

Ce chapitre est exclusivement réservé à l'étude expérimentale. Nous avons effectué une série des essais et des tests préliminaires de notre substrat plongés dans les différents bains électrolytiques. Ces tests sont nécessaires pour étudier les différents substrats que nous disposons et d'observer leurs états de surface, ce sont des tests chronoampérométriques, voltampérométriques... Les échantillons ainsi sélectionnés, constituent alors les futures électrodes de travail dans les différentes manipulations électrochimiques. L'étude cinétique des dépôts de nickel fait le commencement de toute l'étude électrochimique réalisée, dans les trois bains déjà cités. Après cela nous avons réalisés les différents dépôts sous contrôle potentiostatique. Les résultats ainsi obtenus sont ensuite exploités pour étudier la nucléation et la croissance des cristaux de nickel sur le substrat Pt/Si(100). Enfin la dernière partie de l'étude expérimentale est consacrée à la caractérisation de nos dépôts. La diffraction des rayons X a été mise à profit pour la caractérisation structurale, tandis que la microscopie à force atomique nous a servi pour la caractérisation morphologique des dépôts.

III-1 Etude électrochimique

Les bains électrolytiques constituent la partie la plus critique dans cette étude, nous avons étudié la cinétique des dépôts de nickel dans les trois milieux : chlorures, sulfates et le milieu dit de Watts utilisé dans la galvanoplastie traditionnelle.

Nous étudierons tout d'abord par voltampérométrie cyclique le comportement électrochimique de l'électrode Pt/Si (100) plongée dans les trois bains: (sulfates : Na_2SO_4), (chlorures : NiCl_2) et Watts (Na_2SO_4 , NiCl_2). Avant toute expérience, les bains électrolytiques subissent un dégazage par l'azote pendant 20 mn. Cette étude nous permet de faire une comparaison des trois milieux en présence des ions de nickel et également en absence de ces derniers.

III-1-1 Voltamétrie cyclique

La figure III-1 présente deux voltampérogrammes correspondant à notre électrode de travail plongée séparément dans deux électrolytes supports associée milieux sulfates et chlorures (électrolyte exempts des ions de nickel). Ces courbes montrent qu'un courant cathodique relatif à la réaction de dégagement d'hydrogène apparaît bien avant dans le milieu sulfates que dans le milieu chlorures. Cela indique que la surtension de l'hydrogène est plus grande dans les milieux chlorures que dans le milieu sulfates. C'est pour cette raison, que beaucoup de travaux concernant l'électrodéposition de nickel ont utilisés le milieu chlorure que le milieu sulfate. A la limite choisie du balayage négatif, le courant cathodique dans le

milieu sulfate est supérieur à celui observé dans le milieu chlorure. Ceci est en accord avec les résultats observés par Orinakova et all. [1]. Le milieu Watts ne diffère pas trop du milieu sulfate, c'est la raison pour laquelle nous n'avons pas présenté la courbe voltamétrique correspondante.

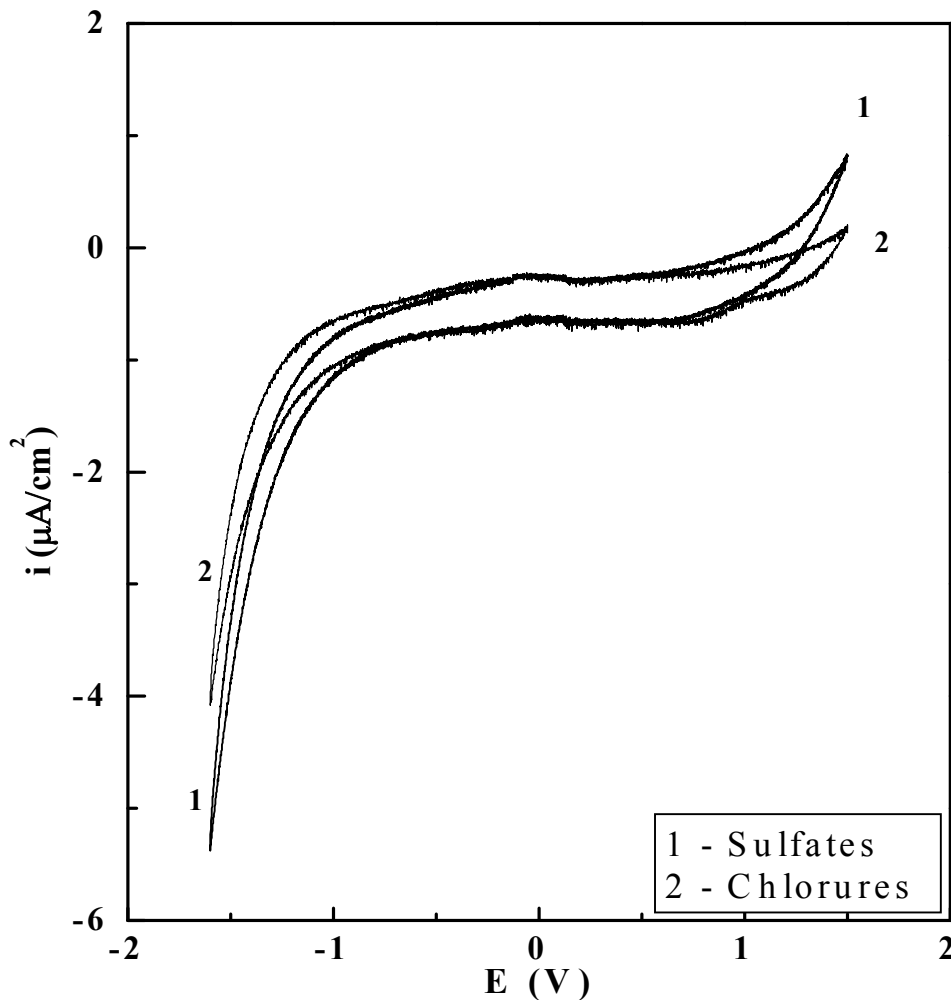


Figure III.1: Voltamétrie cyclique de l'électrode Pt/Si plongée dans les deux électrolytes supports : 1) sulfate et 2) chlorure. T = 21°C et pH = 3.8

De la même manière, nous avons étudié la réponse de notre électrode de travail plongée séparément dans les trois milieux contenant les ions de nickel. La figure III-2 montre les courbes voltampérométriques obtenues avec une vitesse de balayage de 5 mV/s dans l'intervalle de potentiel de 0 à -1.2 V en balayage "aller" et de -1.2 à 0.4 V en balayage "retour". L'expérience a été conduite dans les mêmes conditions précédentes de température et de pH. Ces courbes traduisent clairement la différence entre le comportement électrochimique de notre électrode plongée dans les trois bains. On observe durant le balayage

"aller " un premier pic cathodique qui apparaît pour les deux milieux sulfate et Watts à un potentiel d'environ -0.6 V, et à un potentiel d'environ -0.8 V pour le milieu chlorure. Ce pic est caractéristique de la réduction du nickel sur la surface de l'électrode selon la réaction suivante :

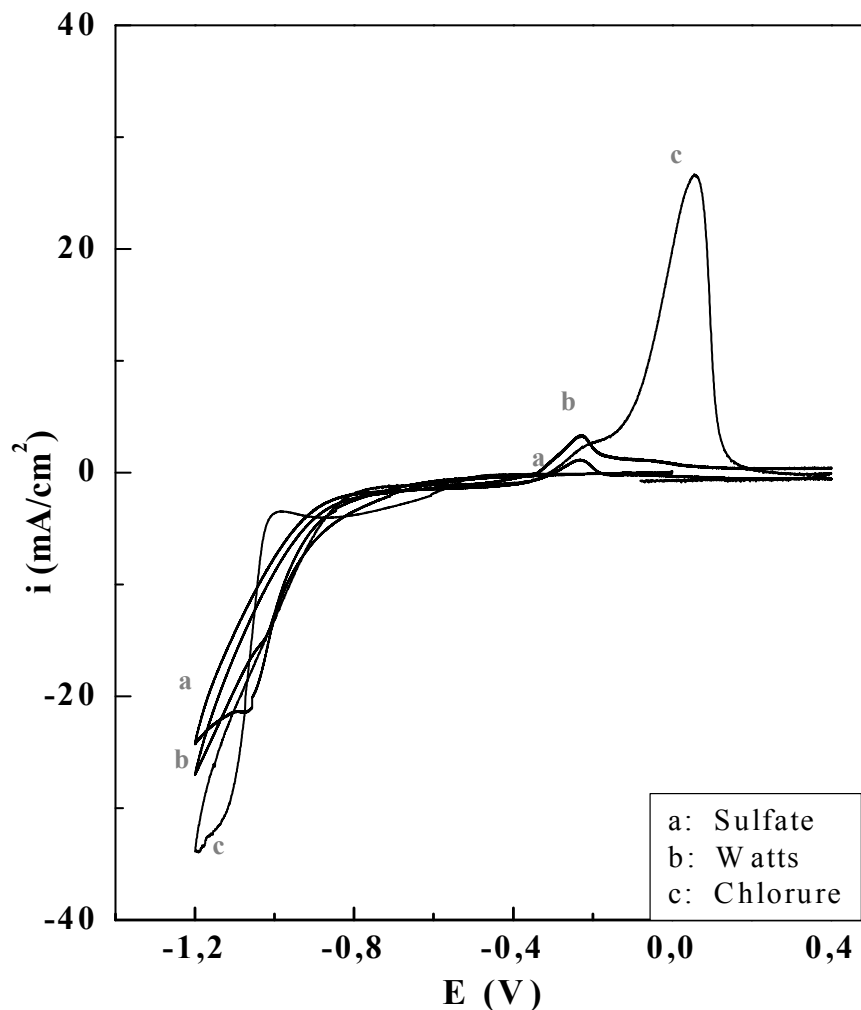
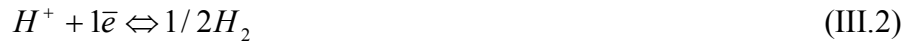


Figure III.2 : Voltamétrie cyclique de l'électrode Pt/Si plongée dans les trois bains électrolytiques : a) sulfate, b) Watts et c) chlorure. $T = 21^{\circ}\text{C}$ et $\text{pH} = 3.8$

Il est bien évident que selon ces voltampérogrammes, le pic de réduction des ions Ni^{2+} est bien considérable dans le milieu chlorure. L'amplitude de ce pic dans ce milieu est environ de -33.5 mA/cm^2 . Quant aux bains sulfates et Watts, une légère différence dans les valeurs de courant est également observée. En continuant le balayage cathodiquement, on observe un

autre pic qui apparaît juste après le premier, ce pic est associé à la réduction des ions H^+ selon la réaction suivante :



Durant le balayage retour, on observe également un pic anodique pour les trois milieux. Ce pic unique qui n'existe pas dans les courbes précédentes est caractéristique de la dissolution de la couche de nickel formée durant le balayage " aller". La réaction d'oxydation qui lui est associée est :



On remarque que la surface sous pic anodique dans le cas du milieu chlorures est incontestablement supérieure par rapport aux autres milieux. Cela traduit bien que le rendement en dépôt de nickel soit meilleur dans ce milieu. Par ailleurs, ce comportement en électrochimie nous incite à penser que l'évolution de l'hydrogène est importante dans les milieux sulfates et Watts qu'en milieu chlorure. Ceci est en accord avec les résultats de la littérature concernant l'électrodéposition du nickel à partir bains chlorures et sulfates [2-3]. Il est bien connu que l'effet d'anion est net dans le processus de dépôt du groupe de Fer (Fe, Co et Ni). L'anion chlorure exerce un effet d'adsorption spécifique dans la cathode et le processus global cathodique passe par la formation des pseudo phases intermédiaires de type MOH^-_{ads} dans lesquelles, les ions chlorures peuvent facilement les transformer en chlorocomplexes de types MCl^-_{ads} , et par conséquent leurs réduction qui se produit sans difficultés en favorisant ainsi à la fin du stade la réduction des ions Ni(II) en Ni. Effectivement, ces effets n'affectent pas uniquement le rendement du dépôt qui se voit meilleur dans ce milieu mais peuvent bien influencer sur les phénomènes de nucléation et croissance des espèces à la cathode [4-5].

Les croisements des branches "aller " et "retour" montrent bien la mise en évidence des phénomènes de nucléation [6-8]. Il est à noter qu'aucun alliage n'est formé entre le substrat et le nickel déposé. On constate de plus que ce pic anodique est beaucoup déplacé vers les potentiels positifs dans le cas du milieu chlorure, par conséquent on peut dire que le nickel est plus noble dans le milieu chlorure que dans le milieu sulfate.

D'après ces analyses, la voltamétrie cyclique apparaît non seulement comme méthode fine pour la caractérisation des réactions d'oxydation et de réduction, mais permet aussi de mettre en évidence les phénomènes de nucléation et croissance des phases formées sur des surfaces de natures différentes de celle de l'élément électrodéposé.

III-1-2 Influence de la vitesse de balayage

Nous avons rencontré des difficultés majeures pour étudier la cinétique de la réaction de dépôt de nickel sur la surface du substrat. L'une de ces difficultés se manifeste par la réaction de dégagement d'hydrogène qui se déroule concurremment avec la réaction de dépôt. Pour se faire, on a choisi d'étudier la cinétique de la réaction d'oxydation de dépôt dans le domaine de potentiel choisi. Les deux bains ciblés dans cette partie sont les bains chlorures et sulfates. Le bain Watts a été exclu vue qu'il ne manifeste pas de grande différence avec celui des sulfates.

La figure III-3 illustre l'influence de la vitesse de balayage du potentiel en milieu sulfate. Selon ces courbes, il apparaît bien que l'intensité du pic anodique est proportionnelle à la vitesse de balayage comme le décrit éventuellement les lois de la cinétique électrochimique.

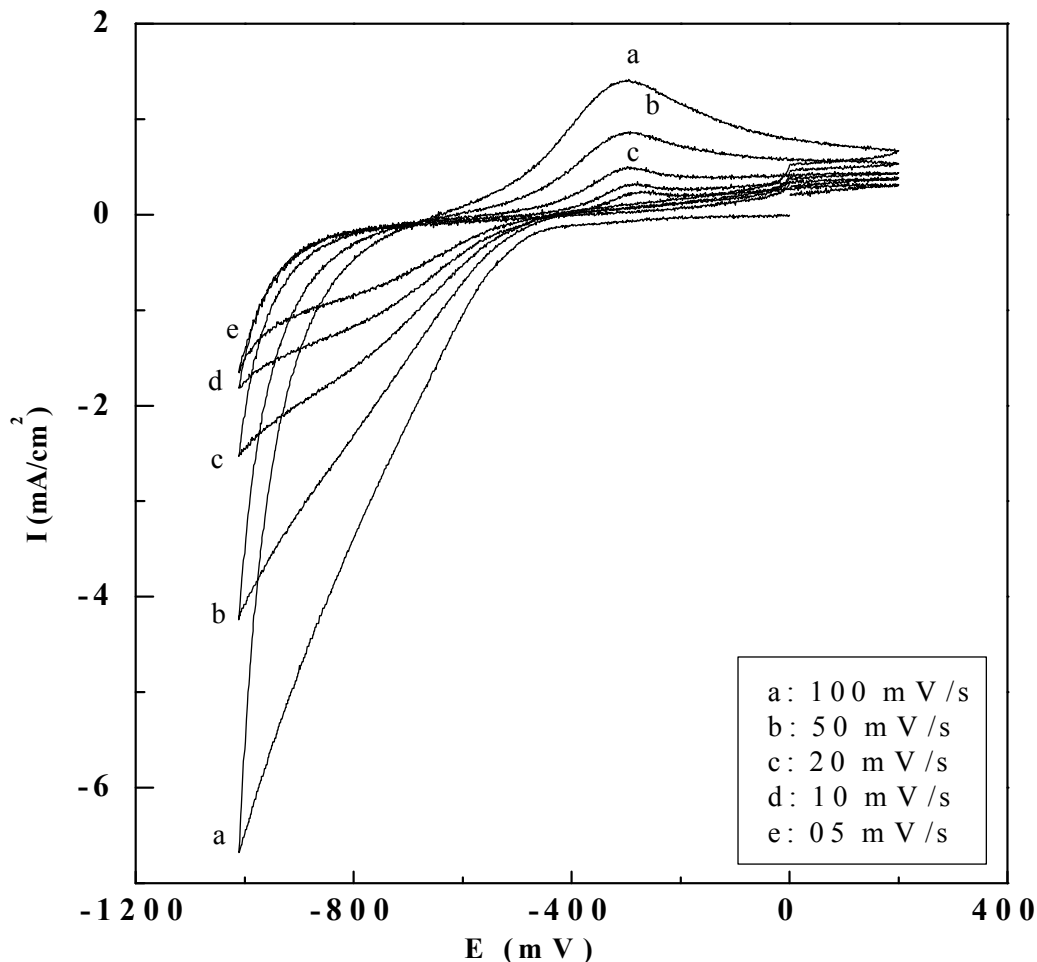


Figure III.3 : Influence de la vitesse de balayage en milieu sulfate, $T = 25^{\circ}\text{C}$ et $\text{pH} \approx 3.9$.

Par ailleurs, il est bien évident que pour des vitesses de balayage élevées, les phénomènes de nucléation ne sont pas décelés par voltamétrie cyclique, c'est pour cette raison qu'on trouve dans la littérature toutes les études électrochimiques qui tentent de mettre en évidence ces phénomènes, sont réalisées à faibles vitesses de balayage.

Pour connaître à quelle cinétique est régie la réaction d'oxydation du nickel, nous avons tracé l'évolution de l'intensité du pic en fonction de la racine carrée de la vitesse de balayage. La courbe obtenue (Figure III-4) est une droite, qui indique que le processus de la dissolution du nickel obéit à une cinétique de diffusion.

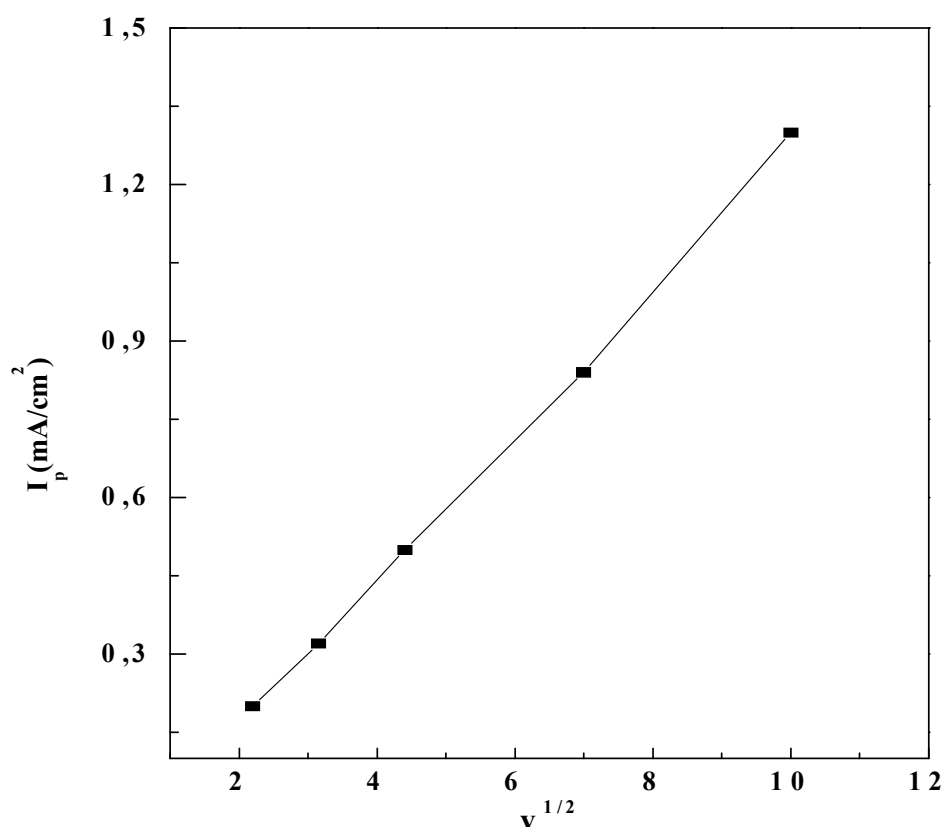


Figure III.4 : Variation des courants de pic en fonction de la vitesse de balayage, milieu sulfate.

L'influence de la vitesse de balayage est également étudiée en milieu chlorure. La figure III-5, rassemble les courbes obtenues pour trois vitesses de balayage (2, 5 et 10 mV/s). Il nous semble que les intensités des pics sont proportionnelles à la racine carrée de la vitesse de balayage du potentiel. Cela suppose que la cinétique du processus de dissolution du nickel est la même dans ce milieu que dans le milieu sulfate.

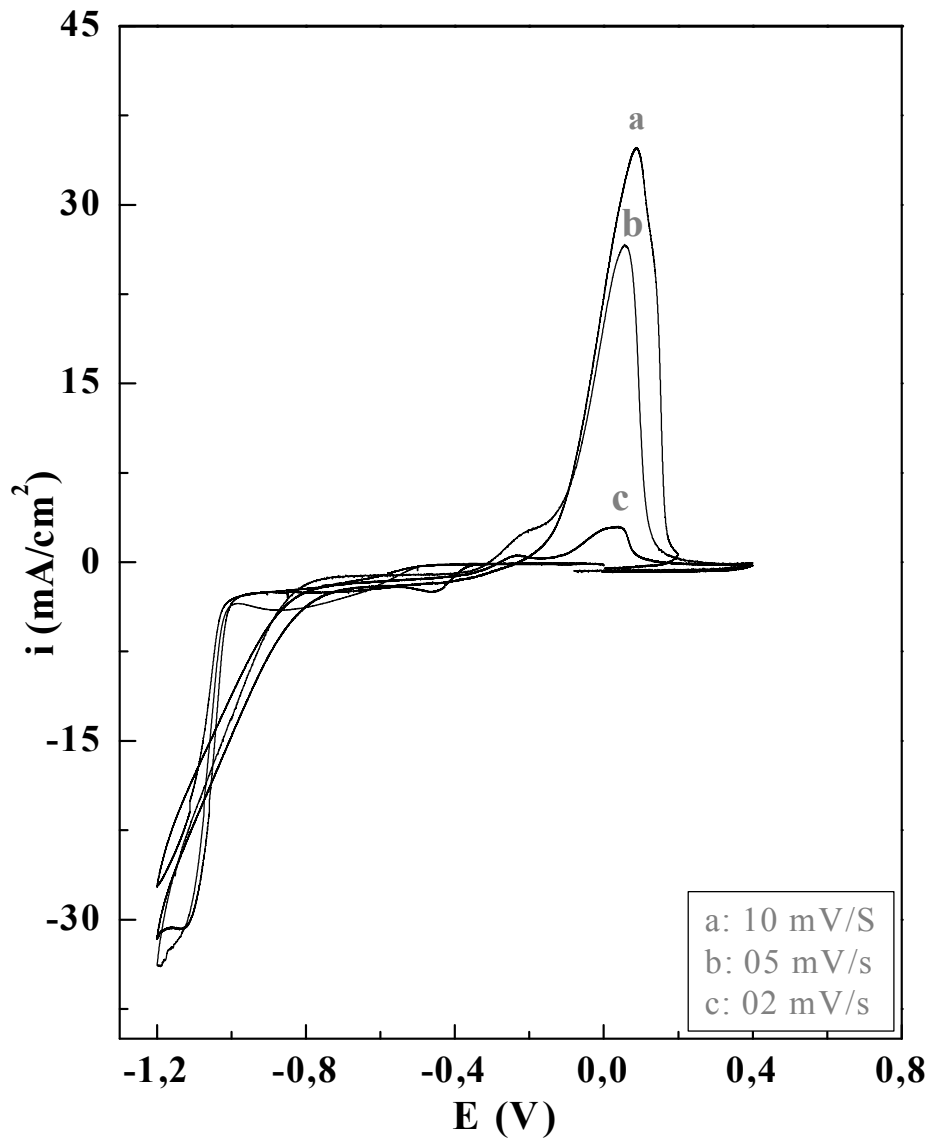


Figure III.5 : Influence de la vitesse de balayage en milieu chlorure, $T = 25^{\circ}\text{C}$ et $\text{pH} \approx 3.9$

III-1-3 Influence de la concentration des ions de nickel

D'après la loi de Nernst, si la concentration augmente le potentiel augmente aussi. En effet, nous avons présenté sur la figure III-6 les voltampérométries pour une série de concentration allant de 0.01 M à 1 M. en milieu sulfate. En augmentant la concentration des ions Ni^{2+} , la masse déposée durant le balayage "aller" augmente et les déplacements des potentiels de pics vers les potentiels positifs est clairement observés. Nous avons présenté cette étude de l'effet concentration dans le régime purement diffusionnel, c'est-à-dire que la solution et l'électrode sont immobiles (sans agitation).

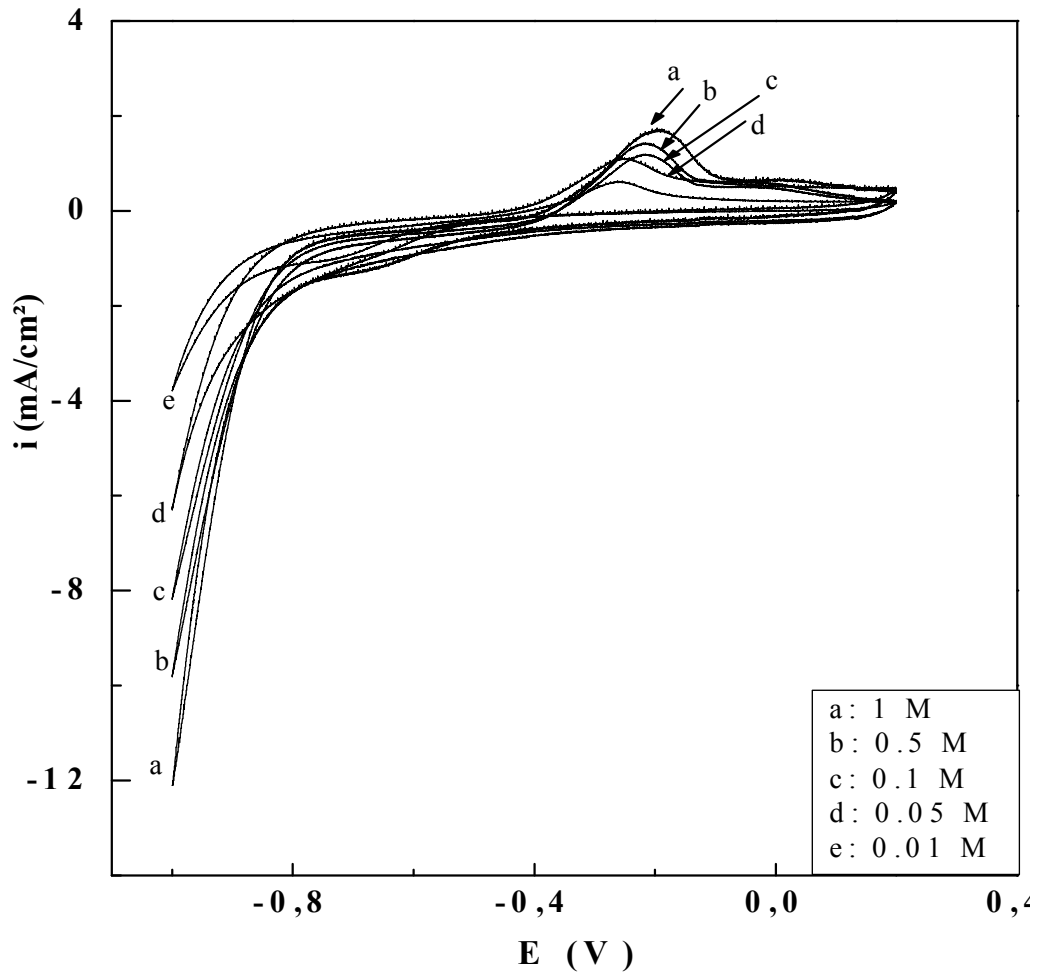


Figure III.6 : Voltamétrie cyclique pour différentes concentrations en milieu sulfate, $T = 25^{\circ}\text{C}$ et $\text{pH} \approx 3.9$

III-2 Elaboration des films de nickel

Après avoir observé attentivement notre substrat par voltamétrie cyclique dans les deux milieux chlorure et sulfate, nous passerons dans ce qui suit à la réalisation des électrodépôts de nickel en différents régimes surpotentiels (sous contrôle potentiostatique). Les électrodépôts étudiés sont réalisés à partir des trois milieux chlorures, sulfates et Watts, pendant une durée de dépôt de 100 s. Les potentiels imposés à l'électrode Pt/Si sont : -1.0, -1.1 -1.2 et -1.3 V.

III-2-1 Bain sulfate

III-2-1-1 Comportement en chronoampérométrie

La figure III-7 regroupe les courbes chronoampérométriques réalisées pour les quatre potentiels imposés à l'électrode Pt/Si plongée dans le bain sulfate à $T = 25^{\circ}\text{C}$ et $\text{pH} \approx 3.9$.

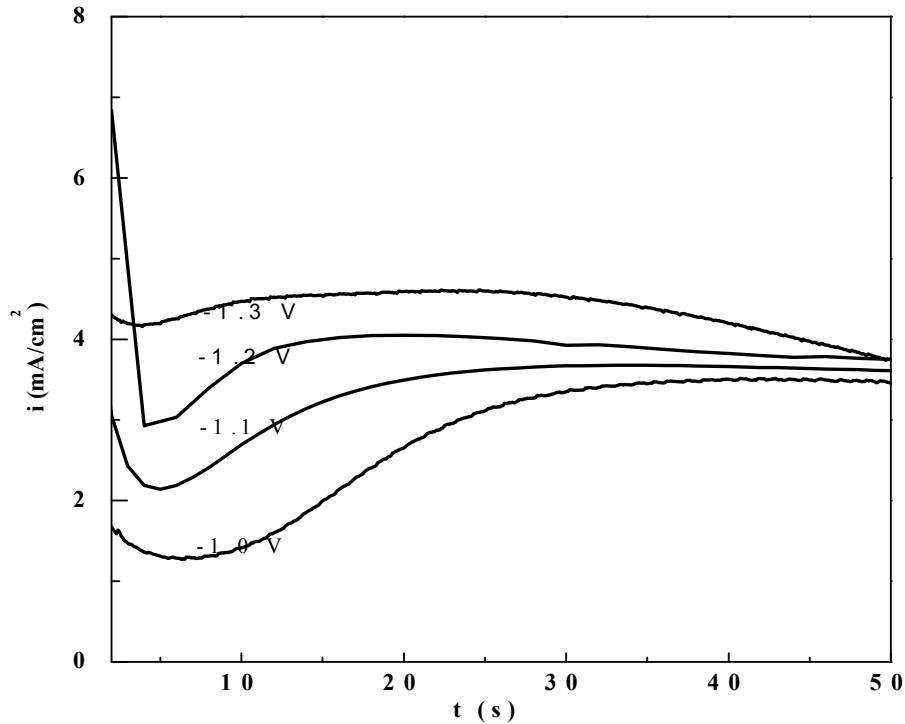


Figure III.7 : Réponse en courant transitoire sur une électrode Pt/Si(100) pour différents régimes surpotentiels, bain sulfate.

En général, ces courbes possèdent la même forme. En effet, au début il y a une diminution brusque de la densité du courant cela est dû à la charge de la double couche [9-10], ensuite cette densité augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale désignée par i_{max} , correspondant un temps maximal t_{max} . Ce comportement montre bien la formation d'une nouvelle phase qui correspond à la nucléation et la croissance des cristaux de nickel. Enfin, un régime pseudo-stationnaire s'établit conformément à l'équation de Cottrell. Les courbes montrent qu'en augmentant le potentiel imposé, les valeurs des maximums de courant (i_{max}) augmentent, et en revanche, les temps de transition t_{max} diminuent. Pour expliquer ce comportement, *Gomez et all* [8] montrent que ce comportement est lié à l'effet du potentiel. En effet, pour des valeurs élevées de ce dernier, il y a formation des hydroxydes qui inhibent la nucléation et qui est traduit par des courants qui cessent après un laps de temps d'augmenter.

III-2-1-2 Nucléation et croissance des dépôts

Le modèle théorique appliqué pour déterminer le mécanisme de nucléation des germes de nickel sur la surface du substrat sont ceux développer par Sharifker et Hills [12]. Ce

modèle plus général dans lequel les phénomènes de recouvrement et le caractère tridimensionnel de la nucléation ont été pris en considération (croissance 3D).

Les courbes présentées dans la figure III-8 représentent une comparaison des résultats expérimentaux obtenus et théoriques (modèle de Sharifker et Hills) au cours du processus de l'électrodéposition de nickel à différents potentiels. Les résultats chronoampérométriques comparés ici sont ceux réalisés avec les potentiels imposés à l'électrode : -1.1, -1.2 et -1.3V. Ces courbes montrent clairement que pour des potentiels -1.2 et -1.3 V la nucléation est instantanée alors que pour du potentiel inférieur elle est progressive.

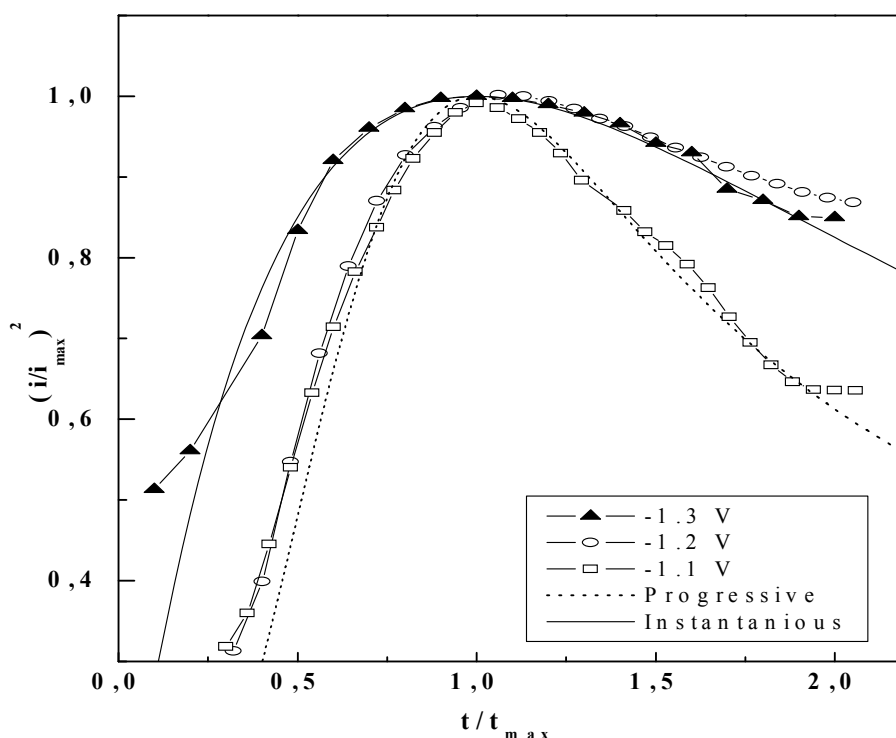


Figure III.8 : Confrontation au modèle de nucléation 3D de la réponse de l'électrode Pt/Si(100) sous différents régimes surpotentiels, bain sulfate.

III.2.1.3 Caractérisation des dépôts

III.2.1.3.a Caractérisation morphologique

Les images sont réalisées à l'aide d'un microscope à force atomique (modèle Nanoscope III de Digital Instrument). Les expériences ont été réalisées à l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS). La figure III-9 présente une image AFM d'un film de nickel réalisé à -1.1 V (bain sulfate). Le film est rugueux de morphologie composée des îlots de hauteurs différents.

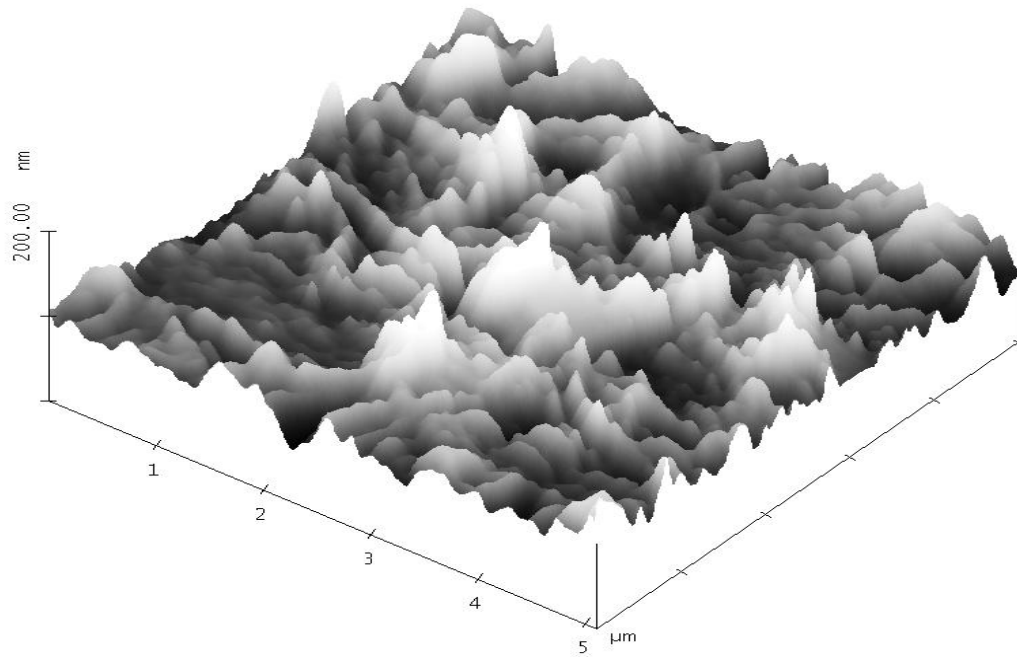


Figure III.9: Image AFM d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1 V, bain sulfate.

Ce film présentera une rugosité de surface relativement faible : 17.53 nm (figure III-10).

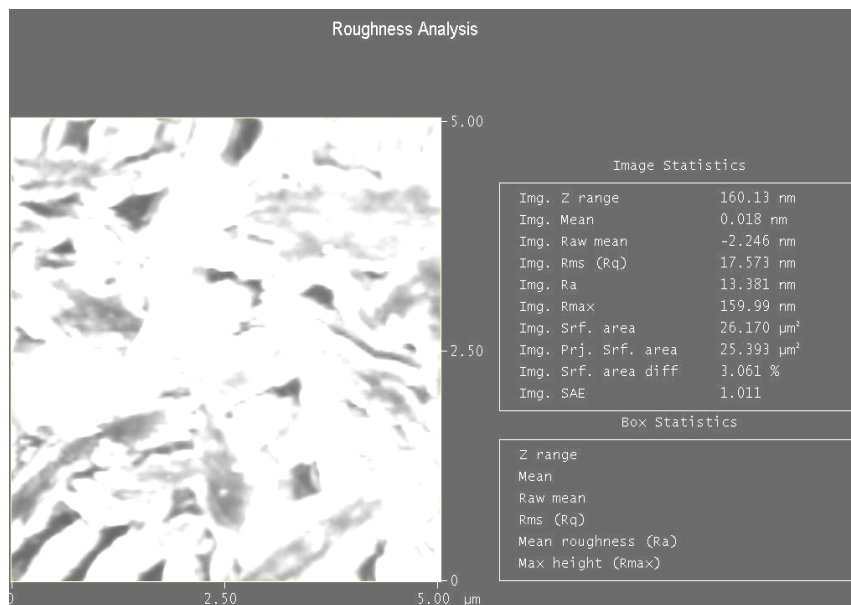


Figure III.10: Analyse de la rugosité de surface d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1 V, bain sulfate.

Afin de remonter aux hauteurs moyennes des grains, un profil de surface a été réalisé et cette hauteur est estimée à 88.39 nm environ (figure III-11).

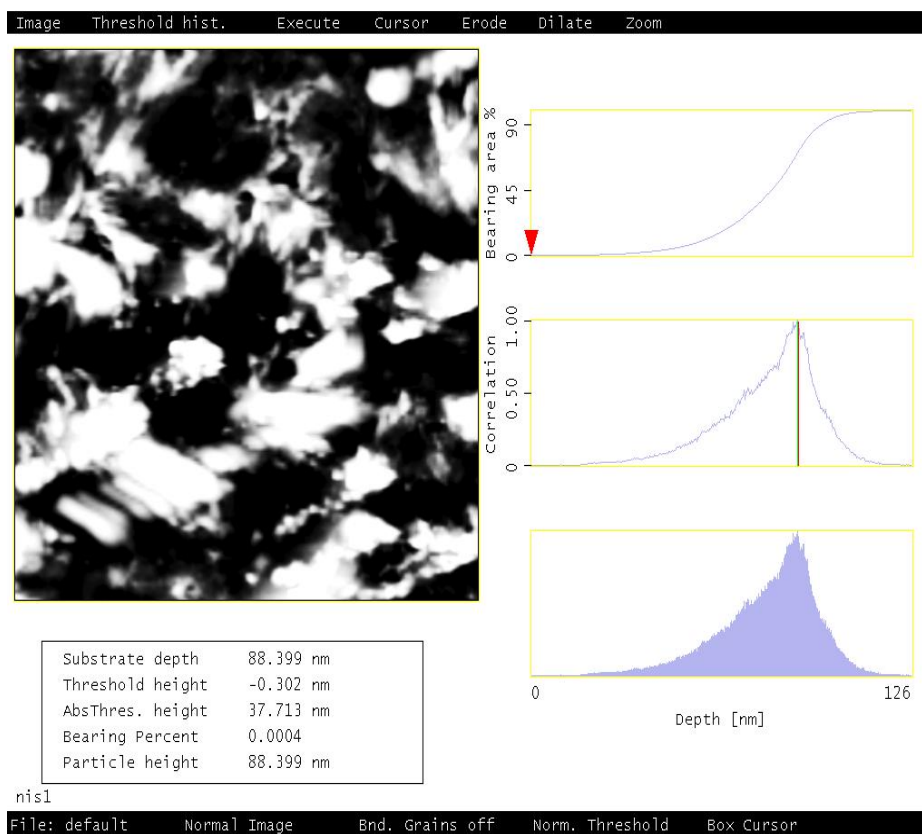


Figure III.11: Hauteur moyenne des grains d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1, bain sulfate.

III.2.1.3.b Caractérisation structurale

La diffraction des rayons X (DRX) aux grands angles a été utilisée pour déterminer la structure cristalline des dépôts de nickel. Les mesures DRX ont été réalisées sur un diffractomètre D5000 SIEMENS également à l'IPCMS. La source utilisée est une anticathode de cuivre $\lambda_{K\alpha} = 1.54 \text{ \AA}$.

Le spectre de diffraction RX obtenu en géométrie $\theta / 2\theta$ sur un film de nickel élaboré en milieu sulfate est reporté sur la figure III-12. On retrouve sur ce spectre un pic intense situé à $2\theta = 44.54^\circ$ attribué au nickel cfc selon une orientation (111), et un autre pic à $2\theta = 52.01^\circ$, position attendue pour le pic (200) du nickel. Il semble qu'une orientation préférentielle suivant la direction (111) se développe. Ces résultats sont fréquemment observés dans les films de nickel électrodéposés à partir de bains sulfates, sulfamates et Watts où les ions sulfates prédominent devant ceux des chlorures [13-15].

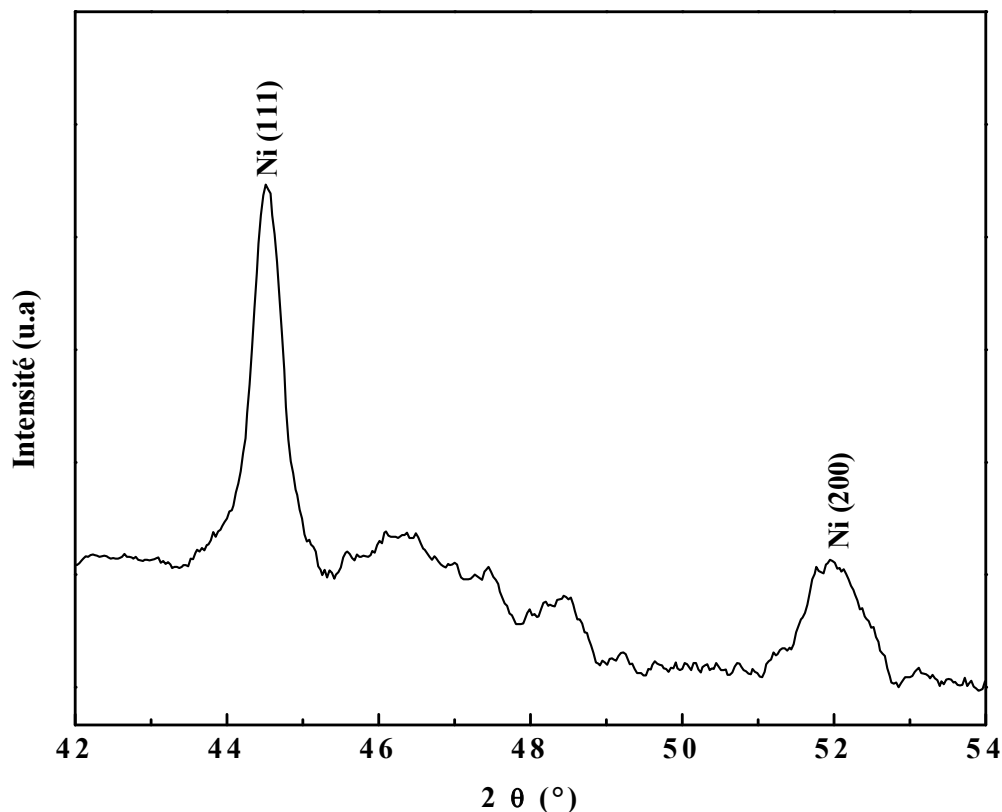


Figure III.12: Spectre de diffraction RX pour un film de Ni électrodéposé à partir d'un bain sulfate.

III.2.1.3.c Caractérisation magnétique

Les mesures d'aimantation en fonction du champ ont été réalisées à température ambiante jusqu'à 20 kOe par magnétométrie à gradient de champ alternatif (AGFM; Alternating Gradient Force Magnetometer), le champ étant appliqué parallèlement au plan des couches. Egalement, ces mesures ont été réalisées à IPCMS. Nous présenterons sur la figure III-13, les cycles d'hystérésis obtenus sur deux échantillons de nickel électrodéposés à -1.0 et -1.1 V. Ces courbes d'hystérésis montrent bien que l'aimantation est dans le plan de l'échantillon. Les propriétés magnétiques des couches de nickel sont comparables à celle du nickel massif. En effet, la magnétisation à saturation atteint la valeur de nickel à l'état massif (480 emu/cm^3).

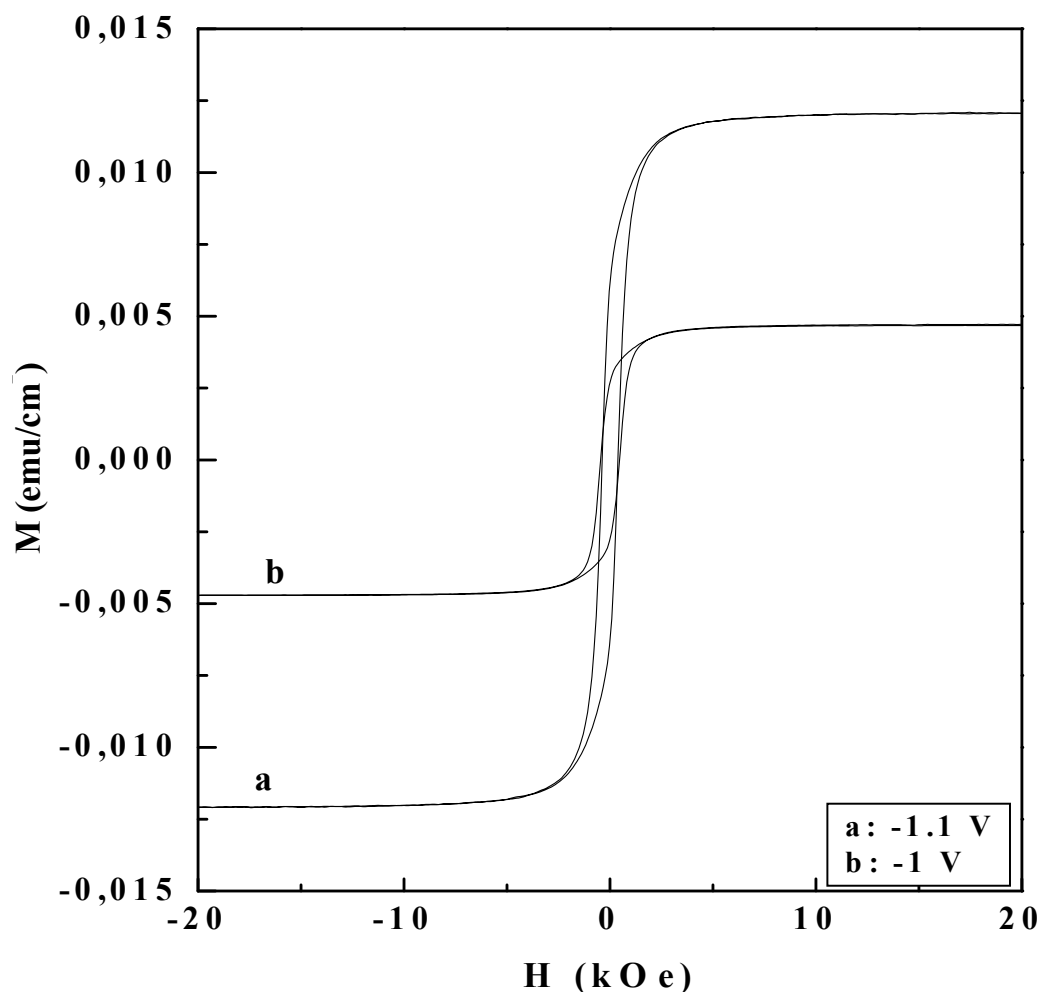


Figure III.13 : Cycles d'hystérésis obtenus sur deux films de Ni élaborés à -1.0 et -1.10 V, bain sulfate et $\text{pH} = 3.9$.

III-2-2 Bain chlorures

III-2-2-1 Comportement en chronoampérométrie

La différence par rapport au milieu sulfate est remarqué dans les temps de transition. Le milieu chlorure donne des temps de transition plus courts notamment pour les potentiels imposés les plus élevés. Le régime de diffusion et le comportement de Cottrell sont rapidement atteints. Cela est probablement due à la vitesse de dépôt qui semble beaucoup plus rapide que dans le cas précédent. Outre les espèces intermédiaires formées à la cathode, faciles à réduire, sont à l'origine de ce comportement. Les courbes chronoampérométriques correspondants sont illustrées dans la figure III.14.

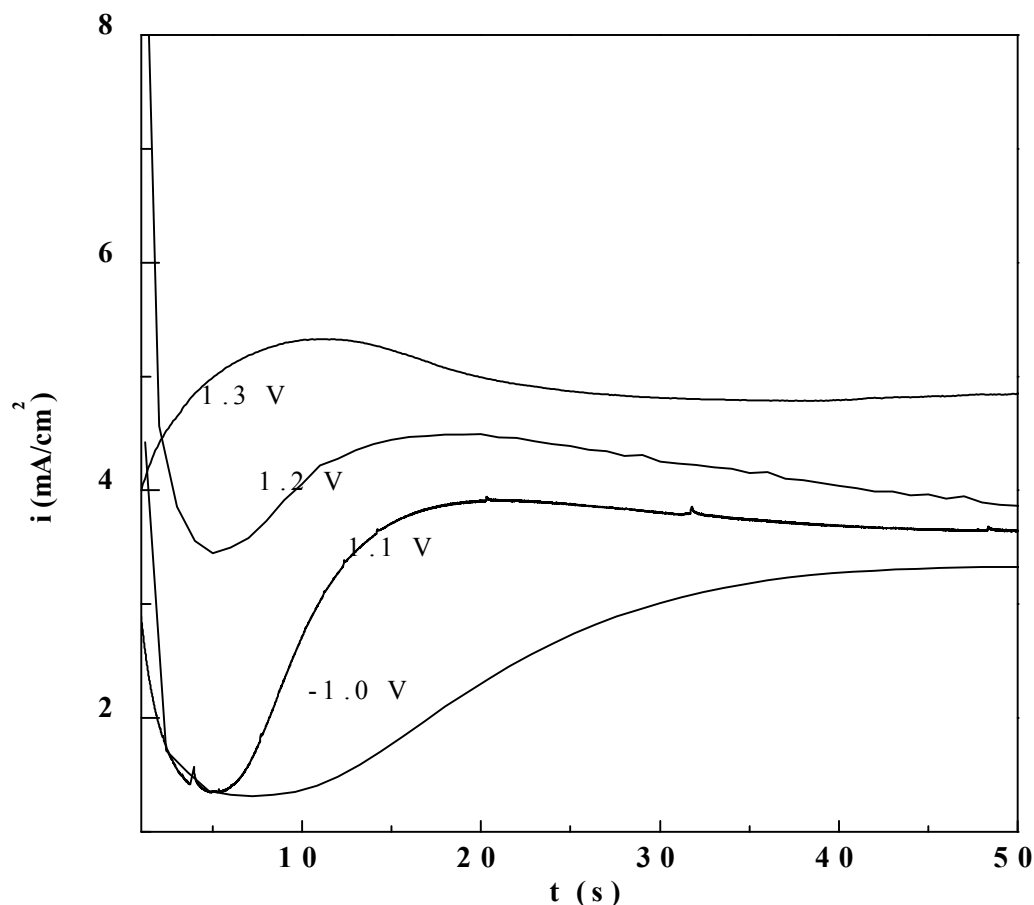


Figure III.14 : Réponse en courant transitoire sur une électrode Pt/Si(100) pour différents régimes surpotentiels, bain Chlorure.

III-2-2-2 Nucléation et croissance des dépôts

Le même modèle de nucléation précédent a été appliqué, les résultats sont montrés dans la figure III.15. Ces courbes suggèrent que la nucléation est instantanée pour les hautes impulsions et elle est progressive pour les faibles impulsions. Cependant, elle subit une transition du mode progressif vers le mode instantané pour un potentiel imposé de -1.2 V. Ce comportement transitionnel n'apparaît qu'après une durée supérieure à t_{max} , c'est-à-dire juste après un recouvrement partiel ou total de la surface de l'électrode. Dans ces nouvelles conditions de la surface, il est probable que la réaction concurrentielle de l'hydrogène est plus susceptible, et se reproduit directement sur le mode de nucléation qui était avant un mode progressif caractérisé par une occupation des sites très intense.

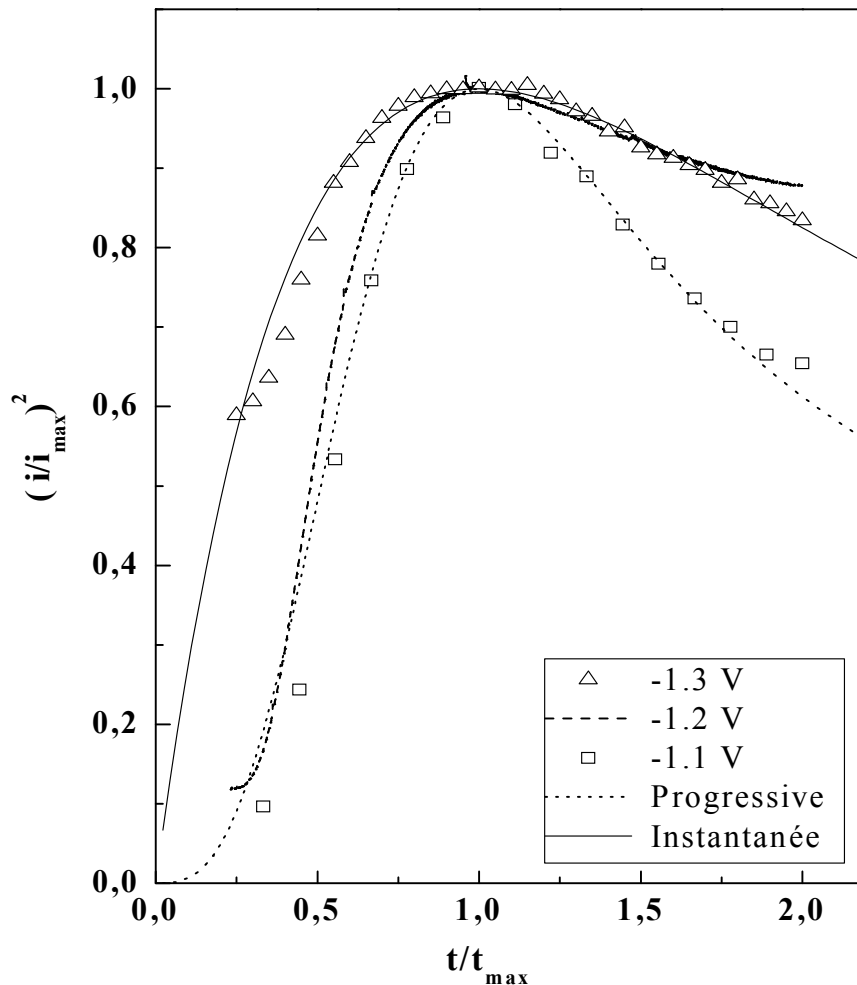


Figure III.15 : Confrontation au modèle de nucléation 3D de la réponse de l'électrode sous différents régimes surpotentiels, bain chlorure.

III.2.2.3 Caractérisation des dépôts

III.2.2.3.a Caractérisation morphologique

Dans ce milieu la situation apparaît beaucoup différente, en effet l'image AFM présentée dans la figure III-16 correspondant à un film électrodéposé à -1.1 V. Le dépôt est constitué par des groupes d'amas de nickel formés par des îlots de hauteurs moyennes beaucoup plus élevées (112.75 nm). On a vu que le mécanisme de nucléation déduit précédemment est progressif pour ce milieu (chlorure). En fait ce genre de nucléation est souvent caractérisé par un taux de nucléation important, cela nous incite à penser que le développement des zones de diffusion et la coalescence des espèces donne naissance à des agrégats plus denses et plus volumineux.

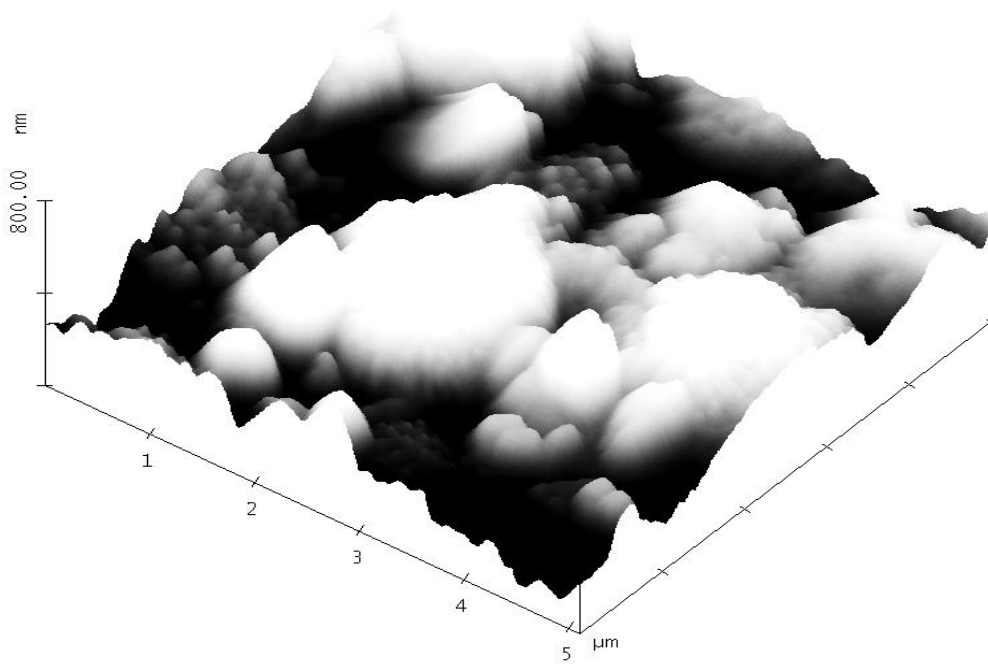


Figure III.16: Image AFM d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1 V, bain chlorure.

L'analyse de la rugosité de surface du même échantillon est présentée dans la figure ci-dessous (Figure III.17). Selon ces résultats la valeur de la rugosité est égale à 117.31 nm et par conséquent ce film apparaît beaucoup plus rugueux que celui préparé à partir du milieu sulfate.

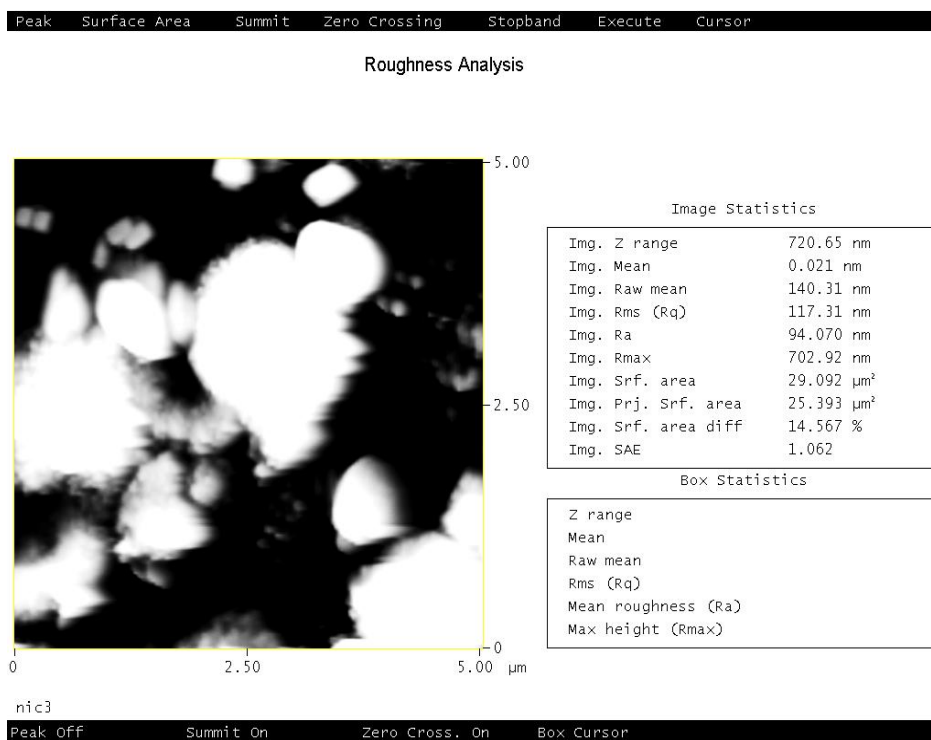


Figure III.17: Analyse de la rugosité de surface d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1 V, bain chlorure.

Afin de remonter aux hauteurs moyennes des grains, un profil de surface a été réalisé et cette hauteur est estimée à 462 nm environ (figure III-18). On a vu que ce genre de film croît en mode de nucléation progressif, qui en tout cas fait apparaître des grains de tailles différentes.

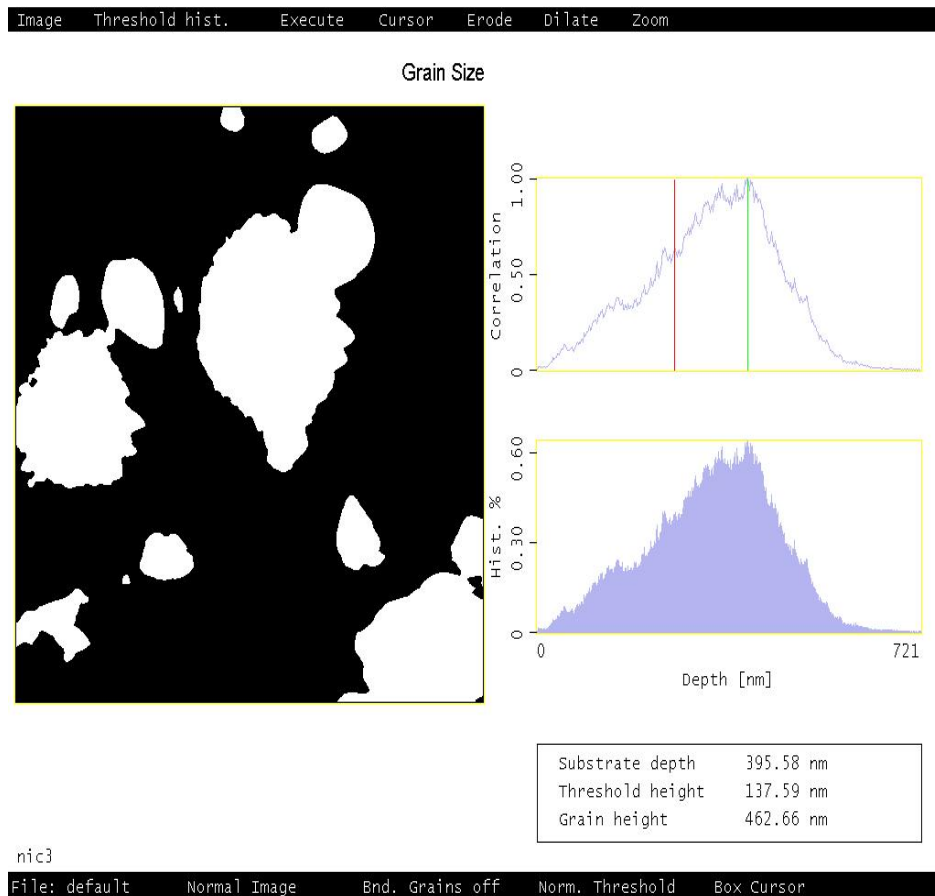


Figure III.18: Hauteur moyenne des grains d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1, bain chlorure.

III.2.2.3.b Caractérisation structurale

La figure III-19 présente le spectre de diffraction RX d'un film de nickel élaboré à -1.1 V à partir d'un bain chlorure. On retrouve sur ce spectre les mêmes pics caractéristiques de Ni cfc selon les orientations (111) et (200) comme celle observé pour le nickel obtenu à partir d'un bain sulfate. Aussi, notre film est texturé suivant l'orientation (111).

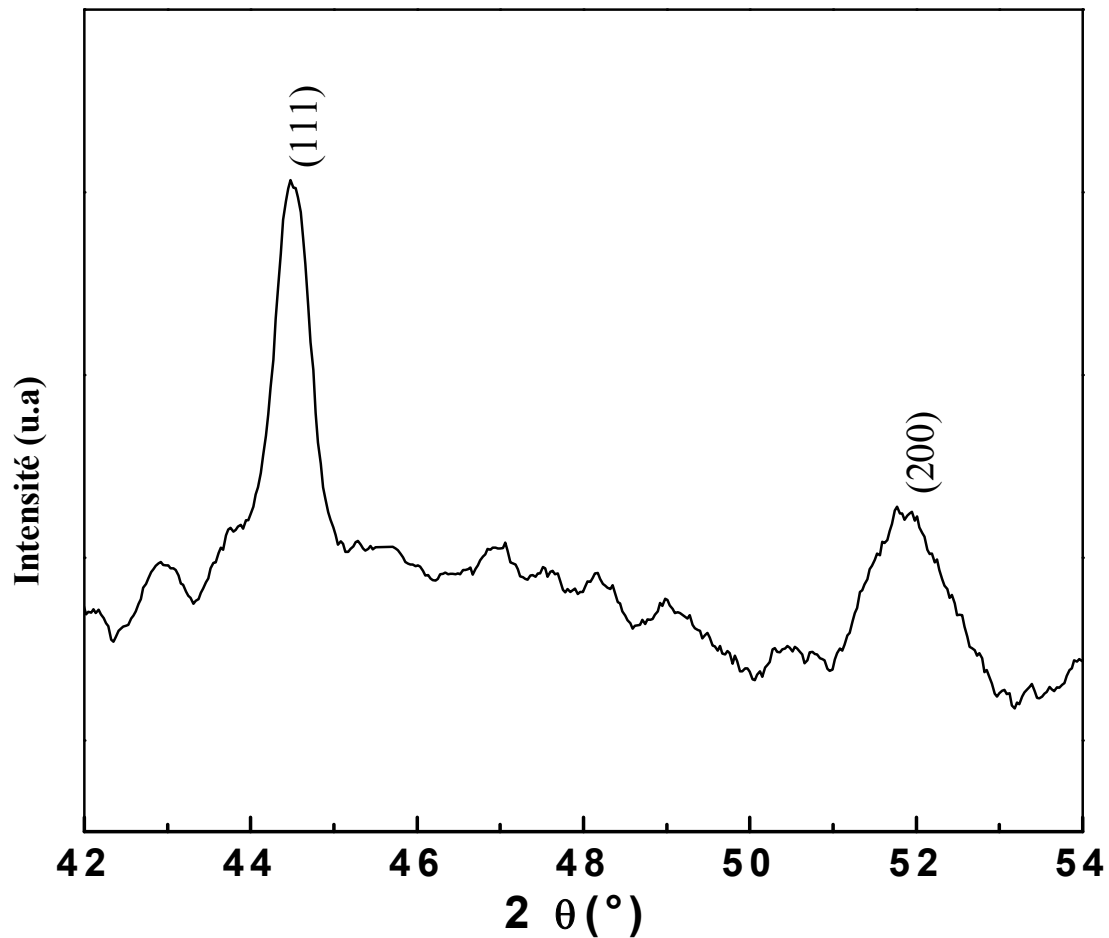


Figure III.19: Spectre de diffraction RX pour un film de Ni électrodéposé à partir d'un bain chlorure.

III.2.2.3.c Caractérisation magnétique

La figure III.18 montre les cycles d'hystérésis obtenus sur deux échantillons de nickel électrodéposés à -1.0 et -1.1 V à partir d'un bain chlorure.

Egalement, ces hystérésis indiquent que l'aimantation est dans le plan de l'échantillon et leurs propriétés magnétiques sont comparables à celle du nickel massif.

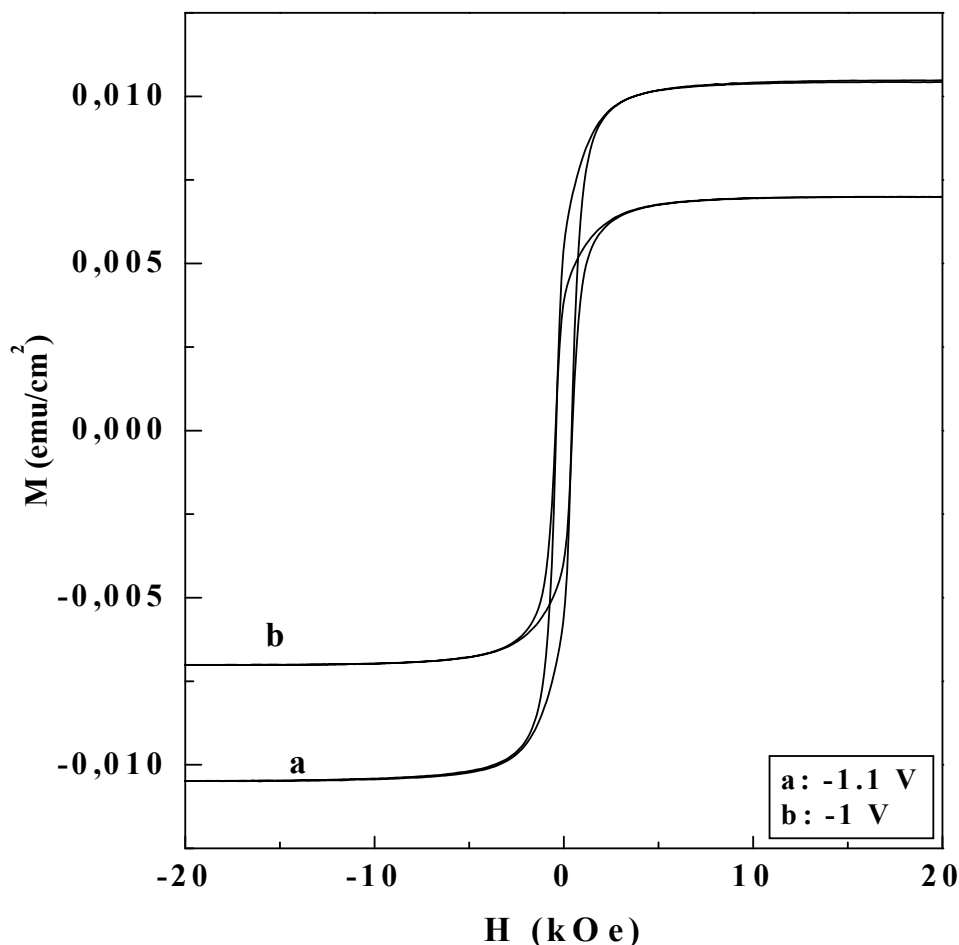


Figure III.20 : Cycles d'hystérésis obtenus sur deux films de Ni élaborés à -1.0 et -1.10 V, bain chlorure et $pH = 3.9$.

III-2-3 Bain Watts

III-2-3-1 Comportement en chronoampérométrie

En étudiant l'influence de quelques paramètres cinétiques telles que la vitesse de balayage ou le pH, dans ce type de bain, on a constaté qu'il y a peu de différences entre celui-ci et le bain sulfate. Nous n'avons donc intentionnellement pas présenté les courbes relatives à cette étude. Cependant, l'étude en chronoampérométrie et l'étude de nucléation selon le modèle de Sharifker-Hills ont montrées une différence par rapport aux bains sulfates et chlorures. Le régime de diffusion décrit par Cottrell est atteint pour des temps de transition assez longs. Ce comportement peut certainement influencer le mode de nucléation des espèces actives à la surface de l'électrode. Les courbes $i(t)$ qui concernent ce milieu sont présentées dans la figure III.21.

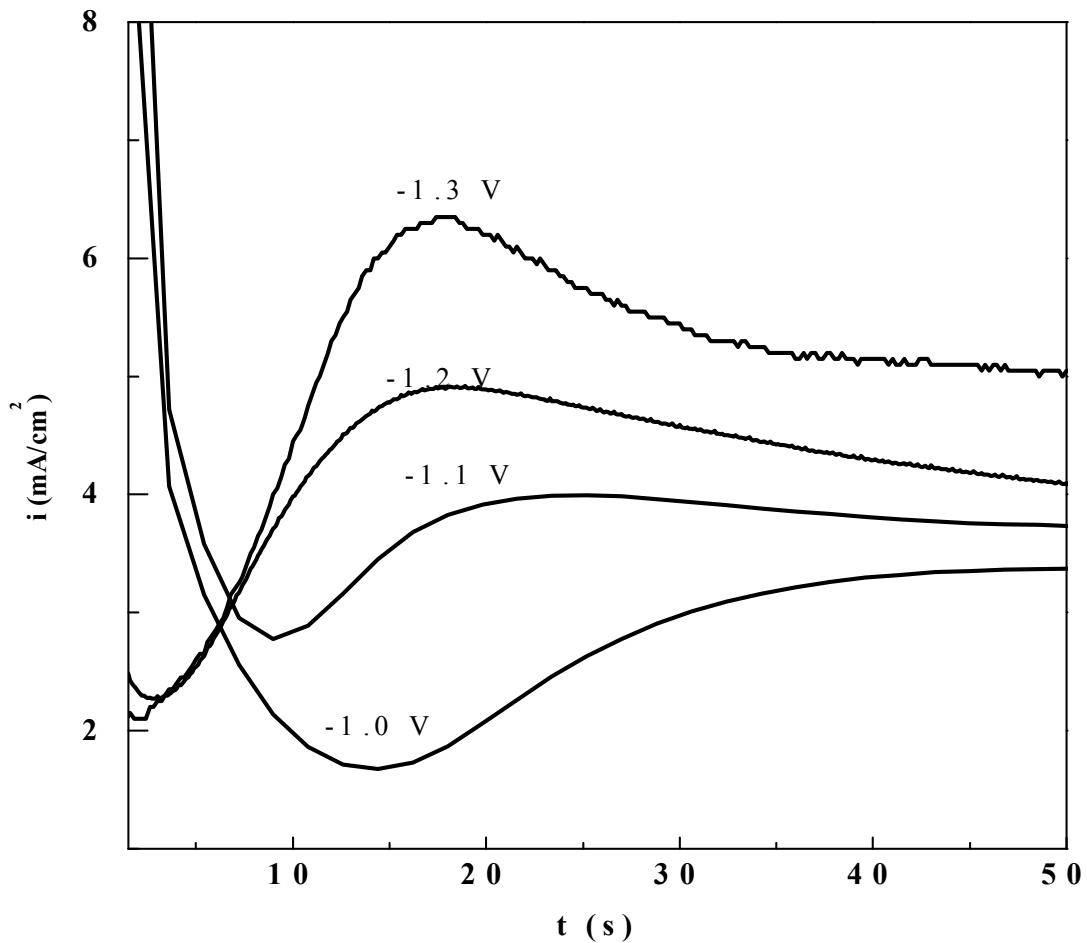


Figure III.21 : Réponse en courant transitoire sur une électrode Pt/Si(100) pour différents régimes surpotentiels, bain Watts.

III-2-3-2 Nucléation et croissance des dépôts

La figure III.22 montre les courbes de la nucléation du nickel obtenu à partir du bain Watts. Il est prévisible selon les résultats obtenus en chronoampérométrie, que le mode de nucléation est modifié par rapport aux milieux précédents. En effet, la nucléation suit le mode progressive surtout après le temps de transition. On remarque qu'au début du processus de cristallisation un désaccord avec le modèle de Shrifker-Hills pour les potentiels de -1.2 et -1.3 V est observé. Donc en dehors de l'effet de dégagement de l'hydrogène, l'existence des chlorures mêmes en petite quantité modifie le mode de nucléation et croissance du nickel.

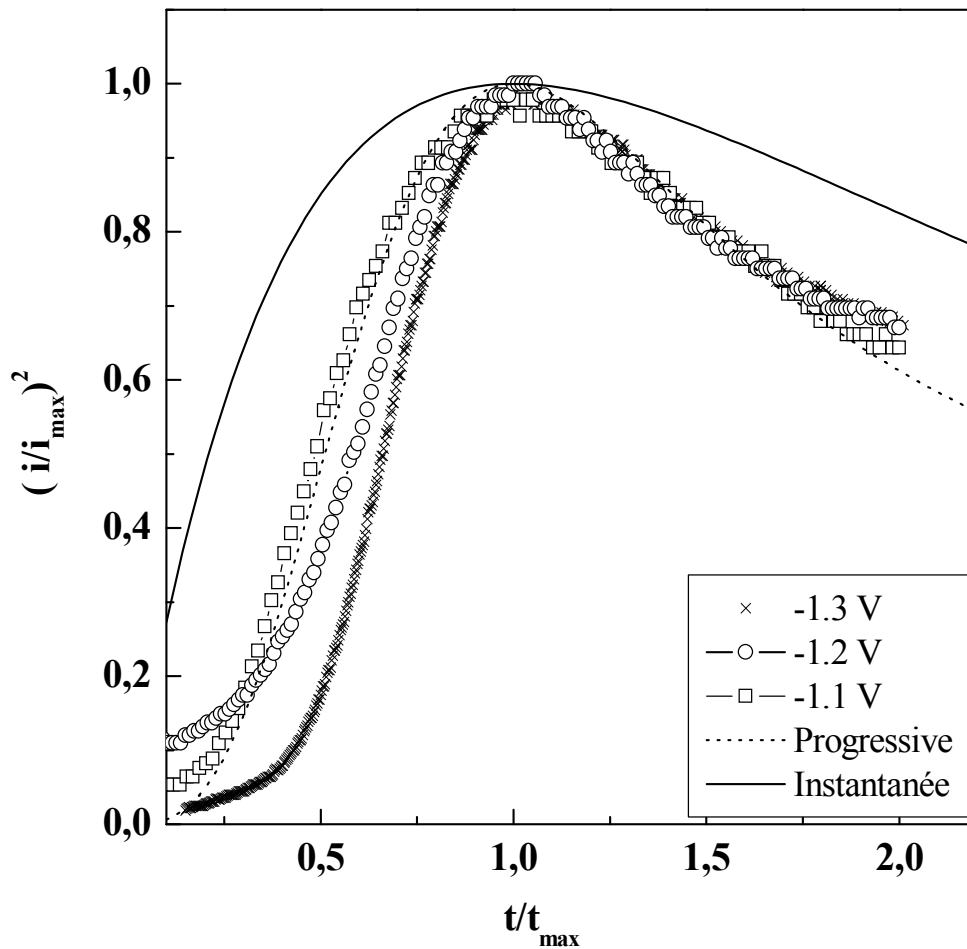


Figure III.22 : Confrontation au modèle de nucléation 3D de la réponse de l'électrode Pt/Si(100) sous différents régimes surpotentiels, bain Watts.

III.2.3.3 Caractérisation des dépôts

III.2.3.3.a Caractérisation morphologique

Les films de nickel obtenus à partir du bain Watts se sont caractérisés par une morphologie peu différente par rapport aux films élaborés dans un bain sulfates. La figure III.23 présente une image AFM d'un film déposé à -1.1 V. Cette image montre un coalescement des grains trop volumineux dans une région et un amas formé d'ilots situé dans une autre région de la surface.

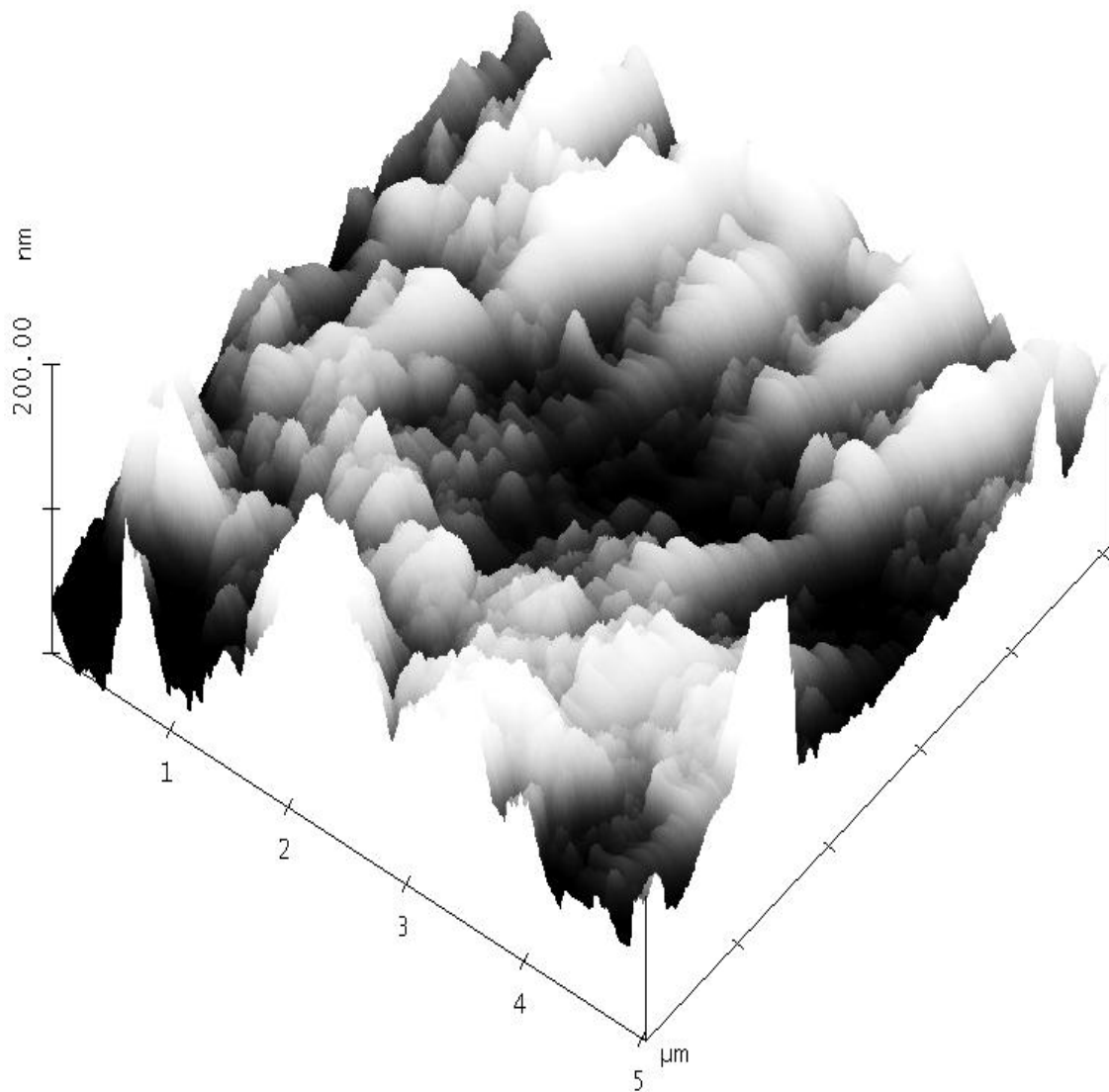


Figure III.23: Image AFM d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1 V, bain Watts.

Cette morphologie qui semble "intermédiaire" donne des dépôts ayant des surfaces plus ou moins rugueuses, la rugosité est environ de 23.0 nm (Figure III.21). Les dépôts de nickel qui viennent de naître dans ce genre de bain sont formés par des grains de tailles moyennes de 149 nm. Les résultats de l'analyse des tailles des grains est montés dans la figure III.23.

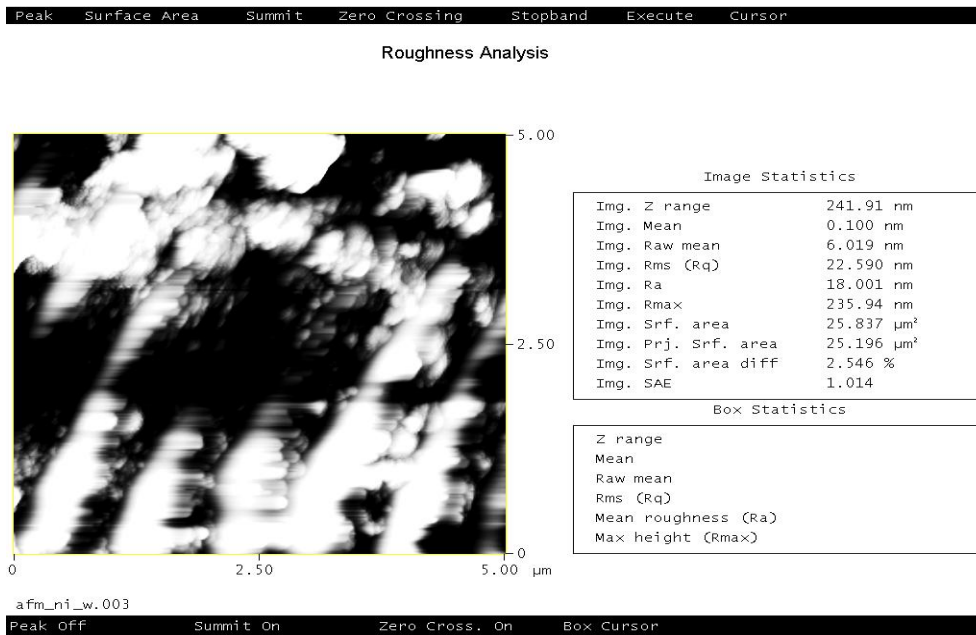


Figure III.24: Analyse de la rugosité de surface d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1 V, bain Watts.

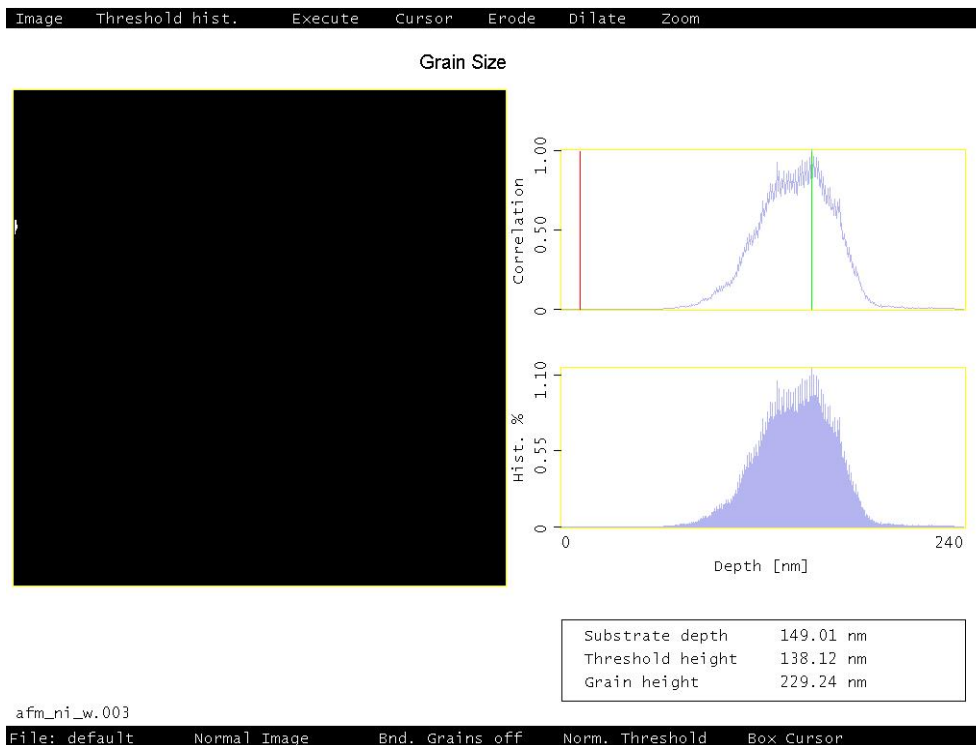


Figure III.25: Hauteur moyenne des grains d'un dépôt de nickel électrodéposé à -1.1, bain Watts.

III.2.3.3.b Caractérisation structurale

La figure III.26 présente un spectre de diffraction RX d'un film de nickel électrodéposé à 1.1 V dans un bain watts. Le spectre a la même allure comme les deux spectres RX précédents. Aussi, l'orientation préférentielle (111) est toujours prononcée

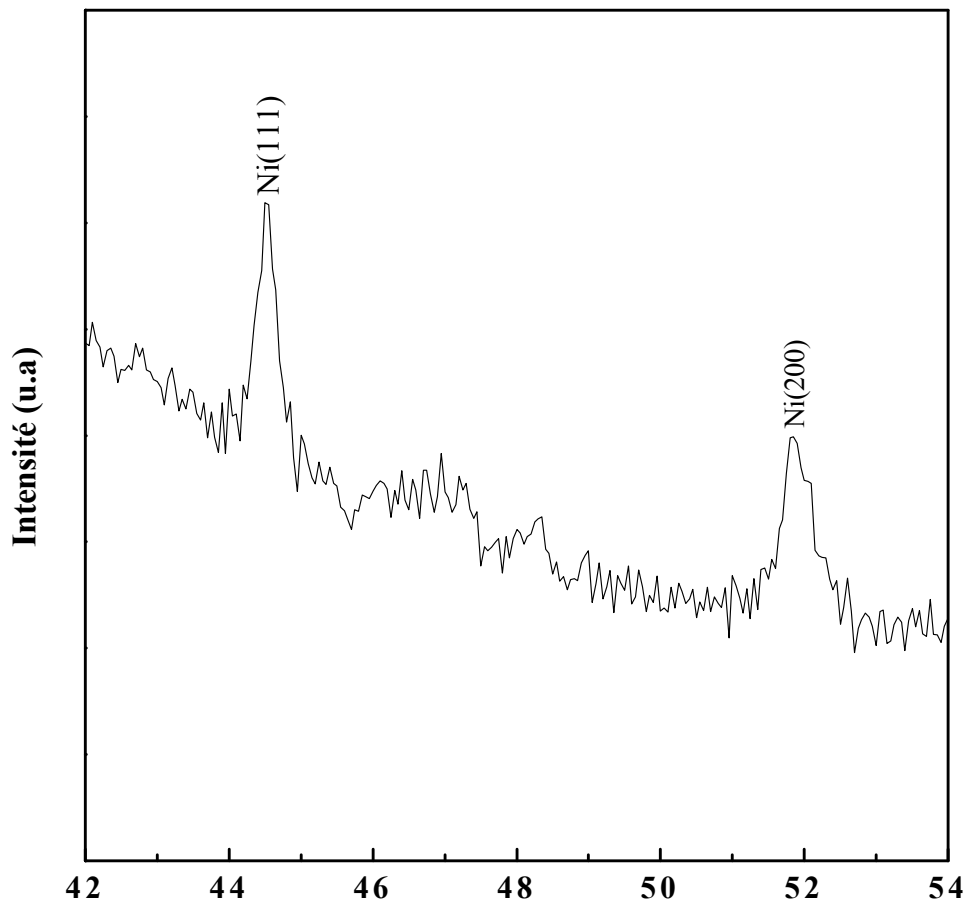


Figure III.26: Spectre de diffraction RX pour un film de Ni électrodéposé à partir d'un bain Watts.

III.2.3.3.c Caractérisation magnétique

La figure III.27 montre les cycles d'hystérésis obtenus sur deux échantillons de nickel électrodéposés à -1.0 et -1.1 V à partir d'un bain Watts.

Les cycles obtenus sont qualitativement semblables à celles concernant les deux bains précédents et elles montrent que l'aimantation est dans le plan des échantillons.

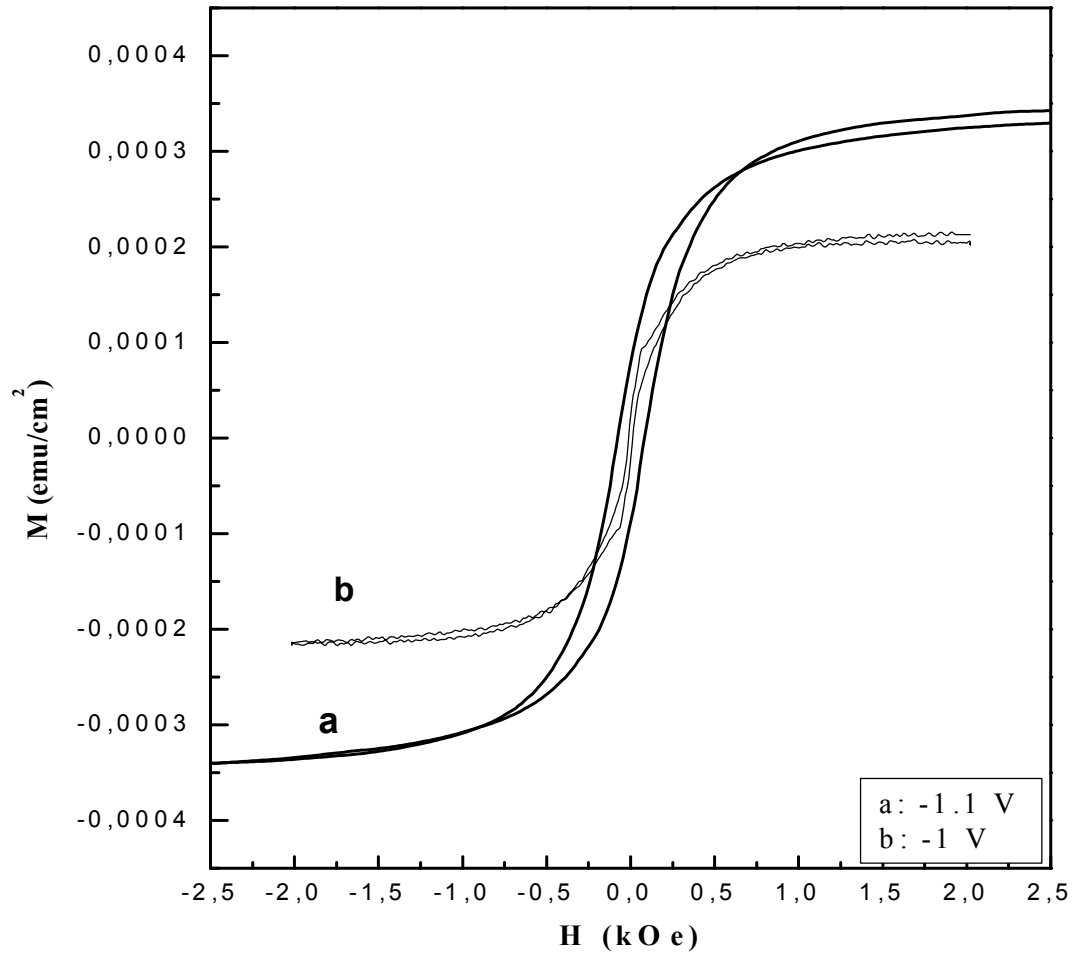


Figure III.27 : Cycles d'hystérésis obtenus sur deux films de Ni élaborés à -1.0 et -1.10 V, bain Watts et $\text{pH} = 3.9$.

Conclusion du chapitre III

A fin d'obtenir des films magnétiques de Ni sur un substrat de Pt/Si(100), par électrodéposition, nous avons commencé par une étude électrochimique par voltammétrie cyclique et chronoampérométrie, pour examiner le comportement électrochimique de nos substrats (en absence puis en présence de Ni^{2+} , influence de : V_b , anions, concentration de Ni^{2+} et le potentiel imposés).

Les courbes de la chronoampérométrie $i=f(t)$, pour les différents potentiels et bains, ont été utilisées pour déduire le mode de croissance des dépôts en comparant les résultats obtenus avec le modèle théorique de Shrifker-Hills.

La caractérisation structurale des dépôts, réalisés sous contrôle potentiostatique, par DRX a montré une orientation préférentielle suivant la direction (111), dans les trois bains.

Les mesures magnétique par AGFM confirme les propriétés magnétiques des dépôts et les cycles d'hystérésis obtenus sont identiques aux celles des matériaux magnétiques doux.

Références chapitre III

- [1] R. Orinakova, M. Streckova, L.Trnkova, R. Rozik M. Galova, J. Electroanal. Chem. 594 (2006) 152.
- [2] R.P. Geoffroy, M. K. Alpass, C. V. Everaldo, A. J. Motheo, Electrochim. Acta. 49 (2004) 4933.
- [3] E. Gomez, R. Pollina, E. Valles, J. Electroanal. Chem 397 (1995) 111.
- [4] T.C. Franklin, Surf. Coat. Technol. 30 (1987) 415.
- [5] M. Yasuda, I. Ohno, S. Haruyama, J. Surf. Finish. Soc. 41 (1990) 312.
- [6] E.Gomez, E. Valles, J. Appl. Electrochem. 29 (1999) 805.
- [7] A. N. Correia, S.A.S Machado, L.A. Avaca, J. Electroanal. Chem. 488 (2000) 110.
- [8] E. Gomez, R. Pollina, E. Valles, J. Electroanal. Chem 386 (1995) 45.
- [9] L.H. Mendoza-Huizar, J. Robles, M. Palomar-Pardavé, J. Electroanal. Chem. 521 (2002) 95.
- [10] G. Oskam, J.G. Long, A. Natarajan, P.C. Searson, J. Phys.D Appl. Phys. 31 (1998) 1927.
- [11] B.R. Scharifker, G.J. Hills, Electrochim. Acta 28 (1983) 879.
- [12] C.L Xu, H. Li, G.Y. Zhao, H.L. Li, Appl. Surf. Sci. 2006 (In press).
- [13] V. Ganesh, D. Vijayaraghavan, V. Lakshminarayanan Appl. Surf. Sci. 240 (2005) 286.
- [14] D.S. Lashmore, R. Oberle, M.P. Dariel, L. H. Bennett, L.J. Swartzendruber, Mat.Res. Symp. Proc. 132 (1989) 219.
- [15] U.S. Mohanty, B.C. Tripathy, P. Singh, S.C. Das, J. Electroanal. Chem. 526 (2002) 63.
- [16] Cai-Ling Xu, Hua Li, Guang-Yu Zhao, Hu-Lin Li Appl. Surf. 2006 (In press).
- [17] M. Uhlemann, A. Krause, A. Gebert, J. Electroanal. Chem. 577 (2005) 19.
- [18] A. Bund, A. Ispas, J. Electroanal. Chem. 575 (2006) 221.