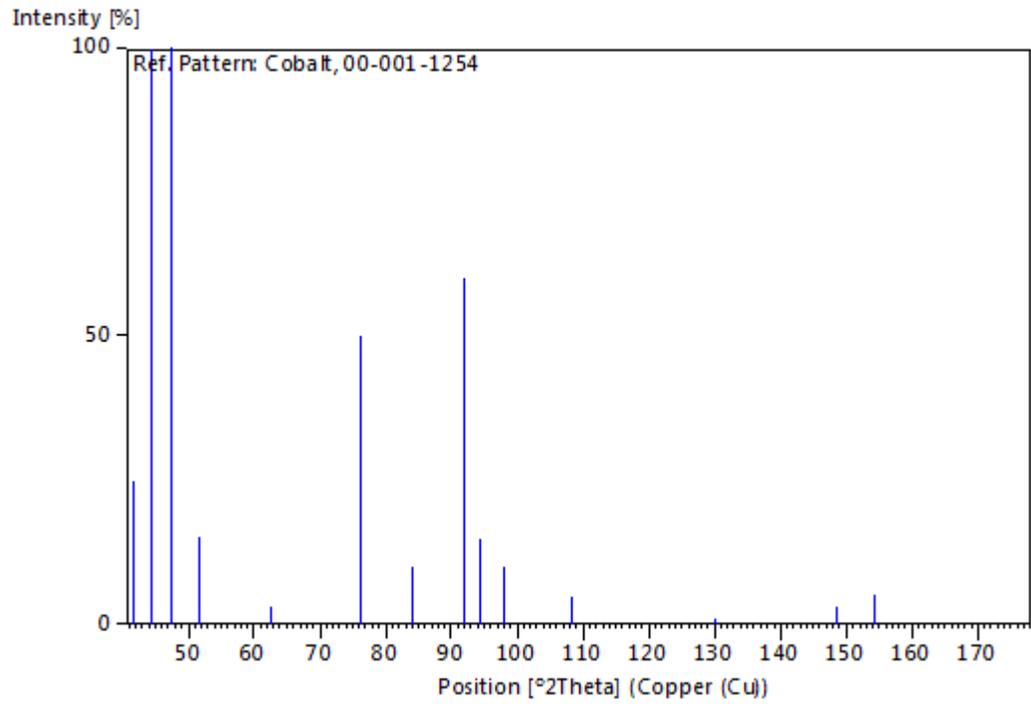
Primary reference: Hull., *Phys. Rev.*, **17**, 571, (1921)

## **Peak list**

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1				2,16000	41,786	25,0
2				2,04000	44,370	100,0
3				1,92000	47,306	100,0
4				1,77000	51,596	15,0
5				1,48000	62,728	3,0
6				1,25000	76,084	50,0
7				1,15000	84,107	10,0
8				1,07000	92,094	60,0
9				1,05000	94,381	15,0
10				1,02000	98,085	10,0
11				0,95000	108,357	5,0
12				0,85000	129,980	1,0

13	0,80000	148,678	3,0
14	0,79000	154,356	5,0
15	0,72000		1,0
16	0,70000		1,0
17	0,68000		1,0

### **Stick Pattern**



## **Name and formula**

Reference code: 00-001-1254  
Compound name: Cobalt  
PDF index name: Cobalt  
Empirical formula: Co  
Chemical formula: Co

## **Crystallographic parameters**

Crystal system: Unknown

RIR: -

## **Status, subfiles and quality**

Status: Marked as deleted by ICDD  
Subfiles: Inorganic  
Quality: Low precision (O)

## **Comments**

Creation Date: 01/01/1970  
Modification Date: 01/01/1970  
Deleted Or Rejected By: Delete: see Weissmann comments November 1956.

## **References**

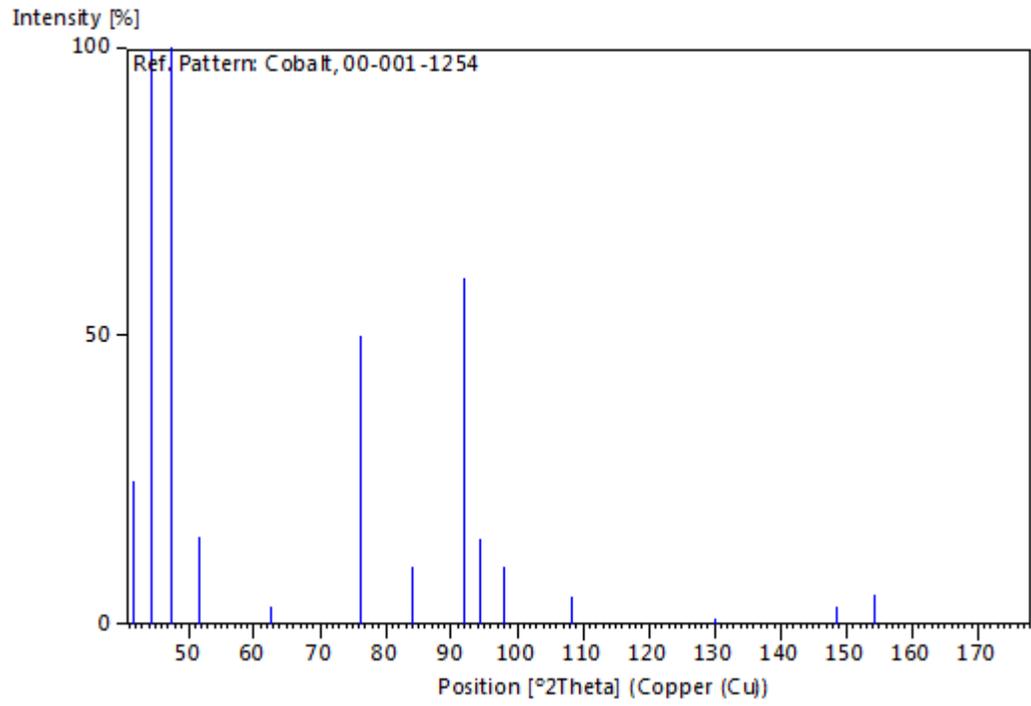
Primary reference: Hull., *Phys. Rev.*, **17**, 571, (1921)

## **Peak list**

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1				2,16000	41,786	25,0
2				2,04000	44,370	100,0
3				1,92000	47,306	100,0
4				1,77000	51,596	15,0
5				1,48000	62,728	3,0
6				1,25000	76,084	50,0
7				1,15000	84,107	10,0
8				1,07000	92,094	60,0
9				1,05000	94,381	15,0
10				1,02000	98,085	10,0
11				0,95000	108,357	5,0
12				0,85000	129,980	1,0

13	0,80000	148,678	3,0
14	0,79000	154,356	5,0
15	0,72000		1,0
16	0,70000		1,0
17	0,68000		1,0

### **Stick Pattern**



## ملخص :

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير الأس الهيدروجيني (pH) على خصائص طبقة الحماية عن طريق وضع تغطية من النيكل المدعم بحبيبات الكوبالت (Ni-Co) بالطريقة الكهروكيميائية انطلاق من حمام كلوريد النيكل و كلوريد الكوبالت على قطعة فلاذية معالجة مسبقا .

من اجل دراسة خصائص هذه الاغطية قمنا بالاختبارات التالية : نوعية التلاصق ' الصلادة ' التأكل في مياه البحر ' الاشعة السينية المرفولوجيا بواسطة المجهر الضوئي (MO)

بينت هذه الاختبارات ان هذه الاغطية تكتسب نوعية جيدة من التلاصق ' صلادة متينة ' مقاومة مرتفعة من التاكل ومرفولوجيا متجانسة في وسط حمضي .

**الكلمات المفتاحية :** الترسيب الكهربائي ' التغليف المعدني ' Ni-Co ' التاكل .

## Résume :

L'objectif dans ce travail est d'étudier effet de pH sur les propriétés de couche protectrice de protection à partir un moyen pour la protection contre la corrosion par électrodeposition de Ni-Co à partir du bain de chlorure de nickel et chlorure de cobalt sur des substrats d'acier préalablement traités .

Les différentes couches électrodéposées sont caractérisées par différentes techniques d'analyse à savoir : la qualité d'adhérence, la microdureté Vickers, la tenue à la corrosion dans l'eau de mer , la diffraction des rayons X, la morphologie par microscope optique (MO)

Les revêtements préparés ont une très bonne adhérence, une bonne dureté, résistent mieux à la corrosion , une morphologie homogène ,compacte et que présente un haut degré de codéposition de particules incorporées dans la matrice de nickel .

**Mots clés:** Électrodeposition ,Revêtement, métalliques , Ni-Co , corrosion .