

III.1 Introduction :

Dans ce chapitre les matériaux étudiés, le mode de préparation des échantillons, les investigations expérimentales utilisées pour l'élaboration d'aluminium 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 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.

III.2 Matériaux étudiés :

On utilise un seul alliage d'aluminium au point de vue de composition chimique. Le matériau utilisé lors de cette étude est provient de l'étranger sous forme des billettes cylindriques. Vue la quantité de déchets sortante de l'unité d'algal et d'autre déchets d'alliage d'aluminium rassemblés des autre secteurs, l'unité d'algal de M'sila a implanté une chaine de recyclage de ces déchets. Le matériau recyclée qui prend aussi une forme de billette cylindrique et la composition chimique similaire au matériau importé. La composition chimique de l'alliage d'aluminium étudié est :

Après avoir fabriqué au niveau de l'unité de production d'algal des différents objets cornières d'aluminium destiné aux plusieurs d'application, ces cornière 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 de l'aluminium. En plus de son caractère de protection, cette couche à la propriété d'absorber des matières colorantes, propriété intéressantes pour la décoration.

III.3 Préparation des échantillons :

La préparation des échantillons destinés au traitement d'anodisation est divisée en deux étapes, le coupement à froid et le polissage.

III.3.1 Le coupement à froid :

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 cylindriques avec dimensions déterminées pour ce type d'alliage d'aluminium.



Figure III.1 : machine coupement à froid

III.3.2 Le polissage :

Le traitement de polissage réalisé sur les pièces est un polissage mécanique manuel. Le polissage proprement dit a pour buts principaux 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 non-représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...). Le polissage est l'action de polir, de rendre uni et luisant par le frottement. Il est une composante de

la finition des pièces mécaniques par laquelle on s'attache non seulement à respecter les cotes imposées, mais en plus à obtenir un bel aspect, un fini ou un état de surface de haute qualité. Il s'effectue généralement en deux étapes.

III.4 Techniques d'anodisation :

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

Tableau III.1 : les différentes étapes de l'anodisation ainsi que 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	HNO ₃	70-100 g/l
		H ₂ SO ₄	-
Anodisation	4	H ₂ SO ₄	180g/l
		Al dissous	Inf. 15 g/l

III.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 vendu par la compagnie Defelsko. La figure montre une image de l'appareil. Avant de mesurer les 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 suivante : 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.

[8]



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

III.6 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 : échantillons montés sur le porte échantillons

III.6.1 Polissage :

La première consiste en un polissage grossier de la surface. Les échantillons sont polis à l'eau (pour éviter tout échauffement du matériau) avec du papier abrasif en passant vers des grains de plus en plus fins (80, 100, 220, 320, 500, 1000, 1200). Entre chaque papier, il faut, croiser la direction de polissage : pour un papier donné, on polit toujours dans le même sens, et on croise les sens d'un papier à l'autre, ce qui permet de faire ressortir les rayures résiduelles de l'étape précédente.

La seconde, appelé polissage fin, est effectuée à l'aide d'un drap contenant un oxyde de l'aluminium, pour d'une part d'éliminer les rayures (des lignes (stries) observées sur la surface de l'échantillon) produites par des arrêtes tranchantes ou (et) des particules abrasifs et d'autre part de conserver une planéité optimale sur tous types d'échantillon.

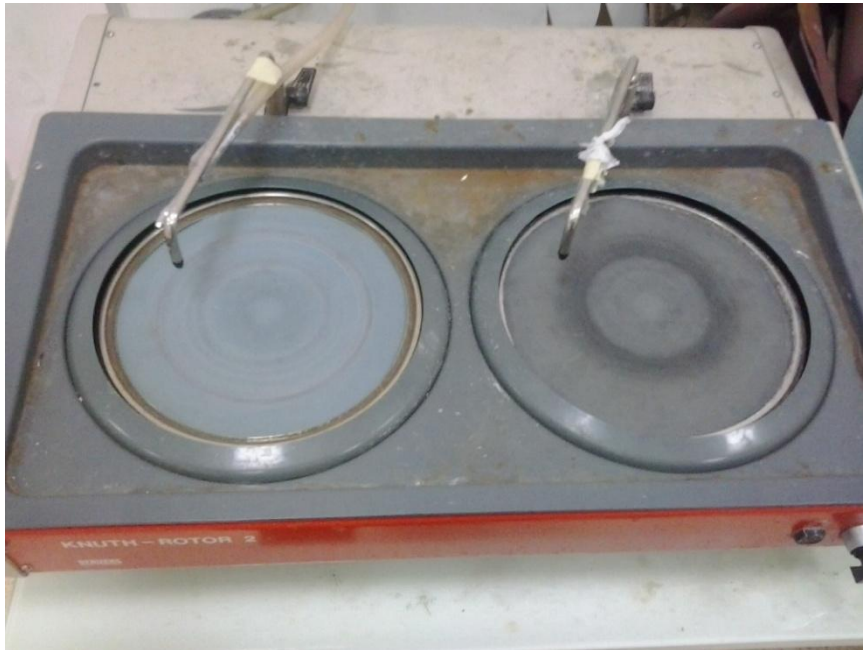


Figure III.4 : polisseuse mécanique utilisée

Pour ces deux stades, le rinçage de l'échantillon, voir ce passage dans un bain à l'eau, est requis à chaque changement de papiers abrasifs et de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faible granulométrie.

III.6.2 Attaque chimique :

L'attaque des échantillons met en évidence la morphologie des grains, les défauts ou irrégularités de la surface, les sous-structures, les précipités, les inclusions, etc. La méthode d'attaque utilisée est l'attaque chimique qui provoque une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains. Pour révéler la structure des couches intérieures des pièces d'aciers cimentés, dans ce travail, on a utilisé une solution de composition chimique (90 ml d'eau distillé +15 ml d'acide HCl + 10ml d'acide fluorhydrique), comme réactif. La durée de l'attaque est de 4 à 5 secondes.

III.7 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 en métallurgie et en métallographie 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 globale sur l'aspect de la surface observée. Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation fine d'objets rugueux de petite taille.

L'analyse métallographique des faciès des échantillons est effectuée à l'aide du microscope type toupview indiqué dans la figure III.5 ce type NMM-820TRF d'appareil permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 5 à 1000. Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une caméra CDD. Les images sont observé et enregistré aussi à l'aide d'un PC connecté.



Figure III.5 : Microscopie optique utilisé

III.8 résultats 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.

III.8.1 Epaisseur de la couche d'anodisation :

Les tableaux 1 et 2 représentent 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. Ces mesures sont les moyennes de trois mesures effectuées sur les échantillons anodisés soit local ou importé en variant les périodes de maintien des échantillons dans le bain de l'anodisation.

Tableau III.2 : Epaisseur de la couche anodisé pour le matériau importé

Echantillons	Temps [mn]	Epaisseur [μm]
1	5	3
2	10	5
3	15	5,5
4	20	6
5	25	6,5
6	30	7

Tableau III.3 : Epaisseur de la couche anodisé pour le matériau local

Echantillons	Temps [mn]	Epaisseur [μm]
1	5	3
2	10	5
3	15	4
4	20	5
5	25	5,5
6	30	7

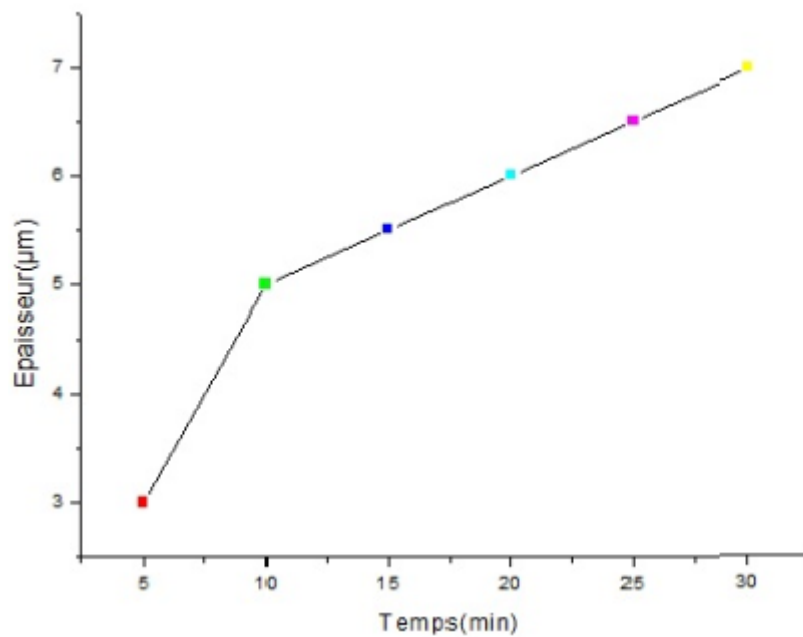


Figure III.6 : variation épaisseur de la couche anodisé pour le matériau importé par rapport le temps

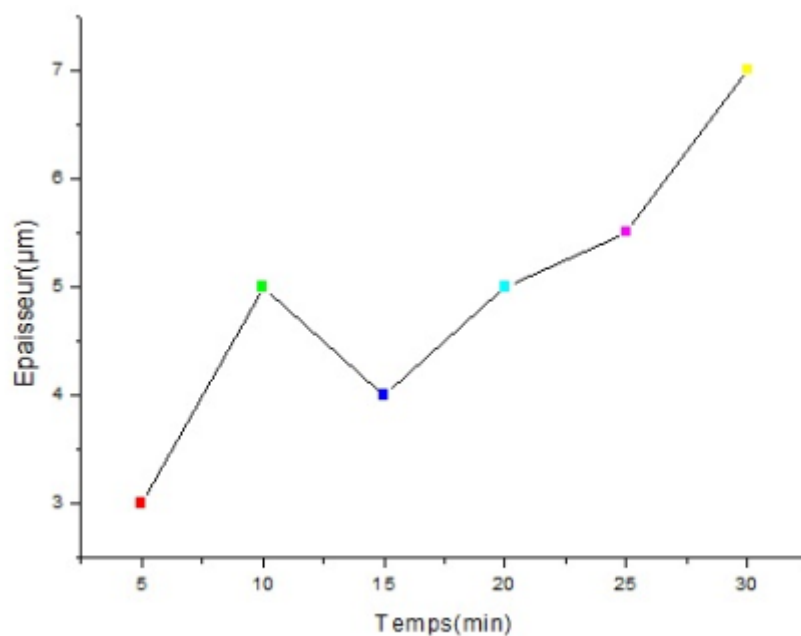


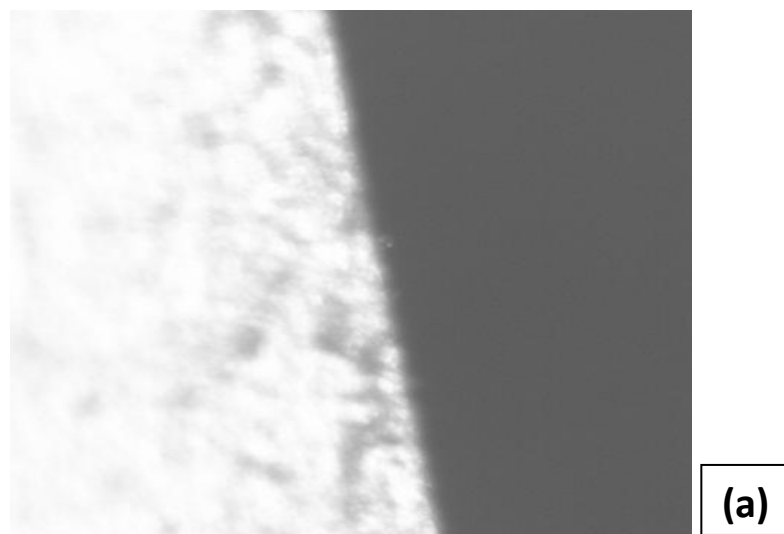
Figure III.7 : variation épaisseur de la couche anodisé pour le matériau local par rapport le temps

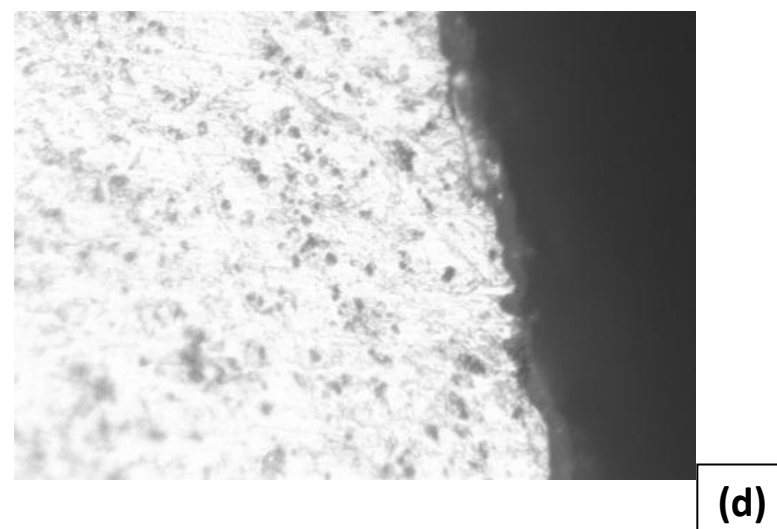
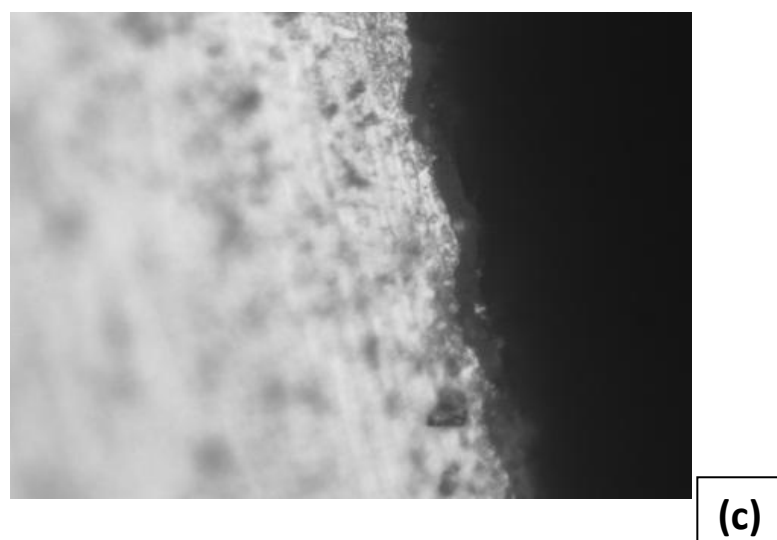
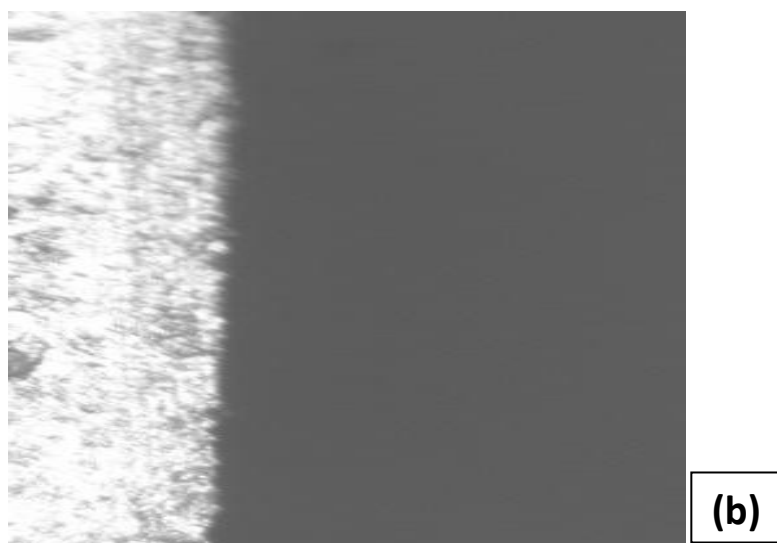
Nous remarquons à partir des valeurs de l'épaisseur des couches enregistrées dans les deux tableaux que l'épaisseur de la couche d'oxyde d'aluminium est augmentée avec l'augmentation du temps d'anodisation. Une remarque mérite d'être soulignée c'est qu'il n'y a pas vraiment une distinction au point de vue de l'épaisseur entre les deux matériaux anodisés soit local ou importé.

III.8.2 Analyse métallographique :

Nous allons analyser les changements structuraux provoqués par anodisation en utilisant le microscope optique, et on va examiner la microstructure des couches et confirmer leurs profondeurs formées après faire chaque traitement. La mesure des profondeurs de l'anodisation par observation métallographique est une autre méthode d'évaluation performante. Des résultats expérimentaux obtenus sur des échantillons anodisés sur des épaisseurs variables sont finalement présentés

En observant les images des structures figure III.8, obtenues sous un grossissement de X10, nous notons que la structure de la zone en extrême surface de la couche anodisé après faire les traitements de d'anodisation, se présente avec une structure de couleur un peu sombre. Les micrographies optiques de l'aluminium non touché par le traitement présentent une zone claire.





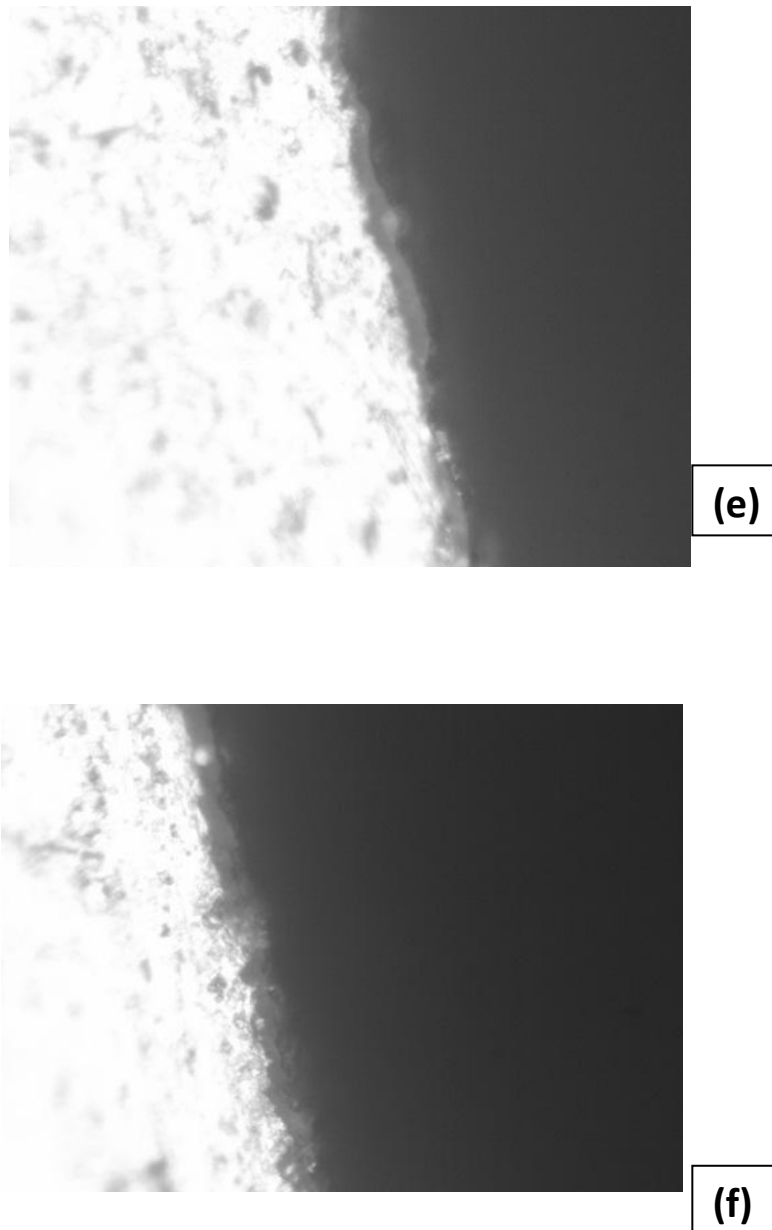


Figure III.8 : Microstructure des échantillons importés anodisés pour différents temps d’immersion (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 15 min, (d) 20 min, (e) 25 min, (f) 30 min

Les micrographies optiques figure présentent des sections perpendiculaires aux surfaces des pièces montrent l’apparition des zones situées à l’extrémités des pièces qui résultent de la diffusion de l’oxygène en formant l’oxyde d’aluminium, et que le noyau de ces pièces reste inchangé. Ces micrographies, obtenues sous un grossissement de 50, montrent aussi que les profondeurs des zones formées près de surface sont d’autant plus élevées que le temps de maintien est plus long.

Nous avons fait une mesure à l'aide de l'analyse métallographique qui correspond aux films d'oxyde d'aluminium. Le tableau III.4 récapitule les valeurs de ces mesures. La profondeur mesurée pour un faible temps d'immersion qui prend de 2 à 4 micromètres pour la première mesure n'est pas vraiment apparu pour ce type de grossissement. Quand le temps d'anodisation est élevé la transformation de l'aluminium en alumine est augmentée. La transformation progressive est observée par l'analyse métallographique et atteint une valeur maximale de l'ordre de 8 μm pour le matériau local et de 9.5 μm pour le matériau importé.

Tableau III.4 : épaisseur de la couche anodisée pour le matériau importé
Obtenus par observation métallographique

Echantillons	Temps [mn]	Epaisseur [μm]
1	5	2,5
2	10	3
3	15	4.5
4	20	6
5	25	7
6	30	9,5

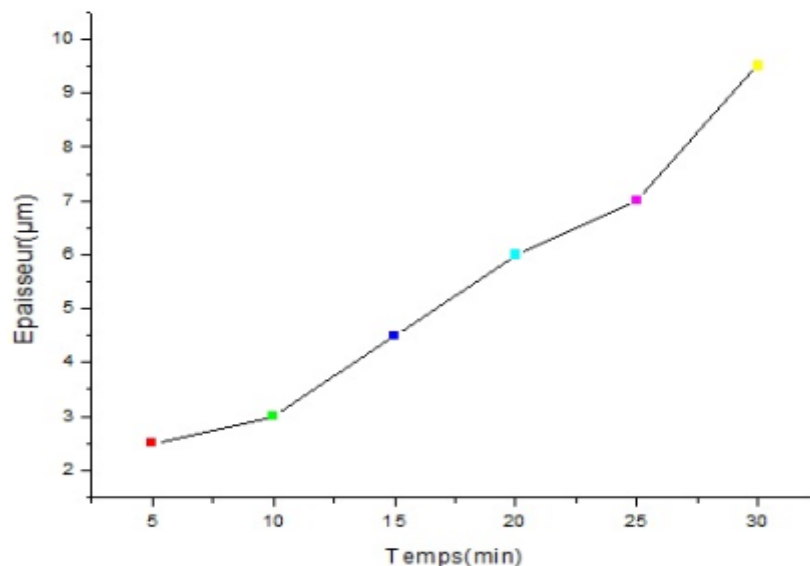


Figure III.9 : épaisseur de la couche anodisée pour le matériau importé
Obtenus par observation métallographique

Nous remarquons que les billettes d'alliage d'aluminium importé présentent une aptitude à l'anodisation par rapport aux alliages recyclés localement. Nous notons aussi que les épaisseurs des couches obtenues pour des temps d'immersion élevés et observés par microscope présentent des valeurs élevés à ceux d'enregistré par l'instrument de mesure.

III.8.3 Conclusions :

Nous avons présenté, dans ce troisième chapitre, les diverses techniques utilisées pour réaliser le traitement de anodisation et décrire les moyens de caractérisation pour faire cette étude.

Avons défini des paramètres utilisés dans l'anodisation. Les propriétés des coches obtenues sont caractérisées par différentes techniques (analyse au microscope optique, attaque chimique...) qui nécessite une préparation des échantillons (polissage, nettoyage) dont la procédure a été soigneusement définie.

Présentés et discutés sur les résultats obtenus à l'aide de ces différentes techniques.