



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : Génie des matériaux

Présenté par :

Belil Farid & Bouchareb Khaled

Thème

OBTENTION ET CARACTERISATION DES FILMS MINCES D'ALUMINE SUR DES ALLIAGES D'ALUMINIUM

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
Zemmamouche R	MCB	Président
Younes benarioua	Pr	Encadreur
Bedda abdelmalike	MAA	Examineur

Année Universitaire : 2020/2021

N° d'ordre : GM/2020/2021



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ





Remerciements

*Nous tenons avant tout à remercier notre Bon
Dieu tout Puissant de nous avoir donné le
Courage, la force et de la volonté pour achever ce
travail.*

*Puis Notre encadreur, monsieur Pr.
Benarioua Younes pour nous avoir encadrés,
dirigé et conseillé.*

*Nos remerciements s'adressent aussi aux membres
de jury, pour juger notre travail.*

*Nos remerciements tous l'équipe de service de
l'unité d'Algalet de M'sila.*





Dédicace

Je dédie cet humble acte :

à ma chère mère.

À mon cher père.

À toute ma famille que j'aime tant.

*À mes camarades, à mes amis où qu'ils soient, les
gens que je connais et que je n'ai pas mentionnés.*

Pour tous ceux que j'aime.





Table des matières

Remerciement

Dédicace

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction Générale.....I

Chapitre I : Generalites sur l'aluminium et ses alliages

I.1 Introduction:3

I.2 Généralités sur l'aluminium4

I.2.1. Historique4

I.2.2. Pays producteurs de l'aluminium:.....4

I. 2.3. Fabrication d'aluminium5

I.2.4. Production d'alumine5

I.2.5. Production de l'aluminium5

I.3. Principales caractéristiques d'aluminium :.....6

I.3.1 Propriétés physiques :.....8

I-3.2- Propriétés mécaniques :.....8

I.3.3. Propriétés électrique:.....9

I.3.4. Propriétés chimiques :.....10

I.4. Les alliages d'aluminium : 10

I.4.1. Classification des alliages d'aluminium :..... 11

I.4.2. Alliages corroyés :..... 12

I.4.2.1 Désignation des alliages corroyés..... 12

I.4.2.2 Désignation numérique (Norme européenne EN 485-2) :.....	12
I.4.2.3 Désignation symbolique (Norme européenne) :	13
5-Les différentes séries d'alliage d'aluminium	14
I.6 traitements thermique des alliages d'aluminium :	17
I.6.1. But des traitements thermiques :	17
I.6.2. Principaux traitements thermiques :	17
I.6.2.1. Traitements d'homogénéisation :	17
I.6-2-2- Traitements d'adoucissement :	17
I.6-2-3- Traitement de vieillissement :	18
I.6-2-3-1- Vieillessement naturel (Maturation) :	18
I.6-2-3-2- Vieillessement artificiel (Revenu) :	18
I.6.4. Traitements thermiques de durcissement structural :	18
I.6.4.1- Mise en solution :	18
I.6.4.2- Trempe :	19
I.6.4.3- Vieillessement :	19

Chapitre II : Traitement des alliages d'aluminium par anodisation

II.1 Introduction	20
II.2 Etapes d'anodisation :	21
II.2.1 Dégraissage :	21
II.2.1.1 Types de Dégraissage	21
II.2.1.2 Contrôle chimique des deux types de dégraissages :	23
II.2.2 Décapage et satinage.....	24
II.2.2.1 Décapage	24

II.2.2.2 Satinage chimique :	25
II.2.3 Neutralisation.....	26
II.2.3.1 Acide nitrique :	26
II.2.3.2 Acide sulfurique :	27
II.2.4 Anodisation.....	27
II.2.4.1 Anodisation en acide sulfurique :	27
II.2.4.2 Paramètres d'anodisation :	30
II.2.4.2.1 Epaisseur de la couche d'oxyde :	30
II.3 Conclusion :	34

Chapitre III : Techniques expérimentales, résultats et discussions

III.1- Procederes experimentales	35
III.1.1. Introduction.....	35
III.1.2. Matériaux étudiés	35
III.1.3. Préparation des échantillons.....	36
III.1.4. Techniques d'anodisation.....	36
III.1.5. Mesure de l'épaisseur de la couche d'anodisation	37
III.1.6. Caractérisation métallographique	38
III.1.6.1. Préparation des échantillons.....	38
III.1.6.2. Polissage.....	39
III.1.6.3. Attaque chimique	39
III.1.6.4. Analyse par microscopie optique	40
III.1.7. Caractérisation mécanique.....	41
III.1.7. 1. Test de dureté.....	41
III.2 resultados et discusiones	42
III.2.1. Structure métallographique	43

III.2.2. Epaisseur de la couche d'anodisation.....	45
III.3. Conclusion	48
Conclusion générale	49
Références	
Résumé	

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Principaux pays producteurs de bauxite (Source: LME).....	4
Figure I.2 : Représentation atomique de l'aluminium.....	9
Figure I.3 : Destination des aluminiums et alliages – produits corroyés NF EN 573.....	14

Chapitre II

Figure II.1 : Anodisation de l'aluminium.....	28
---	----

Chapitre III

Figure III.1: Machine de coupe à froid	36
Figure III.2: Appareil de mesure d'épaisseur d'oxyde	38
Figure III.3: Echantillons montés sur le porte échantillons	38
Figure III.4: Polisseuse mécanique utilisée.....	39
Figure III.5 : Microscopie optique utilisé.....	40
Figure III. 6. Microduromètre utilisé	41
Figure III.7: Représentation schématique de l'essai de Vickers.	42
Figure III.8 : Microstructure de l'alliage anodisé pour deux temps de maintien (a) min e t (b) min	44
Figure III.9: Microstructure de l'alliage anodisé pour temps de maintien (a) min et (b) min	45
Fig III.10 : Empreintes de dureté sur l'échantillon Anodisé (couche-substrat)	47

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 : Propriétés physiques de l'aluminium [11].	8
Tableau. I.2: codification d'alliages	11
Tableau I.3 : Désignations et teneur en masse des alliages de corroyage.	13

Chapitre II

Tableau II.1: Dégraissage des alliages d'aluminium.	23
---	----

Chapitre III

Tableau III.1 Composition chimique des deux alliages d'aluminium.	35
Tableau III.2 : les différentes étapes de l'anodisation ainsi les paramètres utilisés pour chaque étape.	37
Tableau III.3 : Epaisseur de la couche d'anodisation	45
Tableau III.4 : Valeurs de dureté avant et après l'anodisation sous 200 g	46

A decorative border with intricate floral and scrollwork patterns in black and white, framing the central text.

**INTRODUCTION
GÉNÉRALE**

A decorative graphic element consisting of a thick, grey, wavy line that curves upwards and then transitions into a series of three vertical steps of increasing height, resembling a staircase or a stylized 'L' shape.

Introduction générale

Introduction générale

L'aluminium et ses alliages ont acquis depuis le milieu du XX^{ème} siècle, une place importante dans un certain nombre de domaines tels que le conditionnement alimentaire (canettes de boissons, emballages,...), le transport (automobile et plus particulièrement aéronautique) et dans les constructions des bâtiments (notamment les profilées) leur grande résistance à la corrosion dans les atmosphères naturelles, les solutions aqueuses et dans d'autres environnements, a permis à ces derniers d'acquérir une grande importance technologique. La mise en forme facile de l'aluminium et ses alliages et leur faible densité ont en fait des matériaux de choix pour ces diverses applications.

Pour assurer la tenue à la corrosion, il n'est d'autre moyen pour protéger ces éléments ou ces pièces que de les revêtir d'une couche protectrice, c'est en particulier le rôle de l'anodisation qui permet de développer des couches d'oxyde d'épaisseur bien plus importante que celle de la couche d'alumine qui se forme naturellement à la surface de ces alliages.

L'anodisation est un procédé qui consiste à produire un dépôt d'oxyde sur la surface d'un métal en utilisant l'électricité. La pièce est habituellement immergée dans un bain d'acide où un courant électrique circule entre la pièce (qui sert d'anode) et une cathode. Cela entraîne la formation d'une couche d'oxyde sur la surface de la pièce à traiter. Cette couche d'oxyde, plus dure que le métal de base, possède une épaisseur habituellement de l'ordre de 5 à 70 micromètres dépendamment du procédé utilisé. Elle permet de mieux protéger le substrat contre l'usure et la corrosion.

Dans ce mémoire, composé de trois chapitres, l'étude de notre travail sur traitement des alliages d'aluminium 6061 et 6063 par anodisation. Ce traitement a été effectué à l'unité d'algal+ de M'sila. Cette dernière a produit aussi des alliages de type 6060 local par un système de recyclage de certains déchets de l'unité et matériau importé.

Le mémoire de ce travail comporte deux parties théorique et expérimentale. Ces parties regroupent trois grands chapitres dont :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur l'aluminium et ses alliages, les différentes séries d'aluminium ont été mentionnées en détail, et parmi ces séries nous avons retenu deux types d'alliages d'aluminium qui appartiennent à la série 6000.

Le deuxième chapitre présente une étude de préparation par prétraitement des alliages d'aluminium qui passent ensuite vers un traitement d'anodisation.

Introduction générale

Le troisième chapitre présente d'une part la procédure expérimentale effectuée concernant la préparation des substrats, revêtent des couches d'alumine et d'autre part la présentation des résultats avec une discussion sur les effets des paramètres choisis sur l'épaisseur et les propriétés des couches d'anodisation.

Nous terminerons notre étude par une conclusion générale et une liste de références bibliographiques dans le cas général traduisant l'actualité du sujet proposé et étudié.

A decorative border with intricate floral and scrollwork patterns in black and white, framing the central text. The border is symmetrical and features stylized leaves and scrolls.

CHAPITRE I :
GENERALITES SUR
L'ALUMINIUM ET SES
ALLIAGES

I.1 Introduction:

L'aluminium est le troisième élément le plus abondant juste après le silicium et l'oxygène. Sa production industrielle n'a commencé qu'au début du 20^{ème} siècle. Il est classé comme le métal le plus utilisé après le fer et les aciers [1].

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable, de masse volumique 2.7g/cm³, ses températures de fusion sont 660°C, La bauxite est le minéral le plus utilisé dans l'obtention de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium, elle est formée par l'altération rapide des roches granitiques en climat chaud et humide.

Cependant la séparation de l'aluminium du minéral est un procédé délicat, le procédé utilisé dans l'industrie « Hall Héroult) est un procédé de purification électrolytique. L'aluminium se prête facilement aux traitements de surface et à toutes modalités de soudage.

Au chauffage il présente une aptitude au grossissement du grain, ce qui altère sa plasticité [6].

L'aluminium s'avère comme un bon conducteur d'électricité non magnétique, il résiste bien naturellement à la corrosion atmosphérique grâce à la formation d'une fine couche superficielle d'alumine Al₂O₃ qui le protège contre les ravages de l'air, de la température de l'humidité et des attaques chimiques l'alumine est un composé très dur, mais à température ambiante l'alumine devient insoluble dans tous ses composés chimiques courants et mauvais conducteurs d'électricité.

L'aluminium est un élément métallique, parmi les métaux les plus abondants dans la croûte c'est un élément du troisième groupe de la classification de Mendeleïev juste après le silicium et l'oxygène, dont le numéro atomique 13, la masse atomique 26,98.7 kg/m³ (environ 27) et la structure cristalline de type cubique à faces centrées.

La seule source de ce métal c'est les bauxites qui sont des roches riches en aluminium (45 à 60%), La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium et être la production d'aluminium par électrolyse d'alumine dans la cryolithe (Na₃AlF₆) fondue, à environ 1000°C dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone. [2]

I.2 Généralités sur l'aluminium

I.2.1. Historique

La première apparition de l'aluminium était en 1854 lors d'une présentation à l'académie des sciences par le chimiste français Sainte-Claire Deville, sous la forme d'un lingot. Cette pièce avait été obtenue par voie chimique [3].

En 1886 il y'a eu l'invention du procédé d'électrolyse de l'aluminium par Paul Héroult (France) et Charles Martin Hall (USA).

Les premiers essais de corrosion connus sur l'aluminium ont commencé vers 1890, à partir du moment où ce métal fut disponible en quantité suffisante pour envisager des applications dans le bâtiment et dans les ustensiles de cuisine.[4].

C'est ainsi que les premiers essais de tenue à l'eau de pluie, au contact de plusieurs liquides alimentaires (café, thé...) furent entrepris dès le début de la décennie 1890.

Cette découverte a donné le coup d'envoi de l'extraordinaire développement de la consommation d'aluminium qui est devenu, en un siècle, le deuxième métal le plus utilisé, après l'acier, avec, hors métal recyclé, plus de 19 millions de tonnes dans le monde en 1994. Depuis, l'aluminium a connu un développement très important grâce notamment à son utilisation dans les industries ayant attiré au transport : aviation, automobile, marine. Il est aussi employé dans l'emballage, le bâtiment, l'électricité, la mécanique etc. [5]

I.2.2. Pays producteurs de l'aluminium:



Figure I.1: Principaux pays producteurs de bauxite (Source: LME).

Depuis le début du XXe siècle, l'industrie mondiale de l'aluminium a connu un développement sans précédent dans l'histoire des métaux : de 2 500 tonnes en 1895, la production annuelle dépasse à présent les 20 millions de tonnes. Elle a doublé tous les 9 ans jusqu'en 1950 où elle a connu son plus grand essor. De nos jours, cette production reste stationnaire. 2003, les pays producteurs de bauxite les plus importants sont, en milliers de tonnes (kt), l'Australie (53000 kt), la Guinée (17000 kt), le Brésil (13000 kt), la Jamaïque (12500 kt), la Chine (9000 kt), la CEI (8000 kt) et l'Inde (8000 kt).

La France arrive en douzième position avec une production de 430 000 tonnes d'aluminium par an. La Guinée assure 85% de l'approvisionnement français actuel en bauxite.
Point vocabulaire :

***Natif** : un métal est dit natif s'il existe dans la croûte terrestre à l'état non combiné (par exemple : l'or)

***Réfractaire** : un matériau réfractaire résiste à de très hautes températures.

L'alumine est un matériau réfractaire (température de fusion supérieure à 2000°C)

***Billette** : petit lingot d'aluminium laminé.

I. 2.3. Fabrication d'aluminium

L'aluminium est un métal très répandu sur la terre, c'est le troisième élément après l'oxygène et le silicium. Les bauxites qui sont des roches riches en aluminium (la composition moyenne est de 55% d'Al₂O₃, 5% SiO₂, 15% Fe₂O₃ et 25 % de perte au feu), constituent actuellement la source quasi exclusive de ce métal.

I.2.4. Production d'alumine

L'alumine est extraite de la bauxite par le procédé Bayer : la bauxite est broyée puis attaquée à chaud par de la soude. On obtient une liqueur qui après séparation des oxydes de fer et de silicium est envoyée dans des décomposeurs pour précipitation de l'alumine.

I.2.5. Production de l'aluminium

L'aluminium est produit par électrolyse de l'alumine dans de la cryolithe (Na₃AlF₆) fondue, à environ 1000°C dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone. L'aluminium se dépose au fond de la cuve avec un titre de 99,7% (les principales impuretés étant le fer et le silicium).

L'aluminium de la première fusion contient le fer de 0.1%, qui est inférieur à la limite de

la solubilité du fer en aluminium à la température ambiante. D'ailleurs peu de produits sont élaborés à partir de l'aluminium de la première fusion, une grande quantité d'alliages de recyclage sont utilisés pour la fabrication de produits, ceci augmente la teneur du fer en alliages d'aluminium. Les phases riches de fer représentent un site favorable pour les réactions cathodiques et de formation des piqûres.

Le fer est plus noble que l'aluminium, sa présence dans une solution solide d'aluminium affecte la cinétique de la dissolution constitue un facteur significatif de la corrosion dans les alliages d'aluminium.

Plusieurs procédés de raffinage permettent d'obtenir un titre plus élevé sachant que pour fabriquer une tonne d'aluminium, il faut deux tonnes d'alumine et quatre tonnes de bauxite.[6]

I .3. Principales caractéristiques d'aluminium :

En tonnage, la production d'aluminium ne représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, ce métal et ses alliages arrivent en seconde position dans l'utilisation des matériaux métalliques, l'aluminium doit cette place à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable.

L'aluminium et ses alliages prennent encore aujourd'hui une place importante dans les différents domaines de l'industrie. Son utilisation s'accroît de jour en jour grâce à ses propriétés particulières. [7]

➤ Légèreté :

L'aluminium est plus léger, et présente des caractéristiques mécaniques très élevées, il est largement utilisé dans les transports terrestres rapides et la fabrication des carrosseries des véhicules. La production d'aluminium n'est seulement un peu plus 2 % de celle de l'acier ce métal et ses alliages qui en dérivent arrivent en second position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques.

L'expérience montre que l'allégement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier inoxydable [8].

➤ La conductivité électrique et thermique :

L'aluminium fournit une excellente prise électrique, et est utilisé de plus en plus pour les

lignes à haute tension parce qu'un poids inférieur à celui du cuivre, et aussi il offre un fort pouvoir caloporteur comme l'utilisation dans des dispositifs de refroidissement [9].

➤ **La tenue à la corrosion :**

L'aluminium et ses alliages ont généralement une bonne tenue à la corrosion (Atmosphérique, en milieu marin).

L'aluminium est couramment utilisé par les Architectes, ainsi que dans les bâtiments publics. (La pyramide du Louvre « constituée de verre et de métal »). Toute offre de nombreuses possibilités de formes et de traitements de surface, des structures de construction, transformation de l'aluminium nécessite beaucoup d'entretien et de la résistance au fil du temps Cette bonne tenue à la corrosion alliée à sa faible densité a permis un développement des applications de l'aluminium dans le bâtiment. Les utilisateurs disposent ainsi :

D'une durée de vie des équipements accrue. Il n'est pas rare de trouver intacts des Toitures, des bardages, des équipements de portes, des bateaux..., vieux de plusieurs Décennies [2], [10].

D'une esthétique pérenne. Les produits de corrosion de l'aluminium sont blancs et Propices à traitements de coloration. [10]

➤ **Aptitudes aux traitements de surfaces :**

Les traitements de surfaces sur l'aluminium ont plusieurs objectifs parmi lesquels : [8]

- ✓ La protection de certains alliages, quand leur résistance à la corrosion « naturelle »
- ✓ La pérennité de l'aspect en évitant la corrosion par piqûre ou le noircissement. Est jugée insuffisante.
- ✓ La modification des propriétés de surface comme la dureté superficielle.
- ✓ La décoration du métal par anodisation puis colmatage pigmentaire.

➤ **Le recyclage :**

Le recyclage de l'aluminium plus efficace par rapport à d'autres métaux, et ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir d'un minerai (plan économique), et l'expérience montre que les déchets d'aluminium ont une valeur marchande supérieure à celle des ferrailles car une tonne d'aluminium recyclé permet d'économiser quatre tonnes de bauxite, en évitant l'étape de l'électrolyse, ce qui nécessite beaucoup d'énergie et d'éviter les polluants associés émissions. L'aluminium est quasiment recyclable à l'infini sans

perdre ses qualités [8], [9].

I.3.1 Propriétés physiques :

Les propriétés physiques sont comme suit :

Numéro atomique : 13

Densité : 2.7 g/cm³

Module d'élasticité longitudinal : 69 000 MPa

Température de fusion : 660°C

Point d'ébullition : 2060°C

Chaleur spécifique :

à 20°C : 0.214 cal/g

à 100°C : 0.223 cal/g°C

à 500°C : 0.266 cal/g°C

Tableau I.1 : Propriétés physiques de l'aluminium [11].

Propriété	Unité	Valeur
Paramètre de maille (à 298.15°K)	Å	4.05
Point de fusion	°C	660.45
Point d'ébullition	°C	2056
Pression de vapeur	Pa	0.0037
Energie interne massique μ	J kg ⁻¹	398000
Capacité thermique massique C_p (à 298.15°K)	J kg ⁻¹ k ⁻¹	897
Conductivité thermique λ (à 298.15K)	W m ⁻¹ k ⁻¹	237
Résistivité électrique ρ (à 298.15 K)	10 ⁻⁹ Ω m	26.548

I-3.2- Propriétés mécaniques :

L'aluminium commercialement pur dans l'état recuit a une faible propriété mécanique Mais peut grandement améliorer ces propriétés par écrouissage, par addition d'éléments D'alliage ou Par traitements thermiques, selon les cas. Ainsi, il apparaît à l'état recuit une

Excellente ductilité Par rapport aux aciers. L'aluminium est un matériau relativement Élastique mais peu malléable. [11], [12].

La résistance mécanique et la résistance à la fatigue de l'aluminium sont tout aussi différentes de celles de l'acier. C'est pourquoi il est important de bien connaître les limites du matériau avant de l'utiliser. Contrairement à l'acier, la soudure de l'aluminium peut présenter certaines difficultés, Il faut retenir ce paradoxe : « Plus on soude l'aluminium, plus on l'affaibli ». Cette Situation se produit en raison d'un changement des propriétés métallurgiques de l'aluminium de base dans la zone thermiquement affectée (ZAT). [9], [11]

Comme illustré sur la **Figure I.2**, l'aluminium a une distribution de la forme : $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^1$, ceci implique la présence de 3 électrons dans la couche électronique externe.

En parlant des propriétés chimiques, on pense surtout à la tenue à la corrosion, pour l'aluminium cette dernière est expliquée par la formation d'un film d'oxyde d'aluminium peu perméable et qui protège le métal contre l'agressivité du milieu extérieure.

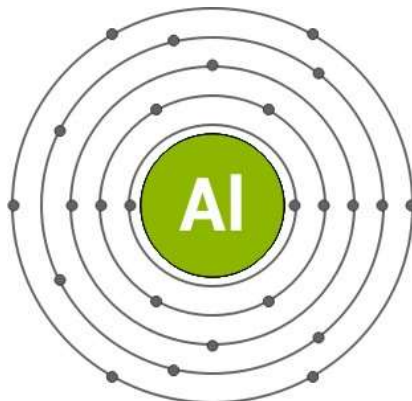


Figure I.2 : Représentation atomique de l'aluminium

I.3.3. Propriétés électrique:

L'aluminium est un excellent conducteur de la chaleur et de l'électricité. La conductivité thermique de l'aluminium est utilisée dans de nombreuses applications d'évacuation de la chaleur, c'est-à-dire de refroidissement (comme les systèmes d'air conditionné dans les véhicules).

A poids égal, l'aluminium offre une conductivité électrique deux fois supérieure à celle du cuivre, ce qui explique son emploi privilégié dans les applications de transport d'électricité à haute tension sur grande distance.

I.3.4. Propriétés chimiques :

En solution, l'aluminium se trouve le plus généralement sous la forme d'ions Al^{3+} . Il s'oxyde lentement à froid et rapidement à chaud pour former l'alumine Al_2O_3 . L'action des acides sur l'aluminium produit l'ion cité plus haut.

La réaction de l'aluminium avec une solution d'hydroxyde de sodium (soude) produit de l'aluminate de sodium et du dihydrogène gazeux selon une réaction exothermique d'équation.

Les hydroxydes d'aluminium s'obtiennent en général en précipitant une solution contenant des cations Al^{3+} à l'aide d'une base. Cette méthode permet de former selon les conditions de précipitation différentes phases cristallographiques telles que la bayérite, la boehmite, la gibbsite.

L'aluminium est aussi utilisé en tant que réducteur fort, notamment pour l'aluminothermie et en pyrotechnie dans les feux d'artifice, où il joue un rôle similaire au magnésium, à moindre coût et avec une puissance plus grande.

I.4. Les alliages d'aluminium :

Seuls neuf éléments sont capables de s'allier à l'aluminium parce qu'ils ont une solubilité dans l'aluminium à l'état solide supérieure à 0,5 %. Ce sont : l'argent, le cuivre, le gallium, le germanium, le lithium, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc. Pour diverses raisons de coût (l'argent), de disponibilité (le gallium, le germanium) et de difficultés de mise en œuvre (le lithium), la métallurgie de l'aluminium est fondée, depuis son début, sur cinq éléments d'alliage qui sont le cuivre, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc. Ces cinq éléments sont à la base des huit familles d'alliages d'aluminium.

L'action d'un élément sur les propriétés de l'aluminium dépend bien évidemment de sa nature et de la quantité ajoutée. Mais, pour certains d'entre eux, leur influence sur les propriétés de l'alliage et aussi dépendre de la présence d'un, ou plusieurs autres éléments, parce qu'ils peuvent [13]

Les familles d'alliages d'aluminium :

Les huit familles d'alliages d'aluminium se divisent en deux groupes bien distincts en relation avec leur mode de durcissement (Tableau. I.2).

Tableau. I.2: codification d'alliages

Série	Désignation	Elément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
Série 1000	1XXX	99% d'aluminium au minimum	-
Série 2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al ₂ Cu - Al ₂ CuMg
Série 3000	3XXX	Manganèse (Mn)	Al ₆ Mn
Série 4000	4XXX	Silicium (Si)	-
Série 5000	5XXX	Magnésium (Mg)	Al ₃ Mg ₂
Série 6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg ₂ Si
Série 7000	7XXX	Zinc (Zn)	MgZn ₂
Série 8000	8XXX	Autres éléments	-
Série 9000	/	Non utilisé	-

Désignation numérique :

Conformément aux directives de l'aluminium, les alliages d'aluminium sont désignés à l'aide d'un système numérique de quatre chiffres.

Ces quatre chiffres identifiant la composition chimique de l'alliage. Ce groupe de quatre chiffres est parfois suivi d'une lettre indiquant une variante nationale. Il est à noter que la norme européenne EN 573-1 indique que cet ensemble de quatre chiffres doit être précédé pour les alliages destinées à être corroyés par le préfixe EN, les lettre « A »(aluminium), « w »(pour les produits corroyés) et un tiret «-». La notation complète est rarement utilisée. Par ceci de simplification.

I.4.1. Classification des alliages d'aluminium :

Nous désignerons les alliages d'aluminium corroyés les normes de l'aluminium association des Etats-Unis. Ces normes affectent à chaque type d'alliage un nombre de quatre chiffres qui permet de les classer en séries. Nous traiterons des alliages non trempant des séries 1000,3000 et 5000. Ensuite, les alliages à durcissement structural des séries 2000 ,6000 et 7000. Les alliages de la série 4000 sont peu utilisés, nous les négligerons. [14]

Les alliages à durcissement par écrouissage :

Les séries 1000, 3000, 5000 et la plupart des 4000 ne peuvent pas être traitées, sont dites non trempantes ou sans durcissement structural. Cependant, leurs caractéristiques peuvent être modifiées par écrouissage ("durcissement mécanique") ou par modification de la grosseur du grain. De plus, comme la solubilité des éléments d'alliage est faible dans l'aluminium à température ambiante, leur capacité de durcissement par mise en solution ou maturation est très limitée.

Les alliages à durcissement par traitement thermique :

Les séries 2000, 6000 et 7000 peuvent être traitées et sont dites trempantes ou avec durcissement structural.

Bien qu'il soit possible d'avoir un bon rapport résistance/poids avec ces alliages, leur capacité à précipiter ou à se transformer reste modérée. De plus, en utilisation au-dessus de 175°C les traitements disparaissent [15].

I.4.2. Alliages corroyés :

En métallurgie, les familles d'alliages d'aluminium de corroyage se divisent en deux groupes très distincts tant par la gamme de fabrication que par certaines propriétés comme : les alliages à durcissement structural, et les alliages sans durcissement structural.

I.4.2.1 Désignation des alliages corroyés**I.4.2.2 Désignation numérique (Norme européenne EN 485-2) :**

La désignation, conforme à la norme Afnor NF EN 573 ainsi qu'aux spécifications internationales de l'Aluminium Association, est numérique à quatre chiffres dans le premier chiffre indique la famille (ou la série) à laquelle appartient l'aluminium ou l'alliage d'aluminium [16].

Le premier chiffre désigne la famille d'alliage comme la suite :

- ❖ Aluminium sans élément d'addition : (série 1000)
- ❖ Aluminium + cuivre : (série 2000)
- ❖ Aluminium + manganèse : (série 3000).
- ❖ Aluminium + silicium (alliages de moulage) : (série 4000).
- ❖ Aluminium + magnésium : (série 5000).

- ❖ Aluminium + magnésium + silicium : (série 6000).
- ❖ Aluminium + zinc + magnésium : (série 7000)
- ❖ Autres alliages d'aluminium : (série 8000)

Le deuxième chiffre : pour famille d'aluminium non allié (1000) indique les limites de certaines impuretés, mais pour les autres familles représente les modifications successives de l'alliage

Le troisième chiffre : indique pour la famille 1000, le pourcentage d'aluminium au-delà de 99% et pour les autres familles, l'identification de l'alliage.

Le quatrième chiffre indique comme le troisième.

Tableau I.3 : Désignations et teneur en masse des alliages de corroyage.

	Durcissement par écrouissage A sans traitement thermique Alliages non trmpant				Durcissement structural Alliages trempant A traitement thermique			
Famille	1000	3000	5000	8000	2000	4000	6000	7000
Eléments D'alliage	aucun	Mn	Mg	Si+Fe	Cu	Si	Mg+Si	Zn+Mg
Teneur en masse (%)	0	0.5-1.5	0.5-5	Si: 0,3-1 Fe: 0,6-2	2-6	0.8-1.7	Mg : 0,5-1,5 Si: 0,5-1,5	Zn : 5-7 Mg : 1-2

I.4.2.3 Désignation symbolique (Norme européenne) :

Elle est destinée à compléter la précédente.

La désignation de l'aluminium non allié destiné au corroyage est constituée du symbole chimique du métal (Al) suivi d'un espace et du pourcentage d'exprimé avec une ou deux décimales. Par Exemples : EN AW-2014 [Al Cu4siMg (Figure I.3) [16].

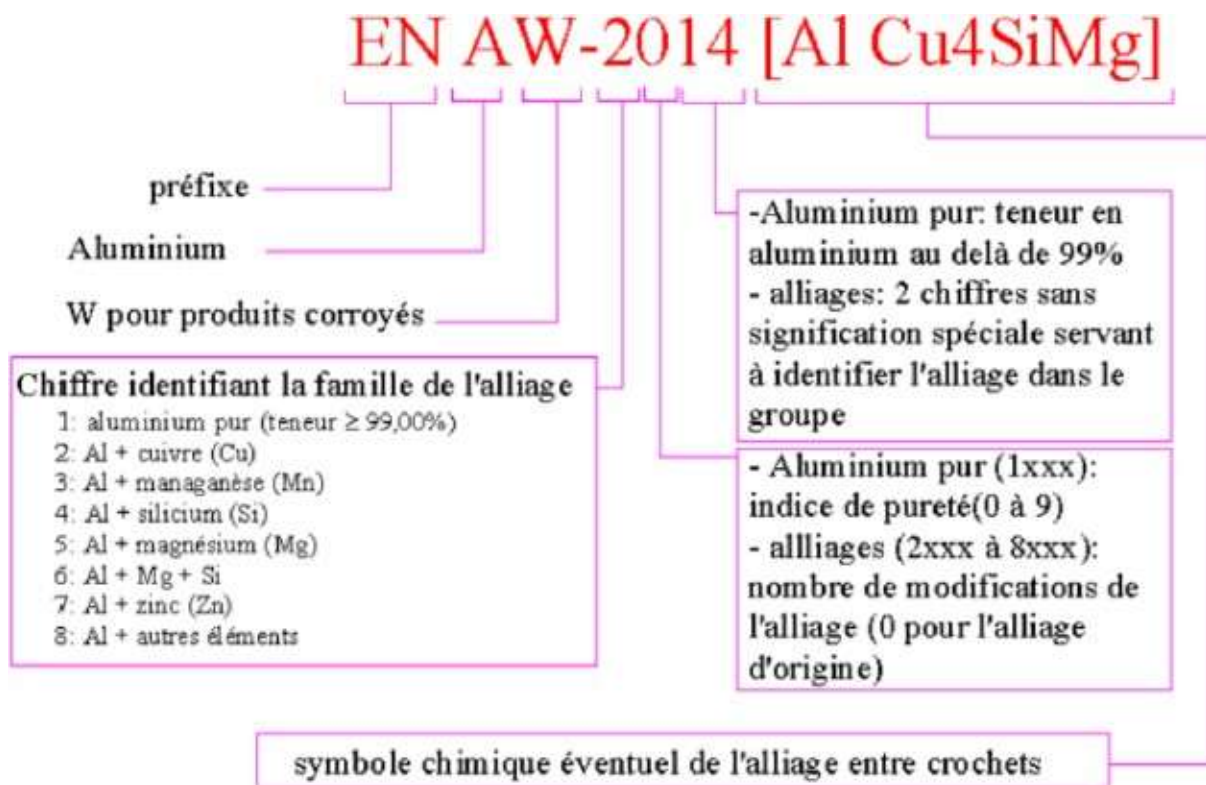


Figure I.3: Destination des aluminiums et alliages – produits corroyés NF EN 573.

5-Les différentes séries d'alliage d'aluminium

Série 1000 :

Les alliages de cette série sont essentiellement des alliages d'aluminium dont la pureté commerciale est d'au moins 99% al. A l'état recuit, leurs propriétés mécaniques sont faibles, mais on peut les améliorer par écrouissage. Ils se prêtent facilement à la mise en forme par déformation plastique à froid, notamment l'emboutissage et la chaudronnerie. Ils font preuve d'une excellente tenue en atmosphère humide et marine.

Cette qualité est utilisée, par exemple, après placage par laminage, pour protéger des alliages d'aluminium sensibles à la corrosion. Grâce à la grande conductibilité électrique de certains alliages de cette série. On peut utiliser ceux-ci comme conducteurs électriques ces alliages sont également recherchés pour leur conductibilité thermique élevée cette propriété est utilisée pour les tubes d'évaporateurs et de radiateurs. Ils ont aussi une excellente tenue à des très basses températures cette propriété est utilisée dans l'industrie cryogénique.

Série 2000 :

Les teneurs en cuivre des alliages de cette série sont comprises entre 2,6 et 6,3%, les teneurs en magnésium varient de 0,5 à 1,5 % le durcissement structural de ces alliages est dû à

la précipitation de composés transitoires d' Al_2Cu et CuMgAl_2 . Ces phases leur confèrent d'excellentes propriétés mécaniques. L'addition de silicium et de magnésium, favorise la formation de composés quaternaires. Par dispersion, ces derniers améliorent les propriétés de la matrice par contre, la présence de fer est souvent nuisible, la formation de Cu_2FeAl_2 , contenant de fer, diminue la quantité de cuivre nécessaire au durcissement structural. Cependant, si, en plus du fer, on ajoute du nickel, il y a formation du composé Al_2FeNi , qui confère à l'alliage une bonne tenue mécanique jusqu'à 230°C .

D'autre part, les alliages de la série 2000 font preuve d'une résistance médiocre à la corrosion. A l'état trempé et vieilli, la présence de précipités cathodiques crée une pile par rapport à la matrice par ailleurs, ces alliages sont difficilement soudables, en effet, puisque les zones adjacentes aux cordons de soudure subissent un recuit lors du cycle thermique imposé par le soudage, leur propriété mécanique s'en trouvent considérablement affaiblies.

Série 3000 :

La solubilité maximale du manganèse dans l'aluminium diminue rapidement avec la température. Elle est de 1,8% à 659°C . Le manganèse se combine à l'aluminium pour former un composé intermétallique. Le précipité de Al_2Mn est dispersé dans la matrice.

Les teneurs en Mn sont maintenues inférieures à 1,5%. On constate également une augmentation de la température de recristallisation de l'alliage d'aluminium quand l'addition de magnésium à des teneurs inférieures à 1,2% entraîne un durcissement secondaire par solution solide les.

Les alliages Al-Mn se prêtent aisément à la mise en forme. on produit des tôles, barres, fils, profilés, tubes, etc.. Par ailleurs, ils résistent bien à la corrosion atmosphérique et sont facilement soudables ils remplacent l'aluminium non allié de la série 1000 chaque fois qu'on recherche une amélioration des propriétés mécaniques.

Série 5000 :

Les alliages Al/Mg corroyés contiennent moins de 4% de Mg. Dans ces conditions, on retrouve le magnésium en solution solide, et le reste sous forme de composé Mg_2Al_3 . Les alliages de cette série ne subissent pas vraiment un durcissement structural. Pour les alliages écrouis, un séjour prolongé à la température ambiante ou plus élevée, provoque une précipitation. Mg_3Al_2 se forme aux joints de grains.

Ceci peut entraîner des conséquences néfastes sur la résistance à la corrosion.

Il y a, en effet, une possibilité de corrosion inter granulaire ou de corrosion sous tension. Pour pallier cette tendance, on soumet ces alliages, après écrouissage, à un recuit stabilisation les utilisations des alliages de la série 5000 découlent de leurs principales caractéristiques.

Séries 6000 :

Le durcissement structural des alliages d'aluminium de série 6000 est dû à la formation de la formation du composé Mg_2Si . Quand le magnésium et le silicium se combinent en Mg_2Si le rapport massique Mg/Si est égal à 1,73 pour la plupart de ces alliages, ce rapport est respecté. On rencontre parfois un excès de silicium qui améliore les propriétés mécaniques. Ceci se fait au détriment de la résistance à la corrosion. Certains alliages comportent en outre de l'addition de manganèse (0,8%) et de chrome (0,3%). Ces éléments ont pour effet d'augmenter leur résistance mécanique et leur ténacité, et d'affiner la taille des grains. L'addition de cuivre améliore également les propriétés mécaniques de ces alliages, mais on limite sa teneur à 0,5%. Il diminue leurs résistances à la corrosion.

Ces alliages possèdent des propriétés mécaniques moyennes par rapport aux autres alliages d'aluminium à durcissement structural. Par contre, ils ont une excellente aptitude à la mise en forme à chaud. Les techniques de production. Par ailleurs, leur comportement aux basses températures est acceptable, mais leur résistance à chaud est limitée à 150°C. Ils font preuve d'une excellente résistance à la corrosion atmosphérique, tout en étant insensibles à la corrosion sous tension.

Les alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si) font partie comme les alliages de la série 2000 (Al-Cu) et la série 7000 (Al-Zn-Mg) des alliages à durcissement structural ou trempant. Leur durcissement est obtenu par une suite de traitements thermiques : remise en solution solide, trempe puis revenu.

Séries 7000 :

De tous les alliages d'aluminium, ceux de la série 7000 présentent, après traitement thermique, les propriétés mécaniques les meilleures. Leur teneur en zinc varie de 4 à 8 % et celle en magnésium de 1 à 3 %. Leur durcissement structural est dû principalement à la précipitation de formes transitoires (zones GP) du composé au $MgZn_2$.

L'addition de cuivre, jusqu'à des teneurs de 2 %. Durcit ces alliages par solution solide et par précipitation. Par ailleurs, la présence de cuivre dans les zones GP augmente leur stabilité à chaud, le cuivre diminue toutefois la trempabilité, la soudabilité et la ténacité des

alliages Al/Zn/Mg, le chrome (< 0,3 %) améliore leur résistance à la corrosion sous tension.

Outre leurs propriétés mécaniques remarquables, les alliages de série 7000 se prêtent facilement aux traitements thermiques. Cette qualité est due à leur grand intervalle de température de mise en solution, leur bonne trempabilité.

Leurs températures de vieillissement sont relativement basses : de la température ambiante à 160°C. grâce à cet ensemble de propriétés, les caractéristiques des joints soudés peuvent rester voisines de celles du métal de base. Lasoudabilité de ces alliages, favorisée par la présence de zirconium, reste moyenne. Le principal inconvénient des alliages de cette série est leur faible résistance à chaud, dès que la température de service dépasse 120°C.

I.6.traitements thermiques des alliages d'aluminium :

I.6.1-But des traitements thermiques :

Les traitements thermiques ont pour but de modifier en générale la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier.

En général, les traitements thermiques en métallurgie sont : l'homogénéisation, L'adoucissement, le vieillissement et le durcissement structural

I.6.2 Principaux traitements thermiques :

I.6.2.1. Traitements d'homogénéisation :

Les traitements d'homogénéisation sont fonction de la durée et la température des traitements thermiques qui dépendent généralement de la massivité de pièces, de la composition des alliages et de l'importance des ségrégations. Les domaines des températures d'homogénéisation s'étendent le plus souvent de 450°C à 500°C pour l'aluminium et de 450°C à 590°C pour les alliages d'aluminium [17].

I.6.2.2 Traitements d'adoucissement :

Le but de ces traitements pour d'adoucir un alliage durci par écrouissage ou par trempe structurale. Nous notons parmices traitements thermiques le traitement de restauration et le traitement de recristallisation utilisés dans le cas de matériaux écrouis, et le traitement de recuit de précipitation dans le cas de matériaux trempés. Ce traitement consiste à chauffer une période relativement longue à une température élevée pour ramollir l'alliage produit par l'évolution des précipités provenant des constituants de l'alliage.

I.6.2.3-Traitement de vieillissement :

Ce terme désigne l'évolution (généralement défavorable) des propriétés d'un matériau au cours du temps par interaction en volume avec un facteur physique environnant.

Bien que la distinction soit parfois difficile, le terme de corrosion désigne plus spécifiquement une dégradation et/ou une perte de matière par réaction (se produit en surface de la pièce considérée) chimique du matériau avec son environnement. L'usure est une perte de matière d'origine mécanique, consécutive au mouvement relatif de deux surfaces solides en contact il y a deux types sont :

I.6.2.3.1. Vieillessement naturel (Maturation) :

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leur traitement thermique. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage et également dans un type d'alliage, de sorte que le vieillissement naturel est stable pouvant durer de quelques jours jusqu'à plusieurs années. Certains alliages de la série 6000 qui sont durcissant et peuvent atteindre une dureté maximale après un mois à la température ambiante.

I.6.2.3.2 Vieillessement artificiel (Revenu) :

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en maintient selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité, la précipitation s'accélère et la dureté augmente encore par comparaison au vieillissement naturel et il est effectué à des températures allant jusqu'à 240°C (100 à 240°C dans le cas de la série 6000) Pendant le vieillissement artificiel à une température donnée, la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale après un temps de maintien donné

I.6.4. Traitements thermiques de durcissement structural :

Le durcissement structural a une importance primordiale dans la métallurgie des Alliages d'aluminium car c'est le processus par excellence qui permet d'améliorer les Propriétés mécaniques. Ce type de traitement, spécifique aux alliages à durcissement Structural comprend :

I.6.4.1 Mise en solution :

L'obtention d'une solution solide à l'aide de la réaction du durcissement par précipitation est très importante dans l'opération du traitement thermique. L'objectif de ce traitement est d'amener dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de

durcissement soluble ou élément d'alliage (ex. Cu, Mg, Si) dans la matrice. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez long afin d'obtenir une solution solide homogène. Les domaines des températures de mise en solution s'étendent le plus souvent de 450°C à 500°C pour l'aluminium et de 450°C à 590 °C pour ses alliages [18]

I.6.4.2. Trempe :

La trempe est une opération nécessaire pour effectuer un traitement thermique. Cette opération consiste en un refroidissement suffisamment rapide de la solution solide obtenue dans la première étape, pour que les précipités intermétalliques stables n'aient pas le temps d'être formés. Elle ne prend pas de temps, puisqu'elle a une très courte durée. Elle peut être faite à l'eau, à l'air, à l'huile ou dans des métaux en fusion à différents intervalles. Son but est de supprimer la formation de la phase à l'équilibre Mg₂Si pendant le refroidissement et de préserver la solution soluble solide formée lors de la mise en solution, par un refroidissement rapide (~ 260°C/s) à basse température, habituellement près de la température de la pièce.

Le résultat de cette opération est une solution solide sursaturée en éléments d'alliages, et également en lacunes [18]

I.6.4.3. Vieillissement :

Le but principal des traitements de vieillissement est de modifier les propriétés mécaniques des alliages après trempe. Ces propriétés mécaniques sont convenables pour plusieurs applications.

A decorative border with intricate floral and scrollwork patterns in black and white, framing the central text.

**CHAPITRE II :
TRAITEMENT DES
ALLIAGES D'ALUMINIUM
PAR ANODISATION**

II.1 Introduction

L'aluminium et ses alliages sont aujourd'hui très utilisés pour leurs propriétés intrinsèques : légèreté, bonne tenue à la corrosion, conductibilité thermique ou électrique. Les traitements d'anodisation ajoutent différentes caractéristiques au matériau telles que la tenue à la corrosion, la dureté, le coefficient de frottement diminué, l'isolation thermique ou électrique... Pour répondre à ces besoins, de nombreux procédés d'anodisation sont utilisés dans l'industrie pour des applications très diverses allant du transport au bâtiment, en passant par les loisirs, la décoration, les pièces mécaniques ou culinaires.

Dans son principe, la découverte de l'oxydation anodique de l'aluminium et de ses alliages suit de près celle du métal lui-même. Dès 1857, Buff découvre que l'aluminium forme un oxyde lorsqu'il est placé comme anode dans une cellule d'électrolyse. En 1911, De Saint-Martin propose les principes de base de l'anodisation sulfurique. En 1923, c'est au tour de Bengough et Stuart de développer l'anodisation chromique.

Par la suite, de nombreux perfectionnements des procédés de traitement anodique voient le jour, mettant à profit l'importante diversité offerte dans ce domaine ; la modification des électrolytes, des conditions opératoires et des alliages traités permet d'obtenir des propriétés de surface très variées. En effet, si l'aluminium et ses alliages sont aujourd'hui largement utilisés pour leurs propriétés intrinsèques (légèreté, bonne tenue à la corrosion, conductibilité thermique ou électrique...), il convient de souligner que les traitements d'anodisation permettent d'y ajouter, en fonction des applications visées, des propriétés très spécifiques :

- Renforcement important de la tenue à la corrosion,
- Amélioration de la dureté et de la résistance à l'abrasion,
- Diminution du coefficient de frottement,
- Isolation thermique,
- Isolation électrique,
- Possibilité de coloration,
- Base d'accrochage avant revêtement organique ou dépôt galvanique, etc.

C'est la raison pour laquelle les procédés d'anodisation sont aujourd'hui très répandus dans l'industrie pour des applications très diverses allant du transport au bâtiment, en passant par les loisirs, la décoration, les pièces mécaniques, les articles culinaires... [1]

II.2 Etapes d'anodisation :

L'anodisation est une technique largement pratiquée dans l'industrie surtout dans l'aéronautique, l'automobile et le bâtiment. Cependant, le processus d'anodisation de l'aluminium requiert un certain nombre d'opérations préliminaires (dégraissage, décapage, satinage, polissage chimique ou électrochimique...) puis une étape complémentaire de colmatage et enfin un recouvrement par une peinture.

II.2.1 Dégraissage :

Le but de ce traitement est d'éliminer de la surface de l'aluminium toutes traces des substances organiques, huiles, produits gras, pâtes qui sont dues au prétraitement mécanique de polissage et aux différentes manipulations que le matériau a subi auparavant (emballage, déchargement, accrochage, etc...). Il est d'importance capitale que l'aluminium arrivé à la phase d'oxydation avec une surface très propre pour éviter des lignages, des tâches et d'autres réactions au traitement électrochimique qui augmenteraient le nombre des rebuts de production. [2]

II.2.1.1 Types de Dégraissage

1-Dégraissage alcalin

Dégraissage alcalin et le dégraissage acide ceux sont deux principaux types de dégraissage utilisés parmi les étapes au cours de prétraitement des alliages d'aluminium dans le cas de l'anodisation. Le dégraissage alcalin c'est la méthode la plus utilisée pour l'aluminium employé dans le bâtiment. Les spécifications auxquelles une bonne solution de dégraissant doit satisfaire, sont les suivantes :

- Bien mouiller la pièce pour entrer en contact avec la salissure,
- Dissoudre la salissure (par émulsion et saponification),
- Détacher la salissure grasse de la pièce et la mettre en solution,
- Être active mais ne pas attaquer l'aluminium.
- Éliminer la dureté de l'eau (sels de Ca, Mg) pour accroître l'action du dégraissage.

Il est évident que toutes ces fonctions ne peuvent être accomplies par un seul produit et donc les dégraissants sont généralement un mélange de produits chimiques, dont chacun a un rôle bien défini dans ce traitement. Nous allons répertorier quelques catégories de produits chimiques entrant dans la formulation des dégraissants, en y joignant leurs caractéristiques.

- **Soude caustique** : Très bon saponifiant des matières grasses, forte agressivité chimique sur l'aluminium. Pouvoirs mouillants et détergent limités.
- **Carbonate de soude** : Moins agressif que la soude caustique. Bon adoucisseur de l'eau.
- **Phosphates** : Bons adoucisseurs et séquestrant pour le calcium et le magnésium se trouvant dans l'eau. Certains sont de très bons dégraissants et des tensio-actifs efficaces. Bons tampons.
- **Savons et détergents synthétiques** : Ils se comportent en tension actifs, c'est-à-dire qu'ils baissent la tension superficielle sur la pièce et en facilitent le mouillage. Ils ne doivent pas créer trop de mousse pour ne pas causer des tâches sur les pièces. Les détergents peuvent être cationiques, anioniques ou non ioniques. Les plus utilisés sont les anioniques et les non-ioniques. Ces derniers ont l'avantage de ne pas ressentir l'acidité ou la basicité de la solution.
- **Silicates de sodium** : Ces produits sont de bons tampons pour le Ph ; ils ont un fort pouvoir émulsionnant vis-à-vis des matières grasses et sont d'excellents inhibiteurs. Attention cependant de ne pas les entraîner dans les bains d'anodisation, il faut bien les éliminer par différents rinçages et, en particulier, on peut immerger les pièces dans le bain de blanchiment à l'acide nitrique après dégraissage et avant anodisation.
- **Borates, Gluconates, Ethanolamines** : Ils augmentent l'efficacité du dégraissage, en réduisent les temps, et sont des inhibiteurs d'attaque du métal. Ils ont une forte action complexe et séquestrant.

L'aluminium doit être immergé dans une cuve à une température de 45 à 65 °C. Le pH de la solution est compris entre 9 et 11. Le temps de traitement est fonction du degré de pollution en substances grasses ou en huile sur le métal : il varie de 2 à 15 min. L'introduction du polissage mécanique avec brosse en acier lubrifiée à l'eau a amené, pour ce type de finition, l'avantage de la disparition des pâtes de polissage en simplifiant ainsi le dégraissage (qui peut être fait à des températures inférieures).

2-Le dégraissage acide

La mise au point plus récente de ces bains a permis de réaliser de substantielles économies d'énergie. Ce type de bain s'utilise à température ambiante (15 à 25 °C) sur des pièces destinées à subir un traitement de satinage, ce qui est le cas le plus couramment

rencontré dans les ateliers travaillant sur des profilés destinés au "bâtiment". Il est nécessaire d'utiliser des cuves résistant aux produits acides, acier inoxydable ou P.V.C. L'action de nettoyage est double :

- Elimination des corps gras par émulsion à l'aide de tensioactifs appropriés.
- Elimination de la couche d'oxyde naturelle, garantissant ainsi l'élimination de toutes les particules étrangères au métal, poussières diverses, graphites par la base acide de type phosphorique utilisée.

L'utilisation à basse température permet un "égouttage" maximum des pièces dégraissées, limitant les pertes par entraînement et consécutivement la pollution des rinçages. Les conditions d'utilisation de ces bains soumis nécessairement à une légère agitation par air comprimé ou sur pressé sont généralement les suivantes :

- Concentration : 3 à 6 % en volume,
- Température : 15 à 25°C,
- Temps d'immersion : 5 à 15mn.

II.2.1.2 Contrôle chimique des deux types de dégraissages :

Pour le dégraissage Alcalin, Prélever 5 ml de bain, titrer par de l'acide chlorhydrique (HCl) N/2 en présence de méthylorange. Au virage de l'indicateur du jaune au rose, relever le volume d'HCl versé. Soit A le nombre de ml d'HCl N/2 versés.

Pour le Dégraissage acide, Prélever 50 ml de bain, titrer par de la soude (NaOH) N/2 en présence de méthylorange. Au virage de l'indicateur, relever le volume de NaOH versé. Soit A le nombre de ml de NaOH N/2 versés.

Tableau II.1 : Dégraissage des alliages d'aluminium. [3]

Nature du dégraissant	Conditions d'emploi	Observations
<ul style="list-style-type: none"> • Solvants chlorés : – Trichloréthylène, – Trichloro-éthane. – Perchloréthylène 	Dégraissage en phase vapeur	Risque de corrosion par formation de chlorure selon stabilisant. À préférer pour sa stabilité.
<ul style="list-style-type: none"> • Solvants chlorofluorés : Trichloro-trifluoro-éthane 113. 	Dégraissage sous ultrasons	Très stables, mais non biodégradables.
<p>LESSIVES ALCALINES</p> <ul style="list-style-type: none"> • Lessives phosphatées : 	Immersion ou projection	Lessives douces (ph < 8,3). Longue durée.

Carbonates + phosphates + polyphosphates. • Lessives silicatées : Soude + silicate de soude	T maxi 60 °C	ph > 10,0. Légère attaque des alliages. Nécessité rinçage acide.
• Dégraissants acides : acide phosphorique dilué + tensio-actifs	T : 30 °C Immersion ou projection	ph ≤ 3,0. Légère attaque.

II.2.2 Décapage et satinage

Nous avons choisi d'examiner dans une seule fiche ces deux traitements, pour les raisons suivantes :

- la composition des bains est similaire,
- les contrôles chimiques sont les mêmes,
- dans quelques installations moins bien équipées, les deux traitements sont effectués dans la même cuve.

Nous allons faire une description séparée des deux procédés. [4]

II.2.2.1 Décapage

Le décapage chimique est une technique chimique utilisée pour faire enlever le film d'oxyde d'aluminium ou autres produits de la corrosion du substrat de matériaux par réaction chimique avec un agent de décapage à base d'acide. Afin de retirer de manière efficace les couches épaisses d'oxyde, des concentrations spécifiées d'acide (chlorhydriques, sulfuriques, nitrique, fluorhydrique et phosphorique), des températures spécifiées et des durées de décapage spécifiées sont à respecter [27-28].

La durée de décapage est réduite par l'accroissement de la concentration d'acide et l'élévation de la température. Les effets du décapage peuvent également être accélérés par la mise en mouvement du substrat dans la solution de décapage ou par la mise en mouvement de la solution de décapage grâce à l'injection de la solution.

La réaction de décapage est décrite par l'équation chimique suivante :

Oxyde métallique + solution de décapage -> ion métallique + eau.

L'hydrogène est généralement formé :

Métal + solution de décapage -> ion métallique + hydrogène.

La concentration des ions du métal dissous s'accroît dans la solution de décapage tandis que la force de l'acier libre décline. La consommation d'acide associé à la dissolution du métal et de l'oxyde métallique peut être compensée par l'ajout d'une solution de décapage neuve.

Cependant, cette technique est limitée par l'accroissement continu du contenu métallique. Un contenu maximum de fer de 8 % est recommandé pour l'acide sulfurique, de 12 % pour l'acide chlorhydrique et de 2,5 % pour l'acide phosphorique. Lorsque les concentrations limites sont atteintes, la solution de décapage doit être éliminée complètement ou partiellement [28-29].

La surface à décaper doit être complètement exempte de graisse, autrement, un décapage inégal se produira car l'acide attaquera uniquement les zones exemptes de graisse. L'utilisation d'agents mouillant accélère les processus de décapage car les pièces sont mieux et plus rapidement mouillées [28-29]. [5]

II.2.2.2 Satinage chimique :

Le but essentiel du traitement de satinage est esthétique :

- Élimination des défauts de filage ou de laminage.
- Recherche d'une matité plus ou moins prononcée.

Dans l'opération de satinage, il y a dissolution du métal et élimination des oxydes naturels recouvrant la surface : il y a donc changement d'aspect. Ce changement d'aspect dépend de la structure du métal (discontinuité métallurgique : joints de grains, impuretés hors solutions, ségrégations) et aussi de la solution de satinage. Il existe sur le marché des formulations donnant des aspects différents :

- Satiné plus ou moins brillant.
- Satiné plus ou moins mat.
- Satiné pour les filés.
- Satiné pour les laminés.

Mais la formulation de base est généralement conçue à partir de soude et décomplexant. La soude attaque l'aluminium et les complexant évitent la formation d'alumine à partir d'aluminate de sodium. Pour suivre un bain de satinage, il faut suivre les

rappports soude libre sur aluminium et complexant sur aluminium. Les paramètres de traitement sont, en général, le temps qui est compris entre 10 et 25mn et la température qui varie de 55 à 65°C.

Actuellement, la tendance chez les anodiseurs est d'obtenir un aspect de satinage mat avec des bains contenant de hautes teneurs en aluminium dissous (supérieures à 120 g/l). Ces bains sont dits permanents ; la teneur en Al se stabilise car l'entraînement du bain de satinage par les pièces compense l'apport de métal dû à la dissolution. [6]

II.2.3 Neutralisation

Les pièces à anodiser après avoir subi le traitement alcalin de satinage chimique (suivi des rinçages correspondants), sont immergées dans la cuve de neutralisation acide. Les buts de ce traitement sont les suivants :

- Éliminer de la surface de l'aluminium les hydroxydes qui se sont formés lors des prétraitements alcalins et dont la présence provoquerait des défauts pendant l'oxydation anodique. En effet, la présence d'hydroxydes des métaux d'alliage (Mg, Mn, Fe, Cu) sur l'aluminium pourrait donner des différences de couleur et d'autres défauts qui seraient visibles et difficilement éliminables après anodisation. Ces composés n'étant pas des métaux amphotères, comme l'aluminium, ils se dissolvent uniquement en milieu acide.
- Neutraliser la basicité du métal qui, bien que rincé, garde des résidus des traitements alcalins précédents. Une neutralisation incomplète de la basicité se trouvant sur le métal causerait une plus grande consommation d'acide sulfurique et une accumulation d'éléments d'alliage dans la cuve d'oxydation qui en serait polluée.
- Passiver l'aluminium mis à nu pour le protéger lors du séjour dans les rinçages précédant l'anodisation.

Cette neutralisation se fait en milieu nitrique ou sulfurique. D'autre part, ce bain a un très bon pouvoir émoulinant par rapport à l'oxyde anodique et à certains oxydes qui ne sont pas éliminés par l'attaque dans la soude.

II.2.3.1 Acide nitrique :

Le plus souvent, la cuve de neutralisation contient une solution d'acide nitrique (HNO₃). En général, on travaille avec une concentration allant de 150 à 250g/l.

II.2.3.2 Acide sulfurique :

Il est aussi possible d'utiliser de l'acide sulfurique, à condition d'y adjoindre des additifs spécifiques qui apportent dans le bain les agents oxydants indispensables à son efficacité. Les conditions d'utilisation sont généralement :

- H₂SO₄ : 40 à 60g/l.
- Additifs : 15 à 40g/l.
- Température : 15 à 25°C.
- Temps de contact : 3 à 15min. [7]

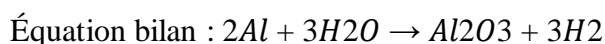
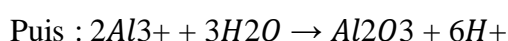
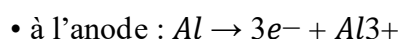
II.2.4 Anodisation

II.2.4.1 Anodisation en acide sulfurique :

L'aluminium à l'état naturel est protégé par une couche d'alumine superficielle. Elle est de quelques nanomètres d'épaisseur. Le traitement de surface d'aluminium et ses alliages par la procède d'anodisation accroissant l'épaisseur de la couche anodisée. Elle consiste en une électrolyse en milieu d'un électrolyte, d'où le revêtement n'est pas réalisé par apport de matière mais par oxydation contrôlée du substrat afin de le passiver.

L'anodisation est basée sur le principe de l'électrolyse de l'eau. Dans une cuve remplie d'acide tel que l'acide sulfurique, la pièce substrat (aluminium ou ses alliages) est placée à l'anode d'un générateur de courant continu. La cathode du système est généralement en plomb ou aluminium, dans certaines installations.

Lors de l'électrolyse la couche d'oxyde s'élabore à partir de la surface vers le coeur du métal, contrairement à un dépôt électrolytique. Pour l'aluminium, il se forme une couche d'alumine qui a un pouvoir d'isolant électrique. Ainsi, le courant n'arrive plus jusqu'au substrat et il est alors protégé [28-29, 34-38]. On peut présenter l'anodisation par une série de réactions (Fig. 1) :



Ces réactions provoquent donc une formation d'une couche d'oxyde d'aluminium qui isole le courant électrique d'arrivé vers la couche [33-40]. C'est pour cette raison qu'il faut utiliser un électrolyte qui dissout la couche tel que l'acide sulfurique. On obtient alors des sphères équipotentielles qui progressent en produisant une couche d'alumine poreuse et des structures hexagonales. En effet, en un polissage électrolytique, la vitesse de la dissolution est identique à la vitesse d'oxydation, mais en décapage, la vitesse de la dissolution est plus grande que la vitesse d'oxydation au contraire du cas d'anodisation [8].

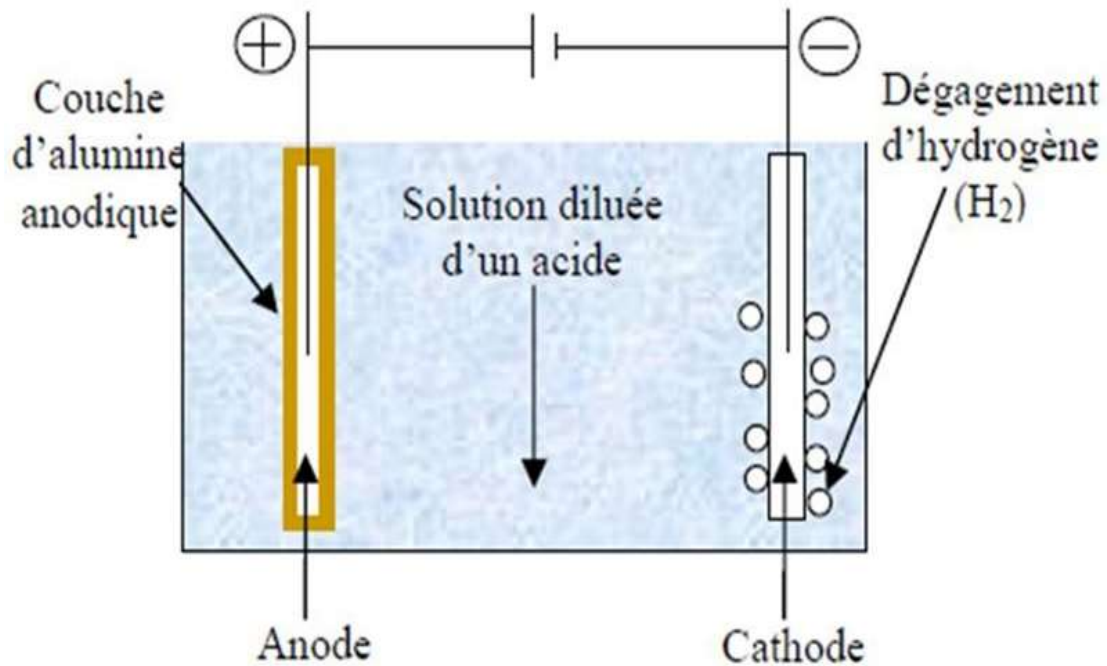
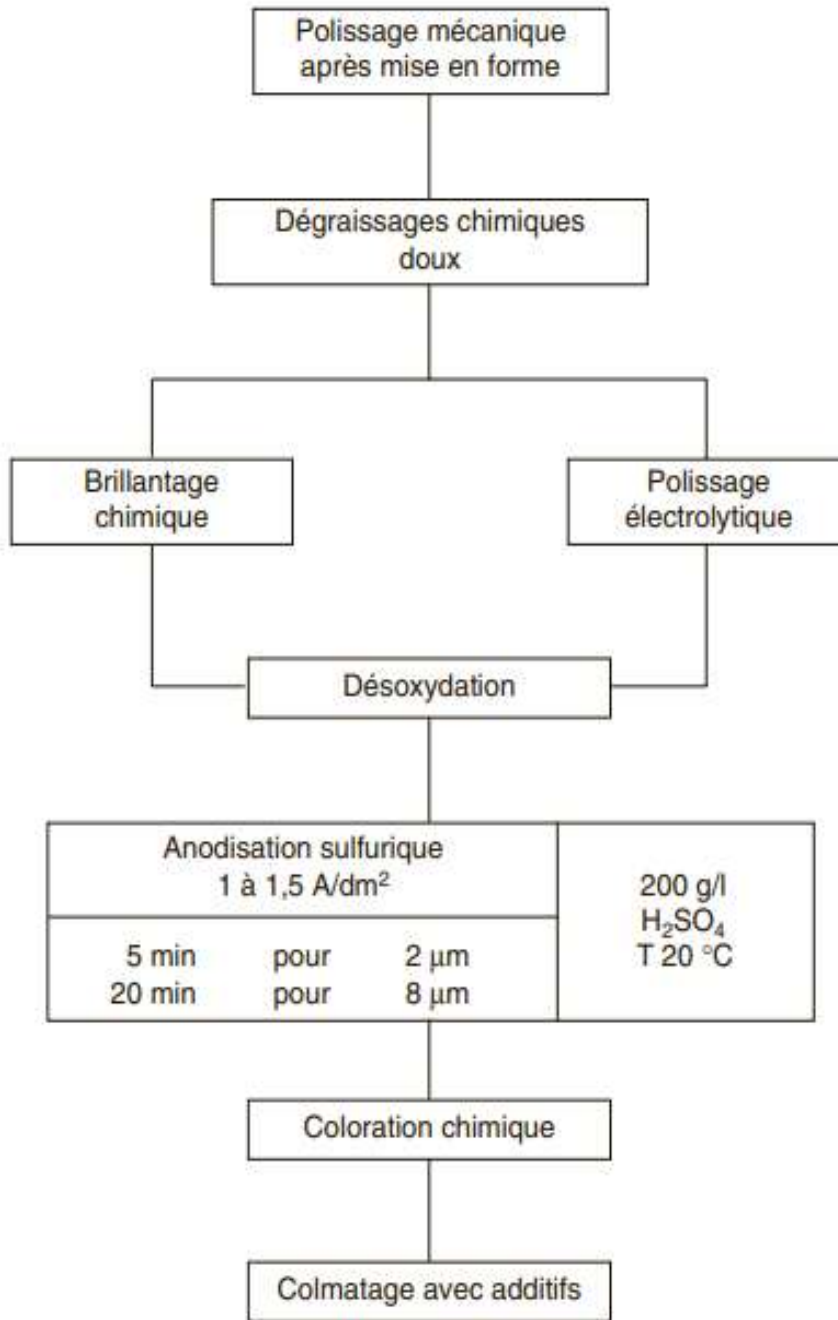


Figure II.1: Anodisation de l'aluminium



[9]

II.2.4.2 Paramètres d'anodisation :

La cuve d'anodisation doit être habillée intérieurement avec un matériau antiacide. Son volume devrait théoriquement être lié au courant injecté. Les cathodes sont en aluminium ou en plomb. Les cathodes en plomb ont l'avantage de se passiver dans la solution, car elles se recouvrent d'une très mince couche de sulfate de plomb insoluble. Elles ont donc une grande durée de vie si leur montage est fait dans les règles de l'art.

Les cathodes en aluminium ont l'avantage d'avoir une plus grande conductibilité électrique (environ 7 fois supérieure à celle du plomb) et donc de nécessiter une surface immergée plus réduite. Le poids spécifique est aussi favorable à l'aluminium. Le seul aspect négatif concernant l'emploi de ce matériau, est sa réactivité dans l'acide sulfurique sous certaines conditions. Si la température dépasse les 30°C, les cathodes en aluminium peuvent être corrodées en très peu de temps et de cisailer.

Concernant le montage du bain, il est impératif de préparer tout nouveau bain d'oxydation en ajoutant en dernier l'acide dans l'eau et de ne jamais inverser l'opération. La réaction entre l'acide sulfurique et l'eau développe beaucoup de chaleur : il faut donc opérer de telle sorte que l'acide soit tout de suite dilué dans la plus grande quantité d'eau possible pour annuler cet effet thermique. Il est de plus conseillé de faire fonctionner le système de refroidissement de la cuve pour que la température ne dépasse jamais les 30°C. [10]

II.2.4.2.1 Epaisseur de la couche d'oxyde :

L'épaisseur de la couche d'oxyde atteint en général quelques microns selon les paramètres utilisés relatifs aux types d'application. La norme internationale I.S.O. prévoit pour le moment plusieurs classes d'épaisseurs moyennes :

- De 5 à 10 microns pour application intérieure.
- De 15 à 25 microns pour application extérieure.

Le choix des épaisseurs doit être défini avec l'utilisateur et est fonction du degré d'agressivité du climat dans lequel le matériau doit être installé. La classe 25 a été introduite dernièrement sur demande de la Grande Bretagne qui l'a jugée nécessaire pour des zones à climat marin ou pour des zones industrielles à haut taux de pollution.

La couche d'oxyde est transparente, poreuse, diélectrique et devient presque inerte aux agents atmosphériques après qu'elle ait subi un traitement de colmatage adéquat. La qualité et les propriétés de cette couche sont fonction de différentes variables qui peuvent en

modifier ses caractéristiques :

- 1) Concentration en acide sulfurique.
- 2) Densité de courant.
- 3) Durée du traitement.
- 4) Température du bain.
- 5) Teneur en aluminium dissous dans la cuve.
- 6) Agitation du bain.
- 7) Ajout d'additifs dans la solution.
- 8) Présence d'impuretés.

Nous allons maintenant examiner en détail ces différents facteurs :

1) Concentration de l'acide sulfurique :

La concentration de l'acide sulfurique est normalement choisie entre 150 et 220 g/l. Plus l'acide sulfurique est concentré meilleur est la conductibilité électrique du bain, avec une économie de tension électrique à parité de densité de courant suivant la loi d'Ohm. En baissant sa conductibilité et résistance du bain. Le choix de la concentration optimale doit se faire en évaluant les deux concentrations extrêmes, sans oublier bien sûr les autres caractéristiques de l'installation comme le cas du refroidissement.

2) Densité du courant :

Le courant moyen qui passe dans les pièces à anodiser varie normalement de 1.2 à 2 A/dm². Le choix de la densité de courant à employer est fonction de la puissance du redresseur par rapport à la surface d'aluminium montée, de la capacité de refroidissement du bain et de la classe d'épaisseur. Une densité de courant élevée provoque un développement de chaleur supérieur dans le bain. Pour une tension appliquée donnée, la densité de courant est fonction de la variation de la température du bain.

3) Durée du traitement :

L'épaisseur de couche augmente progressivement pendant l'anodisation durant une certaine période de temps (environ 2 heures). Au-delà de ce temps, l'épaisseur reste presque constante parce que la couche d'oxyde complémentaire qui se forme est complètement détruite par l'acide. La formule empirique permettant de calculer, à

Priori, l'épaisseur de la couche d'oxyde est $e = 0,3 \cdot d \cdot t$ où e = épaisseur de couche en microns, d = densité de courant en A/dm² et t c'est le temps en min,

4) Température du bain :

L'anodisation est une réaction fortement exothermique, c'est-à-dire qu'elle développe une grande quantité de chaleur que l'on peut évaluer approximativement avec la formule $Q = 0,95 \cdot A \cdot V$ où A = courant en Ampère. V = tension en Volts. Q = quantité de chaleur développée.

Une température trop basse au démarrage ne doit pas être prise en considération puisqu'il suffit d'anodiser un premier chargement pour que la température atteigne la valeur de consigne. Une température globale ou locale trop élevée dans le bain d'anodisation provoque les inconvénients suivants :

- ❖ Couche d'oxyde avec des pores trop ouverts et donc plus difficiles à colmater.
- ❖ Danger de "brûlures" sur l'aluminium.
- ❖ Variations de densité de courant.
- ❖ Augmentation du pouvoir de dissolution du bain sur la couche et donc diminution du rendement.

5) Teneur en aluminium dissous :

Nous avons vu que l'acide sulfurique dissout une partie de la couche d'oxyde en même temps que celle-ci se forme. Quand la teneur en aluminium dissous dans le bain atteint 15 g/l il faut régénérer le bain. En effet, pour qu'un bain d'anodisation puisse donner de bons résultats, il faut qu'il contienne 3 à 4 g/l d'aluminium dissous.

Dans certaines installations, on emploie un système de filtration en continu du bain sur des résines échangeuses d'ions pour maintenir constamment bas le taux d'aluminium dissous.

Quand l'aluminium dissous dépasse 15 g/l on a les inconvénients suivants :

- ❖ Diminution du rendement d'anodisation.
- ❖ Difficulté à obtenir des épaisseurs de couches importantes (20microns).
- ❖ Difficulté à colorer après anodisation.
- ❖ Diminution de la conductibilité du bain et donc augmentation de la puissance nécessaire.

- ❖ Diminution de la transparence de la couche.

6) Agitation du bain:

Le bain d'anodisation doit constamment être en agitation par le passage d'air sur pressé distribué uniformément sur tout le fond de la cuve. L'agitation par air a les buts suivants:

- ❖ Rendre homogène la solution d'acide sulfurique.
- ❖ Éliminer la chaleur qui se développe sur la surface de l'aluminium pendant l'anodisation.
- ❖ Rendre uniforme la température dans chaque point de la cuve. Des interruptions dans l'agitation, même momentanées, causeraient des problèmes de qualité.

7) Ajout d'additifs à l'acide sulfurique :

L'additif le plus connu est l'acide oxalique. Cet acide organique ajouté à l'acide sulfurique à la concentration de 7 à 10 g/l donne les avantages suivants:

- ❖ il réduit le pouvoir dissolvant de l'acide sulfurique par rapport à la couche d'oxyde.
- ❖ il permet de travailler à des températures plus élevées (jusqu'à 24°C) sans avoir de "brûlures" sur l'aluminium.
- ❖ il permet d'adopter des densités de courant plus importantes.
- ❖ il donne une couche d'oxyde plus dure.

L'aspect négatif qui dérive de l'ajout d'acide oxalique est la légère coloration jaune de la couche d'oxyde après anodisation sur certains types d'alliages. L'ajout d'acide oxalique à l'acide sulfurique est d'habitude pratiqué dans les installations qui rencontrent des difficultés à travailler en dessous de 21 °C. Il existe d'autres additifs.

8) Présence d'impuretés :


La présence de chlorures supérieure à 0.1 g/l provoque sur l'aluminium l'apparition de nombreuses piqûres. Des huiles et des graisses peuvent se déposer sur le métal et en empêcher l'oxydation à certains endroits en provoquant des tâches. Pour empêcher que les huiles et les matières grasses présentes dans les compresseurs d'air viennent polluer le bain, on utilise couramment des surpresseurs d'air à turbine, sans parties lubrifiées, pour l'agitation de ces bains. Ces machines ont l'avantage de ne pas réchauffer l'air et donc de ne

pas réchauffer le bain d'oxydation, du moment qu'elles ne le compriment pas, mais l'insufflent seulement. [11]

II.3 Conclusion :

L'anodisation est un traitement de surface utilisé pour certains métaux et alliages notamment l'aluminium, titane et leurs alliages. Ce traitement permet d'augmenter les performances superficielles de matériaux en formant des films résistant aux sollicitations sévères tant de point de vue chimique que mécanique. Les revêtements obtenus ceux sont généralement des oxydes métalliques des substrats.

La qualité du revêtement obtenu demande une attention particulière à chacune des différentes étapes dans le processus d'anodisation. De ce fait, l'anodisation de l'aluminium devient un procédé fastidieux et coûteux pour les industriels, d'autant plus que certains produits chimiques utilisés dans les bains de colmatage sont reconnus comme étant dangereux pour l'environnement (notamment le chrome hexa valent Cr^{6+}). De plus, bien que l'anodisation de l'aluminium soit une pratique assez répandue dans le domaine industriel, la reproductibilité de la qualité du revêtement, vis-à-vis de la tenue à la corrosion, n'est pas encore entièrement maîtrisée. Par conséquent, les recherches dans le domaine du traitement de surface ne cessent de se développer pour satisfaire non seulement aux exigences des propriétés des couches mais également à la protection de l'environnement

A decorative border with intricate floral and scrollwork patterns in black and white, framing the central text. The border is symmetrical and features stylized leaves and scrolls.

**CHAPITRE III :
TECHNIQUES
EXPÉRIMENTALES,
RÉSULTATS ET
DISCUSSIONS**

III.1- Procédures expérimentales

III.1.1. Introduction

Dans ce chapitre les matériaux étudiés, le mode de préparation des échantillons, les investigations expérimentales utilisées pour l'élaboration des couches d'alumine étudiés, les techniques et les équipements utilisés seront présentés.

On décrira les différentes conditions des expérimentations réalisées et la méthodologie concernant l'obtention de caractérisation des couches d'oxyde d'aluminium : les zones formées lors de traitements d'anodisation et leurs structures, la nature des phases de dépôt mais aussi le comportement mécanique notamment la dureté des couches anodisées. L'étude de caractérisation sera réalisée à l'aide de méthodes expérimentales appropriées. Les couches formées lors de ces traitements seront identifiées par l'analyse métallographique à l'aide d'un microscope optique ainsi la dureté des échantillons couche – substrat est déterminée par le micro duromètre.

III.1.2. Matériaux étudiés

On utilise un deux alliages d'aluminium dont leurs compositions chimiques sont indiquées dans le tableau ci-dessous.

Tableau III.1 Composition chimique des deux alliages d'aluminium

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Ti	Al
7.15	0.12	0.01	0.03	0.48	0.01	0.03	0.14	Reste
5.2	0.35	0.1	0.1	0.7	0.02	0.1	0.1	Reste

Le matériau utilisé lors de cette étude est provenu de l'étranger sous forme des billettes ~~ou~~ Après avoir fabriqué au niveau de l'unité de production d'algal des différents objets cornières d'aluminium destiné aux plusieurs d'application, ces cornières ont subi un traitement de surface soit par anodisation ou anodisation coloration.

Une surface d'aluminium est toujours recouverte par une pellicule d'oxyde d'aluminium, qui protège le métal contre une oxydation ultérieure et qui se reforme automatiquement lorsqu'elle vient d'être détruite. Il était donc naturel d'essayer de créer artificiellement des couches épaisses et continues d'alumine sur la surface des alliages d'aluminium. En plus de son caractère de protection, cette couche à la propriété d'absorber des matières colorantes, propriété intéressantes pour la décoration.

III.1.3. Préparation des échantillons

La préparation des échantillons destinés au traitement d'anodisation est divisée en deux étapes, le coupage à froid et le polissage. Pour la première étape, On effectue un découpage au jet d'eau (pour éviter tout échauffement du matériau) de la cornière à l'aide d'une machine de cisailage des métaux. Le but est d'obtenir, après faire la cisaille, des éprouvettes qui prennent la forme de la cornière.



Figure III.1: Machine de coupe à froid

Le traitement de polissage réalisé sur les pièces est un polissage mécanique manuel. Le polissage proprement dit a pour buts de l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être exempt des zones d'écrouissage. Le polissage est l'action de polir, de rendre la surface de l'éprouvette très lisse. Il comporte la finition comme étape secondaire.

III.1.4. Techniques d'anodisation

L'anodisation utilisée dans notre étude concerne le traitement des profilés d'alliages d'aluminium en vue d'accroître les propriétés chimique et mécanique de région superficielle de ces objets. La technique est effectuée par voie électrolytique et nécessite des traitements préliminaires et qui sont dégraissage, décapage, rinçage. Après avoir préparé les échantillons ont subi un traitement d'anodisation. Le tableau récapitule les différentes étapes de l'anodisation ainsi les paramètres utilisés pour chaque étape.

Tableau III.2 : les différentes étapes de l'anodisation ainsi les paramètres utilisés pour chaque étape.

Traitement	N° de cuve	Analyse	Paramètres
Dégraissage	1	Polytoxal DG 15	23-35 g/l
Décapage	2	Chaux	50-80 g/l
		Polytoxal DA29	20-40 g/l
		Al dissous	100-150 g/l
		Température	50-60 C
Neutralisation	3	HNO3	70-100 g/l
		H2SO4	-
Anodisation	4	H2SO4	180g/l
		Al dissous	Inf. 15 g/l

III.1.5. Mesure de l'épaisseur de la couche d'anodisation

Un appareil à courant de Foucault a été utilisé afin de mesurer l'épaisseur d'oxyde produit lors des différents essais d'anodisation. Le modèle de l'appareil utilisé est un PosiTector 6000 N90S3. La figure montre une image de l'appareil. Avant de mesurer les d'épaisseurs d'oxyde, l'appareil a dû être calibré sur une surface n'ayant pas été anodisée et possédant un fini de surface semblable à celui des échantillons à évaluer. Trois mesures ont été prises dans chaque zone servant à évaluer les épaisseurs d'oxyde.

La technique de mesure par courant de Foucault fonctionne de la manière est comme suit lorsque le palpeur est apposé sur la surface non conductrice, un courant alternatif à haute fréquence (au-dessus de 1 MHz) est utilisé afin de créer un champ magnétique.

Ce champ magnétique crée alors un courant de Foucault sur la surface du substrat. L'épaisseur du revêtement affecte alors l'intensité du courant de Foucault. Ces courants forment leur propre champ magnétique d'opposition et c'est la variation de ces champs d'opposition qui est utilisé pour déterminer l'épaisseur du revêtement.[33]



Figure III.2: Appareil de mesure d'épaisseur d'oxyde

III.1.6. Caractérisation métallographique

III.1.6.1. Préparation des échantillons

Après avoir préparé par coupement des éprouvettes destinées à l'étude microscopique sont monté tout d'abord sur un porte échantillon en acier de forme prismatique creux indiqué dans la figure III .3. Les échantillons montés sur le support subissent ensemble deux principales opérations :

- Le polissage,
- L'attaque révélatrice de la microstructure.



Figure III.3: Echantillons montés sur le porte échantillons

III.1.6.2. Polissage

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle (Al_2O_3) dont la microstructure n'est pas représentative du matériau étudié. Il est effectué en deux étapes : la première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie décroissante (220, 400, 500, 800, 1000, 1200, 2000 et 3000).

Un polissage de finition à la pâte diamantée de 6 et 3 microns, est effectué en dernier sur un feutre sous une lubrification appropriée. L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible granulométrie. Les échantillons étaient nettoyés à l'eau.

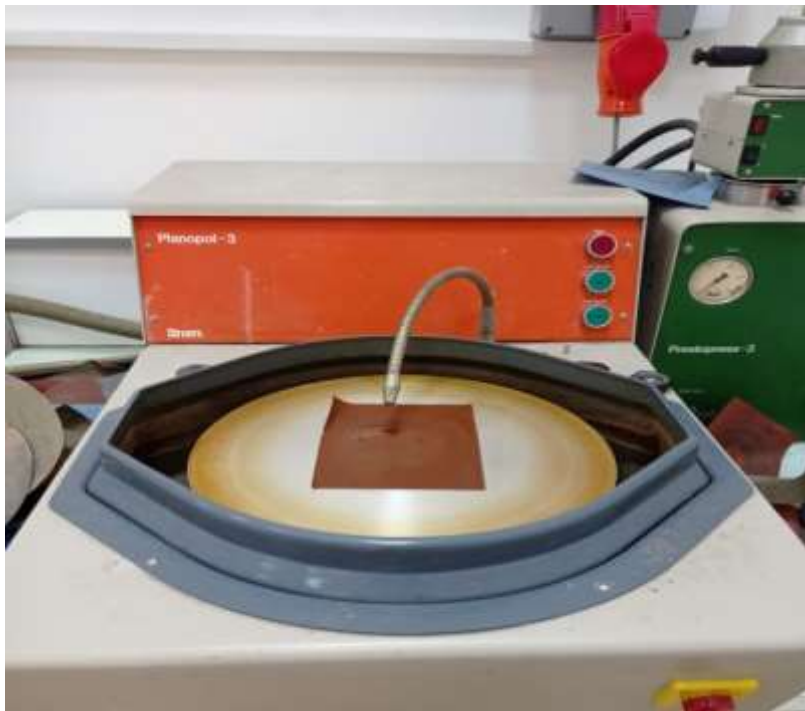


Figure III.4: Polisseuse mécanique utilisée

III.1.6.3. Attaque chimique

Après le polissage des échantillons, ces derniers ont subi un traitement d'attaque chimique à l'aide d'un réactif pour observer la microstructure de l'échantillon. L'objectif de cette tâche non seulement d'observer la microstructure des échantillons couche et substrat mais de voir et distinguer leurs zones et à partir de ceci on peut arriver à déterminer l'effet de paramètre technologique à changer sur l'épaisseur de la couche d'anodisation. Le type de la nature de l'alliage de la cornière joue aussi dans ce cas le même que le temps d'anodisation.

Nous avons effectué plusieurs attaques chimiques telles que le réactif nommé au point de vue commerciale Killer dont sa composition chimique est constitué de l'acide de fluore HF de 1 ml dilué dans 200 ml d'eau, d'acide chloridrique HCl de 1.5 ml et de l'acide nitrique HNO_3 de 2.5 ml.

L'attaque est menée durant une minute et 40 secondes, Cette attaque permet de révéler non seulement les phases et la structure des échantillons mais aussi les zones constituant la couche d'alumine et le substrat de l'alliage d'aluminium.

III.1.6.4. Analyse par microscopie optique

Le microscope optique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (grossissement) et de séparer les détails de cette image afin qu'il soit observable à l'œil nu. Il est utilisé pour examiner la structure d'un métal ou d'un alliage.

L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information sur l'aspect de la surface observée.

L'analyse métallographique des coupes transversales des alliages d'aluminium anodisés est effectuée à l'aide du a microscope de type Toupview indiqué dans la figure III.5 ce type d'appareil permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 200 à 1000. Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une caméra CDD. Les images sont observées et enregistrées aussi à l'aide d'un PC connecté.



Figure III.5 : Microscopie optique utilisé

III.1.7. Caractérisation mécanique

III.1.7. 1. Test de dureté

La figure III. 6. Représente-le micro uromètre utilisé lors de cette étude. Les surfaces planes et les faces en profils des échantillons ont subi des test de microdureté à l'aide d'un microdurmètre Zwick Roell au niveau du département de physique. La charge d'indentation appliquée est de 200g. Ce type d'instrument de mesure de dureté constitue de microdurmètre à différentes charge d'indentation. Il est conecté à un ordinateur pour observer les images et grace à un logiciel on peut arriver mesurer le diagonale de l'indenteur qui permet de trouver la dureté Vickers par l'application de la formule de dureté de vickers



Figure III. 6. Microduromètre utilisé

Cette machine de caractérisation permet la mesure de la dureté des matériaux sans les endommager. La dureté d'un métal est définie comme la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal est d'autant plus grande que la pénétration du corps est plus faible.

Les mesures de la micro dureté ont été effectuées, sur les échantillons après observation au microscope, selon la méthode de Vickers.

$$HV = 1,854 (F/d^2)$$

Avec d (μm) est la moyenne des diagonales de l'empreinte carrée; et F (N) est la force d'indentation appliquée

La microdureté Vickers consiste à enfoncer un pénétrateur en diamant de forme pyramidale droite à base carrée et d'angle au sommet de 136° comme montré par la figure III.7.

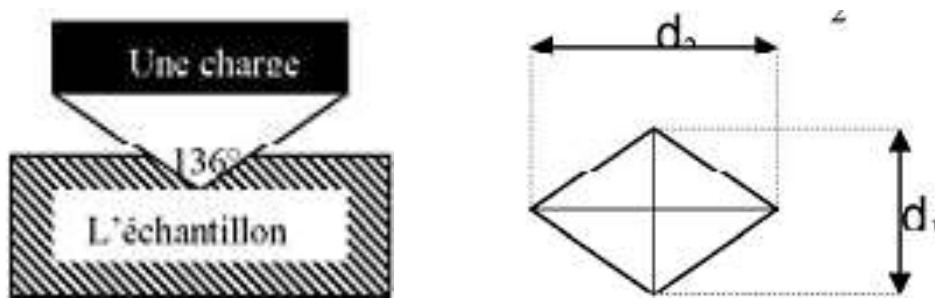


Figure III.7: Représentation schématique de l'essai de Vickers.

La machine d'essai est constituée d'un dispositif pour l'enfoncement d'une pyramide en diamant sous une faible charge et connecté à un microscope. Par la mesure des deux diagonales de l'empreinte laissée sur la surface après l'enlèvement de la charge, on peut avoir les valeurs de la micro dureté directement à partir d'un tableau (chaque micro- duromètre a un tableau de valeurs de la micro dureté propre à lui).

Pour nos essais, nous avons utilisé une charge F de 200 g pendant un temps t égal à 10 secondes, sans choc ni vibration.

III.2 résultats et discussions

Dans cette partie de ce chapitre, seront présentés les résultats obtenus et leurs interprétations. Dans un premier temps, nous discuterons les résultats apportés par l'analyse métallographique. Nous examinerons ensuite les résultats obtenus concernant l'épaisseur des couches d'anodisation obtenues par l'appareil de mesure utilisée au niveau de l'unité d'algal et confirmé par analyse métallographique. Les résultats de tests de microdureté sur les faces planes et les surfaces transversale des échantillons d'alliages d'aluminium anodisées (film-substrat) obtenus lors de cette étude d'anodisation seront aussi examinés dans cette partie de cette étude.

III.2.1. Structure métallographique

Nous allons analyser les changements structuraux de la surface des profilés des deux alliages d'aluminium subissant le procédé d'anodisation pour différents temps de maintien et ceci à l'aide d'un microscope optique cité auparavant dans la première partie de ce chapitre.

Nous allons examiner non seulement la microstructure des deux alliages non anodisés ou anodisés pour différents temps de traitement mais nous distinguerons les différentes zones constituant les couches superficielles correspondant à l'oxyde d'aluminium et le cœur des profilés qui correspondent à des régions non anodisées.

La figure III.9, présentent la structure des échantillons anodisés pour un temps de traitement de min. Les microstructures sont obtenues sous un grossissement de X20.

Nous constatons que la microstructure de la zone en extrême surface de la des échantillons représentent la couche d'alumine. Cette couche se présente une zone claire qui est déposée sur le cœur du substrat de l'alliage d'aluminium non anodisé présentant une zone de couleur sombre.

Presque la même chose pour La figure III.10, qui présente la structure des échantillons anodisés pour un temps de traitement de min.

La microstructure de de l'oxyde d'aluminium qui représentent en extrême surface les couches d'anodisation. Ces zones prennent une couleur blanche par rapport au cœur des substrats présentant une zone un peu sombre et qui exempt l'effet d'anodisation



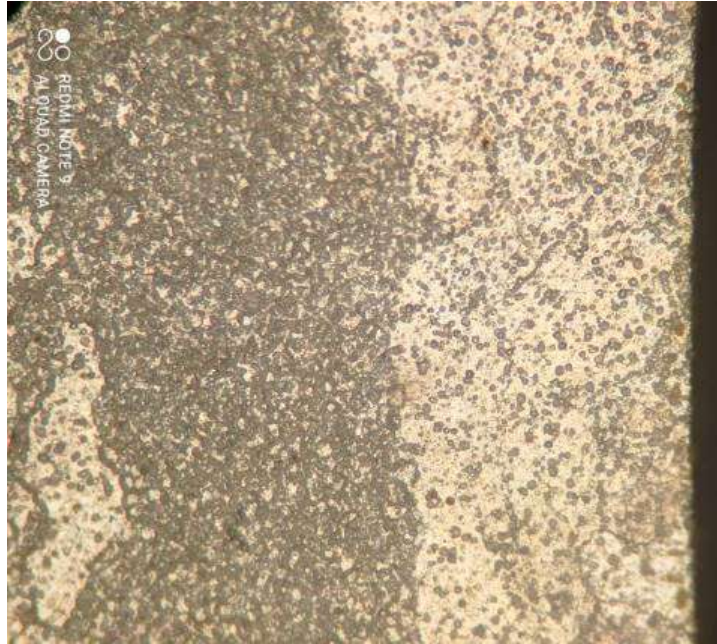


Figure III.8 : Microstructure de l'alliage anodisé pour deux temps de maintien (a) min et (b) min

de



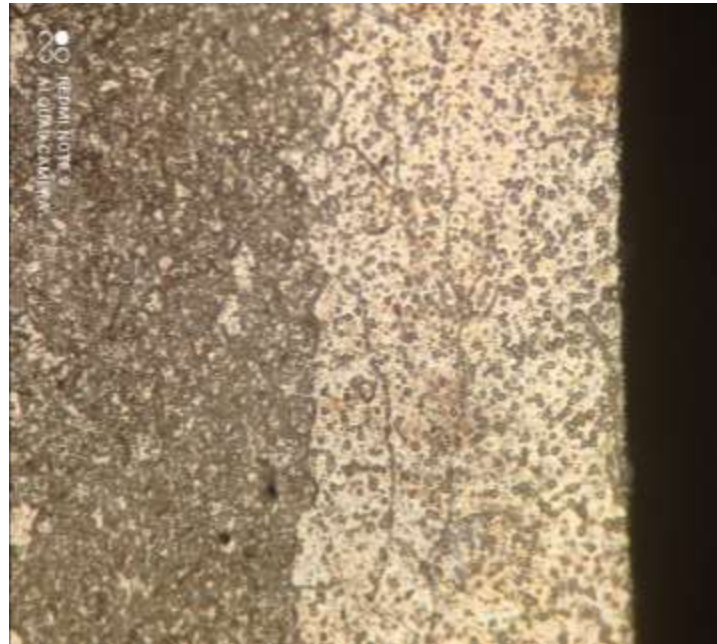


Figure III.9: Microstructure de l'alliage anodisé pour temps de maintien (a) 15 min et (b) 30 min

III.2.2. Epaisseur de la couche d'anodisation

La mesure de profondeurs des couches de l'anodisation par observation métallographique à l'aide de microscopie optique est une autre méthode d'évaluation performante. Des résultats expérimentaux obtenus sur des échantillons anodisés pour différents temps de traitement d'anodisation. Le tableau 2 représente les valeurs de mesure de l'épaisseur de la couche d'anodisation obtenues à l'aide de l'instrument de mesure utilisé à l'unité de production d'algal.

Tableau III.3: Epaisseur de la couche d'anodisation

Temps d'anodisation	Epaisseur de la couche (μm)	
	A	B
15 min	12	11
30 min	20	21

Ces mesures sont les moyennes de trois mesures effectuées sur les deux types d'alliages d'aluminium anodisés en variant les périodes de maintien des échantillons dans le bain de l'anodisation. Les épaisseurs mesurées à l'aide de cet appareil sont confirmés par l'analyse micrographique à l'aide de microscopie.

Ces deux derniers ceux sont les deux paramètres technologiques choisis lors de cette étude. Nous remarquons sur les deux figures que la nature de l'alliage d'aluminium n'a pas

vraiment d'effet sur le phénomène d'anodisation. Ceci est expliqué par l'épaisseur de la couche d'oxyde d'aluminium formée au cours de l'anodisation. Ces couches dans ce cas prennent les mêmes valeurs au point de vue de l'épaisseur.

Pour le cas du temps de traitement d'anodisation qui est considéré comme le second paramètre lors de cette étude, nous remarquons d'après les deux figures enregistrées, les épaisseurs des couches d'anodisation augmentent proportionnellement avec l'augmentation du temps d'anodisation. Ces épaisseurs prennent les valeurs respectivement pour les temps d'anodisation 15 et 30 min

III.2.3. Dureté

Après la première étape d'élaboration regroupant la préparation, prétraitement et l'anodisation des deux alliages d'aluminium pour deux temps de maintien, les couches d'alumine ont été obtenues. Donc il est très nécessaire d'examiner et de caractériser les propriétés mécaniques notamment la dureté de ces couches.

Dans ce cadre, des analyses systématiques ont été réalisées sur la surface plane et les faces des coupes transversales des échantillons. Comme nous l'avons mentionné que les essais de dureté de Vickers ont été effectués sur les différents échantillons à l'aide d'un microduromètre sous la charge d'indentation de 200g.

Le tableau III.3 récapitule les résultats de dureté obtenus sur les différents échantillons avant et après l'étape du traitement par anodisation

Tableau III.4 : Valeurs de dureté avant et après l'anodisation sous 200 g

Matériaux	Dureté avant l'anodisation	Dureté après l'anodisation	
		15 min	30 min
A	83.5	179	205.3
B	81.6	135	192.7

A partir des résultats enregistrés, nous remarquons que la dureté dans la zone surfacique et qui correspond de la couche d'alumine prennent des valeurs plus élevées qu'à celles correspondent au cœur des d'échantillons et qui correspondent aux zones non touchées par le traitement d'anodisation.

Nous notons aussi que la dureté de l'échantillon anodisé pour un temps de maintien élevé présente une dureté élevée par rapport à l'échantillon anodisé pour un faible temps de traitement. Ceci est interprété par la distinction d'épaisseur de la couche d'oxyde

d'aluminium obtenue pour les différents temps de traitement.

Les couches d'anodisation sur les deux alliages d'aluminium pour la même période de traitement présentent presque une dureté similaire ou identique. Nous pouvons dire pour ceci que la nature de l'alliage n'a pas d'effet sur le caractère de dureté. L'épaisseur de la couche qui est presque semblable peut expliquer l'égalité de dureté pour ces deux types d'échantillons.

La figure présente les empreintes d'indentation effectuées en profil sur la section de l'échantillon anodisé sous la charge de 200g pour un temps élevé.

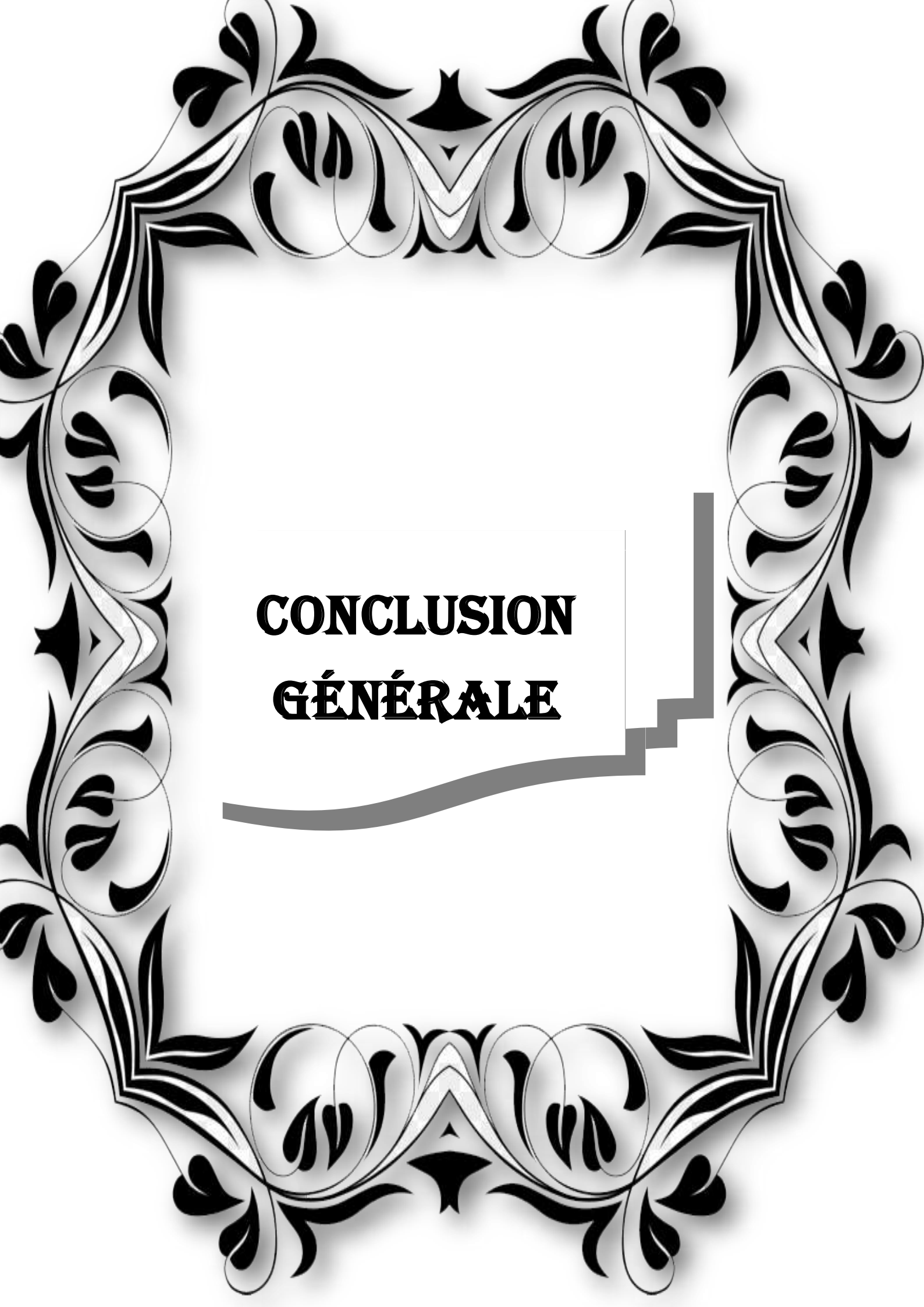


Fig III.10 : Empreintes de dureté sur l'échantillon Anodisé (couche-substrat)


La taille et la forme des empreintes confirment clairement que la zone de la couche d'oxyde présente une dureté élevée par rapport la zone non anodisée

III.3. Conclusion

Nous avons présenté, dans ce troisième chapitre, les diverses techniques utilisées pour réaliser le traitement d'anodisation et décrire les moyens de caractérisation pour faire cette étude. Nous avons défini des paramètres utilisés dans le traitement d'anodisation. La microstructure, morphologie, l'épaisseur et la dureté des couches d'oxyde d'aluminium sont caractérisées par différentes techniques. Nous avons enfin présenté une discussion globale à propos de l'effet des deux paramètres technologiques choisis dans cette étude sur les propriétés structurales et mécanique des couches produites au cours du procédé d'anodisation.

A decorative border with intricate floral and scrollwork patterns in black and white, framing the central text.

**CONCLUSION
GÉNÉRALE**

A decorative graphic element consisting of a thick, grey, wavy line that transitions into a stepped, staircase-like shape on the right side.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans les applications industrielles, l'aluminium ont un rôle très important. Après fabrication et avant leur mise en service, ils nécessitent des traitements mécanique ou chimique spécifiques pour améliorer les caractéristiques de surface des pièces et pour permettre leur utilisation en conditions sévères.

L'anodisation est un procédé électrolytique permettant de produire un revêtement d'oxyde sur la surface d'un métal afin d'en augmenter la résistance à la corrosion et à l'abrasion.

Etudier le comportement d'aluminium anodisé nécessite une caractérisation précise qui comprend, les aspects structuraux, c'est-à-dire l'étude de la microstructure obtenue par l'analyse métallographique.

Les micrographies obtenues par l'analyse métallographique en utilisant la microscopie optique montrent que, le traitement d'anodisation peut changer l'état de surface des échantillons d'aluminium en présentant une couche oxyde d'aluminium pour augmenter la résistance du matériau étudié.

Références biographiques

Références biographiques

Référence chapitre 1

- [1] L.F. Mondolfo, Aluminium Alloys, structures and proprieties , Butterworth ,1st Edition , London 1976.
- [2] A. Hadouche. Mémoire de mastère. Université de Beskra (2014)
- [3] Lycée Raymond LOEWY BTSACI , Aluminium et alliages d'aluminium.
- [4] C.A. Smith, The corrosion story, Zinc, lead and aluminium, anti-corrosion, Part 3, vol. 24, pp.13-15, (1977).
- [5] J.-L. VIGNES, T. DI COSTANZO Centre de Ressources Pédagogiques en Chimie : Une vie d'aluminium Expériences de chimie sur l'élaboration et les propriétés d'un matériau Vol. 91 ,1997 .
- [6] KHIRECHE Soraya .Elaboration et étude de la corrosion des alliages Al-Zn et Al-Zn- Sn dans une solution à 3% en poids de NaCl .
- [7] Gérard. Hartmann. L'Aluminium historique. Larousse des industries, 2004.
- [8] Elena DIN-STIRBU, thèse de doctorat Université de Pitesti Roumanie. (2005)
- [9] C.Vargel, corrosion de l'aluminium, paris p501 (1999)
- [10]. The Aluminum Association, 1525WilsonBoulevard,Arlington VA 2220 www.aluminum.org. Revised: April 2006.,
- [11] W.S.Miller, L.Zhuang, Materials science , A280, p 37-49 (2000).
- [12] Though. G. Thompson, p192-201(1997)
- [13] M. Sara. Mémoire magister en physique. Université de Constantine 2007.
- [14] J.Barralis, G.Maeder, précis de métallurgie, NATHAN 1990
- [15] RAMOUL Chems Eddine - Elaboration et caractérisation électrochimique des alliages d'aluminium de fonderie , THÈSE

Références biographiques

[16] :Michelle Colombié, matériaux métallique, Fabrication de l'aluminium et de ses alliages, page (343 - 376).

[17] J. Zhang, Z. Fan, Y. Q. Wang and B. L. Zhou, materials sciences and technology 17 p 494-497(2001).

[18] R.H. Oskouei, R.N. Ibrahim (2010) "The effect of typical flight temperatures on the fatigue behavior of Al 7075-T6 clamped plates".

Référence chapitre 2

- association pour le développement de l'aluminium anodisé ou laqué
- Document de l'unité Algal+ de M'sila.
- « tableau dégraissage l'alliage aluminium » Un livre Michel Colombie et coll
- Document de l'unité Algal+ de M'sila.
- Mémoire boudilmi Aissa

[1] C. Pignet, C. Pelouin, Etat de la technique dans l'industrie du traitement de surface Dans le bassin Rhin-Meuse, Synthèse bibliographique, Agence de l'Eau Rhin Meuse(1990) 47p

[2] J.M. Kape, Pretreatment of aluminum by cleaning and etching, Product Finishing (London), V26 N°8 (1973) pp. 12-16

[3] J.S. Safrany, Anodisation de l'aluminium et de ses alliages, Techniques de L'Ingénieur Traité des Matériaux métalliques (2008) Section M1630.

- Document de l'unité Algal+ de M'sila.
- Document de l'unité Algal+ de M'sila.
- Mémoire boudilmi Aissa.

[4] J.M. Kape, Pretreatment of aluminum by cleaning and etching, Product Finishing (London), V26 N°8 (1973) pp. 12-16

[5] J.S. Safrany, Anodisation de l'aluminium et de ses alliages, Techniques de L'Ingénieur Traité des Matériaux métalliques (2008) Section M1630

Références biographiques

[6] L. Markowitz, Hard anodic coatings on aluminum alloys : evaluation and control of Porosity, Metal Finishing 90 (12) (1992) pp. 19-24

[7] M. Wrzecian, Non-sulfuric acid baths for aluminum anodizing, Galvano-Organo Traitements de Surface 51(531) (1982) pp. 1071-1073

[8] V. Moutarlier, Contribution au remplacement du chrome hexavalent dans les Procédés d'anodisation : électrolytes d'acide sulfurique contenant des inhibiteurs De corrosion, Thèse de Doctorat, Université de Franche-Comté (2003) 135p

[9] P. Neufeld, H.O. Ali, Development of pore and cellular structures in anodic Aluminum oxide films, Transactions of the Institute of Metal Finishing 48(5) (1970)pp. 175-81.

- Un livre Michel Colombie et coll (figure II.2).
- thèse préparée au sein du laboratoire de science et génie des surface, UMR CNRS
- thèse préparée au sein du laboratoire de science et génie des surface, UMR CNRS

Résumé

Dans ce projet de fin d'études, nous avons étudié de couches d'oxyde d'aluminium obtenues sur aluminium par anodisation, notre sujet est étudié à l'algal+ unité de m'sila. L'objectif de mon travail de mémoire a été d'application expérimentalement le procédé d'anodisation d'aluminium série 6000 type (6063) (6061) matériau importé.

Notre étude comporte trois chapitres. Nous avons commencé par les notions et les propriétés sur les alliages d'aluminium, ensuite on a présenté le procédé et les étapes de l'anodisation et en fin on a présenté sur le plan expérimental les moyens, résultats et analyses.

Mots clés : Aluminium, anodisation, épaisseur d'oxyde, dureté

summary

In this graduation project, we studied aluminum oxide layers obtained on aluminum by anodization, our subject is studied at l'algal+ m'sila unit. The objective of my thesis was to experimentally apply the anodizing process of aluminum 6000 series type (6063) (6061) imported material.

Our study has three chapters. We started with the concepts and properties of aluminum alloys, then we presented the process and steps of anodization and finally we presented the means, results and analyzes on an experimental basis.

Key words: Aluminum, anodizing, oxide thickness, hardness

ملخص

في مشروع التخرج هذا، درسنا طبقات أكسيد الألومنيوم التي تم الحصول عليها على الألومنيوم عن طريق الأكسدة، ودرس موضوعنا في l'algal+ المسيلة. كان الهدف من رسالتي هو تطبيق عملية أنودة الألومنيوم سلسلة 6000 نوع (6063) (6061) بشكل تجريبي.

دراستنا من ثلاثة فصول. بدأنا بمفاهيم وخصائص سبائك الألومنيوم، ثم قدمنا عملية وخطوات الأنودة وأخيراً قدمنا الوسائل والنتائج والتحليلات على أساس تجريبي.

الكلمات المفتاحية: الألمنيوم ، أنودة ، ، سماكة أكسيد ، صلابة

