



République Algérienne Démocratique Et Populaire

Ministère De L'Enseignement Supérieure Et De La
Recherche Scientifique

Université ABBES LAGHROURE-KHENCHELA

Faculté des Sciences et technologie

Département de sciences de la matière



Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de Master Académique

FILIERE : Physique des matériaux

Thème

*Préparation et caractérisation d'un revêtement à
base de Nickel Niobium*

Présenté par :

^{lle}
M BELFOUNES Djawhara

Jury de soutenance :

Président : Dr. ZOUIOUECHE. Mohammed

Univ. Khenchela

Promoteur : Dr. LEKMINE. Farid

Univ. Khenchela

Examinatrice : Dr. MOULLA. Hafida

Univ. Khenchela

Promotion : 2022/2023

Remerciements

Avant tout, nous remercions en premier Dieu Allah le tout puissant de nous avoir illuminé et ouvert les voies du savoir, et pour nous avoir accordé la volonté et le courage pour élaborer ce travail.

Je remercie particulièrement «Dr. Farid Lekmine» l'encadreur de mon mémoire pour tous ces efforts fournis qui m'a apporté son aide et qui a contribué à la réalisation de ce mémoire.

Je tiens à remercier les membres du jury qui m'ont fait le grand honneur de juger mon travail.

Je souhaite également remercier nos enseignants qui ont participé à notre formation, qui nous ont donné les bases de la science et qui nous ont suivis par leurs valeureux conseils.

À «Dr. ZOUIOUECHE Mohammed» de bien vouloir présider ce jury et d'examiner ce travail.

À «Dr. MOULL Hafida» d'avoir accepté examiner et juger ce travail.

Un grand merci à toute l'équipe du Laboratoire physique des couches minces et applications Université de Biskra et Laboratoire pédagogique Université de Khenchela

Enfin, je remercie tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.

DEDICACE

A mes très chers parents,

Nul mot ne pourra exprimer mes sentiments et ma gratitude envers vous, Que Dieu vous préserve une longue vie heureuse.

A mes frères, Islam et Ilyas, et A mes sœurs, Khouloud,

Sonya, Malak,

Je vous souhaite beaucoup de bonheur et de réussite.

À tous mes collègues de promotion avec qui j'ai partagé les joies et les difficultés durant ces années.

Djawhara

Résumé

Dans ce travail on a mené une étude expérimentale des revêtements Ni-Nb. Ces revêtements ont été réalisés par électrodéposition à partir du bain sulfurique en tenant compte de la température 70 °C à base de Sulfate de nickel sur des substrats de Cuivre préalablement traités. Plusieurs méthodes de caractérisation ont été utilisées pour étudier ces revêtements, à savoir la morphologie des couche par microscopie électronique à balayage, la diffraction par rayons X, la qualité d'adhérence, la mesure de micro-duretés en enfin la mesure d'épaisseur. Grâce à cette étude, plusieurs résultats, ont été obtenues. Les résultats ont montré que les revêtements nickel-niobium préparés par électrodéposition présentaient une bonne adhérence à la surface du substrat et une microstructure uniforme. De plus, ces revêtements ont montré une résistance à la corrosion améliorée. La dureté des revêtements composite était également supérieure à celle du nickel pur, ce qui indique un potentiel d'utilisation dans des applications nécessitant une résistance accrue à l'usure.

Mots clés: revêtements, électrodéposition, l'intensité du courant, DRX, MEB.

Abstract

In this work, an experimental study of Ni-Nb coatings was carried out by electroplating from the sulphuric bath taking into account the temperature 70°C based on nickel sulphate on previously treated copper substrates. Several characterization methods were used to study these coatings, namely the morphology of the layers by scanning electron microscopy, X-ray diffraction, the quality of adhesion, the measurement of micro-hardnesses and finally the measurement of thickness. Thanks to this study, several results were obtained. The results showed that nickel-niobium coatings prepared by electroplating exhibited good adhesion to the substrate surface and uniform microstructure. In addition, these coatings showed improved corrosion resistance. The hardness of the composite coatings was also higher than that of pure nickel, indicating a potential for use in applications requiring increased wear resistance.

Key words: coatings, electroplating, current intensity, DRX, MEB

Table des matières

Remerciements

Dédicace

Résumé

Abstract

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale

Revue bibliographique

CHAPITRE I : Généralité sur les revêtements Ni-Nb et L'électrodéposition

I.1.Introduction	01
I.2.Les différentes techniques élaborations des revêtements métalliques	01
I.3.L'électrodéposition	02
I.3.1.Les avantages de l'électrodéposition	02
I.3.2 Principe fondamental de l'électrodéposition	03
I.3.3.Mécanismes de l'électrodéposition	05
I.3.3.1. Le transfert de masse	06
I.3.3.2.Le transfert de charge	06
I.3.3.3.Cristallisation	07
I.3.4.Mécanismes de nucléation et croissance des grains.	08
I.3.4.1.Nucléation tridimensionnelle (3D)	08
I.3.4.2.Nucléation bidimensionnelle (2D)	09
I.3.4.3.Nucléation instantanée et progressive	09
I.3.4.4.Croissance	10
I.3.4.5.Codéposition	11
I.3.5.Classification des systèmes de codéposition	11
I.3.5.1.Classification de Brenner	12
I.3.5.2.Classification de Landolt	12

I.3.6.Paramètres de l'électrodéposition affectant un dépôt métallique	13
I.3.6.1.Densité de courant	13
I.3.6.2.Température	13
I.3.6.3.PH du bain	13
I.3.6.4.Additifs	13
I.3.6.5.Agitation du bain	14
I.4.Généralités sur Nickel	14
I.4.1.Caractéristiques physico - chimiques du nickel	15
I.4.2.Propriétés électrochimiques	16
I.4.3.Domaine d'utilisation	16
I.5.Généralités sur le niobium	17
I.5.1.Caractéristiques physico - chimiques du Niobium	18
I.5.2.Domaine d'utilisation	19
I.6. Le revêtement d'alliage Niobium-Nickel	19
I.6.1.Diagramme d'équilibre Nickel-Niobium	20
I.6.2.Propriétés et utilisations des alliages ternaires Ni-Nb	21

Méthodes Expérimentales

CHAPITRE II : Méthodes de caractérisation des revêtements

II.1.Introduction	22
II.2.Diffraction des rayons X	22
II.2.1.Définition	22
II.2.2.Description de l'appareillage	23
II.2.3. Principe du dispositif de diffraction des rayons X	23
II.2.4.Loi BRAGG	24
II.2.5.Diffractomètre a poudres Bragg- Brentano	25
II.2.5.1.La définition d'une poudre	25
II.2.5.2. Principe de la méthode	26
II.2.5.3.Types de montages Bragg-Brentano	27

II.3. Microscopie Electronique à Balayage	27
II.3.1. Définition	27
II.3.2. Description de l'appareillage	28
II.3.3 Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage	29
II.3.4. Description du procédé d'analyse	30
II.3.5. Utilisation de MEB	31
II.4. La spectroscopie aux rayons X à dispersion d'énergie	33
II.4. 1. Définition	33
II.4.2. Description de l'appareillage	34
II.4.3. Principe d'analyse avec EDS	34
II.4.4. Utilisation d'EDS	35
II.4. 5. La caractérisation par le détecteur EDS associé au MEB	36
II.5. Microscope optique	36
II.5.1. Définition	36
II.5.2. Description de l'appareillage	37
II.5.3. Utilisation de Microscope optique	39
II.6. Mesure de la micro dureté	39
II.6.1. La Dureté	39
II.6.2. Mesures de dureté	39
II.6.3. Essai de Dureté Vickers	40
II.6.4. Principe Essai de Dureté Vickers	41
II.7. La corrosion	42
II.7.1. Méthode de la masse perdue	42
II.7.1.1. Principe de la méthode	43
II.7.2. Tests de polarisation	43
II.7.2.1. Principe de la méthode	43
II.7.3. Test de l'impédance électrochimique	44
II.7.3.1. Principe	45

Résultats et discussion**CHAPITRE III : Elaboration, Résultats Et Discussions**

III.1. Introduction	47
III.2. Elaborations des dépôts	47
III.2.1 .Matériaux	47
III.2.1.1. Substrat utilisé	47
III.2.1.2. Plaques de Nickel	48
III.2.1.3.Particules solides utilisés	48
III.2.2.Les produits chimiques	49
III.2.3.Matériels utilises	49
III.2.4.Procédure expérimentale	49
III.2.5.Préparation des électrodes	49
III.2.5.1. Polissage mécanique	49
III.2.5.2. Dégraissage électrolytique	50
III.2.5.3. Décapage chimique	51
III.2.5.4. Rinçage	52
III.2.5.5. Préparation de bain	52
III.3.Résultats et discussion	53
III.3.1. Adhérence	54
III.3.2. Étude morpho-structurel des dépôts composites Ni-Nb	54
III.3.2.1.Morphologie des couches électro déposées	54
III.3.2.2.La diffraction des rayons X (DRX)	56
III.3.2.2.1.Taille des cristallites	58
III.3.3.Etude de propriétés mécaniques et physique	58
III.3.3.1.Epaisseurs des dépôts	59
III.3.3.2. Dureté des revêtements de Ni-Nb	61
Conclusion general	

Liste des Figures

Figures	Titres	Pages
CHAPITRE I		
<i>I.1</i>	Différente technique de dépôt	02
<i>I.2</i>	Schéma du dispositif expérimental	04
<i>I.3</i>	Principe d'électrodéposition	05
<i>I.4</i>	Représentation des mécanismes intervenant lors de l'électrodéposition	06
<i>I.5</i>	Plusieurs plans cristallins de la structure cubique face centrée	08
<i>I.6</i>	Nucléation tridimensionnelle (3)	09
<i>I.7</i>	Nucléation bidimensionnelle (2D).	09
<i>I.8</i>	présentation schématique des différents modes de croissance	10
<i>I.9</i>	Procédé de Co-déposition électrolytique	11
<i>I.10</i>	nickel	15
<i>I.11</i>	niobium	18
<i>I.12</i>	Diagramme partiel de phases Ni Nb	20
CHAPITRE II		
<i>II.1</i>	Appareillage de la Diffractomètre DRX	22
<i>II.2</i>	Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre	23
<i>II.3</i>	Principe de la diffraction des rayons X	24
<i>II.4</i>	Illustration de la Loi de Bragg	25
<i>II.5</i>	Image obtenue lors d'une exposition d'une poudre cristalline à un faisceau de rayons X	26
<i>II.6</i>	Définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano	26
<i>II.7</i>	Montage θ - θ et θ -2 θ	27
<i>II.8</i>	Microscopie électronique à balayage	28
<i>II.9</i>	Photo de la coupe d'un MEB et schéma de	29

	fonctionnement associé	
<i>II.10</i>	Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage	30
<i>II.11</i>	Emission d'un électron secondaire	31
<i>II.12</i>	Emission d'un électron rétrodiffusé	32
<i>II.13</i>	Emission d'un photon X	
<i>II.14</i>	Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie, analyse EDS	33
<i>II.15</i>	principe de fonctionne le Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie	34
<i>II.15</i>	Schéma d'un microscope optique	35
<i>II.16</i>	Schéma d'un microscope optique	37
<i>II.17</i>	Micro-duromètre de type Wolpert Wilson Instruments model 402UD	38
<i>II.18</i>	Schéma de principe de la mesure de la micro dureté par la méthode Vickers	41
<i>II.19</i>	Principe d'Essai de Dureté Vickers	42
<i>II.20</i>	Courbe de polarisation d'un métal qui se corrode sous contrôle d'activation	44
<i>II.21</i>	Principe de la spectroscopie d'impédance électrochimique	45
CHAPITRE III		
<i>III.1</i>	Lame de cuivre	47
<i>III.2</i>	plaques de nickel	48
<i>III.3</i>	niobium poudre	48
<i>III.4</i>	Schéma de polisseuse utilisé dans le polissage mécanique	50
<i>III.5</i>	Schéma de montage de décapage chimique	51
<i>III.6</i>	Schéma de montage de décapage chimique	52

<i>III.7</i>	Le dispositif expérimental de l'électrodéposition Ni-Nb.	53
<i>III.8</i>	Image de MEB des particules de Nb	54
<i>III.9</i>	Image de MEB des revêtements Ni/Nb avec déférente densité de courant	55
<i>III.10</i>	Spectres de diffraction des rayons X des revêtements	56
<i>III.11</i>	Taille des cristallites des revêtements Ni-Nb	59
<i>III.12</i>	Variation de l'épaisseur des dépôts composites électro déposés en fonction de la densité de courant	60
<i>III.13</i>	Variation de la micro dureté des dépôts composites électro déposés en fonction de la densité de courant	61

Liste des tableaux

Tableaux	Titres	Pages
CHAPITRE I		
<i>I.1</i>	Principes caractéristiques physiques et mécaniques du nickel	16
<i>I.2</i>	Principes caractéristiques physicochimiques du nickel	19
CHAPITRE III		
<i>III.1</i>	Composition chimique et rôle des constituants du bain d'électrodéposition	49
<i>III.2</i>	Matériels utilisées	49
<i>III.3</i>	Composition chimique du bain de dégraissage	51
<i>III.4</i>	Les orientations en différentes intensité de courants.	57
<i>III.6</i>	Epaisseurs des revêtements	60

Introduction Générale

Introduction Générale

Le nickel-niobium est un alliage constitué de nickel (Ni) et de niobium (Nb). Cet alliage présente des propriétés intéressantes qui le rendent adapté à diverses applications industrielles. Résistance à la corrosion : Le nickel-niobium offre une excellente résistance à la corrosion, ce qui en fait un choix idéal pour les environnements agressifs et corrosifs. Il peut résister à des conditions acides, alcalines et à haute température, ce qui en fait un matériau de revêtement efficace pour protéger les surfaces métalliques.

- Résistance à l'usure : L'alliage de nickel-niobium possède une bonne résistance à l'usure, ce qui en fait un matériau adapté pour les applications où la surface est soumise à une abrasion constante.
- Haute température : Le nickel-niobium présente une excellente résistance à haute température, ce qui en fait un matériau adapté aux applications soumises à des températures élevées.
- Conductivité thermique : L'alliage de nickel-niobium a une bonne conductivité thermique, ce qui le rend utile dans les applications nécessitant un transfert efficace de chaleur.
- Stabilité dimensionnelle : Le nickel-niobium présente une faible dilatation thermique, ce qui signifie qu'il conserve ses dimensions même lorsqu'il est soumis à des variations de température.

Lorsqu'il s'agit de la préparation d'un revêtement à base de nickel-niobium, il est important de comprendre les caractéristiques et les avantages de ce matériau. Le nickel-niobium est un alliage qui combine les propriétés du nickel et du niobium pour former un revêtement résistant à l'usure, à la corrosion et à haute température.

La préparation d'un revêtement à base de nickel-niobium peut être réalisée par plusieurs méthodes, mais l'une des plus courantes est la technique de dépôt électrolytique. Dans ce processus, une solution électrolytique contenant des ions de nickel et de niobium est utilisée, et une électrode est plongée dans cette solution pour permettre le dépôt du revêtement.

Avant de commencer le processus de dépôt, il est crucial de préparer soigneusement la surface sur laquelle le revêtement sera appliqué. Cela implique souvent le nettoyage et le dégraissage de la pièce pour éliminer les contaminants et assurer une adhérence optimale du revêtement.

Une fois la préparation de surface terminée, la pièce est placée dans la solution électrolytique et un courant électrique est appliqué. Ce courant électrique entraîne la migration des ions de nickel et de niobium de la solution vers la surface de la pièce, où ils se déposent et forment le revêtement désiré.

La durée du processus de dépôt peut varier en fonction de l'épaisseur souhaitée pour le revêtement et des spécifications techniques. Pendant le dépôt, il est important de surveiller attentivement le processus pour assurer une épaisseur uniforme et une qualité optimale du revêtement.

Une fois que le dépôt est terminé, le revêtement à base de nickel-niobium peut être soumis à des traitements supplémentaires tels que la cuisson, le polissage ou le revêtement de finition, selon les exigences spécifiques de l'application.

Pour cela nous avons structuré ce mémoire de la manière suivante :

- Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique sur le processus d'électrodéposition des métaux et alliages.
- Le second chapitre comporte les méthodes et les différentes techniques utilisées pour la réalisation de ce travail.
- Les résultats et leurs discussions sont présentés dans le troisième chapitre.
- Enfin une conclusion, résumant les résultats obtenus.

CHAPITRE I

Généralités sur les revêtements Ni-Nb et l'électrodéposition

I.1.Introduction

Ce chapitre passe spécifiquement en revue les revues de littérature liées à l'électrodéposition de revêtements en alliage nickel-niobium. Tout d'abord, nous décrivons quelques généralités du dépôt électrochimique (électrodéposition), ainsi que des indices possibles en électrochimie et des codes de position simultanés pour les deux métaux. Ensuite, les bases de la galvanoplastie et une description détaillée des différents travaux consacrés au développement de revêtements en alliage nickel-niobium, et des facteurs qui affectent leurs propriétés. Enfin, nous nous intéressons aux effets des champs magnéto électrochimiques et magnétiques sur divers processus d'électrodéposition (transfert de masse et de charge, interface électrode/solution et propriétés morphologiques) [1].

I.2.Les différentes techniques élaborations des revêtements métalliques

L'élaboration de dépôts métalliques peut se faire par des méthodes dites physiques telles que la pulvérisation cathodique et l'évaporation sous vide largement utilisées. L'avantage de ces techniques est la possibilité de déposer sur des substrats non conducteurs. Cependant, comme ils sont préparés à haute température et qu'il est impossible d'obtenir des dépôts épais, ils induisent de nombreux défauts structuraux. Il existe également des méthodes chimiques telles que la croissance chimique en phase vapeur, la méthode sol-gel, l'électrodéposition, etc. Parmi elles, la méthode d'électrolyse est largement utilisée en raison des avantages suivants. L'électrodéposition a été choisie comme technique de développement dans ce travail de thèse, et nous proposons donc de détailler ci-dessous ses principes et les différents mécanismes mis en jeu [2].

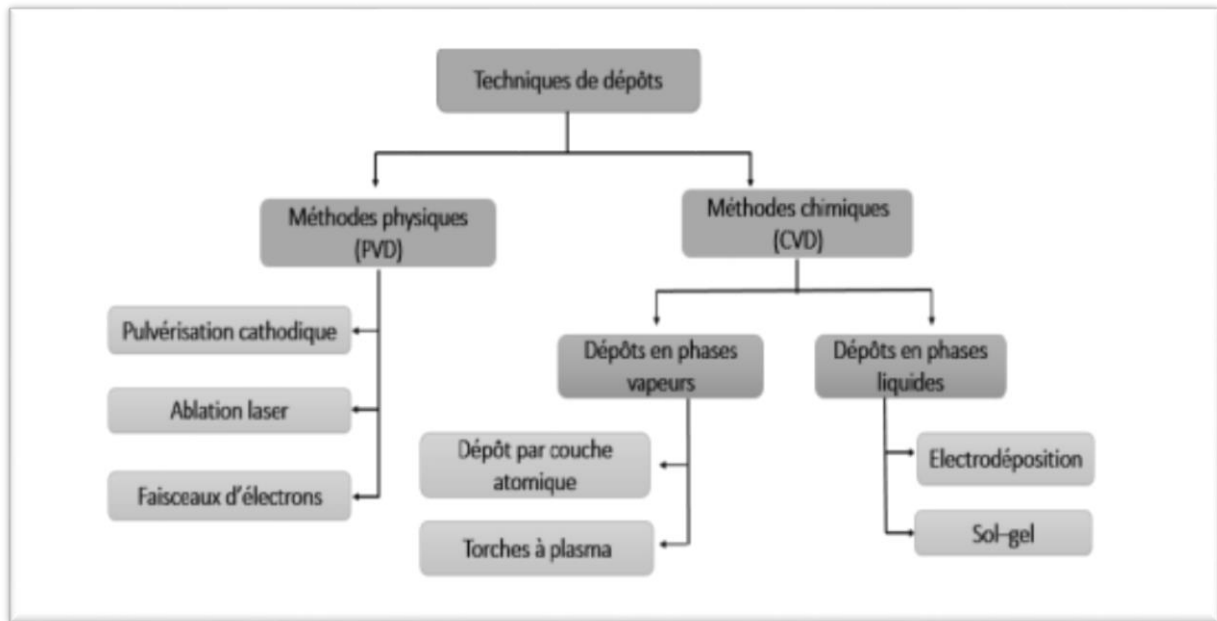


Fig. I.1. Différente technique de dépôt [2].

I.3.L'électrodéposition

L'électrodéposition est une méthode qui consiste à appliquer un courant électrique entre deux électrodes immergées dans une solution contenant un sel métallique du métal à déposer. Selon les conditions de production (bain électrolytique, pH, conductivité, température, additifs, densité de courant, état continu, état pulsé, etc.), des tailles de grains nanométriques peuvent être obtenues. Cette technique de fabrication peut présenter l'inconvénient d'incorporer dans le revêtement des impuretés présentes dans l'électrolyte. Ces impuretés peuvent alors fortement affecter le comportement physico-chimique du sédiment. Cette méthode synthétique est souvent utilisée car elle présente plusieurs avantages [4].

I.3.1. Les avantages de l'électrodéposition

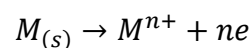
Les avantages de l'électrodéposition sont :

- Production en une seule étape de pièces de formes complexes répondant à des critères précis.
- Les dépôts préparés présentent une faible porosité et une granulométrie de 10 nm peut être obtenue en présence d'additifs.

- Il est aussi possible d'obtenir des revêtements présentant une texture plus ou moins marquée.
- Le procédé peut être utilisé aussi bien à l'échelle industrielle qu'artisanale.
- Les plans et équipements de base pour protéger certaines pièces sont relativement bon marché.
- Capacité à réaliser des produits revêtus de couches très fines et non poreuses [5].

I.3.2 Principe fondamental de l'électrodéposition

L'ensemble est constitué d'une batterie contenant une solution à utiliser comme source du métal déposé (les ions métalliques), une source de courant continu (DC) (un régulateur de tension et un courant pour le réguler à la valeur appropriée) connectée à un ampèremètre, tension Pour les outils tels que les montres, placer la pièce à plaquer dans un réservoir contenant une solution de sel métallique. Il est relié au pôle négatif de l'alimentation, tandis que l'autre pôle est relié à une électrode constituée du métal à déposer. Sous l'action du courant électrique, des ions métalliques se déposent sur l'objet pour former un film métallique. Les métaux les plus couramment utilisés pour la galvanoplastie sont l'étain, le cadmium, le chrome, le cuivre, l'argent, le plomb, le nickel, l'or et le zinc. Lorsqu'un métal M est immergé dans un électrolyte contenant ses ions M^{n+} , les atomes métalliques s'oxydent et chaque atome perd n électrons :



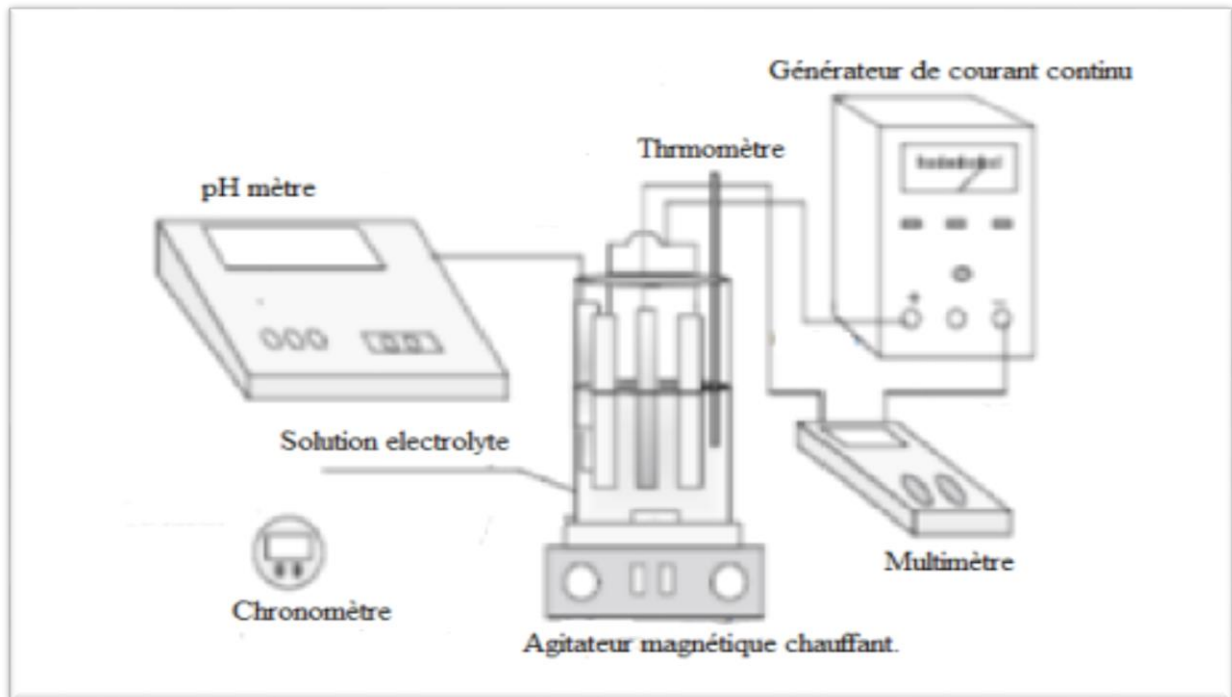


Fig. I.2. Schéma du dispositif expérimental [2].

Le substrat (électrode de travail) sur lequel se produit la précipitation est la cathode, où la solution contient des ions M^{+n} chargés positivement. Lors du passage du courant, la polarisation des électrodes attire ces ions vers la cathode, le substrat. Les ions métalliques sont neutralisés par les électrons fournis par la cathode et déposés sous forme de métal [6].

:

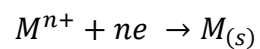




Fig. I.3.Principe d'électrodéposition [6].

I.3.3.Mécanismes de l'électrodéposition

Si l'électrolyte contient un sel d'une électrode métallique, ce métal peut être déposé à un potentiel donné. Il est généralement admis que ce processus implique plusieurs étapes intermédiaires.

I.3.3.1. Le transfert de masse

Le transport de masse vers l'électrode joue un rôle crucial dans le processus de dépôt, car les réactifs présents à l'interface métal/électrolyte sont continuellement consommés par la réaction de réduction de l'espèce métallique. Ce transport de masse se produit par migration, convection et diffusion⁷.

- **La migration:** La migration est le déplacement d'espèces sous l'action d'un champ électrique. Dans les électrolytes, la migration assure le passage du courant lors de l'électrolyse, c'est pourquoi il est important d'avoir des substances hautement conductrices dans la solution si l'on veut augmenter le courant.
- **La diffusion:** Les ions se déplacent également en raison du gradient de concentration entre l'interface électrode-électrolyte et le noyau de

la solution. Ce gradient est provoqué par la consommation d'espèces ioniques métalliques, les espèces électroactives appelées cathodes.

La convection : Il résulte du mouvement hydrodynamique d'un fluide produit par agitation thermique mécanique.... [7].

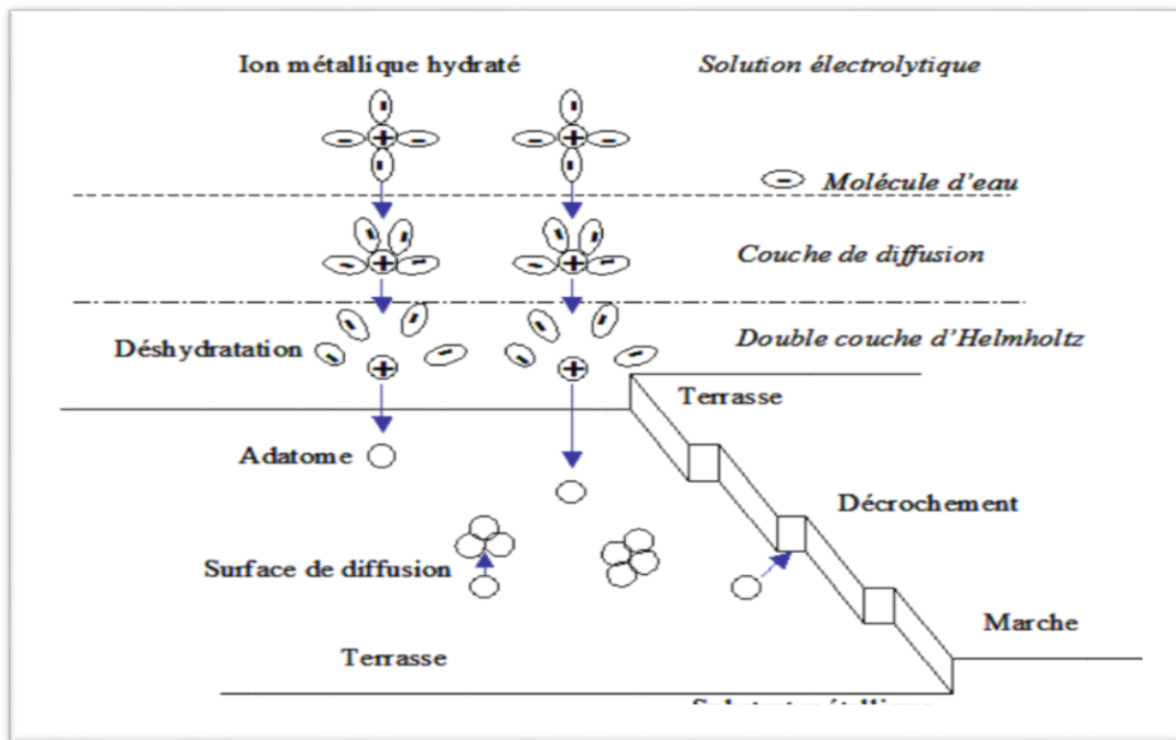


Fig. I.4. Représentation des mécanismes intervenant lors de l'électrodeposition [7].

I.3.3.2. Le transfert de charge

Le transfert de charge est le transfert d'électrons à travers l'interface métal/électrolyte. Dans la région de la double couche (la région très proche des électrodes contenant la séparation de charge), les ions sont désolvatés et adsorbés. Ensuite, selon une structure bien définie, des ad-ions désignés par "adatomes" sont déposés sur la surface métallique par incorporation dans le réseau cristallin [8].

Ce phénomène peut être décrit par l'équation de Butler-Volmer, qui donne la relation entre la surtension et la densité de courant :

$$J = J_0 \left\{ \exp \left(\frac{a \times z \times F}{R \times T} \times \eta \right) - \exp \left(- \frac{(1 - \alpha) \times z \times F}{R \times T} \times \eta \right) \right\}$$

j : Densité de courant (mA/cm²)

T : Température K

j_0 : Densité de courant d'échange

R : Constante des gaz parfait

a : Coefficient de transfert de charge

η : Surtension ($\eta = E - E_{eq}$) (V)

z : Nombre d'électrons échangés

F : Constante de Faraday (C/mol)

Pour les réactions de dépôt électrolytique, le terme correspondant à la partie anodique est souvent négligé et l'équation devient alors :

$$J = -J_0 \left\{ \exp \left(- \frac{(1-\alpha) \times z \times F}{R \times T} \times \eta \right) \right\} \quad [9].$$

I.3.3.3.Cristallisation

La formation des dépôts est le résultat de deux processus :

- Formation de bactéries à la surface de la cathode par diffusion d'atomes à travers la surface de l'électrode (nucléation).

Ces germes sont amplifiés par l'ajout de nouveaux atomes métalliques (croissance cristalline). Premièrement, les cristaux existants croissent en ajoutant de nouveaux atomes métalliques tout en respectant la structure cristalline, c'est-à-dire en générant de nouvelles cristallites à des positions définies, ou à partir de germes générés spontanément en surface. Si le taux de croissance des bactéries est

plus lent que le taux de germination, le sédiment sera constitué de petits cristaux [10].

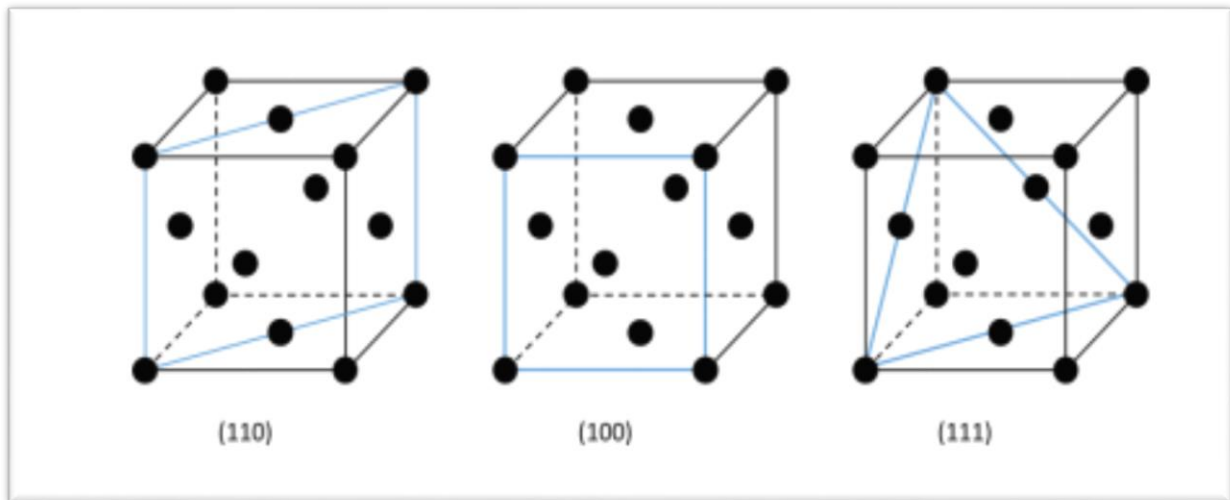


Fig. I.5. Plusieurs plans cristallins de la structure cubique face centrée [10].

I.3.4. Mécanismes de nucléation et croissance des grains.

La nucléation est la première étape de la formation des dépôts, en commençant par le transfert de charge. Les espèces électroactives qui atteignent la surface du substrat peuvent s'y adsorber, diffuser à la surface sous forme d'adatoms, puis se recombinaient en petits amas appelés germes, comme le montre la phase I. Les dépôts sont germés en ajoutant des adatoms ou d'autres graines aux niveaux de défauts existants à la surface du substrat pour atteindre une taille critique [11].

I.3.4.1. Nucléation tridimensionnelle (3D)

Lors de l'électrodéposition, la nucléation se produit à la surface du substrat, et si les noyaux formés augmentent de taille le long de trois dimensions, nous l'appelons nucléation tridimensionnelle. Le noyau est un amas de plusieurs atomes, qui peut être considéré comme un hémisphère [12].

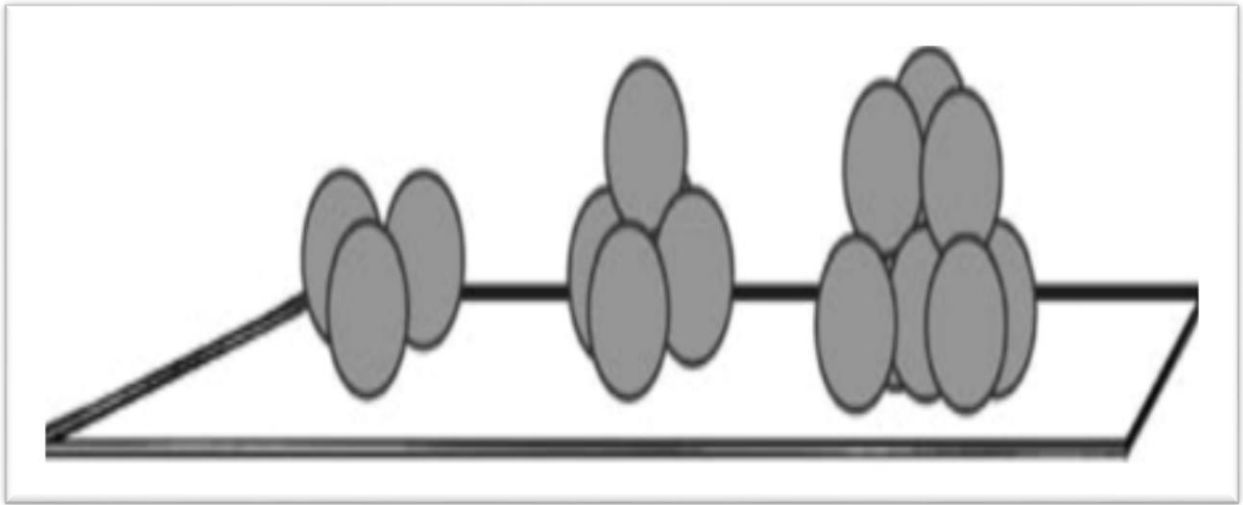


Fig. I.6. Nucléation tridimensionnelle (3D) [10].

I.3.4.2. Nucléation bidimensionnelle (2D)

Dans ce modèle, Bewick a tenté d'expliquer la nucléation bidimensionnelle (2D) en adsorbant des adatoms à la périphérie du centre de nucléation, et comme l'électrodeposition est un phénomène de transition de phase, il a utilisé l'équation d'Avrami décrivant la transition de phase, qui est applicable. Notamment pour la description des cinétiques de cristallisation isotherme, il est possible d'évaluer la quantité de matériau cristallin en fonction du temps [13].

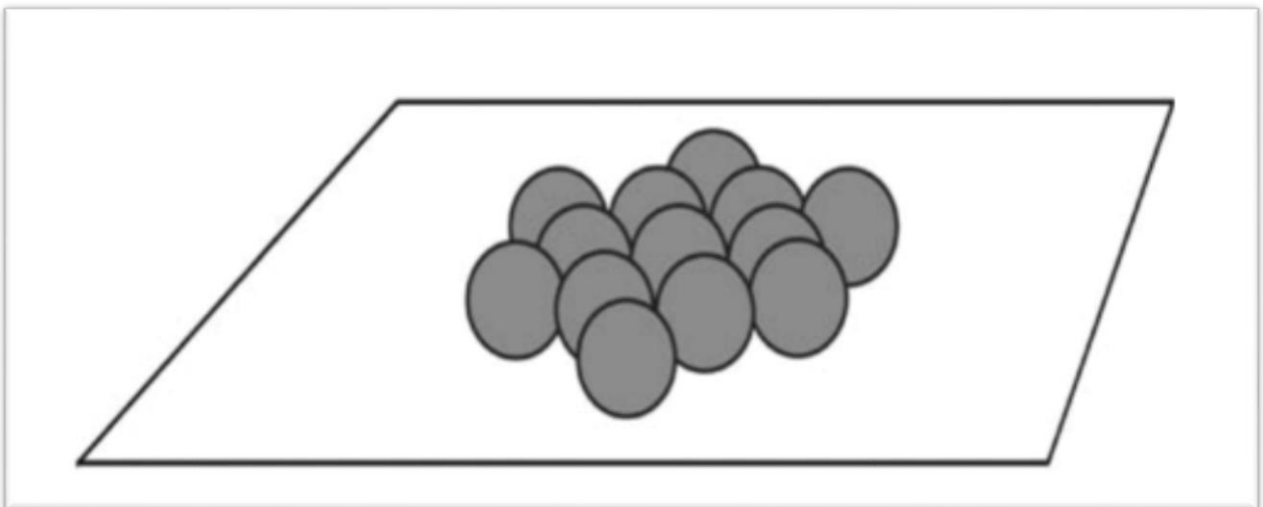


Fig. I.7. Nucléation bidimensionnelle (2D). [10]

I.3.4.3. Nucléation instantanée et progressive

En général, on suppose que la nucléation des métaux sur différents substrats se produit sur des sites actifs en surface. La densité de nucléé en fonction du temps, $N(t)$, est donnée par la relation suivante :

$$N(t) = N_0 [1 - e^{-A_N t}]$$

Où A_N est la constante de la vitesse de nucléation [14].

I.3.4.4. Croissance

La dernière étape du processus d'électrodeposition est l'étape d'excroissance (coalescence), où les îlots commencent à se développer et à se rassembler. Volmer-Weber, Frank-van der Merwe et Stranski-Krastanov. Ces modèles dépendent principalement des valeurs relatives de l'énergie d'interaction adatome-adatome (énergie de cohésion) et de l'énergie d'interaction adatome/substrat (énergie d'adhésion). Et un décalage de paramètre entre la couche déposée et le substrat [15].

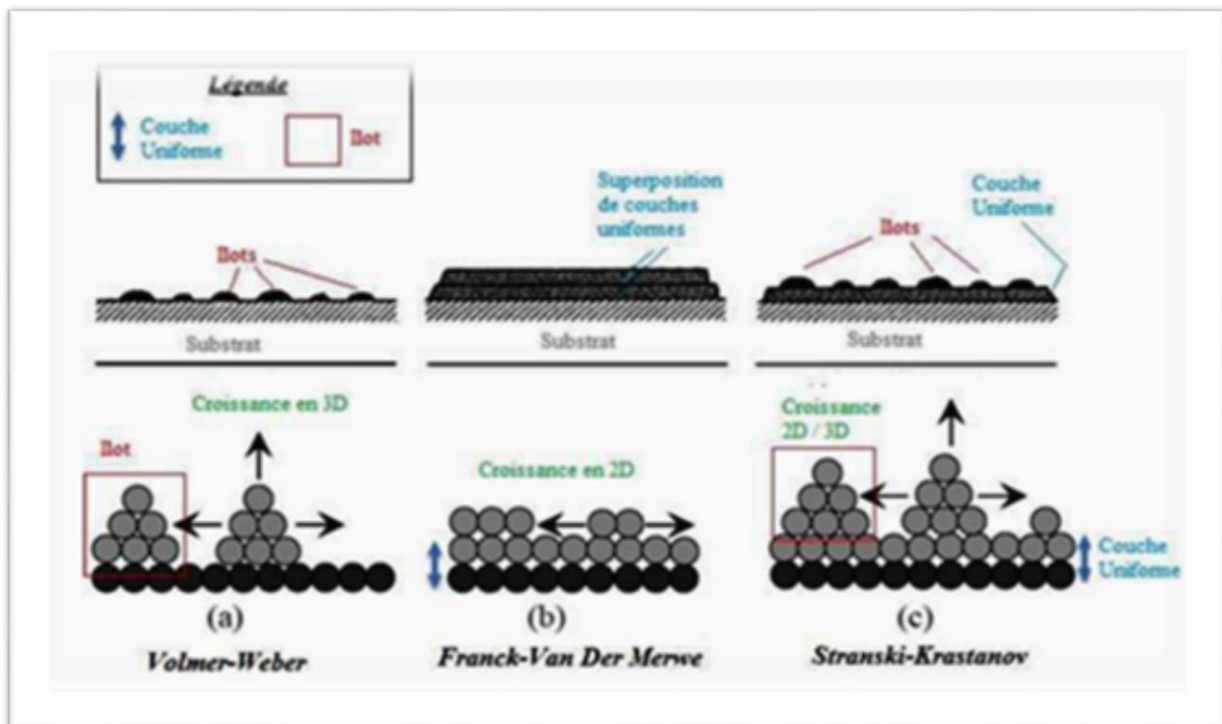


Fig. I.8 .présentation schématique des différents modes de croissance [15].

I.3.5.Co-déposition

Le terme Co-déposition est en fait un terme général spécifique à la galvanisation, mais Différentes significations sont données dans la littérature. Par exemple, utilisez-le pendant le dépôt alliage électrolytique. Au départ, des bains contenant des sels de différents métaux, Les alliages sont obtenus lorsque différents ions sont réduits simultanément (Co-dépôt) Le métal arrive. La combinaison des ions complexes présents dans le bain est également Elle est rapportée dans la littérature sous le nom de Co-déposition. Principe de Co-dépôt L'électrolyse est basée sur l'extraction électrolytique (ou catalyseur) particules solides en suspension dans le bain électrolytique [16].

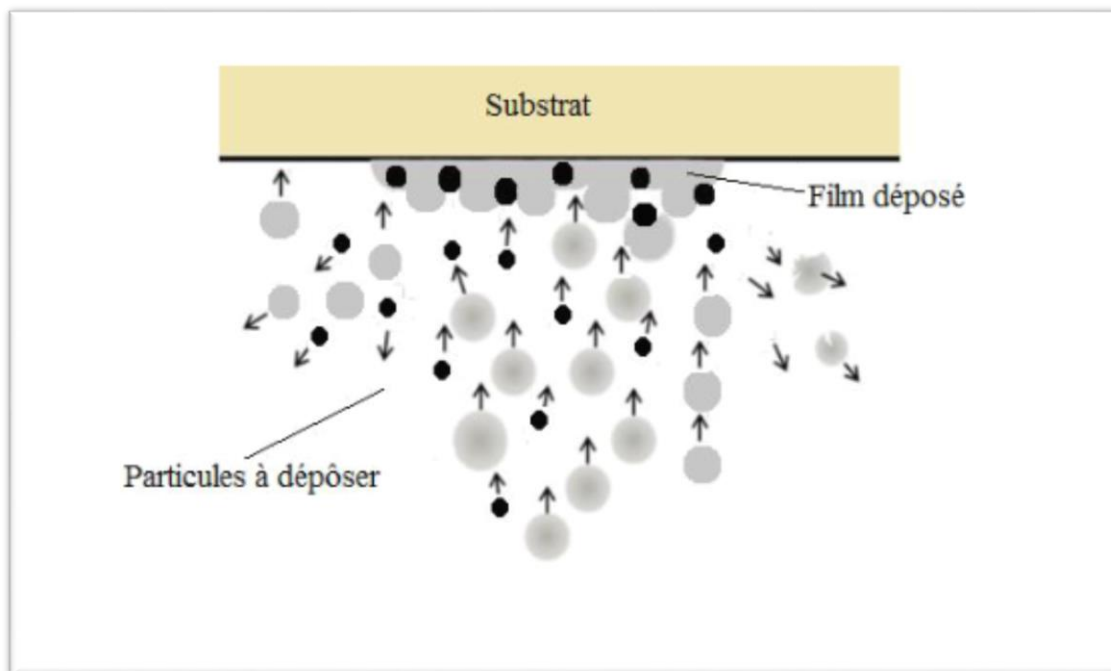


Fig. I.9. Procédé de Co-déposition électrolytique [16].

I.3.5.Classification des systèmes de codéposition

La classification des systèmes d'électrodéposition est principalement basée sur des concepts thermodynamiques. Deux classes de systèmes d'électrodéposition sont proposées.

I.3.5.2. Classification de Brenner

Brenner a classé les systèmes de placage en cinq groupes. Il est utilisé pour Le potentiel standard des métaux impliqués dans le processus de co-déposition.

- **Systèmes conventionnels** : L'électrodéposition des alliages est régie par des phénomènes de diffusion.
- **Systèmes irréguliers** : les facteurs thermodynamiques et cinétiques jouent un rôle dans la composition de l'alliage
- **Système équilibré** : ne se produit que lorsque la concentration de métal dans l'alliage est dans le même rapport que l'électrolyte.
- **Système "inhabituel"** : les métaux moins nobles sont préférentiellement déposés. La concentration de ce métal dans l'alliage est plus élevée que dans l'électrolyte.

Systèmes induits : Certains métaux, comme le tungstène et le molybdène, ne s'autodéposent pas. Cependant, ils peuvent être Co-déposés sous forme d'alliage en présence d'un autre métal appelé "inducteur" [17].

I.3.5.3. Classification de Landolt

- **Système de co-déposition non interactif** : Dans ce système, les courants partiels sont indépendants les uns des autres et la composition de l'alliage peut être déterminée à partir des facteurs cinétiques du métal pur.
- **Système couplé à transfert de charge** : dans ce système, le taux de transfert de charge de l'espèce A est contrôlé par le taux de transfert de charge de l'espèce B.
- **Co-dépôt inhibé** : Dans ce type de Co-dépôt, le transfert de charge d'une espèce est ralenti par le transfert de charge d'une autre espèce.
- **Co-dépôt catalytique** : L'effet inverse est observé lorsque le transfert de charge d'une espèce est accéléré par le transfert de charge d'une autre espèce. Ce type de Co-dépôt est assez courant avec les métaux du groupe du fer (Fe, Co, Ni).

Système couplé par transport de masse : Dans ce système, le taux de co-déposition de l'espèce A dépend du transport de masse de l'espèce Y, soit consommée, soit produite à la cathode du fait de la co-déposition d'un autre composé [18].

I.3.6.Paramètres de l'électrodéposition affectant un dépôt métallique.

I.3.6.1.Densité de courant

Une augmentation de la densité de courant favorise la formation de nouveaux germes en augmentant le nombre d'ions déchargés par unité de surface. Elle conduit également à une diminution de la concentration des cations dans la couche de diffusion, éloignant ainsi ces ions de la surface de croissance du cristal déjà formé. De plus, la polarisation cathodique est augmentée et donc les grains des dépôts sont plus fins. Cependant, si la densité de courant dépasse une certaine valeur, la taille des grains ne va plus diminuer et généralement dans ce cas le dépôt devient poreux et spongieux et n'adhère généralement pas bien à la cathode [18].

I.3.6.2.Température

L'augmentation de température agit notamment en diminuant la viscosité du milieu, en agissant directement sur la vitesse de formation et de croissance des cristaux et la vitesse de diffusion. Si le dépôt s'accompagne d'un dégagement d'hydrogène, la température peut modifier différemment la surtension. Ce facteur a également un effet sur la vitesse de décomposition de certains sels en augmentant leur solubilité. Selon le diagramme fourni par DIN, l'augmentation de la température entraîne une augmentation de la taille des grains, le dépôt acquiert une structure grossière et est moins retenti, mais surtout augmente la vitesse du dépôt [19].

I.3.6.3.PH du bain

Il joue également un rôle important. Dans les bains de nickelage, un pH trop élevé peut conduire à des dépôts mats. Pour éviter ces inconvénients, la solution d'électrolyte est maintenue à un pH constant en ajoutant des substances tampons. Cela évite les changements dans la qualité des sédiments dus aux changements d'acidité [20].

I.3.6.4.Additifs

Outre les espèces métalliques et les sels minéraux à réduire, les bains électrolytiques contiennent généralement des additifs constitués d'un mélange de

substances organiques. Bien que leur concentration dans le bain soit très faible, l'effet des additifs est déterminant. Typiquement, les additifs interviennent en favorisant ou en empêchant la réduction des espèces électroactives. Ils permettent le contrôle du processus d'électrodéposition (modulation de l'électrodéposition) et donc de la qualité du dépôt (contrôle des propriétés physiques telles que structure, dureté, ductilité, brillance, ct). Donc ceux-ci sont ajoutés pour améliorer les performances finales du dépôt ou pour avoir de nouvelles performances [21].

I.3.6.5. Agitation du bain

Ce facteur facilite l'échange entre le catholyte et la solution ; elle des effets qui permettent la diffusion au niveau des électrodes, et dans la plupart des cas, augmentant la densité de courant; par conséquent, son action est du point de vue Semblable à la température. Elle conduit entre autres au désengagement Des bulles d'hydrogène se sont éventuellement formées lors de l'électrolyse provoquer une morsure [22].

I.4. Généralités sur Nickel

Le nickel, découvert par Cronstedt en 1751, est un métal blanc à reflet jaunâtre, assez ductile et tenace. On le trouve aussi dans de nombreuses météorites. Il s'allie par voie thermique avec de nombreux métaux: fer, cuivre, chrome, cobalt, manganèse, etc., mais par voie électrolytique, le nombre de métaux d'alliages et leurs applications sont considérablement plus restreints: cobalt, fer, phosphore, tungstène, étain [23].



Fig. I.10. Nickel

I.4.1. Caractéristiques physico - chimiques du nickel

Le nickel est métal blanc argenté à cassure fibreuse, il est malléable et ductile est plus dur de tous les métaux usuels, comme il est soluble dans l'acide nitrique dilués, est passif dans l'acide nitrique concentré et ne réagit pas avec les bases [24].

Le nickel occupe le huitième groupe de transition. Sa masse atomique est de 58,71 et il possède 5 isotopes stables, dont ^{58}Ni (67,76 p.100), et 7 isotopes radioactifs identifiés, dont le nickel 78. Malléable et ductile, de densité 8,90 à 20 °C. Il fond à 1 453 °C et bout à environ 2 800 °C. Il cristallise dans le réseau cubique à face centrée ($a = 0,352$ nm à 20 °C) et il est ferro-magnétique jusqu'à 355 °C (point de Curie) [25].

Ses principales constantes physiques utiles sont reportées dans le tableau suivant :

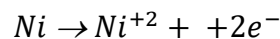
Masse atomique	58,71 g/mole
Numéro atomique	28
Structure cristalline	Cubique face centré (a=0,352 nm)
Masse volumique (à 20 °C)	8,902 g/cm ³
Température d'ébullition	2732 °C
Résistivité thermique	90,9 W (nk)
Isotropes	De 56 à 66

Tableau I.1. Principes caractéristiques physiques et mécaniques du nickel [26].

I.4.2. Propriétés électrochimiques

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

Le potentiel standard du couple Ni/Ni²⁺ (-0,25 V/EHN) le rend plus noble que le fer (-0,44 V), juste au dessus du cobalt (-0,28 V). Mais du fait de la forte irréversibilité de la réaction



Et une forte surtension de dégagement d'hydrogène sur le nickel (=1), le nickel ne se corrode pratiquement pas dans une très large étendue de pH (milieux alcalin, neutre ou même légèrement acide) en absence d'oxydant et de complexant. Sur le domaine pH = 2 à pH = 5, domaine de travail des électrolytes de nickelage et aux concentrations généralement utilisées [27].

I.4.3. Domaine d'utilisation

- Le nickel est utilisé comme revêtement protecteur et ornemental pour les autres métaux, en particulier pour le fer et l'acier sensible à la corrosion.
- La plaque de nickel finement divisé, le nickel absorbe 17 fois son volume d'hydrogène est utilisé comme catalyseur dans nombreux procédés, comme l'hydrogénation des huiles.
- L'acier au nickel contient de 2 à 4% de nickel est utilisé dans les voitures comme: essieux, vilebrequins, embrayages, soupapes, tiges ...etc.
- On emploie également le nickel dans les pièces de machine dans les plaques de blindage.
- Parmi les alliages au nickel les plus importants, on cite le par Fung l'invar, le monel, le nichrome et le permalloy.

Les pièces de monnaie en nickel sont constituées d'un alliage contenant 25% de nickel et 75% de cuivre ; le nickel est également un constituant primordial des accumulations nickel – cadmium [28].

I.5. Généralités sur le niobium

Le niobium a été découvert par Hatchett en 1801 dans du minerai en Amérique du Nord (alors également connu sous le nom de Columbia, d'où le nom de Columbia, et est encore utilisé aujourd'hui aux États-Unis). Heinrich Rose m'a séparé du tantale en 1844 et l'a nommé Niobium d'après Niobé, fille du tantale dans la mythologie grecque [29].



Fig. I.11. Niobium

I.5.1. Caractéristiques physico - chimiques du Niobium

Le niobium est un métal gris brillant, gris acier à gris blanchâtre, à réseau central cubique de paramètre $a = 3,2986 \text{ \AA}$ et de groupe d'espace isométrique $Im3m$. Il a une densité d'environ 8,57. Lorsqu'il est exposé à l'air à température ambiante pendant de longues périodes, il prend un éclat bleuté ou mieux bleuté, parfois verdâtre ou jaunâtre. En effet, il est recouvert d'une fine et dense couche de protection contre la corrosion à base d'oxyde de niobium. Cette couche peut être dure et résistante au feu, résistante aux produits chimiques [30].

Le niobium est un élément chimique de numéro atomique 41. Son symbole est Nb. C'est un métal de transition gris rare, doux et malléable. Le niobium, un élément du groupe VA cubique centré (CC), est l'un des quatre principaux éléments réfractaires utilisés dans les alliages à base de nickel avec Mo, W et Ni [31].

Ses principales constantes physiques utiles sont reportées dans le tableau suivant :

Numéro atomique	41
Structure cristalline	cubique centré
Masse volumique	8,57 g·cm ⁻³ (20 °C) ¹
Température d'ébullition	25,7 μΩ·cm
Résistivité thermique	275 MPa
Isotropes	70 MPa

Tableau I.2. Principes caractéristiques physicochimiques du nickel [32].

I.5.2. Domaine d'utilisation

- Le niobium améliore la résistance à la corrosion à chaud et est utilisé dans les tuyaux d'échappement.
- Le niobium résiste à de nombreux produits chimiques et est facilement ductile même à basse température.
- La plus grande caractéristique du niobium est qu'il est plus résistant que l'acier pur, plus léger et plus résistant à la corrosion³³.
- Le niobium permet de construire des structures plus hautes, plus fines et plus légères, nécessitant un acier de meilleure qualité.
- L'industrie sidérurgique est un acheteur majeur Niobium, car il reçoit environ 90% de la production annuelle mondiale.

Les propriétés particulières de ces alliages permettent de les utiliser dans la fabrication de composants soumis à de fortes contraintes thermiques, ou dans la fabrication de supraconducteurs [34].

I.6. Le revêtement d'alliage Niobium-Nickel

Les revêtements Ni électro-déposés sont largement utilisés pour la protection contre la corrosion, mais présentent certaines limites dans les solutions acides. Nb est plus résistant à la corrosion que Ni dans presque tous les milieux aqueux. On peut donc s'attendre à ce que l'incorporation de particules Nb dans une matrice Ni améliore la résistance à la corrosion des revêtements [35].

I.6.1. Diagramme d'équilibre Nickel-Niobium

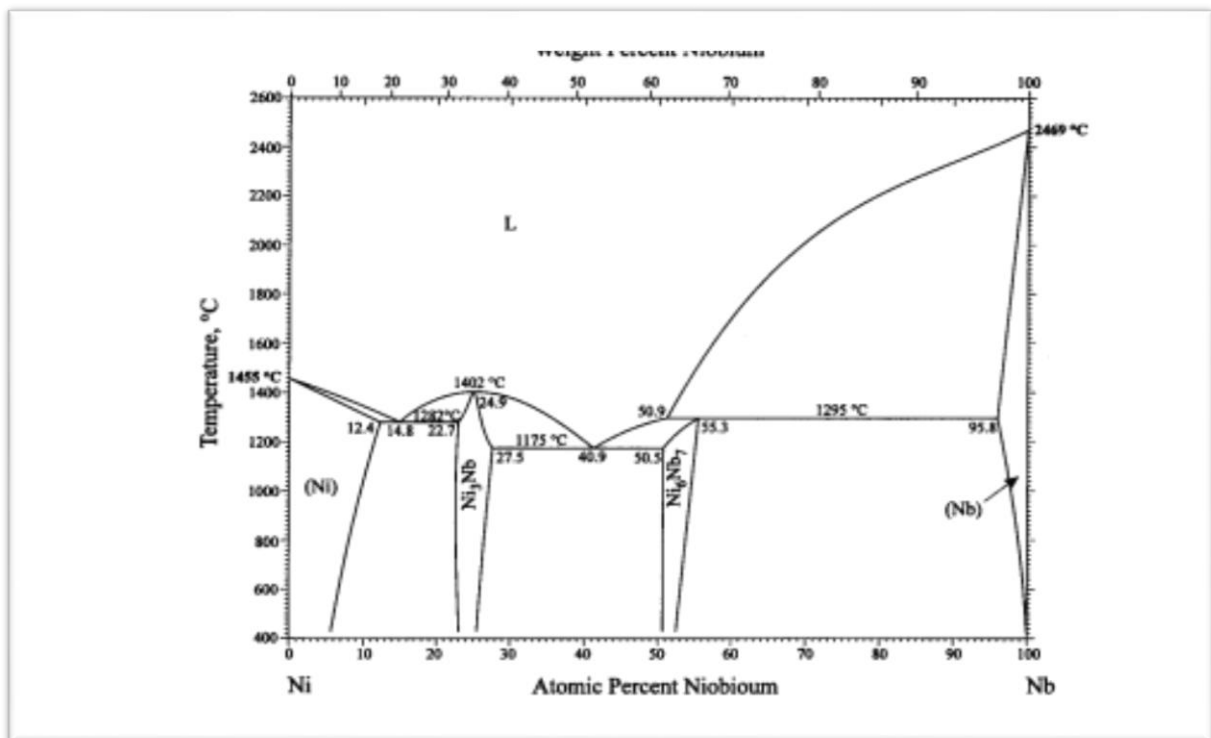


Figure I.13. Diagramme partiel de phases Ni Nb [36].

Sur la base du diagramme de phase des alliages Ni-Nb, le niobium est supposé être en solution solide substitutive pendant la déformation à chaud pour tous les alliages sauf Ni-15%Nb, qui a une limite de solubilité d'environ 10% à 600 °C.

De nombreux auteurs ont étudié le système d'équilibre Ni-Nb, tels que Durden et Hume-Rothery, et ont constaté que la limite de solubilité maximale de Nb dans Ni est de 12,5 %, et que le système d'équilibre binaire peut contenir une phase intermédiaire Ni₃Nb (appelée β) à 1 000 °C se situe entre 73,5 et 76,5 %.

Selon le même graphique, le niobium existe sous forme de solution solide homogène sur une plage de température assez large. A 600°C, la solubilité maximale de Nb dans Ni est de 6% en pourcentage atomique, correspondant à 9% en masse. Les masses molaires de ces deux éléments sont connues pour être : $m_{Nb}=92,2$ g, $m_{Ni}=58,71$ g [37].

I.6.2. Propriétés et utilisations des alliages ternaires Ni-Nb

- Le Nb est plus résistant à la corrosion que le Ni dans presque tous les milieux aqueux, on peut donc s'attendre à ce que l'incorporation de particules de Nb dans la matrice de Ni améliore la résistance à la corrosion du revêtement.
- La couche composite Ni-Nb montre une morphologie approximative avec des grains de Ni orientés aléatoirement, tandis que le revêtement de Ni pur obtenu dans les mêmes conditions expérimentales est lisse et montre une orientation très préférée au sens de [110] ou [100].

Les revêtements de nickel déposés par électrolyse sont largement utilisés pour la protection contre la corrosion [38].

*Références
Bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] M. Nahra, Dépôts électrochimiques de tantale à partir d'un électrolyte liquide ionique : étude physico-chimique de l'électrolyte et analyse des étapes du dépôt, thèse 2014, Université de Grenobl, France.
- [2] L. Allam, Caractérisations et propriétés magnéto électrodéposition de revêtements d'alliages zinc- manganèse, thèse doctorat 2021, l'université de Reims Champagne-Ardenne.
- [3] L. Farid, Etude de l'efficacité inhibitrice des composés cycliques soufrés dans des milieux acides sur des dépôts composites élaborés par voie électrolytique, thèse doctorat 2021, Université Mohamed Khider-Biskra.
- [4] A. Godon, Relations Structure/Composition/Propriétés de revêtements électrodéposés de nickel de taille de grain nanométrique, thèse 2010 Université de La Rochelle, Français.
- [5] L. Lemya, Etude photochimique du Daphné gnidium, et son effet sur l'électrodéposition du nickel, mémoire master 2019, Université 08 mai Guelma.
- [6] https://fr.wikipedia.org/wiki/%C3%89lectrode_de_travail
- [7] J. Malle, Electrodéposition et propriétés magnétiques de nanofils d'alliage CoxPt1_x, Thèse doctorat 2004, Université de reims champ agneardenne.
- [8] A. Dridi, Élaboration des revêtements métalliques Cu-Zn formulation d'électrolytes, caractérisation structurale et comportement à la corrosion du laiton, thèse 2023, Université Bourgogne Franche- Comté.
- [9] https://fr.wikipedia.org/wiki/Relation_de_Butler-Volmer
- [10] H. Boudjehem, Synthèse et caractérisation des couches minces Ni-Mo et Ni-Mo-W pour application à la réaction de dégagement d'hydrogène en milieu alcalin, thèse doctorat 2021, Université 8 Mai 1945 Guelma.
- [11] C. Meudre, Obtention de revêtements électrochimiques de bronze en milieu acide avec ajout d'additifs organique à base de gélatine. Matériaux. Thèse doctorat 2015. Université de Franche-Comté.
- [12] M. Yazd, Effet des additifs organiques sur les propriétés de nanostructures de Co-Mo obtenues par déposition électrochimique, thèse 2014, Université Ferhat Abbas-Sétif.

- [13] K. Samir, Etude des mécanismes de germination-croissance du Manganèse sur un substrat métallique par voie électrochimique, Rapport de Stage, université mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- [14] H. Abla, Optimisation de la procédure d'électrodéposition des revêtements anti-corrosifs nickel-alumine réalisés sur des substrats en acier, thèse doctorat 2017, Université de Batna.
- [15] K. Zaou, C. Charif, Effet de la nature de solvant sur les propriétés d'électrodépôts de l'alliage Co-Ni, Mémoire de Magistère 2018, Université Mohamed El Bachir El Ibrahim – Bordj.
- [16] G. Laala, Tenue à la corrosion des revêtements composites Ni/SiC électrodéposés sur le substrat en acier, Thèse 2018, Université de Batna 2 – Mostefa Ben Boulaïd.
- [17] A. Nevers, Effets des ultrasons sur l'élaboration de revêtements électrolytiques d'argent et d'argent-étain : nucléation, croissance et structures cristallines, thèse 2017, Université de Bourgogne Franche-Comté.
- [18] A. Bouzriba, Etude cinétique de l'électrodéposition d'un alliage Zn-Co en milieu acide, Mémoire d'ingénieur d'état en Chimie 1997, Université Badji Mokhtar Annaba.
- [19] k. Khaoula, Etude de l'influence des substances organiques sur l'électrodéposition de zinc, mémoire du projet de fin d'étude 2^{ème} année master 2022, université 8 mai 1945 Guelma.
- [20] D. Landolt, Corrosion et Chimie de Surfaces des Métaux, Presses Polytechniques et thèse 1993, Universitaires Romandes, Lausanne.
- [21] I. Djaghout, Etude de l'influence des additifs organiques sur les propriétés des dépôts électrolytiques de nickel, thèse 2016, Université 8 Mai 1945 Guelma.
- [22] F. Hafaidia, Electrodeposition d'alliages Zn-Ni en milieu alcalin et leur propriété électrocatalytique, Mémoire de Magister 2010, Université, Badji Mokhtar, Annaba
- [23] <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/chimie-nickel-14795/>
- [24] A. Boutheyna, Etude de l'effet des paramètres de synthèse sur les propriétés des dépôts de Nickel en utilisant la méthode des plans d'expériences, mémoire de master 2019, Université 8 Mai 1945 Guelma.
- [25] <https://www.universalis.fr/encyclopedie/nickel/2-proprietes>

- [26] G. Laala, Tenue à la corrosion des revêtements composites Ni/SiC électrodéposés sur le substrat en acier, Université de Batna 2 – Mostefa Ben Boulaïd.
- [27] H. Kheraz, Contribution à l'étude électrochimique des dépôts du nickel sur le cuivre, Mémoire de Magister 2010, Université Abderrahmane Mira – Bejaia.
- [28] K.Hamid, Contrepartie à l'étude électrochimique des dépôts du nickel sur le cuivre, Mémoire de Magister 2010, Université Abderrahmane Mira – Bejaia.
- [29] M.Nasraoui, Le gisement de niobium de Lueshe (Nord Est du Zaïre). Evolution géochimique et minéralogique d'un complexe carbonatitique en contextes hydrothermal et supergène.
- [30] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Niobium>
- [31] S.Knittel, Élaboration et caractérisation du comportement en oxydation d'alliages composites à base de niobium et de siliciures de type M_7Si_6 et M_8Si_7 envisagés comme revêtements protecteurs, thèse doctorat 2011, Université Henri Poincaré.
- [32] F. Ulm, Synthèse et applications de complexes de nickel(II) pour l'optimisation et la compréhension des réactions d'hydrofonctionnalisation et d'activation C-H, thèse doctorat 2020, Université de Strasbourg.
- [33] <http://minesqc.com/blogue/le-niobium-un-allie-de-lenvironnement>
- [34] Fiche d'information minérale, Photos : Niobec, 2015.
- [35] M. Ricane, Résistance à la Corrosion des Dépôts Composites nickel-alumineux en présence d'Additifs, mémoire de magister 2010, Université hadj lakhdar de Batna.
- [36] Journal of Phase Equilibria Vol. 19 No. 3 1998
- [37] R. Lalauz e. cinétique de réaction de l'oxygène sur des alliages monophasés, oxydation des alliages de nickel et de niobium, thèse doctorat 1973, Université scientifique et médicale de Grenoble.

CHAPITRE II
Méthodes De
Caractérisations Des
Revetements

II.1.Introduction

Ce chapitre est consacré à l'ensemble des techniques d'élaboration et de caractérisation mises en œuvre dans le cadre de ce travail. Les paramètres d'élaboration du composite ont été adoptés suite aux nombreuses expériences initiales d'élaboration réalisées dans le laboratoire de métallurgie de poudres [1].

II.2.Diffraction des rayons X

II.2.1.Définition

La diffraction des rayons X est l'une des méthodes analytiques non destructives pour la caractérisation de la structure et du domaine des matériaux cristallins. Le but de cette étude était de déterminer la structure des couches, de mesurer les paramètres de maille et la taille des cristallites [2] .

La diffraction des rayons X (DRX) permet une analyse qualitative et quantitative du matériau à condenser. La forme des pics de diffraction peut être liée à la microstructure cristalline, aux mesures de contraintes résiduelles, aux paramètres de réseau et à la taille des grains [3] .



Fig. II.1.Appareillage de la Diffractomètre DRX [4].

II.2.2. Description de l'appareillage

- Une source de rayons X qui envoie les rayons X sur l'échantillon.
- Un détecteur relié à un amplificateur.
- Un cercle goniométrique à l'intérieur duquel se trouve l'échantillon [4].

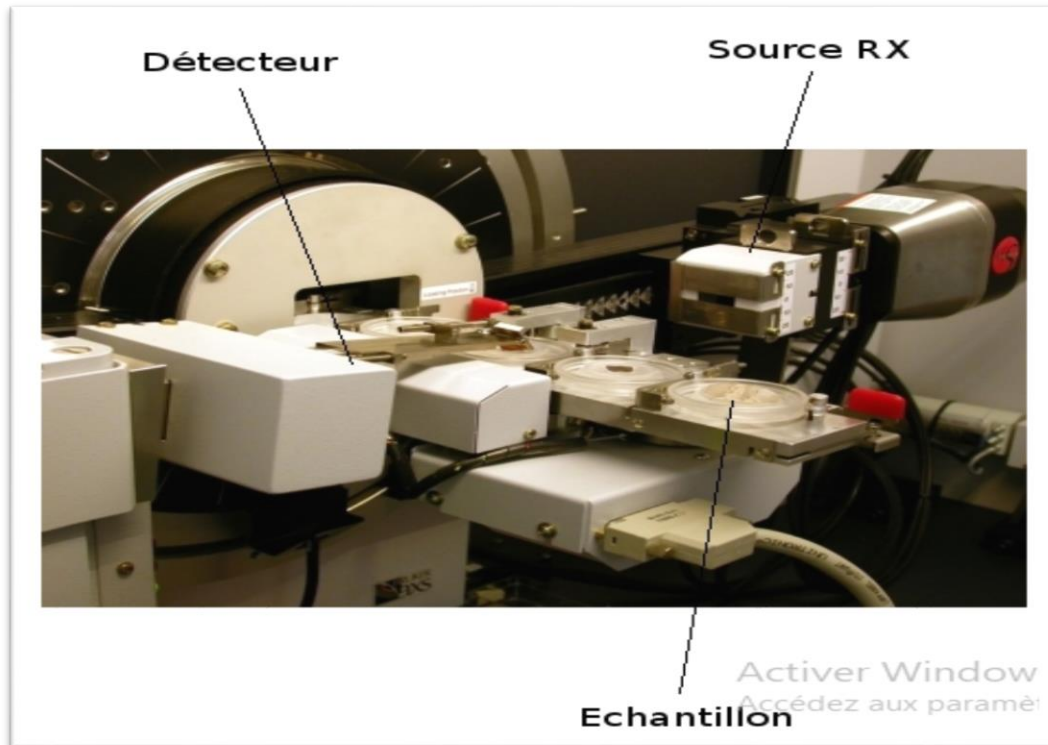


Fig. II.2. Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre [5].

II.2.3. Principe du dispositif de diffraction des rayons X

Lors de l'analyse avec cette technique, un faisceau de rayons X émis d'une source, Envoyé vers l'échantillon à analyser (avec l'échantillon autour de l'axe du diffractomètre permettant de faire varier l'angle d'incidence θ entre la surface et la source fixe), le détecteur reçoit le faisceau de rayons X diffracté par l'échantillon et enregistre son intensité en fonction de l'angle de diffraction 2θ fonction. Lorsque la loi de Bragg est vérifiée, les pics de diffraction correspondant à la famille de plan considérée sont obtenus sur le diffractogramme [6].

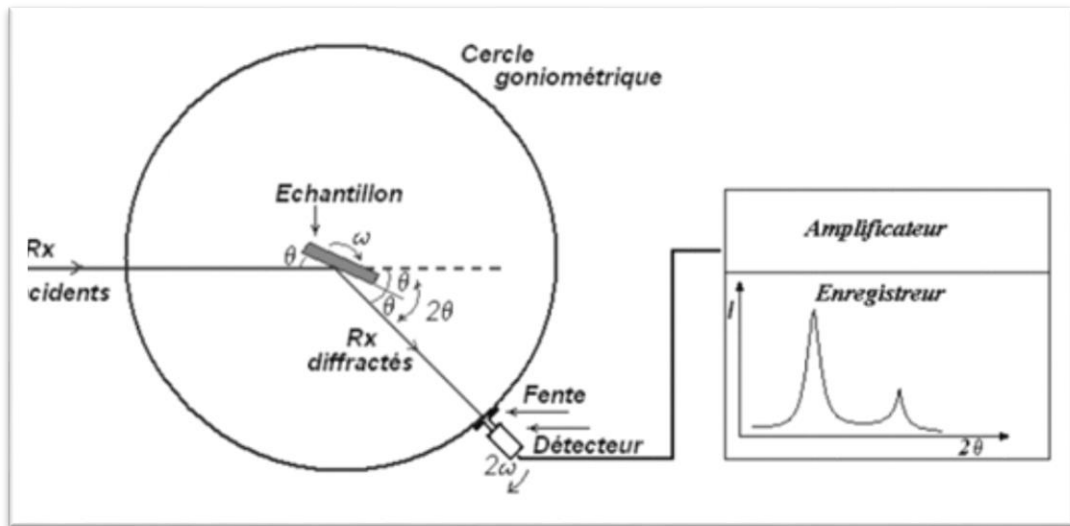


Fig. II.3. Principe de la diffraction des rayons X [6].

À partir du spectre de rayons X, des informations peuvent être dérivées sur la cristallographie de l'échantillon, la détermination de la composition chimique, la compréhension de l'état de contrainte, la cristallinité et la taille des cristallites (ou taille des grains). Estimation de la taille des cristallites à partir de la demi-largeur maximale des pics de diffraction selon la relation de Scherrer classique [7].

$$D = 0.9 \lambda / \beta \cos \theta$$

Tell que :

D: Diamètre moyen des cristallites (nm).

λ : longueur d'onde des rayons X.

β : largeur à mi-hauteur du pic de diffraction considéré.

θ : position angulaire (angle de Bragg).

II.2.4.Loi Bragg

Le faisceau parallèle de rayons X monochromatiques de longueur d'onde λ produit par la source lumineuse atteint le matériau polycristallins sous un angle d'incidence égal à l'angle de Bragg θ . La diffraction de ce faisceau n'est obtenue que si la famille des plans d'indice de Miller (hkl) est située à la position de diffraction définie par l'angle de Bragg.

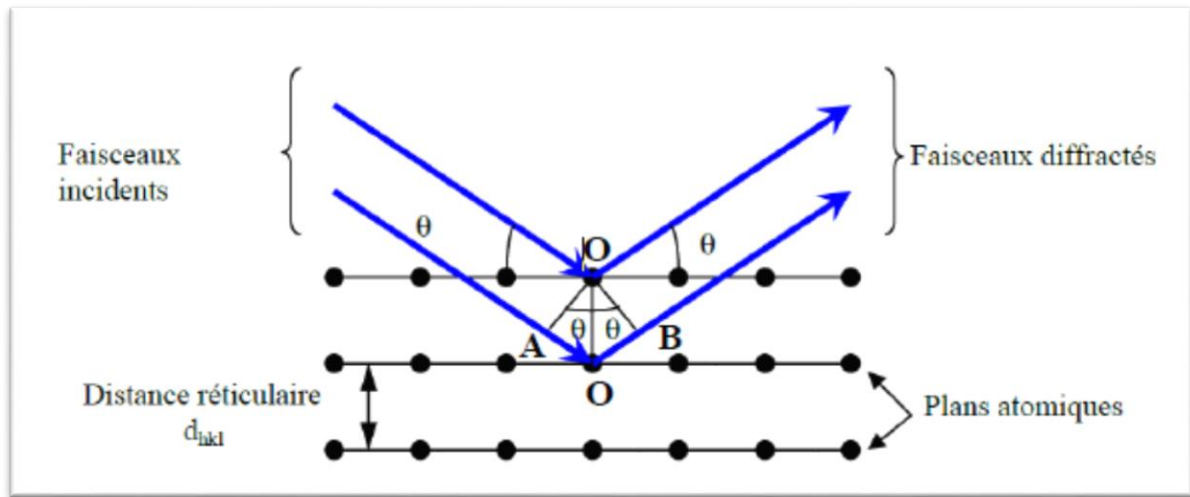


Fig. II.4. Illustration de la Loi de Bragg [8].

La loi de Bragg est exprimée par l'équation

$$\Delta = AO' + O'B = 2dhklsin\theta$$

Sous ces conditions, la Loi de Bragg est vérifiée lorsque

$$n\lambda = 2dhklsin\theta$$

Tell que :

θ : L'angle entre le faisceau incident (ou faisceau réfléchi) et les plans des atomes.

d_{hkl} : Distance entre les plans

λ : Longueur d'onde des rayons X incident

n : Nombre entier positif (égal à 1) [9].

II.2.5. Diffractomètre a poudres Bragg- Brentano

II.2.5.1. La définition d'une poudre

La cristallographie définit la poudre comme un échantillon avec une grande précision. Formé d'une multitude de cristallites orientés de manière aléatoire, le polycristallin est défini comme un composite de nombreuses entités monocristallines [10].

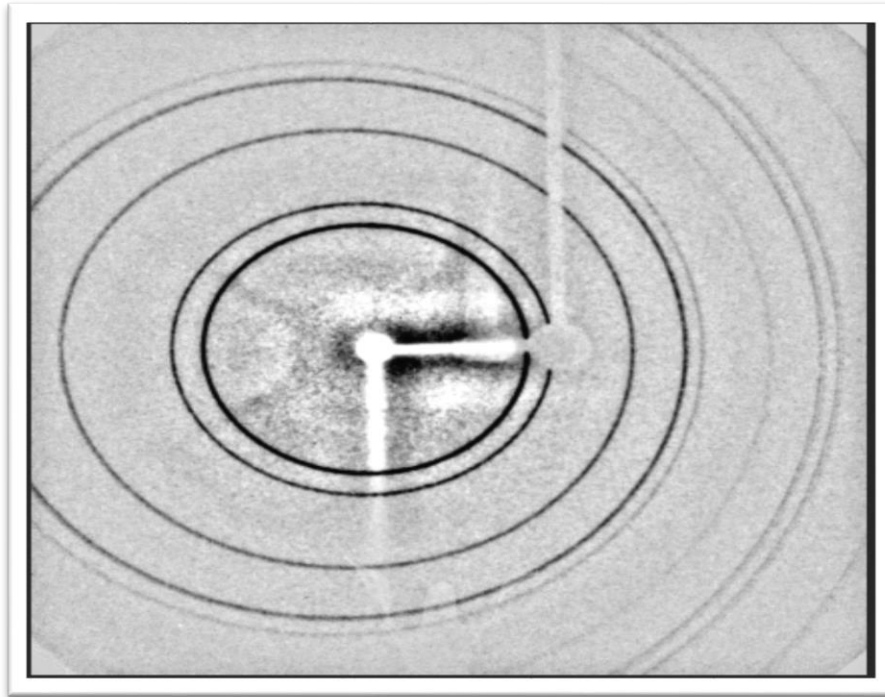


Fig. II.5. Image obtenue lors d'une exposition d'une poudre cristalline à un faisceau de rayons X [10].

II.2.5.2. Principe de la méthode

C'est le réglage le plus courant. Un échantillon ressemble à une plaquette ; il peut s'agir en fait d'une plaque solide ou d'une tasse plate remplie de poudre. Dans la configuration dite "thêta-thêta", l'échantillon est immobile horizontalement et le tube et le détecteur de rayons X se déplacent de manière symétrique. Si $2\theta_{hkl}$ est la déviation du faisceau, l'angle entre l'horizon et le tube est donc égal à θ_{hkl} et l'angle entre l'horizon et le détecteur, d'où le nom du composant [11].

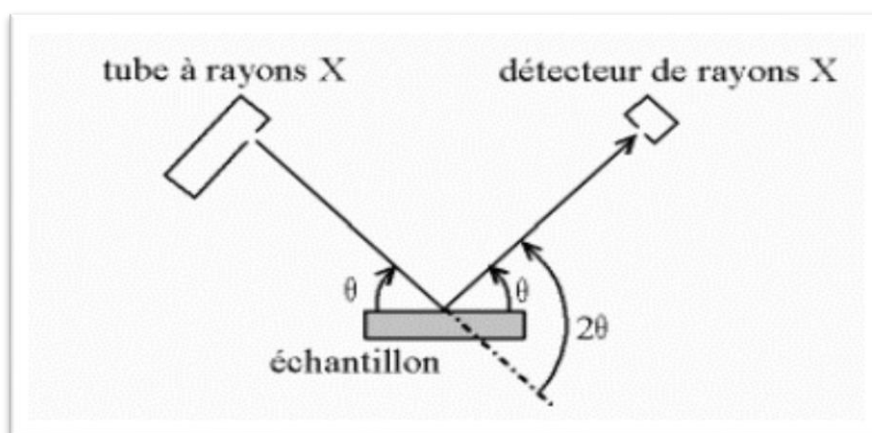


Fig. II.6. Définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano [11].

II.2.5.3. Types de montages Bragg-Brentano :

Il existe deux types de montages :

- **Montage (θ - θ)** Dans la configuration "thêta-thêta", l'échantillon est horizontal et À l'arrêt, le tube à billes et le détecteur de rayons X se déplacent de manière symétrique. L'avantage de ce montage est que le porte-échantillon reste horizontal, empêchant l'écoulement de la poudre. De plus, cet emplacement de l'échantillon facilite l'assemblage. Par conséquent, des équipements tels que des fours ou des chambres à atmosphère contrôlée peuvent être ajoutés autour du porte-échantillon. Si 2θ est la déviation du faisceau, l'angle entre l'horizon et le tube est donc égal à θ et l'angle entre l'horizon et le détecteur, d'où le nom du composant.
- **Montage (θ - 2θ)**: Comme le tube à rayons X est la partie la plus lourde, nous préférons Garder généralement le tube immobile et déplacez l'échantillon (le porte-échantillon est motorisé) et le détecteur. On a alors la composante appelée " θ - 2θ " car le plan de l'échantillon forme l'angle θ 60 Le faisceau incident et le détecteur forment un angle de 2θ par rapport au même faisceau. D'un point de vue mécanique, ce composant est le plus simple [12].

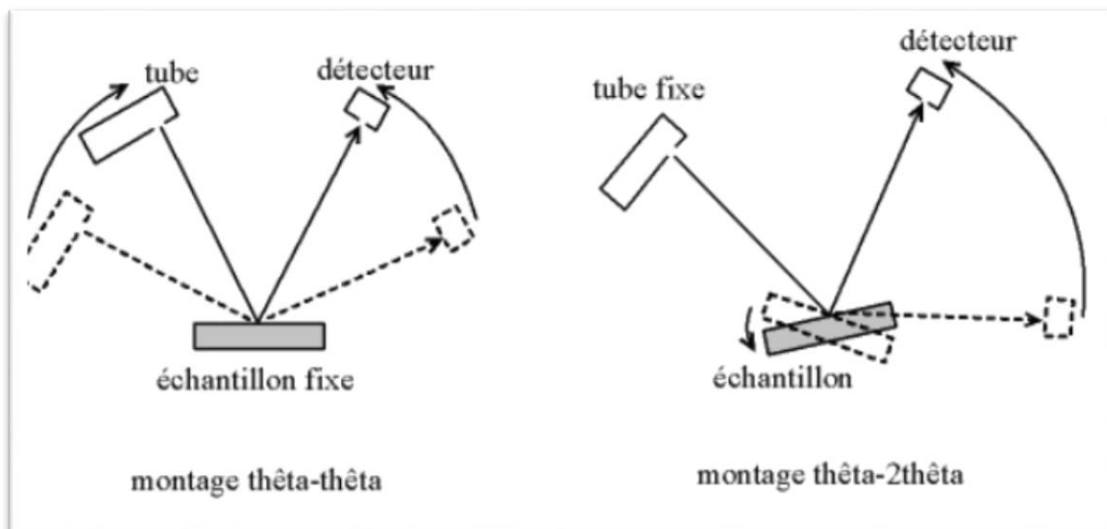


Fig. II.7. Montage θ - θ et θ - 2θ [12].

II.3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

II.3.1. Définition

La microscopie électronique à balayage (SEM ou SEM : Scanning Electron Microscopy) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe de l'interaction électron-matière [13].

La Microscopie Electronique à Balayage est fondée sur les interactions électrons-matière. Elle permet l'obtention d'images de hautes résolutions de la surface de l'échantillon avec des profondeurs de champs supérieures à la microscopie optique [14].



Fig. II.8. Microscopie électronique à balayage [14].

II.3.2. Description de l'appareillage

Le microscope électronique à balayage comme **LEO 430 VP**. Ce microscope comporte :

- une chambre de dimensions 300 mm de profondeur, 265 mm de largeur et 190 mm de hauteur équipée d'un " porte échantillon " en platine à 5 degrés de liberté ($X = 100$ mm, $Y = 120$ mm, $Z = 35$ mm, rotation de 360° et inclinaison 0 à 90°).
- un canon d'électrons et un accélérateur d'électrons (200 V à 30 kV) maintenus sous un vide secondaire de l'ordre de 4.10^{-3} Pa, quelque soit le mode utilisé (pression variable VP ou pression constante CP).

- un détecteur d'électrons secondaires réglable en continu de -280 V a $+400$ V permettant l'étude de la topographie du matériau à haute résolution.
- un détecteur d'électrons rétrodiffusés.
- un détecteur pour la microanalyse par spectroscopie (EDS) ISIS 300.
- un dispositif de visualisation in situ équipé de deux moniteurs.

Le microscope utilise un programme (Léo V3.01) pour la visualisation des échantillons [15].

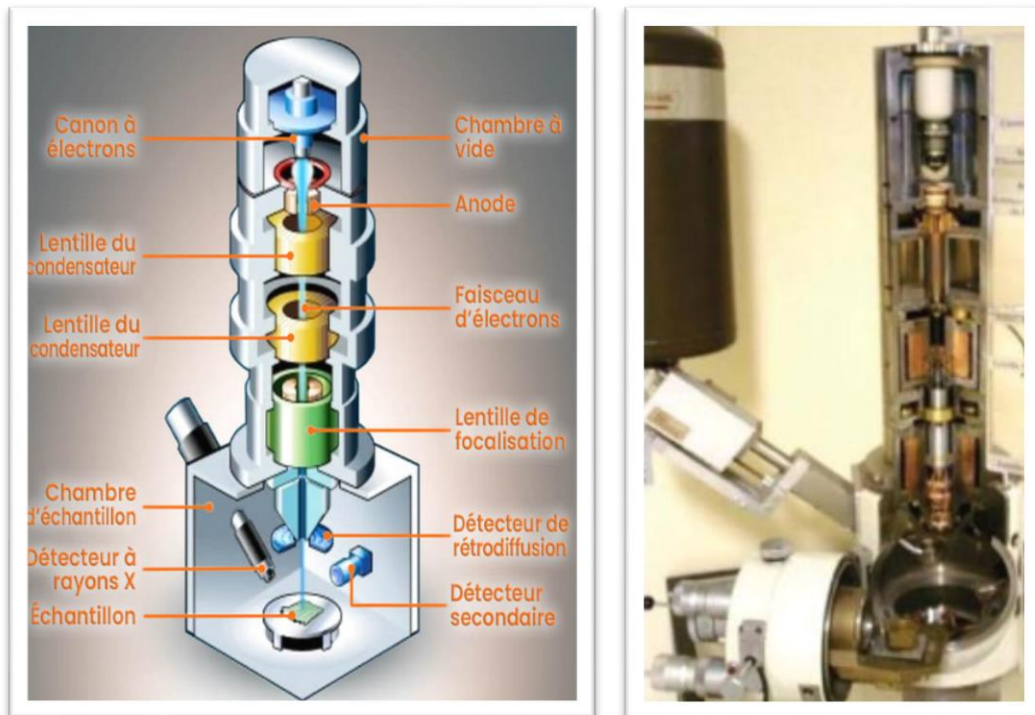


Fig. II.9. Photo de la coupe d'un MEB et schéma de fonctionnement associé [15].

II.3.3 Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB)

Dans une chambre à vide, un faisceau d'électrons accéléré par un champ électrique et focalisé à l'aide d'une lentille magnétique est balayé sur la surface de l'échantillon et, en réponse, des électrons rétrodiffusés secondaires et des rayons X sont réémis. Leur énergie est très faible (environ 50 eV) et des électrons secondaires sont émis dans l'épissphère proche de la **surface**. Ils peuvent être facilement déviés à de faibles différences de potentiel et collectés par un détecteur pour former une image topographique de la surface de l'échantillon (taille des grains et microporosité de la céramique).

Les électrons rétrodiffusés ont une énergie relativement élevée et beaucoup plus grande que les électrons secondaires (jusqu'à 30keV), et les électrons rétrodiffusés peuvent fournir une image, permettant une analyse chimique qualitative de l'échantillon (homogénéité chimique) [16].

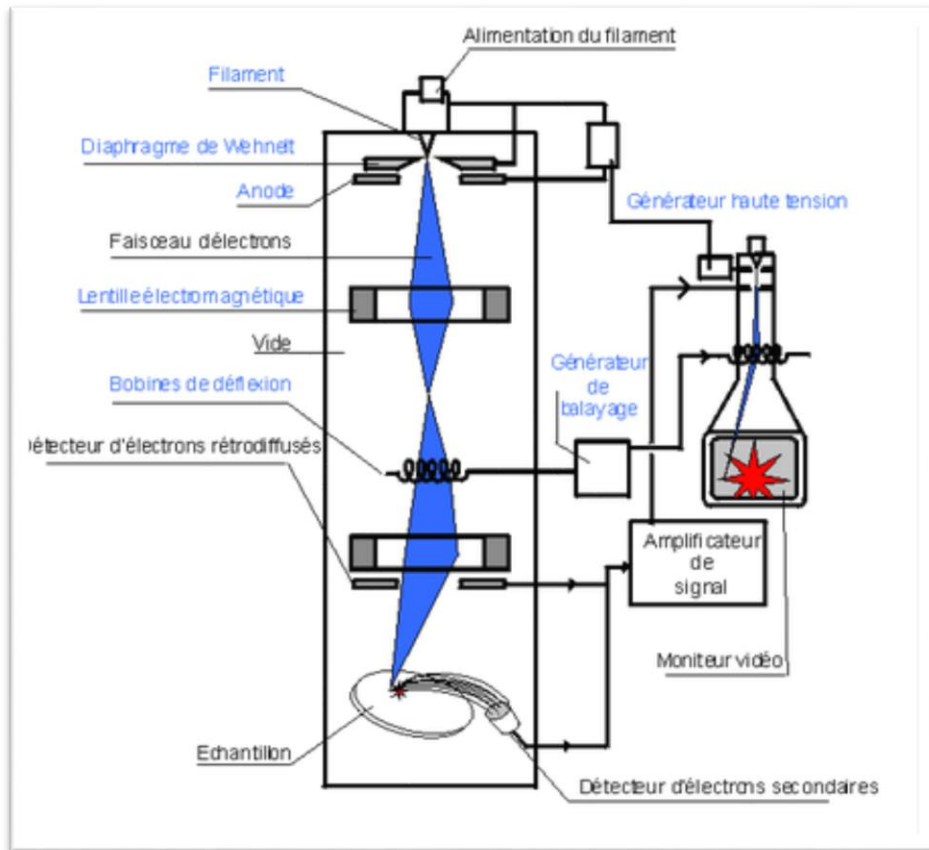


Fig. II.10. Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage [17].

II.3.4. Description du procédé d'analyse

Un microscope électronique à balayage possède 3 détecteurs

- d'électron secondaire.
- d'électron rétrodiffusé.
- photons "X" [18].

- **Emission d'électrons secondaires :**

Les électrons secondaires sont des électrons d'un matériau qui sont excités et mis en mouvement lors d'une interaction avec un électron primaire suffisamment énergétique. Elle peut soit entré dans le vide (être émise), soit être thématique et retenue dans le matériau à travers un continuum d'interactions fondamentales. Les électrons secondaires sont générés à partir des électrons primaires et ont suffisamment d'énergie pour les faire bouger. Cependant, ils démarrent avec une énergie relativement faible, généralement de quelques VE à des dizaines de VE. Leur énergie relativement faible ne leur permet pas de parcourir de grandes distances dans la matière [19].

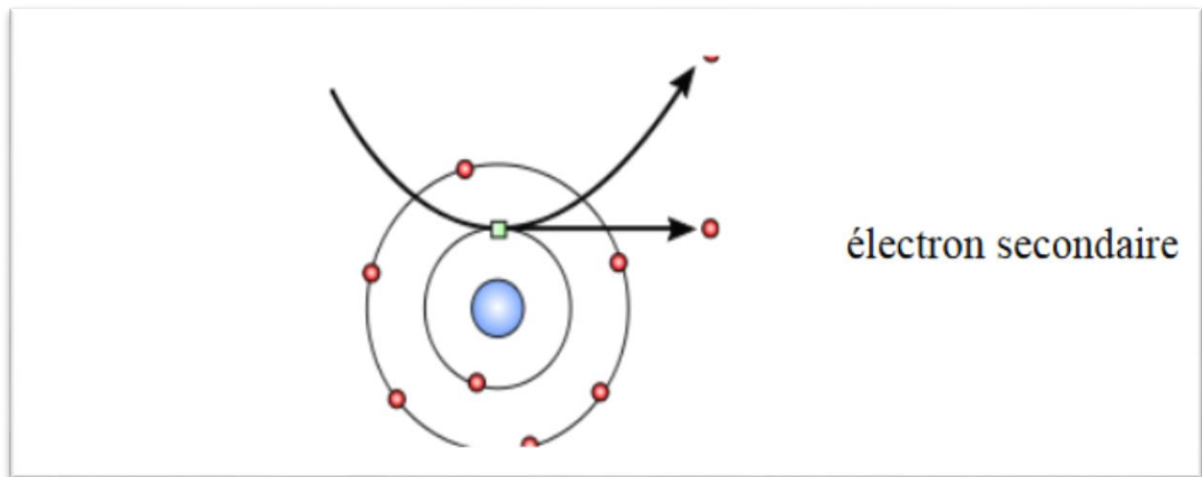


Fig. II.11. Emission d'un électron secondaire [19].

- **Emission d'électrons rétrodiffusés :**

Les électrons accélérés dans la colonne pénètrent dans l'échantillon. Des processus matériels plus ou moins importants perdent une partie de leur énergie. Les trajectoires suivies sont aléatoires et ils peuvent revenir à la surface. Ils sont ensuite détectés après avoir quitté l'échantillon. En raison de leur énergie plus élevée, les électrons rétrodiffusés peuvent provenir de profondeurs plus profondes et la résolution de l'image ne sera pas aussi bonne que celle des électrons secondaires (6-10 nm). Selon le type de détecteur utilisé, les électrons rétrodiffusés fournissent soit une image topographique (le contraste dépend du relief) soit une image compositionnelle (le contraste dépend du numéro atomique) [20].

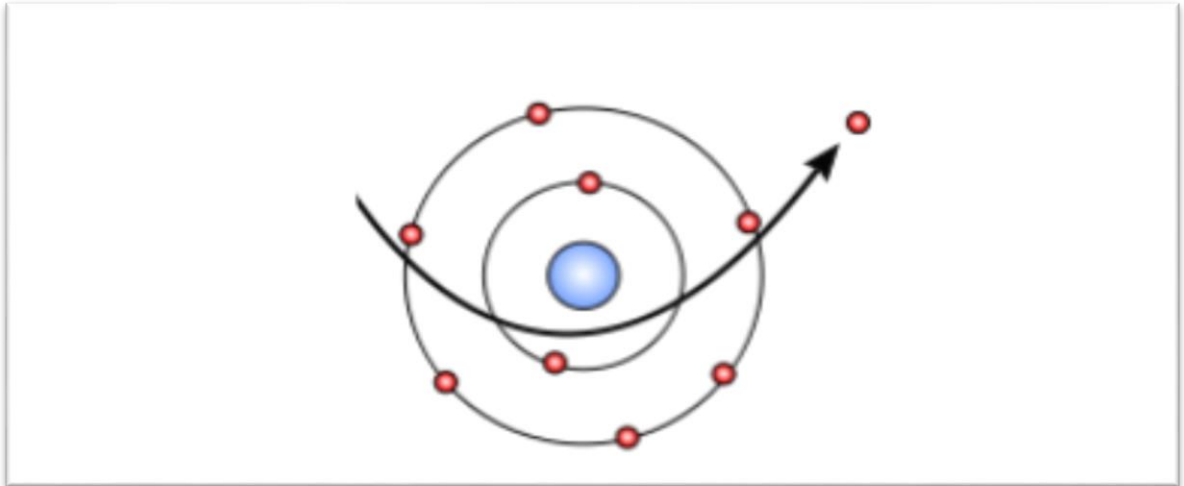


Fig. II.12. Emission d'un électron rétrodiffusé [21].

- **Émission de rayons X**

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques. L'énergie des photons X émis dans le MEB est comprise entre 0.5 et 30 KeV.

L'émission de photons X permet aux atomes ionisés de revenir à leur état fondamental sous l'influence du faisceau d'électrons. Lorsque les électrons des coquilles internes d'un atome sont éjectés, les électrons des coquilles plus externes remplissent les lacunes. La différence d'énergie entre les deux couches se traduira par l'émission de photons X. Les photons X ont des énergies caractéristiques spécifiques à chaque élément à partir duquel ils sont émis. Ces photons sont collectés et triés selon leur énergie (EDS) ou leur longueur d'onde (WDS) pour fournir des informations sur la composition de l'échantillon. Ils sont très pénétrants, émanant de poires en interaction à l'échelle du micron cubique [21].

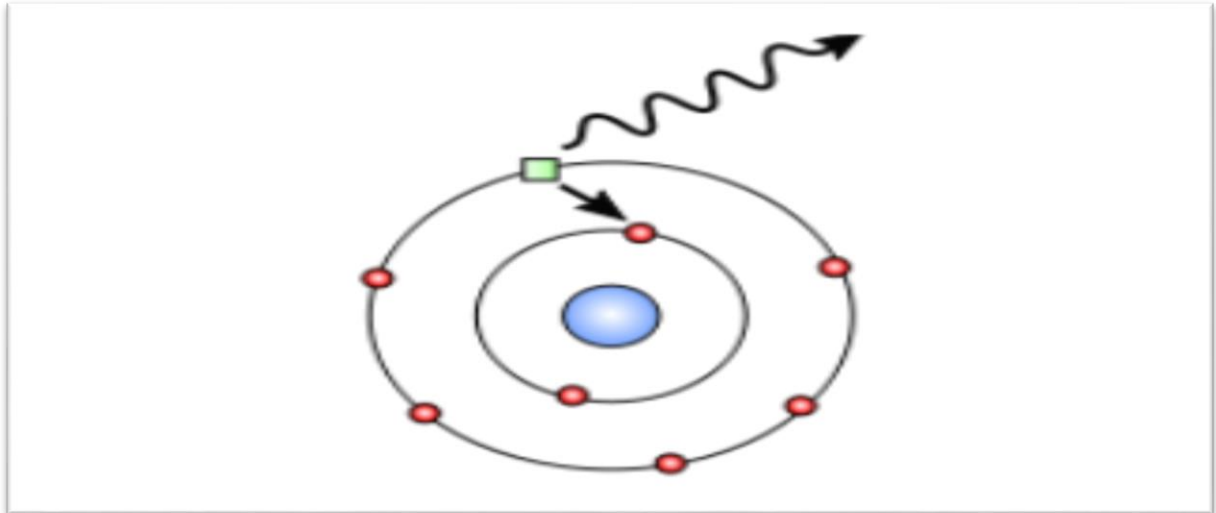


Fig. II.13. Emission d'un photon X [21].

II.3.5. Utilisation de MEB

- Le grandissement des microscopes optiques est limité à une valeur d'environ 1000 fois. En effet il n'est pas possible de séparer deux points plus proches l'un de l'autre que la longueur d'onde de la lumière utilisée.
- De plus la profondeur de champ aux forts grandissements devient très faible et nécessite alors un polissage parfait des échantillons ce qui est incompatible avec une observation « dans l'état ».
- Un MEB utilise un faisceau d'électron à la place des photons utilisés dans un microscope optique.
- Ceci permet de résoudre les deux inconvénients de la source lumineuse.
- La longueur d'onde du faisceau électronique est 100000 fois plus faible que celle de la lumière, et d'autre part l'ouverture de ce faisceau est très faible [22].

II.4. La spectroscopie aux rayons X à dispersion d'énergie

II.4. 1. Définition

La spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) est une technique analytique qui combine différentes applications, dont la microscopie électronique à balayage. L'analyse EDS repose également sur l'interaction d'un faisceau d'électrons sur la surface de l'échantillon, produisant des rayons X caractéristiques des éléments présents. Entre autres choses, il peut déterminer la

composition élémentaire de points individuels ou l'afficher graphiquement en cartographiant la distribution élémentaire de la zone numérisée [23].



Fig. II.14. Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie, analyse EDS [23].

II.4.2. Description de l'appareillage

- Un détecteur de rayons X.
- Un processeur d'impulsions et de l'analyseur.
- Un détecteur.

Est utilisé pour convertir l'énergie des rayons X en signaux de tension; ces informations sont envoyées à un processeur d'impulsions, qui mesure les signaux et les transmet à un analyseur pour l'affichage et l'analyse des données [24].

II.4.3. Principe d'analyse avec EDS

L'excitation par faisceau de rayons X est utilisée dans les spectromètres à fluorescence X (XRF). Un détecteur est utilisé pour convertir l'énergie des rayons X en un signal de tension. Ces informations sont envoyées au processeur d'impulsions, qui mesure le signal et le transmet à l'analyseur pour l'affichage et l'analyse des données [25].

Chaque ligne d'émission est caractéristique d'un élément excité, et un logiciel est utilisé pour traiter le spectre résultant afin de déterminer les rapports

de masse et atomiques. Ce balayage utilise donc un détecteur pour convertir l'énergie des rayons X en un signal de tension. Ces informations sont envoyées au processeur d'impulsions, qui mesure le signal et le transmet à l'analyseur pour l'affichage et l'analyse des données [26].

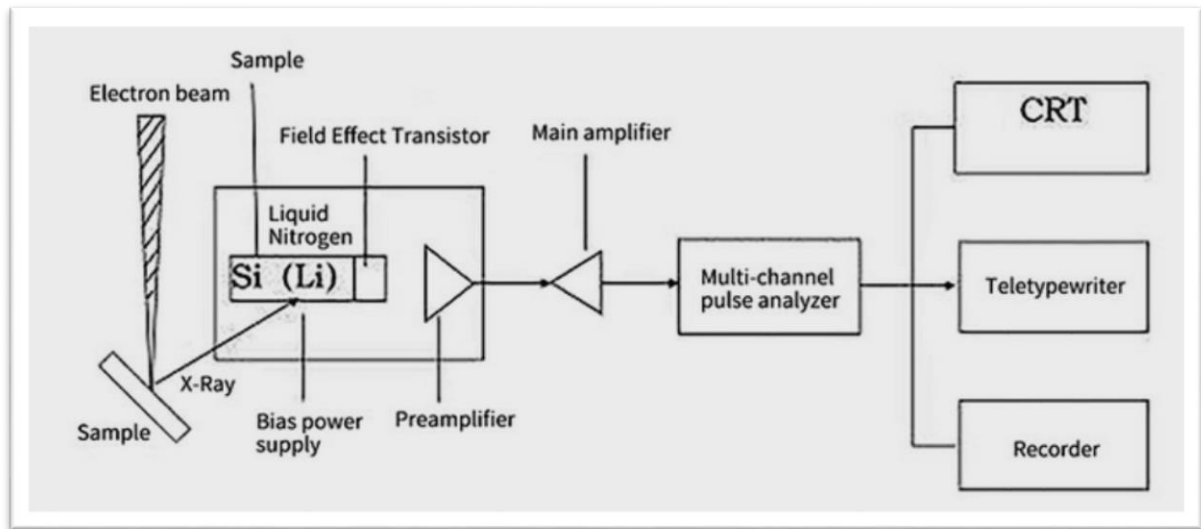


Figure. II.15.principe de fonctionne le Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie [26].

II.4.4. Utilisation d'ED

- Les spectromètres EDS sont utilisés pour déterminer l'analyse quantitative ou qualitative de points spécifiés sur un échantillon.
- La spectroscopie à dispersion d'énergie EDS est utilisée pour déterminer la distribution du contenu des éléments le long d'une ligne donnée.
- En utilisant la sortie de comptage de rayons X caractéristique du spectromètre d'énergie, l'image de distribution d'éléments formée par la luminosité du point de pixel correspondant à l'échantillon de balayage du faisceau d'électrons sur le moniteur est modulée en une image de distribution de surface [27].

II.4. 5.La caractérisation par le détecteur EDS associé au MEB

La spectroscopie dispersive en énergie est utilisée en conjonction avec le SEM pour déterminer les éléments présents dans les principaux composants microstructuraux. Les électrons primaires envoyés à l'échantillon observé interagissent avec lui de plusieurs façons. L'une de ces interactions est l'ionisation des atomes qui font partie de l'échantillon. Les transitions électroniques peuvent produire des rayons X. Les techniques EDS sont utiles en combinaison avec les techniques SEM car elles permettent une microanalyse chimique de zones de localisation connue. L'analyse EDS a été effectuée à une tension d'accélération de 19 Kervadec et le SEM était équipé d'un fil de tungstène. Calculer le rapport d'intensité à partir des spectres EDS acquis [28].

II.5. Microscope optique

II.5.1.Définition

La microscopie optique est une technique fondamentale utilisée pour contrôler et suivre l'évolution des microstructures lors de divers traitements thermiques et mécaniques, par exemple pour examiner la taille et la forme des grains. Il est également très important de contrôler l'état de surface du matériau lors de la préparation métallographique [29].

L'objectif principal de la microscopie optique est de mettre en évidence la structure et les minuscules défauts d'un échantillon lorsqu'il est observé au microscope optique, examinant ainsi des détails invisibles à l'œil nu [30].



Fig. II .15. Schéma d'un microscope optique [31].

II.5.2. Description de l'appareillage

- **Ouverture** : Il s'agit d'un trou sur la platine du microscope, à travers lequel la lumière transmise par la source atteint la scène.
- **Illuminateur microscopique** : Il s'agit de la source lumineuse du microscope, située à la base. Donc, il est utilisé à la place d'un miroir.
- **Condenseur** : Ce sont des lentilles qui sont utilisées pour collecter et focaliser la lumière de l'illuminateur dans l'échantillon
- **Diaphragme** : il est également connu sous le nom d'iris. Il se trouve sous la platine du microscope et son rôle principal est de contrôler la quantité de lumière qui atteint le spécimen.
- **Bouton de mise au point du condenseur** : il s'agit d'un bouton qui déplace le condenseur vers le haut ou vers le bas, contrôlant ainsi la focalisation de la lumière sur l'échantillon.
- **Abbe Condenser** : il s'agit d'un condenseur spécialement conçu pour les microscopes de haute qualité, ce qui rend le condenseur mobile et permet un grossissement très élevé supérieur à 400 X.

- **La butée de crémaillère** : Elle contrôle la distance à laquelle les étages doivent aller, empêchant la lentille de l'objectif de s'approcher trop près de la lame d'échantillon, ce qui pourrait endommager l'échantillon.³³
- **Illuminateur microscopique** : Il s'agit de la source lumineuse du microscope, située à la base. Donc, il est utilisé à la place d'un miroir.
- **Condenseur** : Ce sont des lentilles qui sont utilisées pour collecter et focaliser la lumière de l'illuminateur dans l'échantillon
- **Diaphragme** : il est également connu sous le nom d'iris. Il se trouve sous la platine du microscope et son rôle principal est de contrôler la quantité de lumière qui atteint le spécimen.
- **Abbe Condenser** : il s'agit d'un condenseur spécialement conçu pour les microscopes de haute qualité, ce qui rend le condenseur mobile et permet un grossissement très élevé supérieur à 400 X.
- **La butée de crémaillère** : Elle contrôle la distance à laquelle les étages doivent aller, empêchant la lentille de l'objectif de s'approcher trop près de la lame d'échantillon, ce qui pourrait endommager l'échantillon [32].

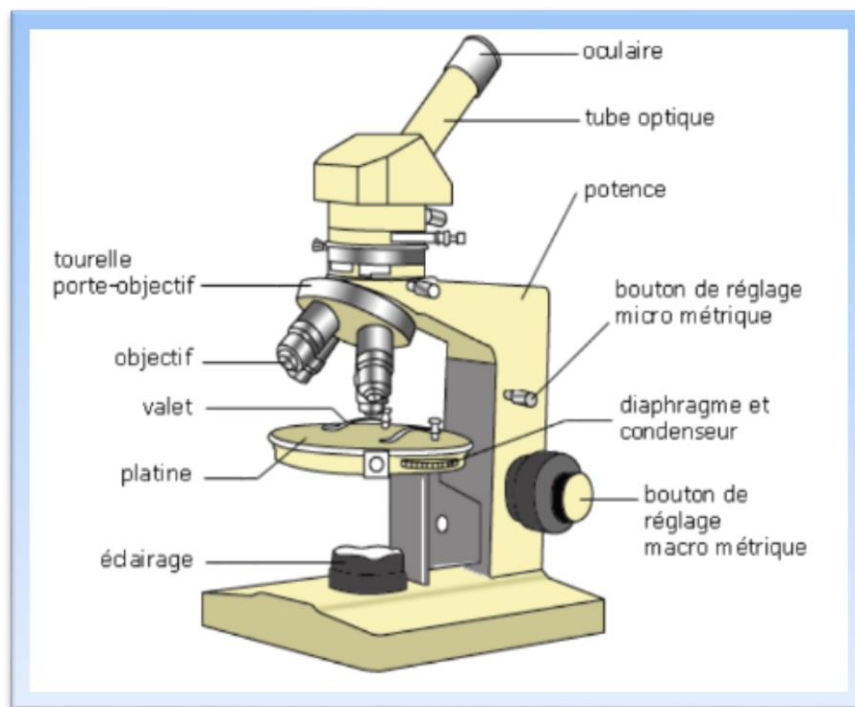


Figure II.16. Schéma d'un microscope optique [33].

II.5.3. Utilisation de Microscope optique

- Le microscope optique permet d'observer au niveau cellulaire des êtres vivants ou des échantillons fixes.
- Il est utilisé en science des matériaux.
- Les colorations de Gram sont utilisées pour déterminer si les bactéries ont été manipulées correctement [33].

II.6. Mesure de la micro dureté :

II.6.1. La Dureté :

La dureté d'un matériau est définie comme la résistance mécanique du matériau à la pénétration d'un autre objet plus dur que lui sous une charge donnée. Le pénétrateur doit être choisi de telle sorte que sa déformation par rapport à la déformation du matériau à mesurer puisse être négligée. Le contact des deux objets entraîne une modification de surface du matériau indenté, qui dépend non seulement des propriétés intrinsèques du matériau, mais aussi de la manière et des conditions d'application de l'indenter [34].

II.6.2. Mesures de dureté

Il existe plusieurs tests de dureté possibles. Des tests de dureté peuvent être définis Dureté selon deux normes, (H=Hardness English est la dureté), la deuxième lettre Indique le type d'essai de dureté (Vickers (V), Brinell (B), Rockwell (R)...etc.) [35].

Les tests de micro dureté permettent des mesures très locales. Par exemple, un testeur de micro dureté peut être utilisé pour déterminer la dureté d'une phase donnée dans un échantillon multi phase ou la dureté d'un échantillon très fragile et mince. Utilisez la méthode Vickers. Mesure de dureté Vickers (Hv) [36].



Figure II.17. Micro-duromètre de type Wolpert Wilson Instruments model 402UD [36].

II.6.3. Essai de Dureté Vickers

On note (HV) en notation, on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un dispositif optique. La valeur de d est la moyenne de d_1 et d_2 . (d) sera utilisé pour les calculs de dureté. La force et la durée du soutien sont également normalisées [37].

$$HV = \frac{2F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$$

Tell que :

HV=dureté Vickers.

F= force appliquée [N].

d=moyenne de diagonales de l'empreinte [mm].

g=Accélération terrestre. [$m \cdot s^{-2} 9.80665$].

Le degré de dureté, est ensuite lu sur un abaque (une table) ; il y a un abaque par force d'appui Norme Européenne pour la dureté Vickers: [38].

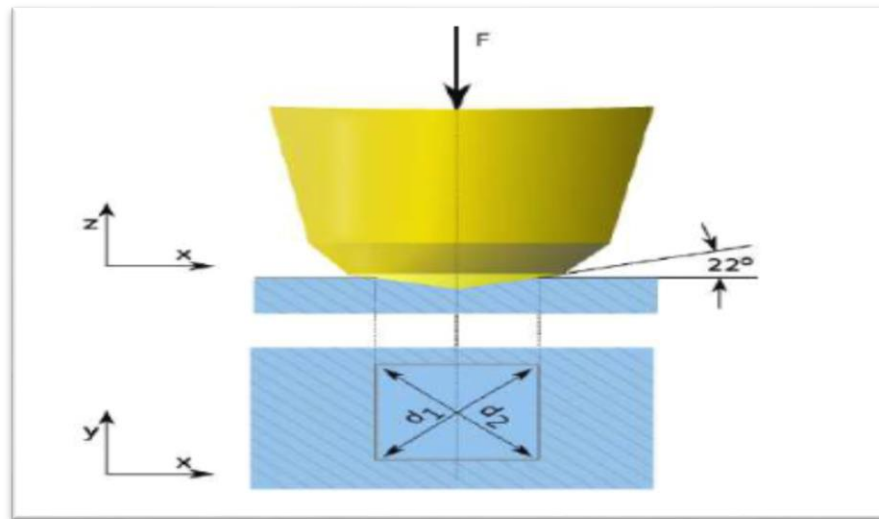


Fig. II.18. Schéma de principe de la mesure de la micro dureté par la méthode Vickers [38].

Des précautions supplémentaires doivent être prises lors de la préparation des surfaces d'échantillon. Pour éviter d'introduire des contraintes lors du polissage. C'est un gros défaut du test. En revanche, la dureté Vickers est certainement la plus précise [39].

II.6.4. Principe Essai de Dureté Vickers

Le test de dureté consiste à appliquer une force sur un pénétrateur pour pénétrer dans le matériau, à maintenir le pénétrateur pendant une durée standard avant de le retirer et à mesurer l'indentation déformée à la surface du matériau [40].

Constituée d'une pointe pyramidale en diamant standardisée à base carrée et d'un angle de 136° au sommet entre les deux faces. L'empreinte a donc la forme d'un carré dont les deux diagonales (d_1) et (d_2) sont mesurées à l'aide du carré au dispositif optique. La valeur de (d) est la moyenne de (d_1) et (d_2). Cette valeur (d) sera utilisée pour calculer la dureté. La force (F) et la durée d'appui sont également normalisées. Ensuite, lisez la dureté sur l'abaque [41].

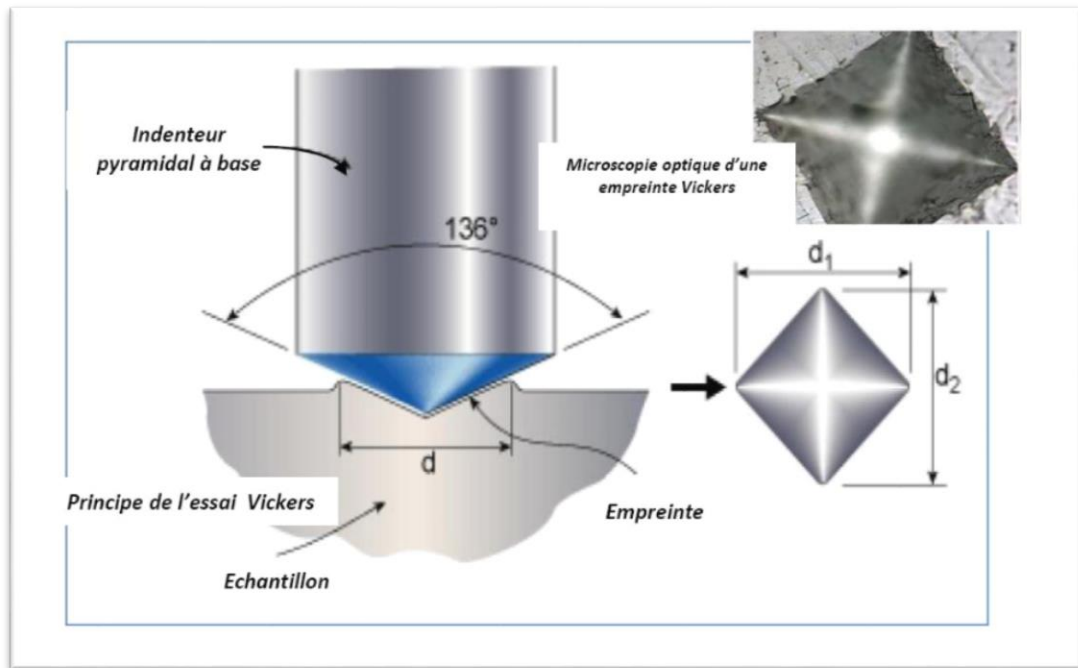


Fig. II.19. Principe d'Essai de DURETÉ VICKERS [41].

II.7. La corrosion

La corrosion d'un matériau métallique est la perte de matériau faisant partie de celui-ci. Dans un ou plusieurs peuvent être de l'oxygène et/ou Composition de l'air (H₂O humide, CO₂, SO₂, H₂S, brouillard salin...), gaz chauds (O₂, CO, etc.) ou solutions (acides, bases, sels fondus). Solide corrodé ont tendance à réagir pour former des composés plus stables (oxydes, sulfures, carbonates, etc.) [42].

II.7.1. Méthode de la masse perdue

La méthode de perte de masse est simple à mettre en œuvre et ne nécessite pas de gros équipements, la vitesse de corrosion est déterminée après 24 heures à une température constante égale à 25°C. L'avantage de cette méthode est qu'elle est facile à mettre en œuvre et ne nécessite pas d'équipements lourds, mais elle ne permet pas d'accéder aux mécanismes impliqués dans le processus de corrosion [43].

II.7.1.1.Principe de la méthode

Cette méthode de caractérisation consiste à immerger les échantillons de chaque bain dans chaque bécher contenant un milieu agressif pendant 30 jours à température ambiante. Les parties exposées de chaque échantillon ont été recouvertes d'un vernis pour les protéger des milieux agressifs. Après trempage pendant un certain temps, les échantillons ont été retirés de la solution, rincés avec de l'eau distillée et de l'acétone, puis séchés. Enfin, les échantillons ont été pesés pour déterminer la perte de masse et le taux de corrosion de chaque revêtement [44].

Les mesures de perte de masse peuvent être estimées directement Corrosion de l'acier plongé dans un électrolyte en présence d'un agent agressif (en l'occurrence d'ions chlorure) [45].

La vitesse de corrosion est déterminée après 24h d'immersion à température constante égale à 25° C. Elle est calculée par la formule suivante :

$$V = \Delta M / S . t$$

$$\Delta M = M1 - M2$$

ΔM : représente la différence entre la masse initiale et la masse finale

M1 : la masse initiale

M2 : la masse finale après

S : temps t égal à 24h.S est la surface du métal exposée à la solution d'étude.

II.7.2.Tests de polarisation

Le potentiomètre permet de confirmer l'indication donnée par l'évolution du potentiel de corrosion avec le temps et de les préciser en distinguant l'effet des inhibiteurs sur chacune des réactions fondamentales anodiques et cathodiques de l'électrode de travail [46].

II.7.2.1.Principe de la méthode

Méthode de mesure de polarisation basée sur le concept électrochimique, Les paramètres de corrosion réactive transitoire tels que la densité de courant de corrosion et le potentiel de corrosion à l'interface électrode/solution peuvent être déterminés en une seule expérience. Cependant,

plusieurs facteurs d'erreur peuvent être impliqués, tels que les limitations de diffusion, une résistance élevée à la solution, la présence de concurrents pour les réactions de réduction-oxydation et des distributions de courant et de potentiel inégales [46].

Les courbes de polarisation ont été interprétées à l'aide du logiciel Voltmaster il se compose d'une courbe partiellement anodique pour l'oxydation des métaux et d'une courbe partiellement cathodique pour la réduction des oxydants en solution [47].

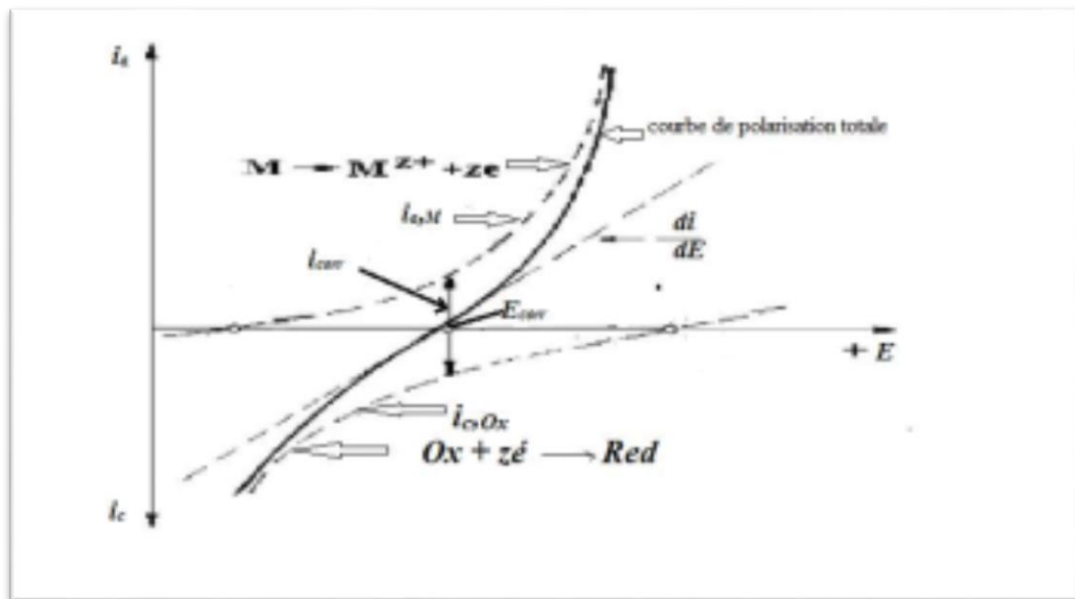


Fig. II.20. Courbe de polarisation d'un métal qui se corrode sous contrôle d'activation [47].

II.7.3. Test de l'impédance électrochimique

La spectroscopie d'impédance électrochimique est une technique analytique puissante largement utilisée dans différents domaines de recherche. Les mesures peuvent être liées aux propriétés physiques et chimiques des matériaux [48].

II.7.3.1. Principe

Le principe consiste à appliquer une perturbation de potentiel sinusoïdale à l'électrode de travail et à mesurer la réponse en courant de l'électrode sinusoïdale équivalente. Le signal parasite a la forme

$$E(t) = E_0 + |\Delta E| \sin(\omega t)$$

Le signal doit être de faible amplitude afin de conserver la linéarité du système Electrochimique. Le courant induit est ainsi de forme sinusoïdale déphasé d'un angle φ par rapport au potentiel :

$$I(t) = I_0 + |\Delta I| \sin(\omega t + \varphi)$$

L'impédance Z est définie par l'équation suivante :

$$Z(t) = \frac{\Delta E}{\Delta I} = \frac{|\Delta E| \exp(j\omega t)}{|\Delta I| \exp(j(\omega t + \varphi))} = |Z| \exp(j\varphi)$$



Fig. II.21: Principe de la spectroscopie d'impédance électrochimique [48].

De manière classique, la perturbation imposée est sinusoïdale.

Signal appliqué est donc de la forme $x(t) = A \sin(\omega t)$

Réponse du système est $y(t) = B \sin(\omega t + \varphi)$

Fréquence f

Pulsation $\omega = 2\pi f$

Déphasage φ [49].

*Références
Bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] L. ALI, Elaboration et Caractérisation d'un Alliage Ferro-TiC, thèse doctorat, 2018.
- [2] Chelouche. S, propriétés des fenêtres optiques ZnO-Al pour cellules solaires en couches minces à base de CIGS, thèse doctorat 2012, Université Ferhat Abbas Sétif –Ufas.
- [3] K. Madoui, Etude des propriétés photophysiques de tio₂-sio₂ en présence d'un colorant et son application, thèse doctorat 2019, Université Ferhat Abbas – Sétif 1.
- [4] <http://deuns.chez.com/sciences/drx/drx2.html>
- [5] K. Mouhli et K. Taraft, Elaboration des couches minces de ZnO et de ZnO : Al par le procédé sol gel, mémoire DEA2010, Université Ibn Kheldoun Tierte.
- [6] Nader Bouchaala, Etude des propriétés structurale et physico-chimique des systèmes Nd-Fe-Co, thèse doctorat 2017, l'Université Paris Est Créteil.
- [7] R. Bendjeddou, Effet de la concentration de source de phosphore sur les propriétés des revêtements de Co-P et Ni-P, mémoire fin étude 2020, Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi–Bordj.
- [8] C. Fizanne-Michel, Evaluation par nanoindentation des propriétés mécaniques locales d'alliages de titane superélastiques et à mémoire de form, thèse doctorat 2014, l'Université Européenne de Bretagne.
- [9] S. Kartout, propriétés physiques des composé ternaires élaboré par dépôt séquentiels des éléments (Cu\Ga\Se), mémoire de master 2008, Université 20 Aout 1955-Skikda.
- [10] M. Zater, Synthèse, Caractérisation et Etude Structurale par Diffraction des RX des Oxalates mixtes à base de cuivre, de titane et de plomb, Thèse de magister 2007, Université Mentouri de Constantine.
- [11] <http://deuns.chez.com/sciences/drx/drx2.html>
- [12] R. Benredouane, Influence des méthodes d'affinement cristallographique sur l'identification- optimisation- quantification- paramétrique des structures cristallines :

application aux oxydes $A_3B_3O_7$ ($A = R, Ba, Ca / B = Cu, Co, Zn$), thèse doctorat 2018, Université des frères Mentouri de Constantine.

[13] M-B. Raphaël, Minéralogie quantitative au microscope électronique à balayage et analyse d'images Application à la caractérisation minéralogique de résidus miniers, thèse 2003 doctorat. École Polytechnique de Montréal.

[14] J. Marteau, Caractérisation multi-échelle et analyse par essai d'indentation instrumentée de matériaux à gradient générés par procédés mécaniques et thermo-chimiques de traitement de surface, thèse doctorat 2013, Université de Technologie de Compiègne.

[15] M. Mostefa, Elaboration de films minces d'oxydes semiconducteurs par voie Sol-Gel, thèse doctorat 2014, Université Mohamed Khider de Biskra.

[16] F. Benabdallah, Evolution des propriétés diélectriques, ferroélectriques et électromécaniques dans le système pseudo-binaire $(1-x)BaTi_0.8Zr_0.2O_3 - xBa_0.7Ca_0.3TiO_3$ / Corrélations structures et propriétés, thèse de doctorat 2013 Université Bordeaux 1.

[17] L. Kenza. Elaboration et caractérisations physicochimiques des couches minces de sulfure d'étain par spray ultrasonique : Effet des sources d'étain, these doctorat 2013, Université Mohamed Khider-Biskra.

[18] <http://mssmat.centralesupelec.fr/en/Moyens-microscopie-principes-meb>

[19] M-G. Teysedre et M. Belhaj, Émission électronique sous impact d'électrons : applications spatiales, thèse doctorat 2017, Université de Toulouse.

[20] Nader Bouchaala, Etude des propriétés structurale et physicochimique des systèmes Nd-Fe-Co.

[21] L. Ghalmi, Etude des différentes techniques de caractérisation. 2018. Thèse de doctorat. 2018, Université de Tlemcen.

[22] www.ecam.fr/materiaux-structures/microscope-electronique-a-balayage/

[23] R. Benredouane, Influence des méthodes d'affinement cristallographique sur l'identification- optimisation- quantification- paramétrique des structures cristallines :

application aux oxydes A₃B₃O₇ (A= R, Ba, Ca / B = Cu, Co, Zn), these doctorat 2018, Université Frère Mentouri Constantine 1.

[24] 7-8-2020 | auteure: Dr. Brooke Matat Jablon.

[25] https://en.wikipedia.org/wiki/Energy-dispersive_X-ray_spectroscopy

[26] I. RAHIL, Élaboration et caractérisation de revêtements durs Mo-Cr et Mo-Cr-N, mémoire de master 2008, Université Mentouri de Constantine.

[27] <https://antiteck.com/fr/spectrom%C3%A8tre-%C3%A0-dispersion-d%27%C3%A9nergie-2/>

[28] L.Mebarki, Elaboration et caracterisation d'un acier a outil resistant a l'usure obtenu par la metallurgie des poudres, thèse doctorat 2019, Universite Mohamed Khider Biskra.

[29] N. Cherifi, influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques d'un acier á outils pour travail á chaud (X38CrMoV5-1), Mémoire de Fin d'Études 2016, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

[30] C. Fizanne-Michel, Evaluation par nanoindentation des propriétés mécaniques locales d'alliages de titane superélastiques et à mémoire de forme, these doctorat 2014, Université européenne de Bretagne.

[31] Mokhtar, Effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (AGS) tréfilés à L'ENICAB, thèse doctorat 2018, Universite Mohamed Khider Biskra.

[32] <https://www.profinnovant.com/microscope-optique/>

[33] <https://www.futura-sciences.com/sante/definitions/medecine-microscope-optique-7773/>

[34] A. Pertuz, lindentation vickers et knoop des materiaux massifs ou revêtus, durete tonacite et aldheranmce, thèse doctorat 2003, Université de Lille.

[35] M. Habak, Etude de l'Influence de la microstructure et des paramètres de coupe sur le comportement en tournage dur de l'acier à roulement100Cr6, thèse doctorat 2006, l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris.

[36] <https://www.techno-science.net/>

[37] B. Abdelkrim, Étude et analyse de la micro-dureté après l'usinabilité de l'acier AISI 1060 par fraisage en utilisant la méthode de surface de réponse, mémoire fin d'étude 2019 , Université Kasdi Merbah Ouargla.

- [38] <http://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Fichier:Vickers-path-2.svg>
- [39] B. Abdelkrim, Étude et analyse de la micro-dureté après l'usinabilité de l'acier AISI 1060 par fraisage en utilisant la méthode de surface de réponse, thèse doctorat 2019, Université Kasdi Merbah Ouargla.
- [40] L. Xiongjie, Développement de la caractérisation du comportement local à haute température des alliages métalliques par micro indentation, thèse doctorat 2017, Université de Technologie de Compiègne.
- [41] A. Benmokhtar, Rechargement des pièces usées par molybdène. Influence et optimisation des paramètres de rechargement par molybdène, thèse doctorat 2020, Université Mohamed Khider – Biskra.
- [42] H. Uhlig, Corrosion uniforme d'aciers non alliés et inoxydables : Utilisation conjointe de l'émission acoustique et des techniques électrochimiques, thèse doctorat 2004 J.VOELTLEL, DUNOD, Paris.
- [43] H. Hanane, Synthèse, caractérisation et étude du pouvoir inhibiteur de nouvelles molécules bases de Schiff, thèse doctorat 2015, Université Ferhat Abbas – Sétif-1.
- [44] M. Saida, comportement à la corrosion des revêtements à base de nickel et de chrome sur des substrats de cuivre, thèse doctorat 2017, Université Mohamed Khider-Biskra.
- [45] L. Sail, F. Ghomari, A. Khelidj, A. Bezzar, O. Benali, La perte de masse dans l'inhibition de la corrosion d'un acier, thèse doctorat 2011, Université Abou Bakr Belkaid, Tlemcen.
- [46] Lebanese Science Journal, Vol. 14, No. 1, 2013
- [47] L. Farid, Etude de l'efficacité inhibitrice des composés cycliques soufrés dans des milieux acides sur des dépôts composites élaborés par voie électrolytique, thèse doctorat 2021, Université Mohamed Khider-Biskra.
- [48] E-H.Aglzim, Caractérisation par spectroscopie d'impédance de l'impédance complexe d'une pile à combustible en charge, thèse doctorat 2009, Université-Nancy.
- [49] J-B. Jorcin, Spectroscopie d'impédance électrochimique locale : caractérisation de la délamination des peintures et de la corrosion des alliages Al-Cu, thèse doctorat 2007, Université-Toulouse.

CHAPITRE III
Elaboration, Résultats Et
Discussions

III.1. Introduction

Dans ce chapitre on va décrire la procédure expérimentale (préparation des surfaces, composition des bains utilisés, conditions opératoires, etc... Préparation des échantillons).

Ensuite on va présenter les résultats obtenus menant notre étude expérimentale. Cette étude a pour but de caractériser les revêtements réalisés par électrodéposition en utilisant plusieurs techniques (rayons X, micro-dureté, MEB etc.) et en a varier la densité de courant dans la technique d'électrodéposition [1].

III.2. Elaborations des dépôts

III.2.1 .Matériaux

III.2.1.1. Substrat utilisé

Nous avons utilisé les lames rectangulaires de cuivre, Sa longueur est de 2.5cm et sa largeur est 1cm, d'une surface de 2.5cm^2 .



Fig.III.1 lame de cuivre

III.2.1.2. Plaques de Nickel

Nous avons utilisé deux plaques de nickel rectangulaire anodes et d'autre de la cathode.

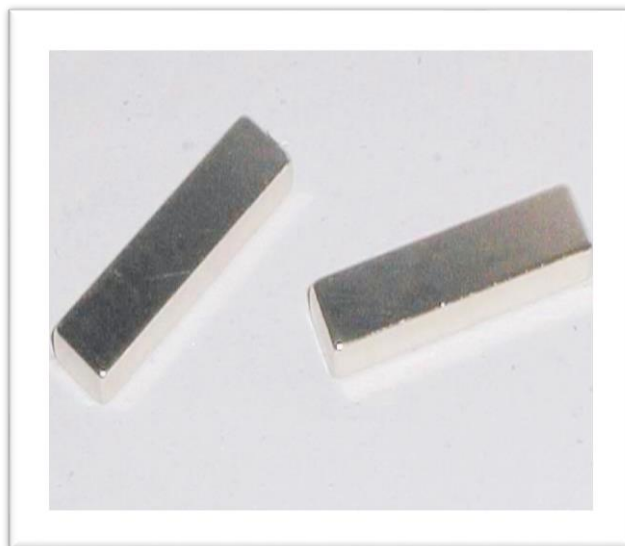


Fig.III.2.plaques de nickel

II.2.1.3.Particules solides utilisés

Les particules solides utilisées sont des fines particules de Niobium



Fig.III.3.niobium poudre

III.2.2. Les produits chimiques

La solution utilisée a été préparée dans l'eau distillée avec les produits chimiques suivants :

Composition	Formule chimique	Concentration (g/L)	Le rôle
Saccharine	$C_7H_5NO_3S$	2.72×10^{-3}	Agent complexant
Acide borique	H_3BO_3	0.38	PH
Chlorure de sodium	$NaCl$	0.68	conductivité
Sulfate de nickel	$NiSO_4$	0.33	Source de nickel

Tableau III.1. Composition chimique et rôle des constituants du bain d'électrodéposition.

III.2.3. Matériels utilisés

Matériel	Type – Model
Agitateur mécanique avec barreau aimanté.	LMS-1003
Générateur de courant continu.	Model 1601
Balance électronique.	FA-2004B
Multimètre.	PM 2517 E

Tableau III.2. Matériels utilisées

III.2.4. Procédure expérimentale

Avant toute déposition, les substrats ont subi un traitement de surface. Les particules de Nb sont de quelques dizaines de nanomètres. La solution est soumise à l'agitation pendant 72h pour assurer une bonne dispersion des particules.

III.2.5. Préparation des électrodes

III.2.5.1. Polissage mécanique

Le polissage est essentiellement une opération de finition, employé pour améliorer l'aspect général des surfaces, avec l'amélioration de l'homogénéité superficielle permet une meilleure résistance à la corrosion. Le polissage préalable facilite l'obtention de dépôts réguliers de faibles épaisseurs et améliore l'aspect des dépôts obtenus. Les substrats sont préparés avant immersion dans les solutions par un polissage avec du papier abrasif de granulométrie décroissante allant jusqu'à 1200 [2].



Fig.III.4. Schéma de polisseuse utilisé dans le polissage mécanique.

III.2.5.2. Dégraissage électrolytique

Après le polissage mécanique nous avons fait le dégraissage de nos substrats dans une solution alcaline contenant un mélange du carbonate de sodium Na_2CO_3 et d'hydroxyde de sodium (NaOH).

La composition du bain de dégraissage est présentée dans le tableau (III.3).
L'opération est réalisée pendant 3 minutes.

Composants	Formule chimique	Concentration (g/L)
Hydroxyde de sodium	$NaOH$	15
Carbonate de sodium	Na_2CO_3	30

Tableau III.3. Composition chimique du bain de dégraissage.

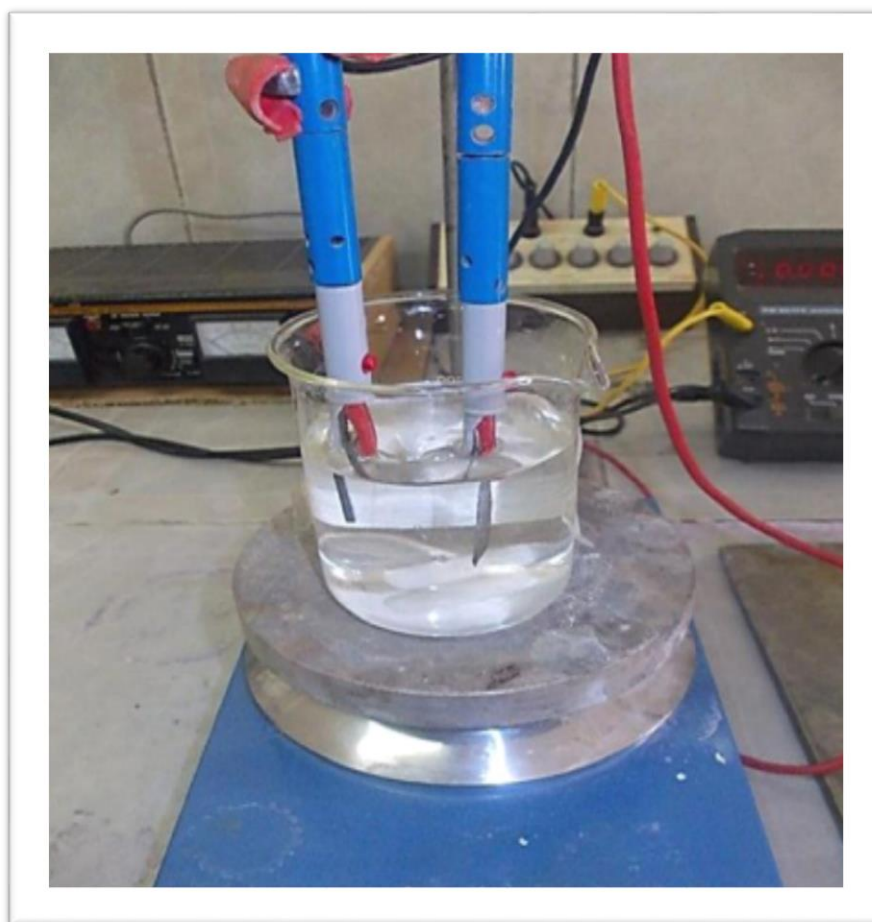


Fig. III.5. Schéma de montage de Dégraissage électrolytique [3].

III.2.5.3. Décapage chimique

Le décapage chimique a été réalisé dans une solution diluée d'acide chlorhydrique (HCl 10% en volume) qui a été préparé a partir d'une autre solution concentré (HCl 37 %). Les échantillons ont été totalement immergés dans la solution acide pendant 2 min [4].



Fig. III.6. Schéma de montage de décapage chimique [4].

III.2.5.4. Rinçage

Après la réalisation de décapage chimique sur des échantillons, on les a rincés immédiatement dans l'eau distillée, l'acétone puis dans la solution de notre bain.

III.2.5.5. Préparation de bain

Il existe quatre principaux types de bains de nickelage : le bain de Watt, le bain de sulfamate de nickel, le bain de chlorure et le bain de fluoroborate. Chacun de ces bains contient un sel métallique majoritaire. Dans notre étude, un électrolyseur de type Watt a été utilisé. Les dépôts de nickel-niobium sont produits par

électrodéposition dans des bains de sulfatation ou de chlorure. La composition chimique des deux bains est présentée dans le tableau III.1 [5].

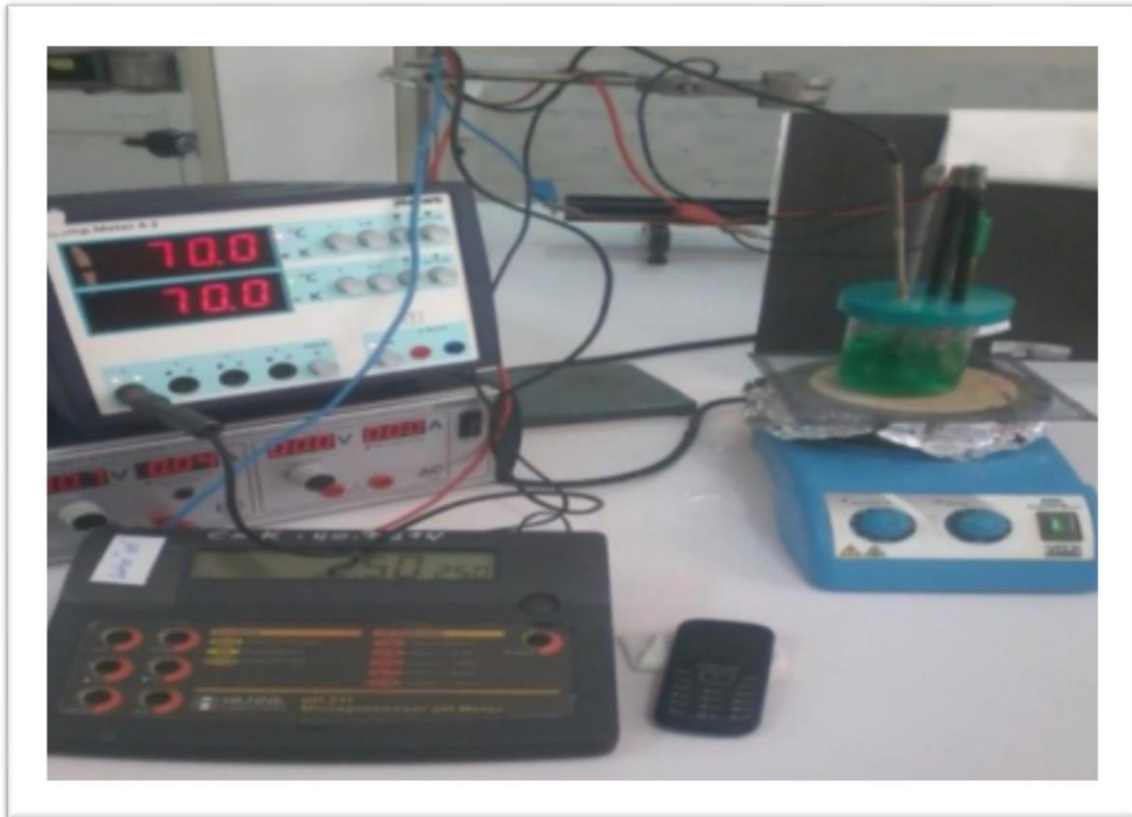


Fig. III.7. Le dispositif expérimental de l'électrodéposition Ni-Nb. [5].

III.3. Résultats et Discussion

Tous les dépôts sont effectués aux conditions opératoires :

- $T = 70\text{ }^{\circ}\text{C}$
- $\text{PH} = 5$
- $t = 1\text{ h}$
- $I = 0.01, 0.03, 0.05, 0.09\text{ A/cm}^2$
- Mode d'agitation : magnétique

L'électrodéposition du nickel et les couches Co-déposées en présence des particules solides de Nb.

III.3.1. Adhérence

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

III.3.2. Étude morpho-structurel des dépôts composites Ni-Nb

III.3.2.1. Morphologie des couches électro déposées

La figure (III.8) montre la morphologie des particules de Nb. La surface spécifique des poudres de Nb était de $0,4566 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ et leur composition chimique typique était de 30 wt-ppm Al, 100 wt-ppm Fe, 50 wt-ppm Si, 600–2 000 wt-ppm Ta, 6 000 wt-ppm O et 2 250 wt-ppm N. La microdureté des particules de Nb était de $230 \pm 15 \text{ VHN}$ [6].

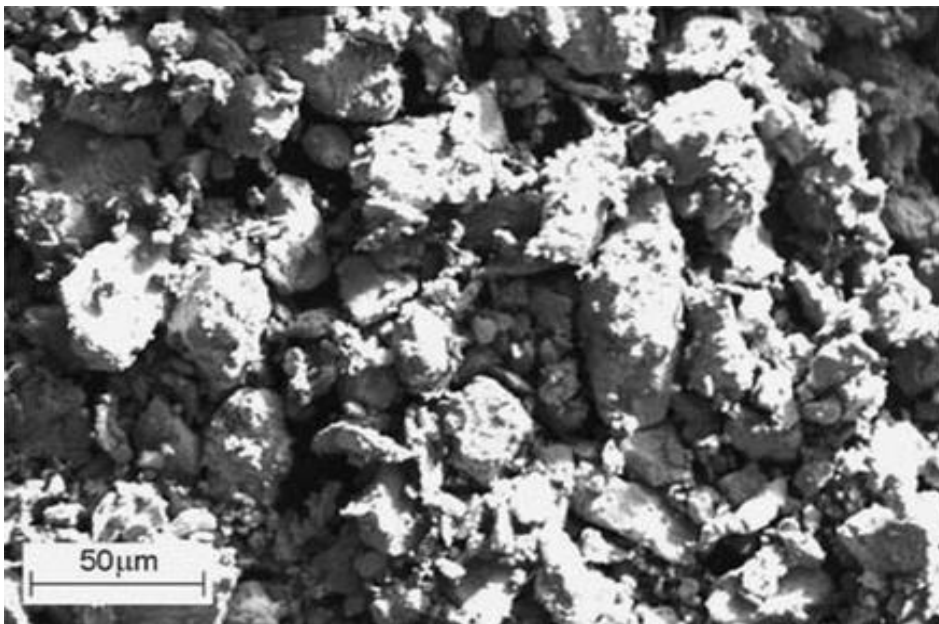


Fig.III.8. Image de MEB des particules de Nb [6].

L'examen de la morphologie des dépôts électrodéposés, obtenus à partir du bain de nickelage pour une densité de courant variée, une durée de 1h, a été réalisé à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Les résultats obtenus sont présentés ci-dessous :

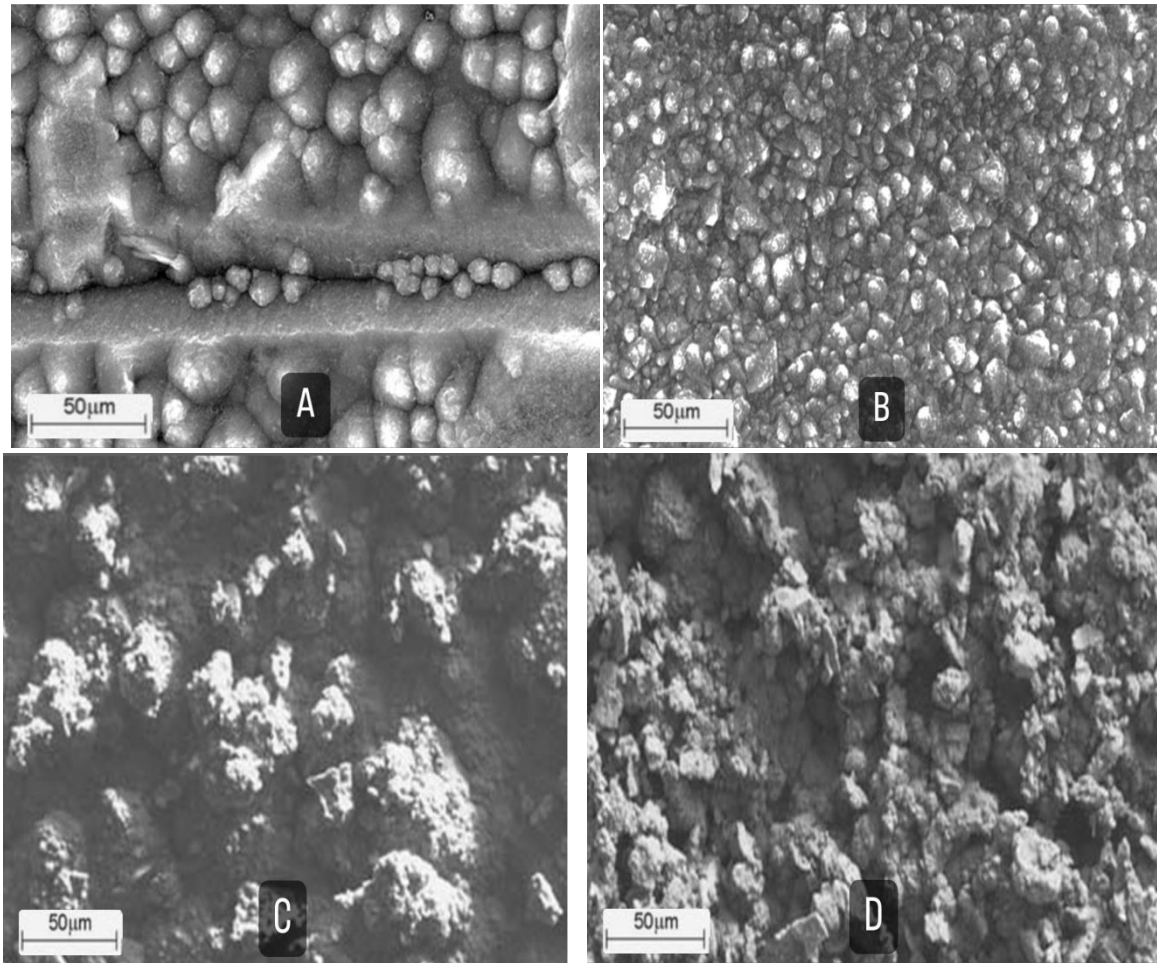


Fig.III.9. Image de MEB des revêtements Ni/Nb avec déférente densité de courant

La figure III.9 montre la morphologie des revêtements Ni–Nb obtenus avec déférente densité de courant. Nous remarquons que la morphologie des dépôts composites Ni–Nb est rugueuse, constituée d'agglomérats nodulaires.

D'autre part des agglomérats plus grands et des surfaces plus rugueuses ont été obtenus pour les revêtements obtenus dans la densité de courant, alors que pour les outre, la rugosité avait tendance à augmenter avec l'augmentation de la densité de courant. Cette déférente de morphologie peut être liée à la fois à la grande taille des particules de Nb utilisées et au taux de nucléation des grains.

III.3.2.2. La diffraction des rayons X (DRX)

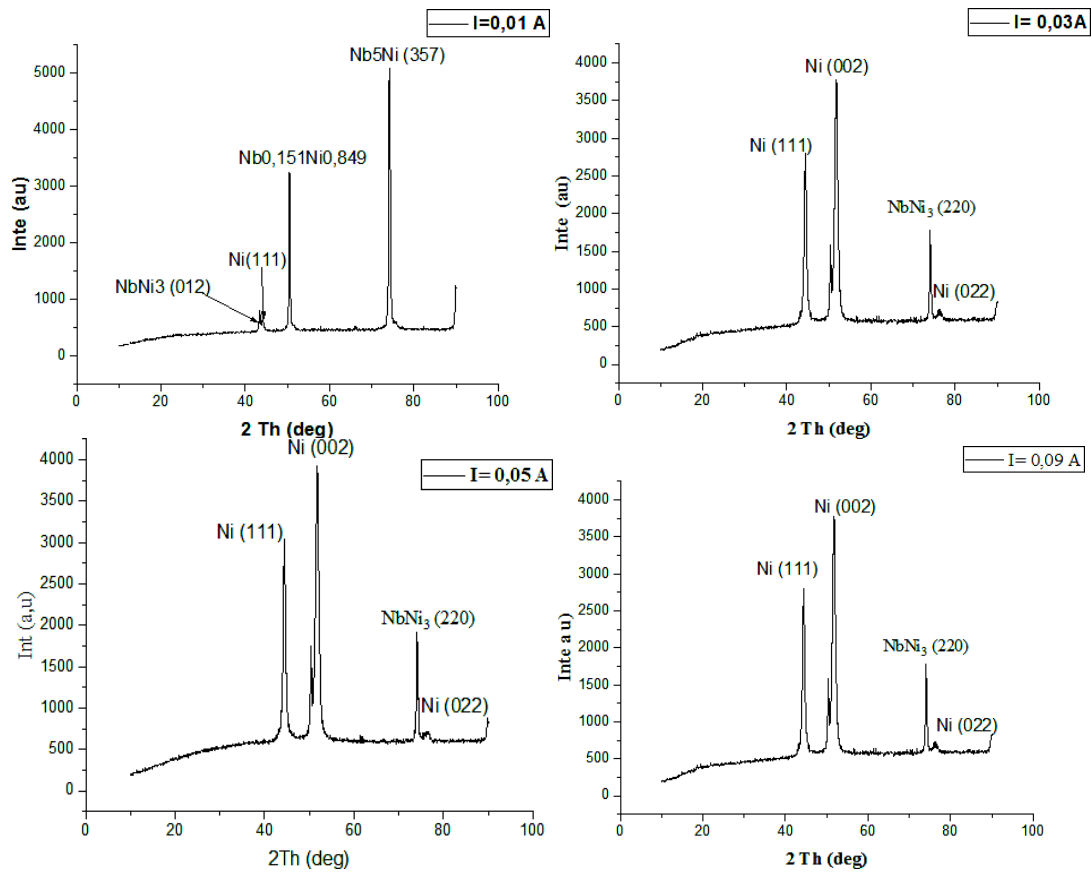


Fig.III.10. Spectres de diffraction des rayons X des revêtements

Dans le tableau III, 4 nous citons les différents pics trouvés et leurs angles et leurs orientations:

(hkl)	(111)		(002)		(220)		(022)		(012)		(357)	
Densité de courant	2θ	I	2θ	I	2θ	I	2θ	I	2θ	I	2θ	I
	(°)	(u.a)	(°)	(u.a)	(°)	(u.a)	(°)	(u.a)	(°)	(u.a)	(°)	(u.a)
0.01	44,11	4,85	50,44	60,01	00		00		43,36	7,66	74,13	100
0.03	44,35	69,04	50,31	32,73	74,01	78	76,25	38,35	00		00	
0.05	44,32	69,04	50,30	32,73	74,00	78	74,02	38,35	00		00	
0.09	44,33	69,04	50,31	32,73	74,01	78	76,25	38,35	00		00	

Tableau.III.4.Les orientations en différentes intensité de courants.

Pour obtenir les indices de Miller des plans de nos couches, nous avons utilisé le fiché ASTM de nickel et de niobium

À partir des spectres de diffraction des rayons X de nos dépôts on peut dire : Un faible décalage des pics qui traduit par la création des contraintes.

Les Figures (III, 10, a), (III, 10, b), (III, 10, c) et (III, 10, d): représentent successivement les revêtements de 0.01A, 0.03A, 0.05A et 0.09A. Dans ces spectres en présence de courant dans le bain de nickelage l'orientation préférentielle des cristaux de Ni change.

Quant intensité de courant I=0.03, 0.05, 0.09 A : le pic de diffraction (200) de Ni diminue, pendant que le pic de diffraction (111) augmente en intensité par rapport intensité de courant I=0.01A. Ce qui est du probablement à une structure compacte.

L'élargissement des pics de diffraction et la diminution de leurs intensités peuvent être dus à la réduction de la taille des grains et l'introduction des défauts cristallins.

III.3.2.2.1. Taille des cristallites

La taille des cristallites a été déterminée à l'aide de l'équation de Scherrer modifiée par Warren Biscoe.

$$D = \frac{0.94\lambda}{\beta \cos(\theta)}$$

Tell que :

θ : Est la position du pic dans le diffractogramme des Rayons X.

β : Est relatif à l'intégrante élargissement du pic (en radians) qui été approchée à la largeur à mi-hauteur (LMH).

λ : Est la longueur d'onde (en Å).

τ : Est la taille des cristallites [7].

A partir des valeurs de la taille des cristallites de Ni pour les dépôts obtenus, nous observons qu'elle est influencée par la densité de courant.

Suite à l'augmentation de la densité de courant nous observons une augmentation de la taille des cristallites des dépôts Ni-Nb. La valeur maximale 45,91 nm pour le dépôt Ni-Nb (0.03A.dm⁻²) ; et une valeur minimale 37.10 nm pour le dépôt Ni-Nb (0.01 A.dm⁻²), tableau

III.11

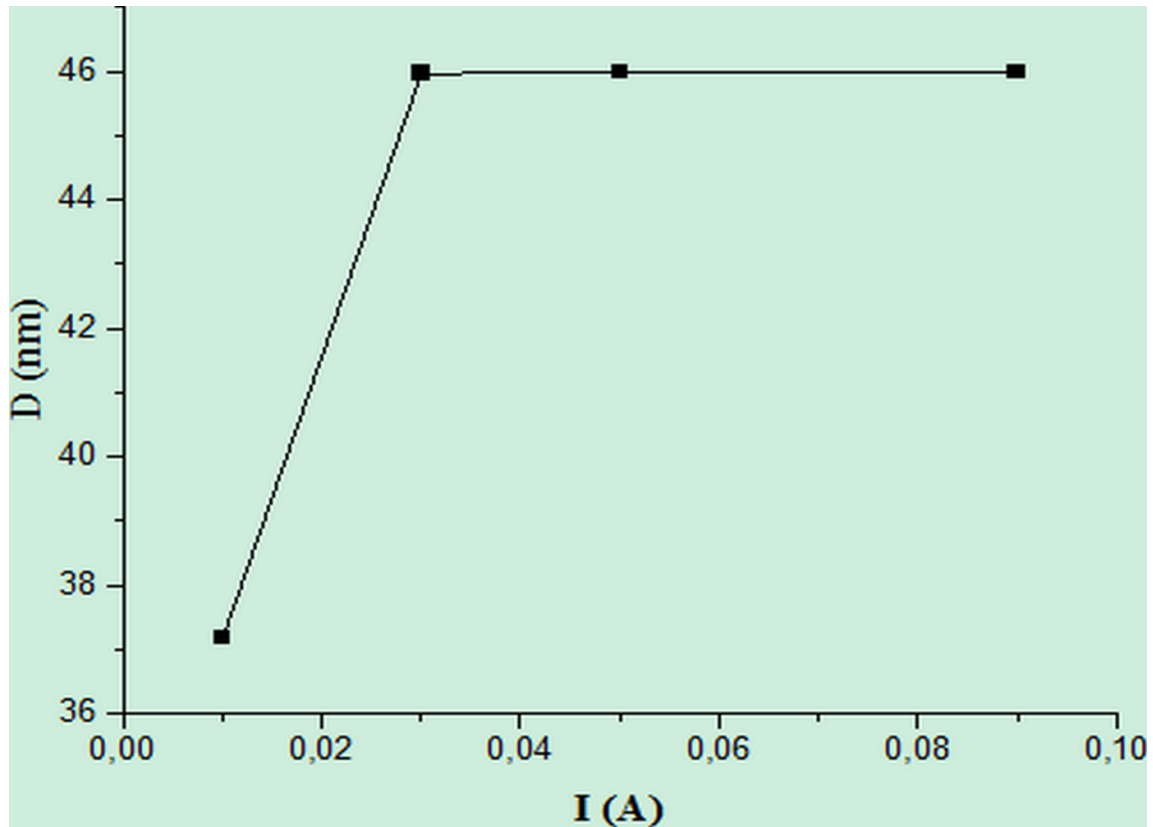


Fig. III.11. Taille des cristallites des revêtements Ni-Nb.

III.3.3. Etude de propriétés mécaniques

III.3.3.1. Epaisseurs des dépôts

Pour calculer l'épaisseur des dépôts, nous utilisons la loi de Faraday qui stipule que la masse (g) du dépôt est proportionnelle au courant I(A) qui traverse la cuve électrolytique pendant un temps (1h) [8].

$$e = \frac{\Delta m}{\rho \cdot S}$$

Tel que :

e : L'épaisseur réelle du dépôt (cm)

Δm : Masse de dépôt (g)

ρ : Masse volumique (g/cm^3).

S : La surface immergée dans le bain (cm^2).

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant.

Densité de courant ($A \cdot dm^{-2}$)	m_i (g)	m_f (g)	Δm (g)	Épaisseur (nm)
0.01	0,6326	0,6341	0,0015	0,00033708
0.03	0,669	0,6938	0,0248	0,00557303
0.05	0,6675	0,7109	0,0434	0,00975281
0.09	0,6721	0,7607	0,0886	0,01991011

Tableau. III.6. Épaisseurs des revêtements

A partir de tableau (III.6), on déduit que la valeur de l'épaisseur augmente avec l'augmentation de la densité de courant (relation proportionnelle entre l'épaisseur et le courant imposé) comme il est illustré dans la figure III.12.

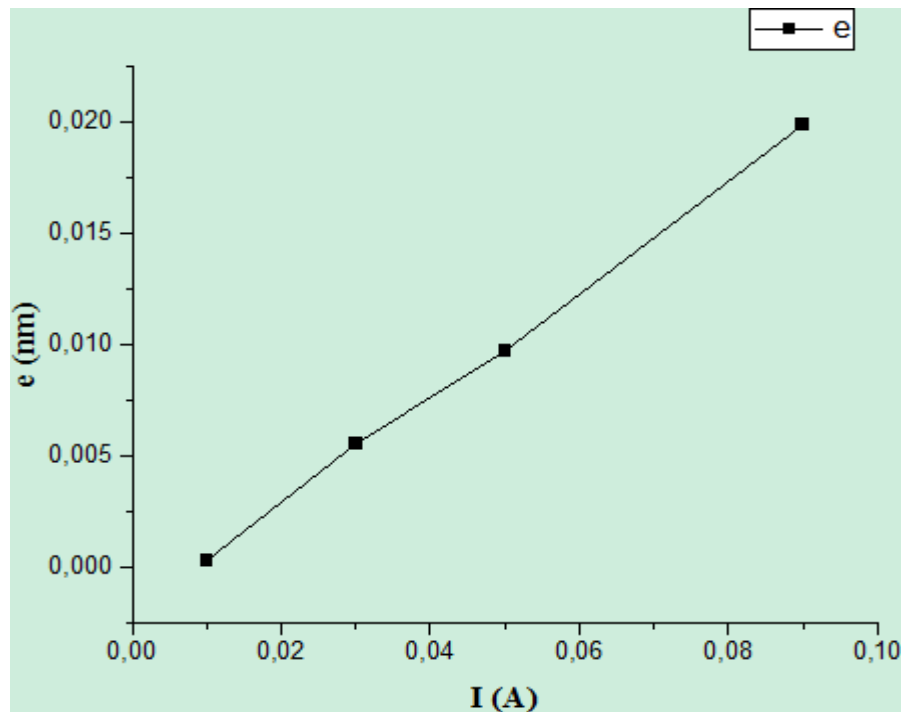


Fig.III.12.Variation de l'épaisseur des dépôts composites électro déposés en fonction de la densité de courant.

III.3.3.2. Dureté des revêtements de Ni-Nb

La figure III.13: montre la dureté des échantillons revêtus de Ni-Nb, la valeur est la valeur moyenne de quatre mesures. Il est évident que la dureté du revêtement Ni-Nb augmente avec l'augmentation de la densité de courant, et la valeur de la densité de courant atteint une valeur maximale de $0,03 \text{ A.dm}^{-2}$.

On voit clairement que le revêtement atteint une dureté plus élevée à une densité de courant de $0,03 \text{ A.dm}^{-2}$. Au-dessus de cette valeur, une diminution de la dureté est observée. Autrement dit. La dureté de revêtement obtenue à $0,03 \text{ A.dm}^{-2}$ est la plus élevée : $610,47 \text{ HVN100}$, tandis que la dureté de revêtement de l'échantillon à $0,01 \text{ A.dm}^{-2}$ est de $295,65 \text{ HVN100}$.

La diminution de la dureté des échantillons à $0,03 \text{ A.dm}^{-2}$ et $0,09 \text{ A.dm}^{-2}$ s'explique par la présence de fissures d'une part et la séparation des grains, d'autre part. De plus, du fait de la présence de composés NiNb_3 dans le revêtement, la dureté augmente.

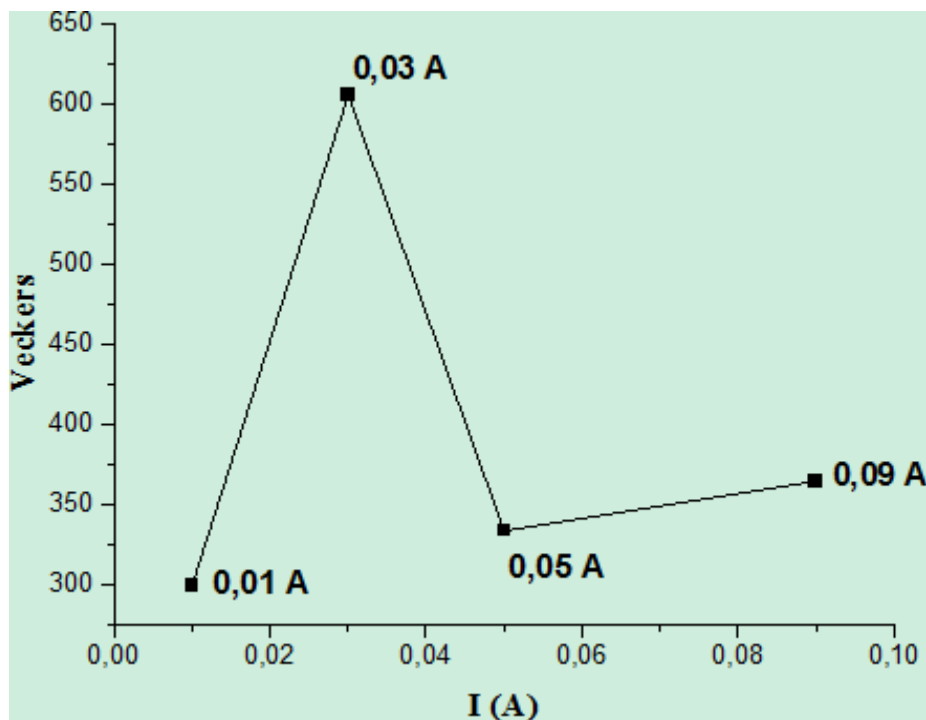


Fig.III.13. Variation de la micro dureté des dépôts composites électro déposés en fonction de la densité de courant.

*Références
Bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] A. Charlot, Élaboration et caractérisation de revêtements submicroniques obtenus par électrodéposition de nanoparticules de silice, these doctorat 2014, l'École Nationale Supérieure de Chimie de Montpellier.
- [2] L. Tahraoui, l'effet de la concentration de Cr sur l'électrodéposition d'un dépôt composite Zn-Co-Cr, these doctorat 2021, Université Mohamed Khider Biskra.
- [3] L. Farid, Etude de l'efficacité inhibitrice des composés cycliques soufrés dans des milieux acides sur des dépôts composites élaborés par voie électrolytique, these doctorat 2021, Université Mohamed Khider-Biskra.
- [4] A. Hamada, Optimisation de la procédure d'électrodéposition des revêtements anti-corrosifs nickel-alumine réalisés sur des substrats en acier, these doctorat 2017, Université de Batna 2.
- [5] https://www.researchgate.net/figure/Dispositif-experimental-de-lelectrodeposition_fig8_348900825
- [6] A. Robin Æ R. Q. Fratari, Deposition and characterization of nickel–niobium composite electrocoatings, *J Appl Electrochem* (2007) 37:805–812.
- [7] T. Turki, A. Aissa, H. Agougui, M. Debbabi, synthèse, affinement structural et étude spectroscopique par IR et RMN-MAS des hydroxyapatites mixtes Calcium-Zinc, *Journal de la Société Chimique de Tunisie*, 2010, 12, 161-172.
- [8] https://fr.wikipedia.org/wiki/Loi_de_Lenz-Faraday

Conclusion Générale

Conclusion Générale

L'objectif principal de ces travaux était de mieux comprendre d'une part l'influence de la densité de courant, d'autre part, l'étude de l'efficacité inhibitrice des composés cycliques soufrés sur les propriétés des alliages Ni-Nb électrodéposés en régime continu sur des substrats d'acier préalablement traités.

La procédure expérimentale a été optimisée de manière à assurer la reproductibilité des résultats et de minimiser la contamination des dépôts. La caractérisation du revêtement est réalisée à l'aide de diverses techniques d'analyse, telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X (DRX). Ces analyses permettent d'évaluer la composition chimique, la morphologie, la structure cristalline et les propriétés mécaniques du revêtement.

Les résultats de la thèse démontrent que le revêtement à base de nickel-niobium présente des caractéristiques prometteuses pour diverses applications.

- Les tests sur la qualité des dépôts (choc thermique) effectués pour tous les dépôts électrodéposés nous amène à conclure que les revêtements élaborés ont une très bonne adhérence avec une surface lisse, sans défauts apparents et une interface bien liée entre le revêtement et le substrat.
- La morphologie des dépôts, examinée par microscopie électronique à balayage a mis en évidence que la morphologie évolue différemment selon la densité de courant appliquée, Nous remarquons que la rugosité avait tendance à augmenter avec l'augmentation de la densité de courant. Cette différence de morphologie peut être liée à la fois à la grande taille des particules de Nb utilisées et au taux de nucléation des grains.
- Les résultats de l'analyse DRX montrent que le revêtement nickel-niobium a une structure cristalline appropriée. Si la structure cristalline est bien formée et correspond à celle attendue pour le nickel-niobium. On peut remarquer que l'épaisseur augmente avec l'augmentation de la densité de courant et l'augmentation de la taille des cristallites des dépôts Ni-Nb avec l'augmentation de la densité de courant nous observons une valeur maximale 45,91 nm pour le dépôt Ni-Nb (0.03A.dm⁻²).
- la rugosité avait tendance à augmenter avec l'augmentation de la densité de courant.

- une dureté élevée et une meilleure résistance à la corrosion. Ces caractéristiques en font un candidat prometteur pour les applications nécessitant une protection contre l'abrasion et la corrosion.
- Le test de micro-dureté, sur les différents revêtements électro déposés, a montré que ces derniers possèdent une bonne dureté. On remarque que le revêtement atteint une dureté plus élevée à une densité de courant de 0,03 A.dm⁻². Au-dessus de cette valeur, une diminution de la dureté est observée. Cette diminution de la dureté des échantillons s'explique par la présence de fissures d'une part et la séparation des grains.