

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie



Ecole Militaire Polytechnique
Chahid Abderrahmane Taleb

Mémoire de projet de fin
d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des
matériaux

Thème

**TRAITEMENT DE SURFACE PAR ANODISATION D'ALLIAGE
D'ALUMINIUM TYPE 2017A RENFORCE PAR DES
NANOADDITIFS**

M. LACHEKHAB Amar

Sous la direction de M. DJEGHLAL Med El Amine

Et

M. L. HEMMOUCHE

Pr\ENP

MCA\ EMP

Présenté et soutenu publiquement le (02/07/2020)

Composition du Jury :

Président	M. K. ABADLI	MAA	ENP
Examineur	M. M.KASSER	MAA	ENP
Examineur	M. A. BOUDIAF	MCB	EMP

ENP 2020

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie



Ecole Militaire Polytechnique
Chahid Abderrahmane Taleb

Mémoire de projet de fin
d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des
matériaux

Thème

**TRAITEMENT DE SURFACE PAR ANODISATION D'ALLIAGE
D'ALUMINIUM TYPE 2017A RENFORCE PAR DES
NANOADDITIFS**

M. LACHEKHAB Amar

Sous la direction de M. DJEGHLAL Med El Amine

Et

M. L. HEMMOUCHE

Pr\ENP

MCA\ EMP

Présenté et soutenu publiquement le (02/07/2020)

Composition du Jury :

Président	M. K. ABADLI	MAA	ENP
Examineur	M. M.KASSER	MAA	ENP
Examineur	M. A. BOUDIAF	MCB	EMP

ENP 2020

Dédicace

À mes chers parents

À vous mes frères et sœurs

À la mémoire de mon frère Dahim

À la mémoire de mon cher ami Ismail

Et à toute ma famille

Remerciement

Tout d'abord, je remercie le bon Dieu tout puissant de m'avoir donné l'occasion, la volonté et le courage, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés et accomplir le présent travail.

Ce mémoire n'aurait pas pu être réalisée sans la contribution de nombreuses personnes à qui je tiens à exprimer toute ma reconnaissance par ces quelques lignes.

*J'adresse mes sincères remerciements, et ma profonde reconnaissance au Professeur **DJEHALAL** et Dr. **HANMOUCHE**, pour leur très grande implication dans l'orientation de ce mémoire, pour leurs conseils avisés, et surtout pour leur enthousiasme et encouragements incessants. Comme je tiens à souligner leurs grandes qualités tant sur le plan scientifique que sur le plan humain.*

*J'adresse ma sincère gratitude au membres des jurys, Dr. **ABADLI**, Dr. **KASSER**, et Dr. **BONDIAF** pour accepter d'être des examinateurs de ce travail.*

*Je souhaite adresser mes vifs remerciements et exprimer toute ma forte reconnaissance et ma sincère gratitude aux membres de laboratoire Génie de Matériaux de l'**EMP** pour avoir apporté une contribution active à l'encadrement de ce travail.*

J'aimerais remercier vivement l'Ecole pour les moyens mis à notre disposition, à travers ses responsables.

J'aimerais remercier tous mes enseignants, pour leurs gros efforts afin de nous assurer une formation de qualité.

*Je témoigne également ma profonde gratitude à mon frère **Abderrahim** qui m'a aidé pour finaliser ce modeste travail.*

Et tous ce qui ont participé de loin ou de près à ce travail.

ملخص

في هذا العمل، قمنا بدراسة سبائك الألومنيوم وبشكل خاص سبائك 2017. إن **المعالجة السطحية** الأكثر استخدامًا لهذه السبائك هي **المعالجة الكهروكيميائية بأكسيد الكبريت**، وهو تحويل كهروكيميائي لسطح الركيزة مما يؤدي إلى ترسب أكبر وأقوى وأسمك من الطبقة المشكلة طبيعيًا. يتبع هذا العلاج بشكل عام ما يسمى بعملية "الانسداد" التي تعزز هذه الطبقة من أكسيد الألومنيوم عن طريق ملء مساماتها. هذا النوع من المعالجة السطحية له تأثير سلبي كبير على الخواص الميكانيكية لسبائك 2017. إن الهدف الرئيسي من هذا العمل هو إيجاد حل لاستعادة هذه الخسائر في الخواص الميكانيكية لسبائك 2017 مع الاحتفاظ بالمعالجة بواسطة أكسيد الكبريت (التي لها تأثير إيجابي على مقاومة التآكل). من أجل ذلك، استخدمنا **المواد النانوية** لتقوية طبقة الأكسيد وبالتالي تحسين خصائص السبيكة، والقضاء على التأثير السلبي التي تظال الخواص الميكانيكية. **الكلمات المفتاحية:** سبائك الألومنيوم، المعالجة السطحية، المعالجة الكهروكيميائية بأكسيد الكبريت، الانسداد، المواد النانوية.

ABSTRACT

In this work, we are interested in the case of **Aluminum alloys** and more particularly the **2017A alloy (A-U4G)**.

The most commonly used **surface treatment** for these alloys is **Anodization** which is an electrochemical conversion of the surface of the substrate giving rise to a larger, stronger and thicker deposit than the naturally formed layer. This treatment is generally followed by the so-called "**Sealing**" process which consists in reinforcing this layer of aluminum oxide by filling its porosities.

Sulfuric anodization has a significant effect on the static mechanical properties of the 2017A alloy, which are impaired.

The main objective of this work was to find a solution to recover these losses in the mechanical properties of **the 2017A alloy** while retaining the sulfuric anodization treatment (which has a positive effect on corrosion resistance).

For this, we used nanoadditives to strengthen the anodized oxide layer and thus improve the characteristics of the alloy, and eliminate the negative effect of anodization on the mechanical properties.

Keywords: Aluminum alloys, 2017A alloy (A-U4G), Surface treatment, Sulfuric anodization, sealing, Nanoadditives.

RESUME

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés au cas des **alliages d'aluminium** et plus particulièrement à **l'alliage 2017A (A-U4G)**.

Le traitement de surface le plus couramment employé pour ces alliages est **l'anodisation** qui est une conversion électrochimique de la surface du substrat donnant naissance à un dépôt plus important, résistant et plus épais que la couche formée naturellement. Ce traitement est généralement suivi du procédé dit de « **colmatage** » qui consiste à renforcer cette couche d'oxyde d'aluminium par remplissage de ses porosités.

L'anodisation sulfurique a un effet significatif sur les propriétés mécaniques statiques de l'alliage 2017A, qui sont altérées.

Ce travail avait pour objective essentiel, de trouver une solution pour récupérer ces pertes dans les propriétés mécaniques de **l'alliage 2017A** en conservant le traitement **d'anodisation sulfurique** (qu'a un effet positif sur la résistance contre la corrosion).

Pour cela, nous avons utilisé des **nanoadditifs** pour renforcer la couche d'oxyde anodisé et donc améliorer les caractéristiques de l'alliage, et éliminer l'effet négative d'anodisation sur les propriétés mécaniques.

Mots clés : Alliages d'aluminium, l'alliage 2017A (A-U4G), Traitement de surface, Anodisation sulfurique, Colmatage, Nanoadditifs.

TABLE DES MATIERES

Liste des Figures
Liste des Tableaux
Liste des Symboles

INTRODUCTION GENERALE.....	17
----------------------------	----

PARTIE 1 : THEORIQUE

CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES.....	21
---	----

I Généralités sur l'Aluminium et ses alliages	22
I.1 Introduction.....	22
I.2 Historique.....	22
I.3 L'Aluminium	23
I.3.1 Elaboration de l'aluminium.....	24
I.3.2 Caractéristiques de l'aluminium.....	24
I.3.3 Propriétés physiques et chimiques d'aluminium.....	25
I.3.4 Les alliages d'aluminium	27
I.3.4.1 Alliages d'aluminium de fonderie	28
I.3.4.1.1 Alliages Al-Si.....	28
I.3.4.1.2 Les alliages Al-Mg	28
I.3.4.1.3 Alliages Al-Cu	28
I.3.4.2 Alliages d'aluminium de corroyage.....	29
I.3.4.2.1 Les alliages à durcissement par écrouissage.....	29
I.3.4.2.2 Les alliages à durcissement structural.....	29
I.3.5 Désignation des séries principales des alliages d'aluminium	30
I.3.5.1 Aluminiums non alliés de la série 1000	30
I.3.5.2 Alliages aluminium-cuivre de la série 2000	31
I.3.5.3 Alliages aluminium-manganèse de la série 3000	31
I.3.5.4 Alliages aluminium-silicium de la série 4000	31
I.3.5.5 Alliages aluminium-magnésium de la série 5000.....	32

I.3.5.6	Alliages aluminium-magnésium-silicium de la série 6000	32
I.3.5.7	Alliages aluminium-zinc de la série 7000	33
I.3.5.8	Alliages d'aluminium de la série 8000	33
I.3.6	Les alliages d'aluminium de la série 2000 et leurs propriétés	33
I.3.6.1	Propriétés et utilisation du 2017A « Duralumin »	34
I.3.6.2	Propriétés et données numériques du 2017A	35
I.3.6.2.1	Masse volumique	35
I.3.6.2.2	Propriétés thermiques	35
I.3.6.2.3	Propriétés électriques	35
I.3.6.2.4	Module d'élasticité	35
I.3.6.2.5	Ténacité	35
I.3.6.2.6	Résistance à la fatigue	35
I.3.6.3	Quelques exemples d'utilisation du 2017A	36
I.4	Conclusion	36

CHAPITRE 2 : TRAITEMENTS THERMIQUES DES ALLIAGES D'ALUMINIUM...37

II	Traitements thermiques des alliages d'aluminium	38
II.1	Introduction	38
II.2	Généralités	38
II.2.1	Désignation conventionnelle de l'aluminium et de ses alliages	38
II.2.1.1	Cas des produits corroyés	38
II.2.1.2	Cas des produits moulés	40
II.2.2	Symbolisation des traitements thermiques de l'aluminium et de ses alliages	40
II.2.2.1	Vocabulaire des traitements thermiques	40
II.2.2.2	Désignation conventionnelle des états de livraison ou états métallurgiques	41
II.2.2.2.1	Cas des produits corroyés	41
II.2.2.2.2	Cas des produits moulés	42

II.2.3	Principaux types de traitements thermiques	43
II.3	Traitement de durcissement structural	44
II.3.1	Phénomènes métallurgiques.....	44
II.3.1.1	Différents stades du traitement de durcissement structural	44
II.3.1.2	Phénomènes structuraux. Mécanismes de la précipitation	45
II.3.1.3	Principales familles d'alliages d'aluminium à durcissement structural	47
II.3.1.3.1	Système Al-Cu. Alliages durcis par la précipitation de Al ₂ Cu	47
II.3.1.3.2	Système Al-Cu-Mg. Alliages durcis par la précipitation de Al ₂ CuMg	48
II.3.2	Maturation.....	49
II.3.2.1	Alliages de la famille Al-Cu-Mg.....	49
II.4	Conclusion.....	51
CHAPITRE 3 : ANODISATION DE L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES		52
III	Anodisation de l'Aluminium et ses alliages	53
III.1	Introduction	53
III.2	La surface de l'Aluminium et de ses alliages.....	53
III.2.1	Notion d'oxydation naturel.....	53
III.2.2	Surface issue de la transformation du métal.....	54
III.3	Mécanisme de formation des couches anodiques.....	55
III.3.1	Anodisation de type barrière.....	55
III.3.2	Anodisation de type poreux.....	56
III.4	Principaux procédés d'anodisation et leur application	58
III.4.1	Anodisation sulfurique	58
III.4.1.1	Anodisation de décoration et pour application optique	59
III.4.1.2	Anodisation de protection	59
III.4.1.3	Autres applications de l'anodisation sulfurique.....	60

III.4.1.4	Paramètres d'anodisation.....	60
III.4.1.4.1	L'influence des paramètres d'anodisation [10] :.....	60
III.4.1.4.2	Variantes de l'anodisation sulfurique :.....	61
III.4.1.5	Aptitude des alliages à l'anodisation sulfurique	63
III.4.1.5.1	Rôle des constituants de l'alliage	63
III.4.1.5.2	Classement des aptitudes à l'anodisation.....	64
III.4.1.5.3	Quelque spécification durant le changement des paramètre d'anodisation	65
III.4.2	Autres procédés.....	66
III.4.2.1	Anodisation barrière	66
III.4.2.2	Anodisation dure	66
III.5	Mise en œuvre industrielle d'une gamme d'anodisation	67
III.5.1	Préparations de surface.....	67
III.5.1.1	Dégraissage	68
III.5.1.2	Décapage. Satinage. Usinage chimique.....	68
III.5.1.2.1	Décapage.....	68
III.5.1.2.2	Satinage.....	68
III.5.1.2.3	Usinage chimique	68
III.5.1.3	Brillantage.....	69
III.5.1.4	Traitements mécaniques	69
III.5.2	Technologie de l'anodisation.....	69
III.5.2.1	Anodisation en statique	69
III.5.2.2	Anodisation au défilé.....	71
III.5.2.3	Contrôle des bains	72
III.5.3	Traitements consécutifs à l'anodisation	72
III.5.3.1	Coloration chimique	72
III.5.3.2	Coloration électrolytique	73

III.5.3.3	Imprégnations.....	74
III.5.3.4	Colmatage	74
III.6	L'effet couplé de la microstructure du substrat et de l'anodisation à l'acide sulfurique sur le comportement à la fatigue de l'alliage d'aluminium 2017A	76
III.7	Conclusion.....	78

PARTIE 2 : PRATIQUE

CHAPITRE 4 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....80

IV	Techniques expérimentales	81
IV.1	Introduction	81
IV.2	Echantillon étudié	81
IV.3	Traitement thermique appliqué	83
IV.4	Préparation des surfaces.....	83
IV.4.1	Dégraissage.....	84
IV.4.2	Décapage	84
IV.4.3	Blanchement	84
IV.5	Elaboration des couches anodiques au laboratoire	85
IV.5.1	Dispositif expérimental	86
IV.5.2	Paramètres d'anodisation utilisés	87
IV.6	Le renforcement des couches anodiques par l'intégration de nano-additif	87
IV.6.1	Le renforcement par voie chimique	87
IV.6.2	Le renforcement par voie électrolytique :	88
IV.7	Méthodes de caractérisation.....	88
IV.7.1	Caractérisation mécanique	88
IV.7.1.1	Mesure de la microdureté VICKERS de la couche d'oxyde	88
IV.7.1.2	Essais de traction.....	89

IV.7.2	Caractérisation métallographique	91
IV.7.2.1	Techniques de préparation.....	91
IV.7.2.1.1	Échantillonnage	91
IV.7.2.1.2	Enrobage	91
IV.7.2.1.3	Le polissage.....	91
IV.7.2.1.4	L'attaque	91
IV.7.2.2	Microscope Optique (MO)	92
IV.7.2.3	Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B)	92
IV.7.2.3.1	Technique d'analyse d'échantillon.....	93
IV.7.2.4	Technique de mesure de l'épaisseur de couche d'oxyde. 93	
IV.7.2.5	Mesure de la taille du grain	94
IV.7.2.5.1	Méthodes de mesure de la taille du grain	94
IV.7.2.5.2	Détermination de l'aire moyenne de grain	95
IV.8	Conclusion	96
CHAPITRE 5 : RESULTATS ET DISCUSSION.....		97
V	Resultats et discussion.....	98
V.1	Introduction	98
V.2	Caractérisation mécanique et l'analyse métallographique après traitement thermique et traitement d'anodisation (sans nanoadditifs)	98
V.2.1	Traitement thermiques applique (T4).....	98
V.2.1.1	Influence des traitements thermiques sur la taille des grains	99
V.2.2	Traitement d'anodisation.....	99
V.2.2.1	Examens Micrographique	99
V.2.2.2	Influence de l'anodisation sur la taille des grains	100
V.2.3	Caractérisation mécanique.....	101
V.2.3.1	Essai de traction	101
V.2.3.1.1	Influence des traitements thermiques	101

V.2.3.1.2	Influence d’anodisation après traitement thermique	102
V.3	Comparaison entre l’Anodisation sans nanoadditif et l’Anodisation avec nanoadditifs	103
V.3.1	Introduction.....	103
V.3.2	Mesure de microdureté après un traitement d’anodisation sans nanoadditifs	104
V.3.3	Mesure de microdureté après un traitement d’anodisation renforcé par des nanoadditifs :	106
V.3.3.1	Le renforcement par voie chimique.....	106
V.3.3.2	Le renforcement par voie électrolytique.....	108
V.3.3.3	Le renforcement par les deux voies en même temps (chimique + électrolytique)	111
V.3.4	Comparaison et interprétation des résultats des tous les cas ..	112
V.3.4.1	Comparaison entre le traitement d’anodisation sulfurique normale et l’anodisation renforcée par la méthode chimique	113
V.3.4.2	Comparaison entre le traitement d’anodisation sulfurique normale et l’anodisation renforcée par la méthode électrolytique	114
V.3.4.3	Comparaison entre le traitement d’anodisation renforcée par la méthode chimique et l’anodisation renforcée par la méthode électrolytique	115
V.3.4.4	Comparaison entre le traitement d’anodisation renforcée par méthode chimique (ou électrique) et Le renforcement par les deux voies en même temps	116
V.3.5	Les autres avantages du renforcement par les nanoadditifs ...	117
V.4	Conclusion.....	117
	CONCLUSION GENERALE	119
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	121

LISTES DES FIGURES

<i>Figure I.1 : Diagramme d'équilibre Al-Cu</i>	34
<i>Figure II.1 : Une partie de diagramme d'équilibre aluminium-cuivre</i>	45
<i>Figure II.2 : Évolution, après mise en solution et trempe, des caractéristiques mécaniques de traction de l'alliage 2017 A en fonction de la maturation, pour diverses températures de maturation.</i>	50
<i>Figure III.1 : Représentation schématique de la « surface » de l'aluminium [10].</i>	54
<i>Figure III.2 : Représentation schématique de l'initiation d'une couche poreuse d'une couche poreuse [10]</i>	56
<i>Figure III.3 : Couche poreuse non colmatée [10]</i>	57
<i>Figure III.4 : Coupe schématique de la structure poreuse d'une couche d'oxyde [10]</i>	57
<i>Figure III.5 : Points de fonctionnement en anodisation sulfurique [10]</i>	58
<i>Figure III.6 : Conductivité d'une solution d'acide sulfurique en fonction de sa concentration [10].</i>	61
<i>Figure III.7 : Phénomène de pulvérulence [10].</i>	61
<i>Figure III.8 : Exemples de comportement d'alliages d'aluminium à l'anodisation sulfurique [10].</i>	63
<i>Figure III.9 : Variation de la densité de courant en fonction du temps pour différents alliages à l'anodisation sulfurique [10].</i>	65
<i>Figure III.10 : Tête de piston traitée par anodisation dure [10]</i>	67
<i>Figure III.11 : Défaut de fluage de surface révélé au cours de la gamme d'anodisation [10].</i>	69
<i>Figure III.12 : Modes de réfrigération d'un bain d'anodisation [10].</i>	70
<i>Figure III.13 : Anodisation « en vrac » [10].</i>	71
<i>Figure III.14 : Principe de l'amenée du courant sur la cuve d'oxydation dans l'anodisation au défilé [10].</i>	72
<i>Figure III.15 : Principe de la coloration chimique [10].</i>	73
<i>Figure III.16 : Principe de la coloration électrolytique [10].</i>	74
<i>Figure III.17 : Mécanisme de colmatage à l'eau bouillante d'une couche anodique [10].</i>	75

<i>Figure III.18 : Courbes S – N pour les échantillons d'alliage d'aluminium 2017A traités thermiquement (durcissement par vieillissement et recuit) avant et après anodisation.</i>	77
<i>Figure IV.1 : Un des échantillons d'aluminium 2017A utilisés.</i>	82
<i>Figure IV.2 : Le four utilisé.</i>	83
<i>Figure IV.3 : Le décapage dans une solution alcaline (NaOH).</i>	84
<i>Figure IV.4 : Le blanchement dans un mélange acide sulfurique / acide chromique.</i>	85
<i>Figure IV.5 : Dispositif expérimentale.</i>	86
<i>Figure IV.6 : Un bain marie pour maintenir la température.</i>	86
<i>Figure IV.7 : Le renforcement par voie chimique (colmatage avec l'eau bouillon+nanoadditif).</i>	87
<i>Figure IV.8 : Le renforcement par voie électrolytique dans une solution (acides sulfurique+SiO₂).</i>	88
<i>Figure IV.9 : Dispositif utilisé pour la mesure de la microdureté.</i>	89
<i>Figure IV.10 : Géométrie des éprouvettes utilisées en traction.</i>	90
<i>Figure IV.11 : Dispositif de traction.</i>	90
<i>Figure IV.12 : microscope optique de type LEITZ.</i>	92
<i>Figure IV.13 : Microscope électronique à balayage QUANTA 600-FEI.</i>	93
<i>Figure IV.14 : Micrographie au Microscope Electronique à Balayage (après anodisation).</i>	93
<i>Figure IV.15 : Schéma de décomptage (norme NF A 04-102).</i>	95
<i>Figure IV.16 : Microscope optique LEICA.</i>	95
<i>Figure V.1 : La tailles des grains obtenue avant et après un traitements thermiques T4 du 2017A non anodisé</i>	98
<i>Figure V.2 : Examens microscopiques des couches élaborées sur le 2017A dans l'acide sulfurique.</i>	99
<i>Figure V.3 : Figures de différentes tailles des grains obtenus pour le 2017A avant et après anodisation.</i>	100
<i>Figure V.4 : Courbe de traction pour le 2017A avant et après traitement T4.</i>	101
<i>Figure V.5 : Courbe de traction pour le 2017A à l'état mûri (T4) sans et avec anodisation.</i>	102
<i>Figure V.6 : Les trois zones d'échantillon après traitement.</i>	104
<i>Figure V.7 : Schématisation de colmatage à l'eau bouillante d'une couche</i>	106

<i>Figure V.8 : L'échantillon après renforcement chimique avec les nanoadditifs.</i>	107
<i>Figure V.9 : Schématisation d'emplacement des nanoadditifs après renforcement chimique.</i>	108
<i>Figure V.10 : L'échantillon après renforcement électrolytique avec les nanoadditifs.</i>	109
<i>Figure V.11 : Schématisation d'emplacement des nanoadditifs après renforcement électrolytique.</i>	110
<i>Figure V.12 : Histogramme pour la comparaison entre traitement normale et méthode chimique</i>	113
<i>Figure V.13 : Histogramme pour la comparaison entre traitement normale et méthode électrolytique.</i>	114
<i>Figure V.14 : Histogramme pour la comparaison entre la méthode chimique et méthode électrolytique.</i>	115
<i>Figure V.15 : Histogramme pour la comparaison entre l'utilisation d'une seule méthode et l'utilisation des deux méthodes en même temps.</i>	116

LISTES DES TABLEAUX

<i>Tableau I.1 : Propriétés de l'aluminium non allié (série 1000) [18]</i>	26
<i>Tableau I.2 : Propriétés mécaniques de l'aluminium pur à température ambiante [21].</i>	27
<i>Tableau I.3 : Désignation des séries principales des alliages d'aluminium</i>	30
<i>Tableau I.4 : Composition chimique de la série 2017A</i>	34
<i>Tableau II.1: Correspondance entre les désignations numériques et alphanumériques de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés [8]</i>	39
<i>Tableau II.2 : Produits corroyés : symboles respectifs des différents traitements correspondant à l'état T (état durci par traitement thermique) [8]</i>	42
<i>Tableau II.3 : Désignation des modes d'obtention et des états de livraison des produits moulés.</i>	43
<i>Tableau II.4 : Les systèmes de précipitation utilisés pour le durcissement structural</i>	47
<i>Tableau IV.1 : La composition chimique de l'alliage d'aluminium utilisé (2017A).</i>	82
<i>Tableau IV.2 : Les dimensions des échantillons utilisés.</i>	82
<i>Tableau IV.3 : Conditions du traitement thermique "T4" effectué.</i>	83
<i>Tableau IV.4 : Les paramètres d'anodisation sulfurique utilisés.</i>	87
<i>Tableau V.1 : Evolution de la taille moyenne des grains avant et après le traitement thermique (T4).</i>	99
<i>Tableau V.2 : Grandeurs fondamentales relatives à l'essai de traction.</i>	101
<i>Tableau V.3 : Grandeurs fondamentales relatives à l'essai de traction pour le 2017A à l'état mûri sans et avec anodisation.</i>	103
<i>Tableau V.4 : Les résultats de microdureté trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons (sans nanoadditifs).</i>	105
<i>Tableau V.5 : Les résultats de microdureté trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons (avec nanoadditifs par voie chimique).</i>	107
<i>Tableau V.6 : Les résultats de microdureté trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons (avec nanoadditifs par voie électrolytique).</i>	109
<i>Tableau V.7 : Les résultats de microdureté trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons renforcés par les deux voies en même temps.</i>	111
<i>Tableau V.8 : Les valeurs de microdureté obtenues pour tous les cas de traitement et renforcement.</i>	112

LISTE DES SYMBOLES

Å	Angstrom (unité de longueur)
g	Gramme
cm	Centimètre
Re	Limite élastique [MPa]
MPa	Méga pascal
Rm	Limite à la rupture [MPa]
A%	Allongement [%]
E	Module de Young [GPa]
m	Mètre
C°	Degré Celsius
mm	Millimètre
V	Volt
µm	Micromètre
Ω	Ohm
T4	Traitement de maturation
min	Minute
h	Heure
J	Jour
ml	Millilitre
nm	Nanomètre
mA	Milliampère
T	Temps
Hv	Dureté Vickers

INTRODUCTION GENERALE

L'aluminium est le principal métal non ferreux industriel, dont sa métallurgie est si développée qu'elle offre un choix très étendu de plusieurs familles d'alliages qui ont occupé une place importante dans plusieurs domaines tels que la chimie, l'électricité, l'industrie du bâtiment, l'industrie mécanique et aéronautique.

Aussi, semble-t-il que de plus en plus, dans la métallurgie des alliages d'aluminium, la tendance soit de mettre au point ou de définir des traitements thermiques vraiment spécifiques en vue d'améliorer une propriété donnée d'un alliage déterminé.

En plus de ses caractéristiques celui-ci présente une affinité élevée vis-à-vis de l'oxygène ce qui lui permet de se couvrir d'une couche fine d'alumine qui joue un rôle important dans la tenue à la corrosion d'une part et d'une autre part elle ne permet pas d'obtenir de bonnes propriétés d'adhérence, résistance à l'usure, frottement et isolation électrique et thermique.

Les alliages d'aluminium sont néanmoins sensibles, dans certains milieux, à différentes formes de corrosion localisée. Dans ces matériaux, les particules intermétalliques sont souvent à l'origine de ces attaques de corrosion localisée qui sont en fait dues à des couplages galvaniques entre la matrice, les particules et la zone adjacente à ces particules.

Ces particules intermétalliques sont notamment présentes dans les alliages de la série 2000. Ils sont connus par leurs caractéristiques mécaniques élevés et leur faible tenue à la corrosion. Alors Pour assurer un meilleur fonctionnement de ces alliages après la mise en œuvre, plusieurs études ont contribué pour envisager la protection de cette classe d'alliages.

Ces alliages ont la capacité de se recouvrir spontanément d'une couche d'alumine de quelques nanomètres d'épaisseur lorsqu'ils sont en contact avec l'oxygène de l'air. Cette dernière est généralement trop fine pour leur apporter une protection efficace contre la corrosion. Ainsi, afin de favoriser la croissance de cette couche d'oxyde, le traitement de surface le plus couramment employé est l'anodisation qui est une conversion électrochimique de la surface du substrat donnant naissance à un dépôt plus important, résistant et plus épais que la couche formée naturellement.

L'anodisation est un traitement électrochimique qui permet d'augmenter l'épaisseur de la couche d'oxyde naturelle présente à la surface du substrat lui conférant ainsi des propriétés fonctionnelles intéressantes. Selon la composition du bain d'anodisation, nous pouvons distinguer les procédés d'anodisation les plus employés tels que l'anodisation chromique, sulfurique ou phosphorique...etc. Ce traitement est généralement suivi du procédé dit de « colmatage » qui consiste à renforcer cette couche d'oxyde d'aluminium par remplissage de ses porosités.

L'anodisation sulfurique a un effet négatif sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

Alors, le présent travail a été réalisé afin de trouver une solution pour récupérer ces pertes dans les propriétés mécaniques de l'alliage 2017A en conservant le traitement d'anodisation sulfurique (qui a un effet positif sur la résistance contre la corrosion). La particularité de cette étude c'est l'utilisation des nanoadditifs pour renforcer la couche d'oxyde anodisé et donc améliorer les caractéristiques de l'alliage et éliminer l'effet négatif d'anodisation sur les propriétés mécaniques de la série 2017A.

Ce manuscrit de travail s'articule autour de deux parties :

La première partie présente une synthèse bibliographique permettant de faire un état des connaissances concernant les différents points abordés lors de ce travail.

Cette partie comprend trois chapitres :

- Le premier chapitre contient des généralités sur l'aluminium et ses alliages, en parlant de leur historique, les caractéristiques, et les désignations de classement, en concentrant sur la série 2017A.
- Le deuxième chapitre résume d'une façon générale les méthodes de traitement thermique utilisés pour l'amélioration des propriétés des alliages d'aluminium, avec leur symbolisation.
- Le dernier chapitre est consacré à la présentation du principe de l'oxydation des alliages d'aluminium, et généralité sur le traitement d'anodisation.

La deuxième partie présente une description des méthodes expérimentales, en concentrant sur la nouvelle méthode de renforcement par les nanoadditifs, ainsi que les techniques de caractérisations employées lors de cette étude.

La deuxième partie comprend deux chapitres :

- Le quatrième chapitre sera consacré à l'explication des techniques expérimentales, et des méthodes de renforcement, en plus des méthodes de caractérisation utilisées.
- Le dernier chapitre représente les résultats obtenus par ces caractérisations ainsi que les interprétations et les études comparatives.

Une conclusion générale accompagnée des perspectives sont proposées, et finalisent l'ensemble de cette étude.

PARTIE 1: THEORIQUE

CHAPITRE 1 :
GENERALITES SUR
L'ALUMINIUM ET SES
ALLIAGES

I Généralités sur l'Aluminium et ses alliages

I.1 Introduction

Les principaux alliages d'aluminium sont fabriqués depuis 1886 à partir des bauxites et de la cryolithe [4], les alliages à base d'aluminium ont été l'objet de plusieurs travaux de recherches scientifiques, ces alliages sont les plus utilisés juste après les fontes et les aciers. Les alliages en aluminium se prêtent à beaucoup d'applications de technologie en raison de leur combinaison de légèreté avec la résistance mécanique, leur résistance à la corrosion élevée, leur conductivité thermique et électrique à prix réduit. Comparés à l'aluminium pur, ses alliages sont dotés de meilleures propriétés, elles ont permis leur utilisation dans divers secteurs d'activités telle que l'industrie aéronautique, l'automobile, l'architecture ou le transport électrique. Les traitements thermiques et traitements de surface jouent un rôle très important dans l'amélioration des diverses propriétés de ces alliages.

I.2 Historique

La découverte de l'aluminium date de la première moitié du XIXe siècle. Plusieurs savants de cette époque y ont contribué, la production industrielle n'a vraiment commencé, initialement en Europe, qu'à partir de 1890 [14].

L'oxyde d'aluminium Al_2O_3 a été isolé pour la première fois en 1754 par le chimiste allemand **Andreas Sigismund Marggraf** à partir de l'alun de potassium $Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24 H_2O$ qui est un sulfate double d'aluminium et de potassium [14].

D'abord appelé « alumium », le nouveau métal acquit son identité définitive, « aluminium », dans les années qui suivirent pour se conformer à la tradition qui veut que la dernière syllabe du nom de beaucoup d'éléments de la table de Mendeleev soit en « ium » : sodium, thorium, zirconium, etc. (Seuls, les américains utilisent « aluminum ») [6].

La voie chimique fut explorée par le physicien danois **Hans Christian Oersted** qui réussit à produire de l'aluminium, en 1825, par réduction du chlorure d'aluminium (préparé par chloration d'un mélange de charbon et d'alumine) avec un amalgame de potassium, ensuite distillé pour obtenir une poudre d'aluminium [6].

En 1845, le scientifique allemand **Friedrich Wöhler** obtient des particules d'aluminium impur. En améliorant le procédé d'**Oersted** et en utilisant le potassium métallique, il fut le premier à mesurer la densité de l'aluminium et à montrer sa légèreté [6].

En 1854, en France, **Henri Sainte-Claire Deville** obtient un métal (Chlorure double d'aluminium et de sodium) réduit par le sodium. Aidé par le soutien financier de Napoléon III, Deville créa une usine expérimentale et exposa l'aluminium pur, sous le nom d'argile transformée en argent », à l'Exposition internationale de Paris en 1855 [6].

En 1885 les frères **Cowle** ont produit le premier alliage d'aluminium contenant du fer et du cuivre [6].

En 1886, **Paul Louis Toussaint Héroult** en France et **Charles Martin Hall** aux Etats Unis déposent indépendamment leurs brevets sur la production d'aluminium par électrolyse à chaud à partir de l'alumine, et de l'oxyde déshydraté de l'aluminium, dissout dans de la cryolithe fondue (fluorure double de sodium et d'aluminium) [1] [3].

En 1887, le chimiste autrichien Karl Joseph Bayer fait breveter un procédé de transformation [3].

Aujourd'hui, le procédé **Paul HEROULT** est toujours la méthode fondamentale utilisée dans la production d'aluminium dont l'utilisation est devenue usuelle.

I.3 L'Aluminium

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 20ème siècle. Il est classé comme le métal le plus utilisé après le fer [16].

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable, de masse volumique 2.7g/cm^3 , ses températures de fusion et d'ébullition sont 660°C et 2056°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. 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.

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 Al_2O_3 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'électricités [4].

L'aluminium et ses alliages sont utilisés dans tous les domaines de l'industrie et de la vie quotidienne : construction aéronautique, automobile, ferroviaire et navale (superstructures et équipements), bâtiment (toitures, baies, façades, aménagements intérieurs), industrie électrique (câbles et appareillages), boites de boissons...etc.

L'aluminium pur n'a pas une très grande résistance mécanique, mais ses alliages peuvent avoir des propriétés remarquables, 75% des structures des avions Airbus et Boeing sont en alliages d'aluminium. Le dernier saut technologique en date est la mise au point des alliages aluminium-lithium (avion Rafale).

I.3.1 Elaboration de l'aluminium

Le seul minerai utilisé pour la production de l'aluminium est la bauxite, elle contient 45 à 60 % d'alumine, 20 à 30 % d'oxyde ferrique Fe_2O_3 , le reste est formé de silice, d'oxyde de titane et d'eau. Les réserves en bauxite, très importantes, peuvent assurer 200 années de production au rythme actuel. Les lieux de production se trouvent en Australie et Canada, à la Jamaïque, en Guinée et au Brésil [4].

L'élaboration de l'aluminium consiste à extraire l'alumine pure de la bauxite, puis à réduire cette dernière en aluminium pur. Le cycle de fabrication est celui du procédé Bayer [17].

I.3.2 Caractéristiques de l'aluminium

Le développement des applications de l'aluminium et de ses alliages, la croissance régulière et soutenue de sa consommation s'explique par plusieurs propriétés [4].

- **La légèreté** : c'est le premier des atouts de l'aluminium. L'aluminium est le plus léger de tous les métaux usuels, sa masse volumique est de $2700 \text{ Kg} / \text{m}^3$, soit trois fois moindre que celle des aciers.
- **La conductivité thermique** : l'aluminium a une excellente conductivité thermique, de l'ordre de 60 % de celle du cuivre. Les applications des

échangeurs en aluminium sont très nombreuses : automobiles, véhicules industriels, climatisation, dessalement de l'eau de mer, énergie solaire, etc.

- **La conductivité électrique** : la conductivité électrique de l'aluminium est de l'ordre des deux tiers de celle du cuivre. L'aluminium est très utilisé dans les postes de connexion des réseaux aériens haute et moyenne tension.
- **La tenue à la corrosion** : l'aluminium et les alliages des familles 1000, 3000, 5000, 6000 et 8000 ont une bonne tenue à la corrosion atmosphérique, en milieu marin, urbain et industriel. Cette bonne tenue à la corrosion a plusieurs conséquences : durée de vie des équipements très longue, un entretien très réduit, un aspect mieux conservé, etc.
- **La diversité des alliages d'aluminium** : les alliages d'aluminium sont très nombreux et variés quant à leur composition, à leurs propriétés et à leurs usages.
- **La facilité de mise en œuvre** : les alliages d'aluminium se prêtent bien aux techniques d'assemblage telles que : boulonnage, rivetage, collage, etc.

I.3.3 Propriétés physiques et chimiques d'aluminium

Les deux Tableaux ci-dessous résument les propriétés physiques et chimiques, et les propriétés mécaniques de l'aluminium pur [18] :

Tableau I.1 : Propriétés de l'aluminium non allié (série 1000) [18]

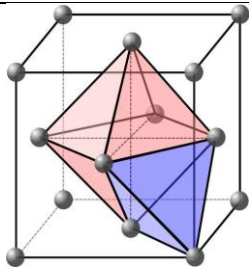
Propriétés	Valeur	Unité
Numéro Atomique	13	-
Masse molaire atomique	27	g.mol ⁻¹
Température de fusion	660	°C
Point d'ébullition	2056	°C
Densité	2698	Kg.m ⁻³
Résistivité électrique	2,7. 10 ⁻⁸	Ω.m
Conductivité thermique	22	W.K ⁻¹ .m ⁻¹
Capacité thermique massique	9.102	J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹
Coefficient de dilatation	24 .10 ⁻⁶	K ⁻¹
Module d'élasticité	69 000	MPa
Coefficient de Poisson	0,33	-
Systeme cristallin	Cubique à faces centrées a : 0,4041 nm	

Tableau I.2 : Propriétés mécaniques de l'aluminium pur à température ambiante [21].

Module d'élasticité (MPa)	Charge de rupture (MPa)	Limite d'élasticité 0.2% (MPa)	A_r (%)
68 000 à 69 000	80 à 100	30 à 40	25 à 30

I.3.4 Les alliages d'aluminium

L'aluminium pur ne présente que peu d'intérêts, car ses caractéristiques mécaniques sont médiocres. Par contre, ses alliages sont des matériaux de choix dans de nombreux secteurs comme l'aéronautique et l'automobile. L'utilisation d'aluminium en alliage avec les autres éléments est destinée en grande partie à améliorer ses caractéristiques mécaniques. C'est le cas par exemple des alliages des séries 2000, 6000 et 7000 utilisés dans des structures sollicitées mécaniquement.

Les alliages d'aluminium sont divisés en deux grandes catégories : **les alliages de fonderie**, qui sont élaborés en tenant compte de leurs propriétés à l'état liquide afin de produire des pièces de fonderie saines, et **les alliages de corroyage** élaborés en tenant compte plus particulièrement de leur capacité à être mis en forme à l'état solide. Pour différencier un alliage d'un autre, il est important d'avoir un système normalisé.

Dans la première moitié du XXe siècle, la désignation des alliages se faisait surtout par la compagnie productrice d'aluminium, parfois avec un système alphanumérique, d'autres fois avec des noms commerciaux. Au Canada, Alcan avait sa propre désignation à 5 chiffres, mais utilisait également la désignation alphanumérique du type « # #S ». Le célèbre avion Avro Arrow avait des pièces fabriquées en 75S et 79S, des alliages aéronautiques développés par Aluminum Company of America dans les années 40.

Avant de détailler sur **le système de désignation internationale à 4 chiffres**, nous allons d'abord définir les deux grandes catégories d'alliages d'aluminium.

I.3.4.1 Alliages d'aluminium de fonderie

Une grande partie des besoins en aluminium est utilisée comme pièce de fonderie. Les alliages **d'aluminium de fonderie (série à trois chiffres)** sont les plus versatiles de tous les alliages de fonderie et ils offrent de façon générale une facilité de mise en forme, contrairement aux **alliages de corroyage (série à quatre chiffres)**. Les alliages d'aluminium, comme tous les autres matériaux de fonderie, ont les caractéristiques suivantes :

- Une bonne fluidité pour bien remplir toutes les parties du moule ;
- Un point de fusion relativement bas ;
- Un transfert de chaleur rapide de l'aluminium liquide vers le moule, ce qui assure un cycle de mise en forme rapide ;
- L'hydrogène qui est le seul gaz avec lequel l'aluminium et ses alliages sont solubles peut être contrôlé efficacement ;
- Plusieurs alliages d'aluminium n'ont relativement pas de tendance au craquage à chaud ;
- Une bonne stabilité chimique ;
- Une finition de l'état de surface lustrée et peu ou pas de défauts [14].

I.3.4.1.1 Alliages Al-Si

Ces alliages portent le nom de **Silumines**, lesquels s'apparentent quant à leur composition à un alliage eutectique, leur coulabilité est très élevée et les moulages obtenus sont plus denses. Ils sont destinés à la coulée sous pression.

I.3.4.1.2 Les alliages Al-Mg

Possèdent de faibles propriétés de fonderie du fait qu'ils ne contiennent pas d'eutectique. Leur propriété caractéristique est la bonne tenue à la corrosion et leurs propriétés mécaniques sont accrues avec une usinabilité élevée.

I.3.4.1.3 Alliages Al-Cu

Ces alliages possèdent, après traitement thermique, de hautes propriétés mécaniques à l'ambiante et aux températures élevées et se prêtent bien à l'usinage. Leurs propriétés de fonderie sont basses (grand retrait, aptitude à la fissuration à chaud). L'alliage s'emploie pour la fabrication des moulages de petites pièces de formes simples (armatures, supports).

I.3.4.2 Alliages d'aluminium de corroyage

D'un point de vue métallurgique, 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. Ce sont :

- Les alliages à durcissement par écrouissage.
- Les alliages à durcissement structural.

I.3.4.2.1 Les alliages à durcissement par écrouissage

Tous les métaux et alliages durcissent par écrouissage. Mais, dans la métallurgie de l'aluminium, cette désignation est réservée aux alliages des familles qui ne sont pas susceptibles de durcissement structural.

Ils appartiennent aux familles 1000, 3000, 5000 et 8000. Leur gamme de fabrication est faite d'une suite de mise en forme à chaud et éventuellement ensuite à froid, associée à des recuits intermédiaires ou finaux.

Le durcissement par écrouissage correspond à une modification de structure provoquée par une déformation plastique. Il se produit lors de la fabrication d'un demi-produit pendant le laminage, l'étirage, le tréfilage, etc., mais également au cours de la mise en œuvre par formage, pliage, ou chaudronnage.

L'écrouissage se traduit par une augmentation de la résistance mécanique et de la dureté, et par une perte de ductilité. Mais l'augmentation de la résistance mécanique atteint toujours une limite au-delà de laquelle toute déformation devient difficile, voire impossible. Il faut alors, si l'on veut poursuivre, pratiquer des traitements thermiques de recuit [3].

I.3.4.2.2 Les alliages à durcissement structural

Ils appartiennent aux familles 2000, 6000 et 7000. Les caractéristiques mécaniques maximales de ces alliages sont obtenues par un traitement comprenant trois étapes :

- Un chauffage à une température élevée, définie pour chaque alliage, pour effectuer la **mise en solution** des éléments d'alliage dans l'aluminium ;
- Un refroidissement rapide, appelé « **la trempe** », en générale par immersion dans l'eau à la température ambiante. Il a pour effet de maintenir les éléments d'alliage et d'additions en solution solide sursaturée dans l'aluminium ;

- **Un maintien** : à la température ambiante, autour de 20 °C. **C'est la maturation** ; ou à température élevée, entre 100 et 200 °C, appelé « **revenu** ». Il provoque la formation des précipités durcissant à partir de la solution solide sursaturée. La nature, la taille et la fraction volumique des précipités durcissant règlent le niveau des propriétés mécaniques.

I.3.5 Désignation des séries principales des alliages d'aluminium

Tableau I.3 : Désignation des séries principales des alliages d'aluminium

Séries [5]	Désignations	Elément d'alliage principal
1000	1XXX	99% d'Al
2000	2XXX	Cuivre (Cu)
3000	3XXX	Manganèse (Mn)
4000	4XXX	Silicium (Si)
5000	5XXX	Magnésium (Mg)
6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)
7000	7XXX	Zinc (Zn)
8000	8XXX	Autres éléments
9000	9XXX	Non utilisé

I.3.5.1 Aluminiums non alliés de la série 1000

Les propriétés de ces nuances dépendent essentiellement :

- Des teneurs en impuretés (fer et silicium en particulier) ;
- Des additions mineures éventuelles ;
- Des niveaux de durcissement réalisés par écrouissage ou des niveaux d'adoucissement obtenus par restauration et recuit.
- D'une façon générale, les aluminiums non alliés présentent :

- Une très bonne aptitude à la déformation plastique ;
- Une résistance mécanique relativement faible ;
- Un excellent comportement vis-à-vis des agents chimiques et des différentes atmosphères ;
- Une bonne aptitude au soudage, au brasage, à l'anodisation ;
- De très bonnes propriétés cryogéniques [7].

I.3.5.2 Alliages aluminium-cuivre de la série 2000

Les alliages de la série 2000, à durcissement structural, forment une gamme importante d'alliages se caractérisant par :

- Une résistance mécanique moyenne à l'état trempé mûri, mais relativement élevée à l'état trempé revenu ;
- Une bonne tenue à chaud ;
- Une aptitude au soudage généralement mauvaise selon les procédés traditionnels ;
- Une résistance à la corrosion relativement faible en atmosphère corrosive [7].

I.3.5.3 Alliages aluminium-manganèse de la série 3000

Les alliages de la série 3000, dont les applications industrielles sont importantes et variées, se caractérisent par :

- Une résistance mécanique faible, mais qui peut être augmentée soit par écrouissage, soit par addition de magnésium (ces alliages n'étant pas susceptibles de durcissement structural sont donc utilisés dans les états écrouis, restaurés ou recuits) ;
- Une bonne aptitude à la mise en forme, au soudage et au brasage ;
- Une excellente résistance à la corrosion [7].

I.3.5.4 Alliages aluminium-silicium de la série 4000

Les alliages de la série 4000 n'ont pas le poids industriel des alliages des séries 1000, 2000, 3000, 5000, 6000 et 7000. Il apparaît cependant nécessaire de mentionner ceux qui reçoivent des applications industrielles significatives :

- Alliages pour métaux d'apport de soudage et de brasage ;
- Alliages pour pistons ;
- Alliages pour émaillage [7].

I.3.5.5 Alliages aluminium-magnésium de la série 5000

Les alliages Al-Mg forment, en fonction de leur teneur en magnésium qui varie de 0,5 à 5,5%, une gamme très progressive d'alliages dont les propriétés générales sont les suivantes :

- Caractéristiques mécaniques moyennes ;
- Bonne aptitude à la déformation à chaud et à froid, cette aptitude étant toutefois d'autant meilleure que la teneur en magnésium est plus faible ;
- Excellente soudabilité opératoire et métallurgique, la résistance mécanique des joints soudés étant pratiquement égale à celle du métal de base à l'état recuit ; cette propriété, jointe à la précédente, explique les nombreuses applications des alliages Al-Mg dans le chaudronnage-soudage ;
- Excellent comportement aux basses et très basses températures, d'où les applications en cryogénie ;
- Très bonne résistance à la corrosion en atmosphères naturelle, industrielle et marine, sur état soudé ou non. Cette propriété peut être renforcée par des traitements d'anodisation de protection.
- Possibilité de présenter de beaux états de surface par brillantage ou anodisation lorsqu'ils sont élaborés à partir d'aluminium suffisamment pur [7].

I.3.5.6 Alliages aluminium-magnésium-silicium de la série 6000

Les alliages aluminium-magnésium-silicium de la série 6000, à durcissement structural, ont un poids industriel important, en particulier dans le domaine des produits obtenus par filage : 80 % des alliages d'aluminium utilisés dans le monde pour la fabrication des profilés filés appartiennent à cette série.

Les alliages de la série 6000 commercialisés sont nombreux : ils se différencient par leurs teneurs en Mg (elle peut varier entre 0,3 et 1,5 %), en Si (elle peut varier de 0,3 à 1,4 %) et par la présence d'additions secondaires (Mn, Cr, Cu, Pb, Bi...). Ils présentent néanmoins les propriétés générales ci-après :

- Très bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage et matriçage ;
- Bonne aptitude à la mise en forme à froid (par cintrage par exemple) en particulier dans les états recuits (O) et, à un degré moindre, trempé mûri (T4) ;

- Caractéristiques moyennes à l'état trempé revenu (T6) ;
- Très bonne résistance à la corrosion pouvant être renforcée par des traitements d'anodisation ;
- Possibilité d'obtenir de beaux états de surface dès la sortie de la presse à filer, états de surface qui peuvent être améliorés par brillantage et anodisation ;
- Bonne aptitude au soudage ;
- Bon comportement aux basses ou très basses températures, mais résistance à chaud limitée à partir de 150 à 200 °C suivant la durée du maintien à chaud (par exemple, 150 °C pour une durée supérieure à 10 000 h, 175 °C pour une durée d'une centaine d'heures, 200 °C pour une durée de quelques heures) [7].

I.3.5.7 Alliages aluminium-zinc de la série 7000

Les alliages aluminium-zinc comprennent différentes sous-familles mais la principale est constituée par les alliages à haute résistance du type Al-Zn-Mg-Cu [7].

I.3.5.8 Alliages d'aluminium de la série 8000

Ces alliages, qui correspondent à ceux qui du point de vue composition n'entrent dans aucune des séries précédentes, comprennent différentes sous-familles à propriétés bien spécifiques [7].

I.3.6 Les alliages d'aluminium de la série 2000 et leurs propriétés

La série 2000 ou bien l'alliage de cuivre, la résistance à la traction varie de 186 à 427 N/mm² Ces alliages d'aluminium ont un pourcentage de cuivre entre 0.7% à 6.8 %, souvent utilisés dans l'industrie aéronautique et spatiale.

Certains de ces alliages sont considérés non soudables (fissuration à chaud et sensibilité à la corrosion sous tension.

Les alliages de cette série sont délicats en fonderie, mais très appréciés des usiner lorsque les travaux de fonderie sont bien réalisés. Les pièces réalisées dans cette série d'alliage sont très souvent des pièces soumises à des contraintes mécaniques importantes et, de ce fait, font presque toujours l'objet d'un traitement thermique [4].

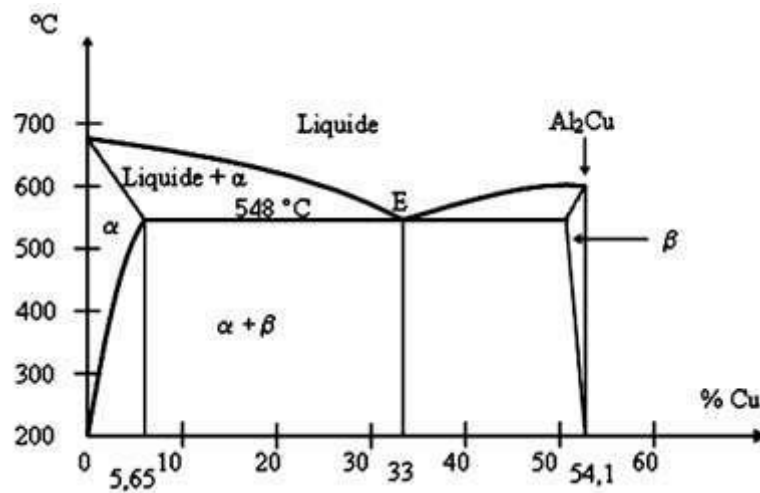


Figure I.1 : Diagramme d'équilibre Al-Cu

I.3.6.1 Propriétés et utilisation du 2017A « Duralumin »

Le 2017A est l'alliage le plus approprié pour réaliser une large gamme de pièces dans l'industrie, en particulier dans l'aviation militaire. En effet, il est à la fois léger et résistant, ce qui le rend le plus courant. Réputé par le nom AU4G, le duralumin peut être considéré comme étant à l'origine du développement de l'aluminium dans l'aviation et également du développement de l'aviation elle-même [7]. Cependant, il y a lieu de rappeler que sa résistance à la corrosion en atmosphère corrosive est relativement faible dans le cas de séjours prolongés.

Tableau I.4 : composition chimique de la série 2017A

Élément	Pourcentage %
Al	91.3 à 95.5
Cu	3.5 à 1.0
Mn	0.4 à 1.0
Mg	0.4 à 1.0
Si	0.2 à 0.8
Fe	0 à 0.7
Ti	0 à 0.25
Zr	0 à 0.25
Zn	0 à 0.25
Cr	0 à 0.1
Résiduels	0 à 0.15

I.3.6.2 Propriétés et données numériques du 2017A

Nous donnons ci-dessous quelques propriétés essentielles de cet alliage d'après :

I.3.6.2.1 Masse volumique

Elle varie en fonction de la présence ou non d'éléments d'addition. Elle est de 2700 kg/m³ pour un aluminium de pureté 99,65% et de 2790 kg/m³ pour le 2017A.

I.3.6.2.2 Propriétés thermiques

La température de fusion est de 660,4°C pour un aluminium pur. Elle varie entre 560°C et 640°C pour le 2017A.

I.3.6.2.3 Propriétés électriques

L'aluminium pur conduit très bien l'électricité puisqu'il se place immédiatement après le cuivre dans les métaux communs avec une résistivité électrique de $2.92 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$. Les éléments d'addition ont une influence importante sur sa conductivité électrique. Pour le 2017A, la résistivité électrique est multipliée quasiment par deux ($5.1 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$) ce qui diminue considérablement sa conductivité électrique.

I.3.6.2.4 Module d'élasticité

Le module d'élasticité est de 66,6 GPa pour l'aluminium pur et augmente en présence d'impuretés et des éléments d'addition. Dans le cas de l'AU4G, ce module est compris entre 69 et 72 GPa et son module de cisaillement sont compris entre 23 et 26 GPa.

I.3.6.2.5 Ténacité

La ténacité ou résistance statique résiduelle à la propagation d'une fissure est une notion très importante pour les alliages travaillant en chargement cyclique, car elle conditionne la fiabilité et la sécurité de toute la structure.

I.3.6.2.6 Résistance à la fatigue

On détermine la limite d'endurance comme étant le rapport entre la limite à la fatigue à 10 en contraintes alternées (traction-compression) et la charge de rupture en traction monotone. Ce rapport varie entre 0,25 et 0,35 dans le cas des alliages de la série 2000. Ce rapport sert à caractériser l'endurance en fatigue.

I.3.6.3 Quelques exemples d'utilisation du 2017A

Aéronautique : La raison essentielle de son utilisation dans le domaine aéronautique est la réduction du poids des appareils afin de minimiser la consommation ou augmenter la charge utile et le rayon d'action. L'aluminium est aujourd'hui le premier métal non ferreux utilisé en tonnage dans plusieurs secteurs économiques tels que l'aéronautique où la plupart des alliages utilisés sont issus de la série 2000. Ce sont ses qualités de résistance à l'endommagement (qui se traduit par une longue durée de vie avant l'initiation des premières phases d'endommagement) qui font que les constructeurs l'utilisent sur toutes les structures d'avions. La technologie aéronautique a permis, par ses besoins de plus en plus pointus, de développer de nouveaux alliages et de nouvelles techniques de caractérisation des alliages d'aluminium. Cependant il présente des caractéristiques mécaniques pouvant être améliorées [15].

Transports ferroviaires : Le gain de poids est d'autant plus intéressant que dans ces matériels où la fréquence des arrêts est relativement élevée afin de réduire la consommation lors du démarrage et l'usure lors du freinage (métros récents, remorques d'autorail, etc.).

Automobile : Les applications sont plutôt ciblées dans ce domaine. Telles que la réalisation des culasses, jantes, échangeurs thermiques, pistons et carters, étriers de freins, carrosserie, etc.

Nous pouvons indiquer aussi d'autres domaines d'utilisations des alliages d'aluminium à l'image de l'architecture et le bâtiment, l'industrie électrique et électronique et le domaine du conditionnement alimentaire. En conclusion, nous pouvons confirmer que l'aluminium et les alliages d'aluminium couvrent un domaine étendu d'utilisation puisqu'on trouve à chaque extrémité de ce domaine.

I.4 Conclusion

Les caractéristiques uniques alliant force, durabilité et cyclabilité de l'aluminium font de lui un matériau fiable, sûr et économique qui seul peut répondre aux nouvelles exigences de performance et de protection de l'environnement.

CHAPITRE 2 :
TRAITEMENTS
THERMIQUES DES
ALLIAGES
D'ALUMINIUM

II Traitements thermiques des alliages d'aluminium

II.1 Introduction

Une telle gamme de caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium est obtenue non seulement en agissant sur la composition des alliages, mais aussi et pour une partie très importante, en effectuant des traitements thermiques qui permettent d'ailleurs d'agir dans deux sens, à savoir [8] :

- Soit dans le sens d'une diminution de la résistance mécanique, diminution accompagnée généralement d'une augmentation de l'aptitude à la déformation plastique (ce sont les traitements d'adoucissement) ;
- Soit au contraire dans le sens d'une augmentation de la résistance mécanique (ce sont les traitements de durcissement).

Toutefois, les traitements thermiques n'ont pas comme seul but d'agir sur le niveau de résistance mécanique, ils sont susceptibles d'influencer un grand nombre d'autres propriétés parfois très importantes pour les utilisateurs telles que l'aptitude à la transformation à chaud ou à froid, la résistance à la corrosion, à la fatigue, au fluage, **l'aptitude à l'oxydation anodique**, la conductivité électrique, la stabilité dimensionnelle, etc.

Aussi, semble-t-il que de plus en plus, dans la métallurgie des alliages d'aluminium, la tendance soit de mettre au point ou de définir des traitements thermiques vraiment spécifiques en vue d'améliorer une propriété donnée d'un alliage déterminé.

II.2 Généralités

II.2.1 Désignation conventionnelle de l'aluminium et de ses alliages

II.2.1.1 Cas des produits corroyés

Actuellement, seule la désignation numérique suivant la norme NF A 02-104 est légale. Le tableau suivant donne la correspondance entre la désignation numérique et l'ancienne désignation alphanumérique (utilisée jusqu'en 1975), cela pour les alliages encore commercialisés [8].

Tableau II.1 : Correspondance entre les désignations numériques et alphanumériques de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés [8]

Série	Désignation Numérique (NF A 02-104) *	Désignation Alphanumérique (NF A 02-004)
1000 (Al _ 99,00)	1050 A 1070 A 1080 A 1090 1100 1199 1200 1370	A5 A7 A8 A9 A45 A99 A4 A5/L
2000 (Al-Cu)	2001 2011 2014 2017 A 2024 2030 2117 2218 2618 A	A-U6MGT A-U5PbBi A-U4SG A-U4G A-U4G1 A-U4Pb A-U2G A-U4N A-U2GN
3000 (Al-Mn)	3003 3004 3005	A-M1 A-M1G A-MG0,5
4000 (Al-Si)	4032 4043 4045 4343	A-S12UN A-S5 A-S10 A-S7
5000 (Al-Mg)	5005 5050 5056 A 5083 5086 5150 5251 5454 5754	A-G0,6 A-G1,5 A-G5M A-G4,5M A-G4MC A85-GT A-G2M A-G2,5M A-G3M
6000 (Al-Mg-Si)	6005 A 6060 6081 6082 6101 6181	A-SG0,5 A-GS A-SGM0,3 A-SGM0,7 A-GS/L A-SG
7000 (Al-Zn)	7020 7049 A 7051 7075	A-Z5G A-Z8GU A-Z3G2 A-Z5GU
* La lettre A indique que l'alliage présente une légère modification par rapport à la nuance normalisée par l'Aluminium Association.		

II.2.1.2 Cas des produits moulés

Les normes NF A 57-702 et NF A 57-703, s'appuyant sur les spécifications des normes NF A 02-002 et NF A 02-004, fixent la désignation des alliages moulés [8].

II.2.2 Symbolisation des traitements thermiques de l'aluminium et de ses alliages

II.2.2.1 Vocabulaire des traitements thermiques

Ce vocabulaire est fixé par la norme AFNOR A 02-011 qui s'applique aux produits corroyés ou moulés. Il est important de rappeler les définitions les plus usuelles [8].

Alliage à traitement thermique : expression couramment employée pour désigner un alliage durcissable par traitement thermique.

Alliage sans traitement thermique : expression couramment employée pour désigner un alliage non durcissable par traitement thermique.

Mise en solution : traitement suivant lequel un alliage est chauffé à une température convenable et maintenue à cette température pendant un temps suffisant pour permettre aux constituants solubles d'entrer en solution solide où ils seront retenus en état sursaturé après la trempe.

Trempe : opération de refroidissement effectuée de façon que la solution solide obtenue à chaud à température appropriée soit maintenue en état de sursaturation.

Vitesse critique de trempe : vitesse minimale conduisant à la loi critique de refroidissement qui permet le maintien des constituants en solution solide sursaturée et l'obtention de caractéristiques minimales garanties après le phénomène de durcissement.

Alliage autotrempeant : alliage dont la vitesse critique de trempe est inférieure à la vitesse de refroidissement naturel se produisant en air calme après transformation à chaud, ou dans le moule après solidification des pièces coulées.

Trempe structurale : traitement thermique complet assurant un durcissement structural ; ce traitement comprend généralement une mise en solution immédiatement :

- D'un refroidissement convenable maintenant la solution solide en sursaturation (trempe proprement dite) ;
- D'une maturation ou/et d'un revenu produisant un durcissement.

Durcissement structural : durcissement résultant de l'évolution physico-chimique par maturation ou revenu d'une solution solide sursaturée.

Maturation : évolution spontanée à température ordinaire de la solution solide sursaturée. Après cette évolution, l'alliage est dit à l'état *mûri*.

Revenu ou maturation artificielle : durcissement à température supérieure à la température ordinaire d'une solution solide sursaturée obtenue par trempe de l'alliage.

Recuit : traitement thermique ayant pour but d'adoucir un métal ou un alliage durci par écrouissage ou par trempe structurale.

Recuit de recristallisation : chauffage d'un produit écroui à une température relativement élevée et pendant un temps approprié, afin d'obtenir une recristallisation homogène à grains fins conférant au produit un adoucissement maximal.

II.2.2 Désignation conventionnelle des états de livraison ou états métallurgiques

II.2.2.1 Cas des produits corroyés

La désignation est fixée par la norme NF A 02-006 [8].

États fondamentaux : on distingue cinq états fondamentaux symbolisés comme suit :

F : *état brut de livraison* : ce symbole s'applique aux produits fabriqués par déformation plastique sans que soient particulièrement maîtrisés les taux de durcissement ou d'adoucissement par déformation ou traitement thermique éventuel.

O : *état recuit* : c'est l'état le plus ductile. Il est généralement obtenu par le traitement dit de recuit, ce traitement n'étant suivi d'aucun écrouissage même par planage ou dressage.

H : *état écroui* et éventuellement *partiellement adouci* : ce symbole s'applique aux produits durcis par déformation avec ou sans maintien ultérieur à une température suffisante pour provoquer un adoucissement partiel du métal.

W : *état trempé non stabilisé* : c'est un état métallurgique instable : il s'applique aux alliages qui ont subi une mise en solution suivie de trempe et qui continuent d'évoluer à la température ambiante.

T : *état durci par traitement thermique* : les traitements thermiques considérés sont des combinaisons de tout ou partie des traitements de mise en solution, trempe, maturation, revenu avec application éventuelle de déformations plastiques (c'est le cas de notre alliage 2017A-T4).

Tableau II.2 : Produits corroyés : symboles respectifs des différents traitements correspondant à l'état T (état durci par traitement thermique) [8]

Traitements de base (1)				Symbole	
Traité thermiquement avec mise en solution Séparée	Sans écrouissage	Mûri		T4	
		Revenu		T6 (2)	
		Sur-revenu		T7	
	Avec écrouissage	Écroui	Mûri		T3
			Revenu		T8
		Revenu et écroui		T9	
Traité thermiquement sans mise en solution Séparée	Sans écrouissage	Mûri		T1	
		Revenu		T5	
	Avec écrouissage	Revenu et écroui		T10	
		Écroui	Mûri		T11
			Revenu		T12

(1) Traitements de relaxation : ces traitements sont symbolisés par le chiffre 5 placé en deuxième ou troisième position. À ce chiffre sont associées trois subdivisions (1, 2, 3) correspondant aux définitions ci-après :

- TX51 : relaxation par traction ;
- TX52 : relaxation par compression ;
- TX53 : relaxation par traitement thermique.

(2) Un second chiffre associé correspond à des états déterminés :

- T61 : revenu peu poussé afin de conserver une ductilité plus grande que celle de l'état revenu normal : *revenu doux* ;
- T66 : revenu procurant une résistance mécanique plus élevée que celle à l'état revenu normal : *revenu dur*.

II.2.2.2.2 Cas des produits moulés

La désignation est fixée par la norme NF A 02-002. Les produits moulés sont désignés par la lettre Y suivie de deux chiffres : le premier indiquant le mode d'obtention, le second le traitement thermique. Le **Tableau II.3** résume les différents états :

Tableau II.3 : Désignation des modes d'obtention et des états de livraison des produits moulés.

Mode d'obtention	Traitement thermique
<p>Non défini.....Y0</p> <p>Lingot.....Y1</p> <p>Pièces moulées {</p> <ul style="list-style-type: none"> Sable.....Y2 Coquille.....Y3 Sous pressionY4 Par frittageY5 Coulée continueY7 CentrifugationY8 <p>Suivant prescriptionY9</p>	<p>Aucun traitement ou non spécifié 0</p> <p>Recuit 1</p> <p>Trempé..... 2</p> <p>Trempé et revenu..... 3</p> <p>Trempé et mûri 4</p> <p>Stabilisé 5</p> <p>Trempé et stabilisé 6</p> <p>Suivant prescription 9</p>
<p align="center">Exemple : • Y23 : pièce moulée en sable, trempée et revenue ;</p> <p align="center">• Y40 : pièce moulée sous pression, sans traitement.</p>	

II.2.3 Principaux types de traitements thermiques

Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium peuvent être classés en trois types principaux [19] :

- **Les traitements dits d'homogénéisation** généralement pratiqués sur les produits coulés avant leur transformation ou également sur les produits déjà corroyés ;
- **Les traitements d'adoucissement** par recuit ou restauration, généralement appliqués en cours ou en fin de transformation ;
- **Les traitements de trempe structurale** comprenant :
 - Une mise en solution,
 - Une trempe,
 - Une maturation ou /et un revenu produisant le durcissement.

La possibilité ou non d'effectuer ce dernier type de traitement permet d'ailleurs de classer les alliages d'aluminium en deux grandes catégories, à savoir :

- **Les alliages susceptibles de durcissement structural** qui, après trempe, voient leur dureté et leur résistance mécanique augmenter par maturation ou /et revenu : ce sont essentiellement les alliages des familles 6000 [Al-Si-Mg], 2000 [Al-Cu] et 7000 [Al-Zn] ;

- **Les alliages non susceptibles de durcissement structural** pour lesquels les modifications précédemment énoncées ne sont pas notables : ce sont l'aluminium non allié, les alliages des familles 3000 (Al-Mn) et 5000 (Al-Mg).

II.3 Traitement de durcissement structural

II.3.1 Phénomènes métallurgiques

II.3.1.1 Différents stades du traitement de durcissement structural

L'aluminium est capable de former des solutions solides avec la plupart des métaux qui lui sont associés comme constituants d'alliage. La possibilité de traiter thermiquement un alliage est due à l'augmentation, avec la température, de la solubilité à l'état solide des éléments d'addition. Autrement dit, pour qu'un alliage soit traitable thermiquement, il y a lieu que l'un au moins des constituants donne avec l'aluminium un diagramme d'équilibre binaire du type de celui de la figure suivante qui représente le cas de **la solubilité du cuivre dans l'aluminium**.

Le traitement thermique dit de durcissement structural comporte trois grands stades :

- **Mise en solution solide** : chauffage à température élevée (400 à 600 °C suivant les alliages considérés). Dans le cas de l'alliage Al-4 % Cu par exemple, il a pour but théorique la mise en solution dans l'aluminium à l'état solide des 4 % de cuivre. D'après le diagramme d'équilibre binaire, la température minimale de mise en solution est de 500 °C. Il faut en effet atteindre le point *F* sur la courbe *AG* traduisant la limite de solubilité, à l'état solide, du cuivre dans l'aluminium en fonction de la température [9] ;
- **Refroidissement** : si maintenant l'alliage est refroidi assez lentement pour qu'à chaque température l'équilibre ait le temps de s'établir, il va y avoir séparation en deux phases dès que la température passera au-dessous de 500 °C : c'est la précipitation.

Comme la solubilité du cuivre dans l'aluminium diminue avec la température, la quantité de précipités va augmenter lorsque la température va diminuer. Cependant, si au lieu de refroidir lentement la solution homogène, on l'amène brusquement à la température ambiante par *trempe*, la précipitation n'a pas en général le temps de se former durant le refroidissement.

On peut ainsi obtenir, à la température ambiante, la solution solide homogène qui était stable au-dessus de 500 °C, mais qui se trouve alors sursaturée ;

- **Durcissement structural proprement dit** : cette solution solide, qui se trouve à l'état métastable, va avoir tendance à retrouver l'équilibre en rejetant sous forme de précipité une partie du cuivre qui est en sursaturation : c'est ce phénomène qui est responsable du durcissement structural par *maturation* à la température ambiante. Toutefois, ce retour à l'équilibre de la solution solide sursaturée peut être très lent à la température ambiante par suite des faibles vitesses de réaction : cette évolution peut être accélérée par des maintiens à température supérieure, qui constituent les traitements de *revenu* et qui se traduisent généralement par un durcissement plus important de l'alliage [9].

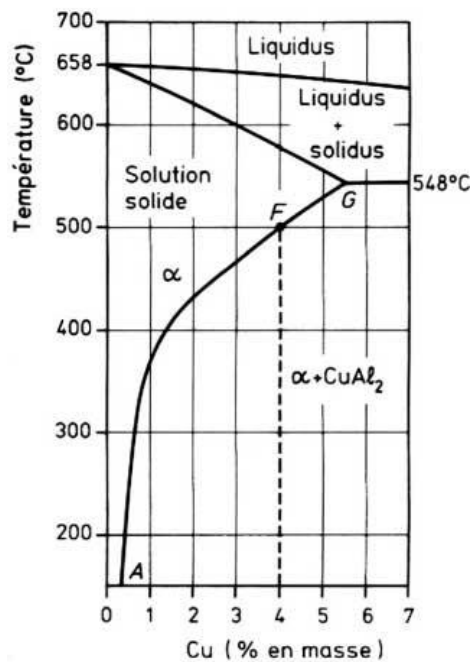


Figure II.1 : Une partie de diagramme d'équilibre aluminium-cuivre

II.3.1.2 Phénomènes structuraux. Mécanismes de la précipitation

Dans tout traitement dit de durcissement structural, on retrouve donc toujours les trois stades ci-après :

- **mise en solution** à une température suffisante pour mettre en solution solide le plus grand nombre possible d'éléments durcissant ;
- **refroidissement** rapide ou trempe ;
- **maturation** ou **revenu** pendant lesquels se produit la décomposition contrôlée de la solution solide sursaturée.

Les phénomènes intervenant pendant ce troisième stade sont très complexes. Néanmoins, les progrès accomplis dans la connaissance du durcissement structural ont été suffisamment notables pour que l'on puisse commencer désormais à délimiter un cadre interprétatif des phénomènes du durcissement structural intervenant lors de la maturation et du revenu [9].

Très schématiquement, on peut dire que la décomposition de la solution solide sursaturée obtenue par refroidissement rapide ou trempe s'articule en **deux stades**, le premier concernant une précipitation caractérisée par **la formation des zones de Guinier-Preston ou zones GP** (agrégats riches en solutés, cohérents avec la matrice), le second comportant la précipitation **de phases intermédiaires** métastables et éventuellement, si la décomposition est suffisamment poussée, de **phases stables d'équilibre**.

D'une façon générale, l'expérience a montré, dans le cas des alliages d'aluminium, que pendant la maturation on a affaire exclusivement à la précipitation, c'est-à-dire à la formation des **zones de Guinier-Preston** (qui diffèrent en nombre, dimensions, formes et dans la cinétique du grossissement, d'un alliage à un autre) cependant que, par suite des difficultés de germination, la phase stable ou les autres phases métastables, ayant une structure cristallographique différente de celle de l'aluminium, ne peuvent pas apparaître.

Pendant le **revenu**, quoiqu'on puisse encore avoir au début l'apparition de zones de Guinier-Preston, celles-ci sont généralement remplacées par une ou plusieurs phases métastables.

Le durcissement d'un alliage lors de la maturation ou du revenu est dû à l'interaction des dislocations avec les zones *GP* et les phases précipitées, en ce sens que la présence de ces particules précipitées tend à bloquer le mouvement des dislocations, rendant ainsi plus difficile la propagation de la déformation et augmentant, par conséquent, la résistance mécanique de l'alliage. Les facteurs qui conditionnent ces mécanismes d'interaction sont multiples, mais on peut considérer que les principaux sont la distribution des précipités (dimensions et densité) et leur relation structurale avec la matrice (cohérente, semi-cohérent ou incohérente).

II.3.1.3 Principales familles d'alliages d'aluminium à durcissement structural

Il existe évidemment un très grand nombre de types de précipitations pouvant être obtenues par décomposition d'une solution solide sursaturée à base d'aluminium. Toutefois, dans bien des cas, la précipitation ne peut entraîner qu'un durcissement faible de l'alliage (cas par exemple des systèmes Al-Mg, Al-Si, Al-Zn).

Aussi, pratiquement, le nombre de systèmes de précipitation utilisés industriellement pour le durcissement structural des alliages d'aluminium est-il assez limité. En pratique, quatre systèmes sont utilisés essentiellement :

Tableau II.4 : les systèmes de précipitation utilisé pour le durcissement structural

Système	Précipitation d'équilibre
Al-Cu	Al ₂ Cu
Al-Cu-Mg	Al ₂ CuMg
Al-Mg-Si	Mg ₂ Si
Al-Zn-Mg	MgZn ₂

Le durcissement des alliages basés sur chacun de ces systèmes est alors lié à l'apparition des formes transitoires des précipitations correspondantes. Par ailleurs, divers types de précipités peuvent coexister dans un même alliage.

II.3.1.3.1 Système Al-Cu. Alliages durcis par la précipitation de Al₂Cu

Le cas de l'alliage binaire Al-Cu 4 % est intéressant, car il a souvent servi de base pour l'étude des phénomènes de précipitation.

Lorsque l'alliage a été mis en solution à 530 °C et trempé, on observe, s'il est soumis ultérieurement à une température inférieure à 130 °C, seulement la formation de **zones de Guinier-Preston** qui ont la **forme de plaquettes**. À des températures de l'ordre de 165 °C, on observe encore au début la formation de zones de **Guinier-Preston**, mais peu à peu apparaît une **nouvelle phase, dite θ''**, à structure **tétraгонаle**. Les dimensions de cette phase sont de l'ordre de 50 × 50 × 5 (nm). Cette phase, étant fortement cohérente avec la matrice, entraîne d'importantes déformations de la solution solide au voisinage des précipités ; on dit généralement que les dislocations du matériau ont beaucoup de mal à traverser ces zones fortement perturbées, ce qui explique le durcissement concomitant.

Si la température de revenu s'élève (au-dessus de 200 à 220 °C) ou si la durée est plus grande, la phase θ'' apparaît dès le début, mais est remplacée peu à peu par une nouvelle phase, encore **métastable**, appelée **θ'** , à structure **tétragonale** et de **composition correspondant à Al_2Cu** . Les dimensions de cette phase sont nettement plus importantes : de l'ordre de $1\ 000 \times 1\ 000 \times 10$ (nm) ; la cohésion avec la matrice est seulement partielle et ne s'oppose pratiquement pas au cheminement des dislocations au travers du matériau : l'apparition de **cette phase θ' peut donc être génératrice d'adoucissement**.

Enfin, plus avant dans l'échelle des températures (au-delà de 300 °C) et des temps, on note l'apparition de la **phase stable θ** , toujours à structure **tétragonale**, correspondant à la composition CuAl_2 normalement indiquée sur les diagrammes d'équilibre. Ses dimensions sont de l'ordre de quelques centièmes de millimètre à quelques dixièmes de millimètre. La coalescence de cette phase est génératrice d'un adoucissement généralisé.

Alliages industriels : les alliages industriels du **type Al-Cu** sont en nombre relativement réduit et, en pratique, centrés sur une composition Al-5,5 à 6,5 % Cu : ce sont les *alliages* 2001 et 2219 surtout utilisés par suite de leur bonne résistance à chaud. Au maximum de leurs caractéristiques mécaniques, ces alliages sont caractérisés en grande partie par la présence de la phase θ'' et par une petite quantité de phase θ' [9].

II.3.1.3.2 Système Al-Cu-Mg. Alliages durcis par la précipitation de Al_2CuMg

L'addition de magnésium à l'alliage Al-Cu entraîne une augmentation appréciable des caractéristiques mécaniques lors de la maturation ou du revenu.

Les premières phases de la précipitation se traduisent par la présence de **zones de Guinier-Preston** cylindriques de 2 à 5 nm de diamètre. Au cours du revenu, on voit apparaître tout d'abord la phase de transition **S' - Al_2CuMg** sous forme d'aiguilles cohérentes avec la matrice et parallèles aux directions. Enfin, lorsque les conditions de revenu sont plus poussées, les aiguilles de phase S' se transforment en lattes de phase d'équilibre **S - Al_2CuMg** qui présente un réseau orthorhombique.

_ **Alliages industriels** : la plupart des alliages industriels du **système Al-Cu-Mg** contiennent un excès de cuivre par rapport à la formule stoechiométrique Al- Al_2CuMg . Seul l'alliage 2618 A peut être considéré comme un alliage quasi binaire Al- Al_2CuMg . Cet alliage, qui renferme comme éléments d'addition 2,5 % Cu, 1,6 % Mg, 1,1 % Fe, 1,2 % Ni et 0,2 % Si, est utilisé pour les applications nécessitant une bonne tenue à chaud

jusqu'à 250 °C environ : en particulier, cet alliage présente une bonne résistance au fluage et a été choisi pour la fabrication de l'avion supersonique Concorde.

Cette bonne tenue à chaud est attribuée à la présence d'une forte proportion de phase insoluble (Al_9FeNi).

Le durcissement maximal de cet alliage, obtenu par revenu à une température voisine de 200°C, est caractérisé par la présence de la phase S dans les joints de grains, mais surtout par la présence de la phase S' sous forme de fins précipitées réparties dans la matrice, et également d'aiguilles placées sur des boucles de dislocations.

Alliages durcis par la précipitation mixte Al_2Cu - Al_2CuMg : dans la **phase Al_2CuMg** , cuivre et magnésium se trouvent en concentrations atomiques identiques. Toutefois, dans la plupart des alliages industriels fondés sur le **système Al-Cu-Mg**, le cuivre se trouve en quantités nettement plus grandes que le magnésium. Aussi, au cours des traitements thermiques, se produit-il une précipitation mixte des **formes transitoires de phases Al_2Cu et Al_2CuMg** ; les **alliages corroyés 2017 A et 2024** ainsi que l'alliage moulé A-U5GT, bien connus des utilisateurs en raison de leurs caractéristiques mécaniques élevées, correspondent à ce type de précipitation.

L'addition de silicium aux alliages Al-Cu-Mg à moins de 1 % de magnésium permet d'augmenter la résistance mécanique après revenu. Le durcissement est alors obtenu par la présence des phases transitoires de Al_2Cu , Al_2CuMg , Mg_2Si et également Al-Cu-Mg-Si : c'est le cas de l'alliage 2014 [9].

II.3.2 Maturation

Le comportement des alliages lors de la maturation est très variable d'une famille à l'autre. Il peut être également fortement influencé par les températures ambiantes auxquelles sont soumis les produits trempés, températures qui peuvent varier entre - 20 et + 40 °C [19].

II.3.2.1 Alliages de la famille Al-Cu-Mg

Dans le cas des alliages du **type 2017 A**, l'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction du temps reste relativement faible durant une période dite d'*incubation*, d'autant plus longue que la température est plus basse. Durant cette période d'incubation, il semble cependant que les caractéristiques mécaniques ne restent pas rigoureusement constantes, mais croît très lentement. Vers la fin de la période d'incubation, la maturation

s'accélère, sa vitesse passe par un maximum, puis décroît de nouveau et les caractéristiques mécaniques tendent asymptotiquement vers des valeurs limites.

La période d'incubation peut être avantageusement mise à profit pour effectuer des mises en forme, c'est-à-dire effectuer ce que l'on appelle plus couramment le *travail sur trempe fraîche*. Afin d'augmenter cette période d'incubation, il est conseillé d'introduire les pièces trempées dans un milieu froid tel qu'un réfrigérateur : c'est la solution retenue par exemple pour la pose des rivets dans l'industrie aéronautique.

Avec les alliages type **2017 A**, 2024 et 2014 on peut admettre qu'à 20 °C, les caractéristiques mécaniques deviennent stables après une maturation de quelques jours. Contrairement à la vitesse de mise en solution, la vitesse de maturation dépend beaucoup de la température. Si on trace les courbes de maturation en fonction du logarithme de la durée de la maturation, on constate que ces courbes se déduisent les unes des autres par une translation. Autrement dit, ce que l'on pourrait appeler la *vitesse logarithmique de durcissement* (c'est-à-dire le durcissement qui correspond à la multiplication de la durée de la maturation par la base des logarithmes employés) est, à taux de durcissement donné, indépendant de la température, du moins entre - 10 et + 50 °C.

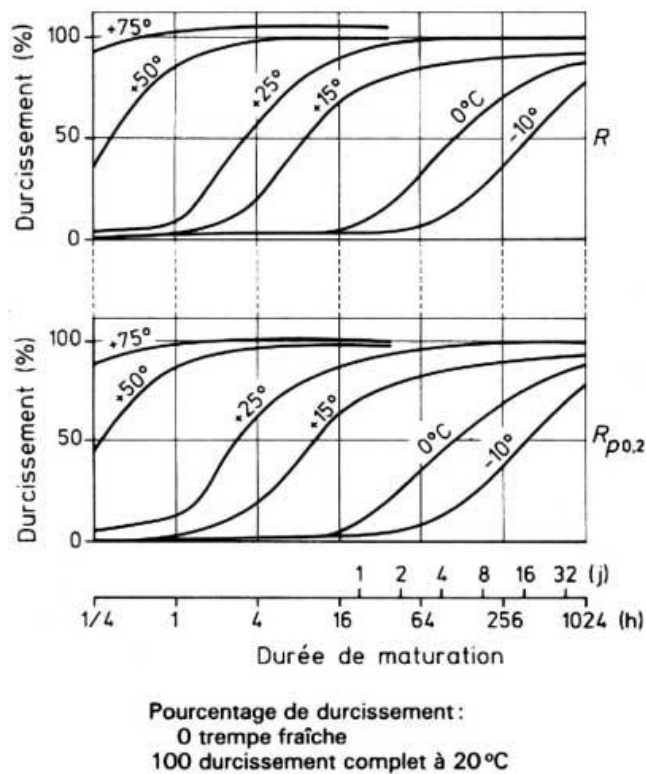


Figure II.2 : Évolution, après mise en solution et trempe, des caractéristiques mécaniques de traction de l'alliage 2017 A en fonction de la maturation, pour diverses températures de maturation.

II.4 Conclusion

Les traitements thermiques, en permettant l'obtention de meilleures propriétés pour les matériaux métalliques, par une bonne adaptation de leur structure, contribuent à l'amélioration du comportement en service des pièces métalliques et à leur facilité de fabrication ; mais, chargés d'améliorer les propriétés des alliages, ils peuvent apporter néanmoins quelques défauts indésirables : on les rencontre au niveau des variations de forme ou de dimensions des pièces traitées, des contraintes résiduelles et de diverses altérations.

Pour cette raison, les traitements thermiques offrent certaines difficultés de réalisation, et l'utilisation des pièces traitées demande souvent des précautions.

CHAPITRE 3 :
ANODISATION DE
L'ALUMINIUM ET SES
ALLIAGES

III Anodisation de l'Aluminium et ses alliages

III.1 Introduction

Dans son principe, la découverte de l'oxydation anodique de l'aluminium et de ses alliages suit de près celle du métal lui-même. Ce dernier forme un oxyde lorsqu'il est placé comme anode dans une cellule d'électrolyse.

En effet, si l'aluminium et ses alliages sont aujourd'hui largement utilisés pour leurs propriétés intrinsèques (légereté, 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, ...etc.

III.2 La surface de l'Aluminium et de ses alliages

III.2.1 Notion d'oxydation naturel

L'aluminium, en contact avec l'atmosphère, est instantanément recouvert d'une fine couche d'oxyde dont la partie extérieure est plus ou moins hydratée.

Cette couche, qui atteint généralement de 2 à 4 nm, joue un rôle important dans le bon comportement du métal en ce qui concerne la résistance à la corrosion, en raison de son renouvellement spontané [1].

Mais, il convient toutefois de nuancer cette vision « idéale » de protection du métal par son oxyde car, dans la réalité industrielle, de nombreux facteurs vont modifier la structure extrême de la surface aluminium. Dans la grande majorité des cas, on utilise des alliages d'aluminium, dans lesquels sont introduits des éléments d'addition. On retrouvera

ces derniers dans la couche d'oxyde naturelle, à des concentrations très différentes de celles à cœur du métal.

D'une manière générale, certains éléments, tels le magnésium, vont avoir tendance à renforcer le caractère protecteur de la couche, alors que d'autres, par exemple le cuivre, vont dégrader cette propriété [10].

III.2.2 Surface issue de la transformation du métal

L'aluminium utilisé industriellement est issu de procédés de transformations divers (filage, laminage, usinage, tréfilage, emboutissage...) laissant en surface des résidus, tels que les lubrifiants, qui vont parfois réagir chimiquement avec le métal.

D'autre part, l'aluminium peut subir un certain nombre de traitements thermiques qui vont renforcer l'oxyde naturel. et même les conditionnements de stockage peuvent être à l'origine de nombreuses contaminations superficielles.

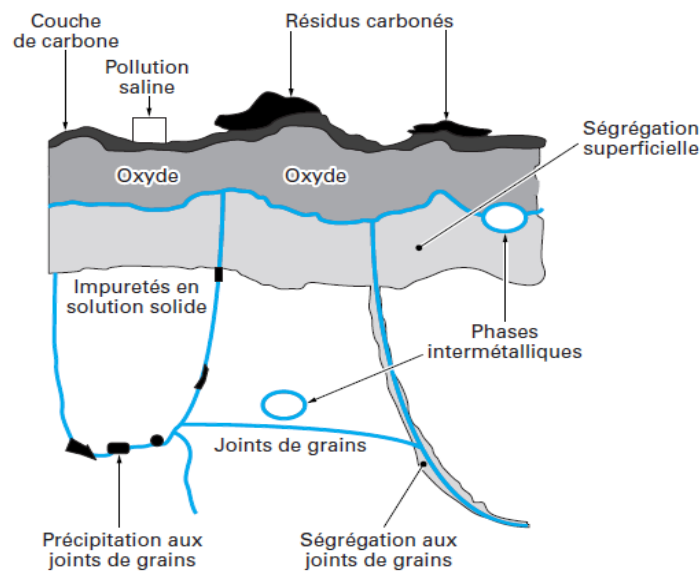


Figure III.1 : Représentation schématique de la « surface » de l'aluminium [10].

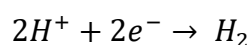
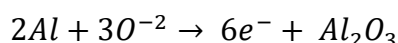
La Figure III.1 nous montre l'importance des préparations de surface (dégraissage, décapage), dont le rôle est multiple :

- Éliminer les contaminations superficielles, organiques et salines ;
- Éliminer les oxydes qui seront gênants vis-à-vis des opérations de finition ;
- Se rapprocher en surface, si nécessaire, de la concentration à cœur du métal.

III.3 Mécanisme de formation des couches anodiques

En générale, l'électrolyse en milieu aqueux et sous courant continu produit normalement un dégagement gazeux aux deux électrodes (hydrogène à la cathode, oxygène à l'anode). En revanche, si l'on utilise de l'aluminium comme anode, aucun dégagement gazeux n'est observé sur celle-ci, alors que l'hydrogène est toujours visible à la cathode.

Alors on peut expliquer ce phénomène comme étant une combinaison entre l'aluminium dissous et l'oxygène naissant, selon la réaction :



Cette description ne peut être que partielle car elle ne suffit pas à expliquer les différences fondamentales de comportement que l'on observe en modifiant l'électrolyte et les conditions opératoires. En particulier, selon l'action dissolvante du milieu, on obtiendra des couches anodiques à **caractère barrière** ou à **caractère poreux** [11].

III.3.1 Anodisation de type barrière

Si l'on procède, à tension donnée, à une anodisation dans un milieu qui n'a pas d'action dissolvante sur le métal, ni sur son oxyde (solutions à base d'acide borique, d'acide citrique, de carbonate de sodium, de phosphate de sodium...), on constate une chute rapide de l'intensité, qui tend vers une valeur nulle. Sous l'action du courant, les espèces Al^{3+} , O^{2-} et OH^{-} sont transportées à travers la couche, la croissance du film se réalisant à l'interface métal/oxyde, en fonction du milieu utilisé, à l'interface oxyde/solution.

Le caractère barrière de la couche formée tient au fait que celle-ci s'oppose rapidement au passage des électrons sous sa tension d'élaboration, au-delà de laquelle on provoque le claquage de l'oxyde. Le processus d'oxydation est par conséquent non évolutif, d'où son appellation [10].

En réalité, cette propriété barrière n'est valable que si l'alliage d'aluminium utilisé est de pureté élevée. Dans le cas contraire, le courant résiduel est non nul en raison des impuretés du métal qui provoquent des défauts dans l'oxyde.

La couche formée est compacte, exempte de porosités et relativement mince.

III.3.2 Anodisation de type poreux

Dans le cas où l'électrolyte choisi possède une action dissolvante sur le métal ou sur son oxyde (milieu acide ou alcalin), le processus d'évolution de la couche anodique relève d'une compétition entre deux phénomènes :

- L'élaboration de l'oxyde sous l'action du courant électrique ;
- La dissolution chimique de la couche.

Dans ce cas, on peut schématiser le processus comme suit :

- Dès la mise sous tension, une **couche barrière** se forme à la surface ;
- Cette couche possède des propriétés similaires à celles décrites précédemment et sa formation se traduit par un pic initial de courant ;
- Au moment où l'intensité décroît, la dissolution chimique de l'oxyde commence en de nombreux points ;
- Pendant que l'oxyde croît sous l'action du courant, un processus transitoire voit la naissance dans l'alumine de nombreuses microporosités et irrégularités dont certaines seulement vont évoluer vers la structure poreuse finale ;
- La croissance poreuse prend par la suite un caractère permanent (sous tension constante) et aboutit à une structure hexagonale **Figure III.3**.

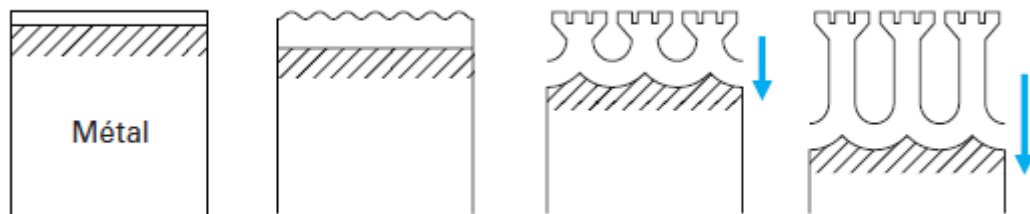


Figure III.2 : Représentation schématique de l'initiation d'une couche poreuse d'une couche poreuse [10]

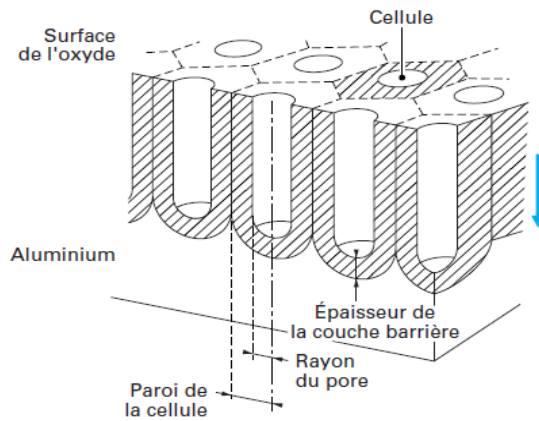


Figure III.3 : Couche poreuse non colmatée [10]

La couche obtenue est composée d'une **partie barrière**, qui fait l'interface avec le métal et par laquelle transite le courant (il s'agit donc du front de croissance de la couche), et d'une **partie poreuse** [2].

On constate en particulier que la modification des conditions opératoires conduit à des structures variables des couches anodiques, ce qui est de première importance car les propriétés macroscopiques (tenue à la corrosion, résistance à la rayure...) s'en trouvent affectées.

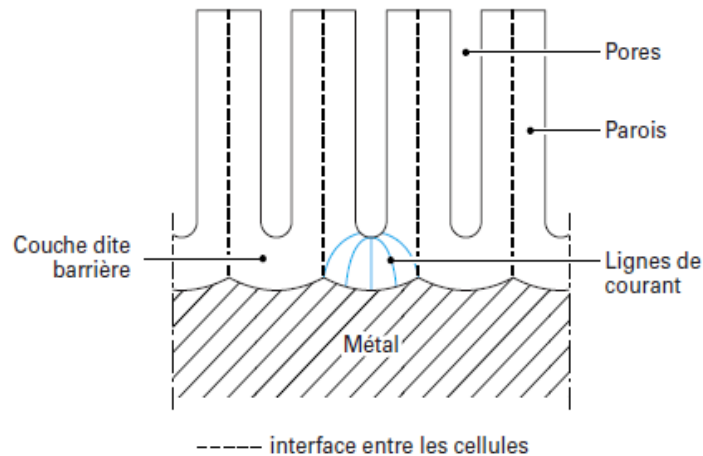


Figure III.4 : Coupe schématisée de la structure poreuse d'une couche d'oxyde [10]

III.4 Principaux procédés d'anodisation et leur application

Puisque nous utiliserons « l'anodisation Sulfurique » dans la partie pratique, nous allons concentrer nos études sur cette dernière, avec une mention générale des autres méthodes.

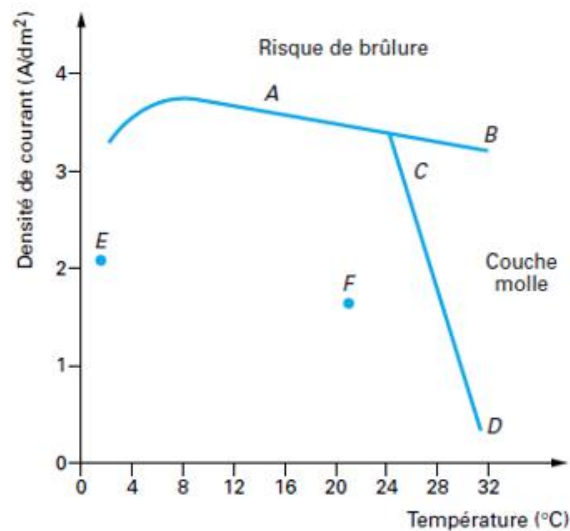
III.4.1 Anodisation sulfurique

L'anodisation en milieu sulfurique est aujourd'hui la plus répandue industriellement, essentiellement pour trois raisons :

- Le faible coût de l'électrolyte ;
- Le large domaine d'utilisation du procédé ;
- La maîtrise aisée des paramètres de traitement.

Ceci ne doit pas faire oublier que dans chaque domaine considéré, les conditions opératoires sont précisément définies (**Figure III.5**). Selon la fonction recherchée, on classe l'anodisation sulfurique en trois grandes catégories :

- L'anodisation de décoration et pour application optique (réflecteurs) ;
- L'anodisation de protection (en particulier dans le domaine de l'architecture) ;
- L'anodisation dure.



H₂SO₄ à 10 % en volume

Au-dessus de la couche AB le film est hétérogène : risque de brûlure
à droite de CD : formation de couches molles

E coordonnées correspondant à la qualité couche dure

F coordonnées correspondant à la qualité architecture

Figure III.5 : Points de fonctionnement en anodisation sulfurique [10]

III.4.1.1 Anodisation de décoration et pour application optique

L'**oxydation anodique de décoration** doit pouvoir permettre d'utiliser la porosité de l'oxyde pour éventuellement colorer le métal (je vais expliquer ça dans les prochains paragraphes), mais aussi de pérenniser l'aspect obtenu (résistance à la rayure, tenue à la corrosion en environnement peu agressif...). On en trouve les principales applications dans le mobilier, la décoration intérieure, les articles pour cosmétique, les articles fantaisie (stylos, briquets), la décoration automobile, etc. et constate que les couches sont d'épaisseur comprise entre 5 et 10 mm [10].

En ce qui concerne l'**application optique**, la couche anodique a pour objectif de protéger l'aluminium tout en préservant au maximum les propriétés de réflectivité obtenues auparavant par un brillantage chimique ou électrolytique. Pour cette raison, les épaisseurs sont limitées à quelques micromètres.

III.4.1.2 Anodisation de protection

Le domaine privilégié de l'anodisation de protection est l'architecture (menuiserie métallique en alliage de la série 6000 ou bardage de façade en alliage 5005). Les conditions d'obtention des **couches de qualité « architecture »** sont très précises (Précisons que ces recommandations concernent également la technologie utilisée « contacts électriques, montages, régulation de tension, électrodes... ») :

- Concentration en acide sulfurique : 200 ± 20 g/L.
- Densité de courant : $1,5 \pm 0,2$ A/dm².
- Température de l'électrolyte : $20 \pm 1,5$ °C (la température doit être homogène dans la cuve).
- Teneur en aluminium dissous : maximum 20 g/L, de préférence régulé entre 5 et 15 g/L.
- Dans ces conditions, la vitesse moyenne d'élaboration de la couche est d'environ 0,45 mm/min.

Tout comme pour l'anodisation de décoration, le traitement destiné à la protection se pratique parfois au défilé, avec cependant la nécessité d'adapter les conditions d'anodisation (densité de courant plus élevée) pour obtenir une productivité satisfaisante [2].

III.4.1.3 Autres applications de l'anodisation sulfurique

L'aptitude à l'adhérence des revêtements organiques des couches non colmatées : Les couches élaborées en milieu sulfurique sont sensibles à l'hydratation qui est nuisible à l'adhérence des revêtements organiques. Ceci impose un contrôle rigoureux des conditions de stockage et une minimisation du temps avant enduction du métal anodisé.

Les propriétés d'isolation électrique : l'anodisation ayant pour avantage de résister à de plus hautes températures que les vernis.

On rencontre également des applications sur les tambours de photocopieuses, l'oxyde agissant comme isolant entre l'aluminium et la couche organique photosensible.

III.4.1.4 Paramètres d'anodisation

III.4.1.4.1 L'influence des paramètres d'anodisation [10] :

- a- La concentration en acide sulfurique** est située entre 180 et 200 g/L pour trouver le meilleur compromis entre la conductivité du bain (**Figure III-6**) et la dissolution chimique de l'oxyde. Des concentrations trop élevées conduisent à une attaque excessive de la couche, alors que des concentrations trop basses nécessitent une tension d'anodisation plus importante.
- b- La température du bain** joue un rôle fondamental sur la structure de l'oxyde. La réaction chimique de dissolution variant de façon exponentielle avec la température, une augmentation de cette dernière conduit à une attaque importante de la couche en surface, voire au phénomène de « pulvérulence » (**Figure III-7**). Dans le domaine de concentration cité précédemment, il ne faut pas dépasser 21°C (qualité architecture).
- c- La densité de courant**, qui conditionne la vitesse d'élaboration de la couche, ne peut pas être augmentée indéfiniment. À l'extrême, on peut provoquer le phénomène de « brûlure ».
- d- L'agitation du bain** doit assurer une bonne homogénéité de la concentration en acide et de la température, sous peine de voir apparaître les défauts précédemment cités.

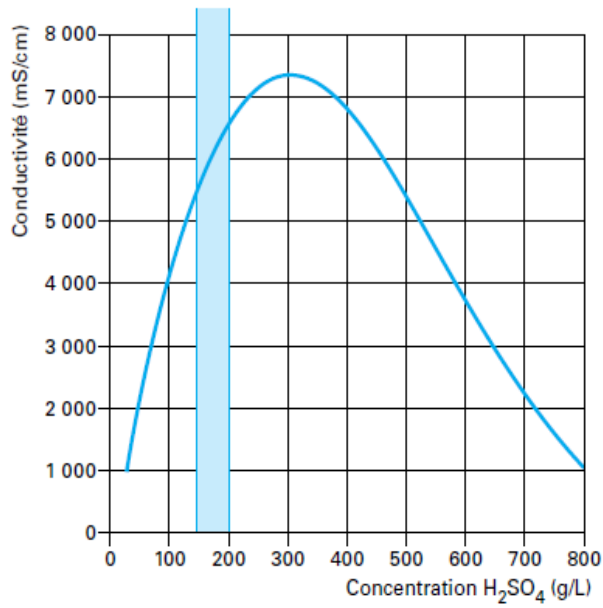


Figure III.6 : Conductivité d'une solution d'acide sulfurique en fonction de sa concentration [10].

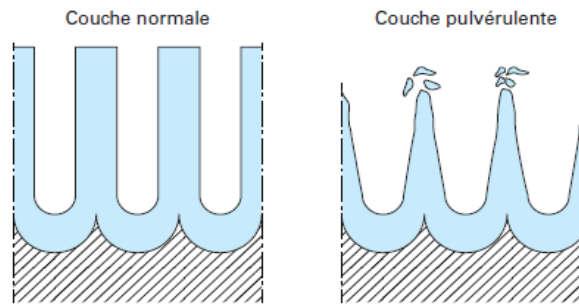


Figure III.7 : Phénomène de pulvérulence [10].

III.4.1.4.2 Variantes de l'anodisation sulfurique :

- a- **L'anodisation sous courant alternatif** : il est possible d'anodiser l'aluminium en milieu sulfurique sous courant alternatif (50 Hz). Bien que l'efficacité globale soit inférieure à l'anodisation sous courant continu (l'anodisation n'intervient que pendant la moitié du cycle), les propriétés des couches sont différentes [1] [10].

La comparaison entre les deux cas (courant alternatif et continu) :

- La plus grande transparence des films élaborés sous courant alternatif, qui dépend des alliages traités, mais qui est plus imputable à l'épaisseur moindre de l'oxyde qu'à ses caractéristiques intrinsèques ;
- La meilleure aptitude à la coloration chimique, quoiqu'une anodisation en courant continu sous faible tension produise les mêmes effets ;
- La porosité des couches, légèrement plus élevée sous courant alternatif ;
- La couleur jaunâtre de l'oxyde, qui diminue au colmatage mais s'intensifie si du cuivre ou du fer sont présents dans le bain ;
- La moindre résistance à l'abrasion et à la corrosion par rapport à des couches de même épaisseur élaborées sous courant continu et supérieures à 6 mm. Cette différence a tendance à s'atténuer si l'anodisation en courant alternatif est effectuée à température plus élevée et à densité de courant plus faible.

b- L'anodisation sous courant pulsé : sous cette appellation sont regroupées différentes formes de signaux (combinaison de courant continu avec du courant alternatif mono ou triphasé, courant alternatif ...etc.). Certaines propriétés des couches sont modifiées (couleur, aptitude au colmatage, vitesse d'édification...). Les applications industrielles se trouvent aujourd'hui essentiellement dans l'anodisation dure.

c- Les additifs à l'acide sulfurique_ de nombreux additifs ont été étudiés pour améliorer les propriétés des couches ou augmenter la productivité du procédé. On peut citer, entre autres :

- L'acide oxalique, qui permet d'obtenir, sur des couches élaborées à 30 °C, une dureté équivalente à celles produites à 20 °C dans l'acide sulfurique seul, les concentrations relatives étant de 10 à 40 g/L en acide oxalique pour 200 à 250 g/L en acide sulfurique. L'adjonction d'acide oxalique permet en outre d'améliorer la résistance à l'abrasion des couches, ce qui explique par ailleurs son utilisation en anodisation dure ;
- L'acide glycolique et le glycérol sont également mentionnés dans la littérature comme limitant la dissolution de la couche.

III.4.1.5 Aptitude des alliages à l'anodisation sulfurique

III.4.1.5.1 Rôle des constituants de l'alliage

Le rôle des constituants de l'alliage sera différent selon que :

- Les éléments d'addition sont en solution solide ; si cette dernière est homogène, les constituants se comporteront à l'anodisation selon leurs propriétés propres. Par exemple, le cuivre, le zinc et le magnésium altéreront peu l'aspect des couches pour peu qu'ils soient effectivement en solution solide ;
- Les éléments d'addition ne sont pas en solution solide, mais sous forme métallique (par exemple le silicium) ou sous forme de combinaisons métalliques présentes dans le grain ou aux joints de grains. Non seulement la nature, mais aussi la taille, la forme et la répartition de ces précipités influencera les propriétés de couches.

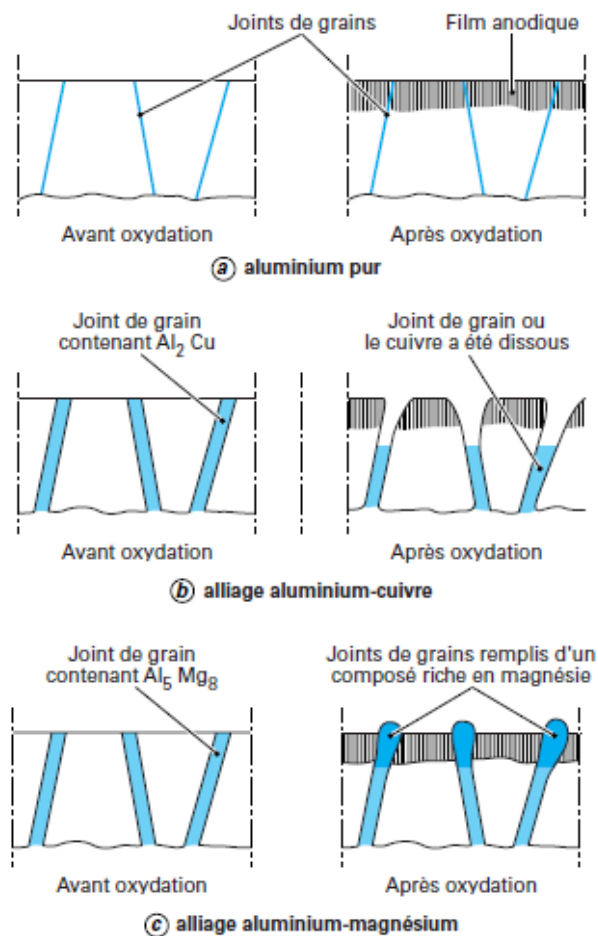


Figure III.8 : Exemples de comportement d'alliages d'aluminium à l'anodisation sulfurique [10].

III.4.1.5.2 Classement des aptitudes à l'anodisation

D'une façon générale, on classe l'aptitude des alliages d'aluminium à l'anodisation sulfurique en deux familles (alliages de corroyage et alliages de moulage).

a- Alliages de corroyage :

Alliages de la série 1000 (aluminium faiblement chargé) : ils sont propices à l'anodisation de décoration et de protection.

Alliages de la série 2000 (aluminium-cuivre) : l'utilisation de l'anodisation sulfurique est à éviter sur ces nuances. En effet, le cuivre se dissout dans l'électrolyte, ce qui conduit à la formation de couches poreuses et faiblement protectrices contre la corrosion, un colmatage adapté peut légèrement améliorer cette propriété (dans notre cas nous allons utiliser un renforcement par des nanoadditifs). Par ailleurs, l'épaisseur de l'oxyde est limitée.

Alliages de la série 3000 (aluminium-manganèse) : l'anodisation de protection donne de bons résultats, mais au-delà de 1 % voire moins pour les couches épaisses, le manganèse provoque la coloration de la couche en gris-brun, ce qui la rend peu apte à l'anodisation de décoration.

Alliages de la série 5000 (aluminium-magnésium) : ces alliages sont faciles à anodiser et conviennent particulièrement bien à l'anodisation de protection. Pour des teneurs en magnésium allant jusqu'à 3 %, les couches sont relativement claires (l'indice de réfraction de l'oxyde de magnésium étant très proche de celui de l'oxyde d'aluminium), ce qui autorise l'emploi de certaines nuances à l'anodisation de décoration après brillantage. Pour des teneurs plus élevées, la couche prend un aspect grisâtre, voire jaunâtre si le métal contient également de faibles teneurs en manganèse ou en chrome.

Alliages de la série 6000 (aluminium-magnésium-silicium) : les anodisations de protection et de décoration (sur métal satiné) se prêtent bien à ces alliages, couramment utilisés dans le bâtiment pour la menuiserie métallique.

Alliages de la série 7000 (aluminium-zinc) : ces alliages, à hautes caractéristiques mécaniques, sont utilisés notamment dans le domaine aéronautique. Ceux qui contiennent du cuivre en quantité significative (par exemple l'alliage 7075) posent quelques problèmes d'aptitude à l'anodisation sulfurique (similaires à ceux rencontrés pour les

alliages de la série 2000). En revanche, au sein de cette famille, ce n'est pas le cas des nuances contenant peu de cuivre, par exemple l'alliage 7020.

b- Alliage de moulage :

Pour ces alliages, l'élément d'addition le plus fréquent est le Silicium. Pour des teneurs supérieures à 5 %, les couches anodiques prennent des teintes grisâtres d'autant plus prononcées que la teneur en Si est élevée et que leur épaisseur est importante. Ceci peut éventuellement être mis à profit pour des propriétés d'aspect.

Le procédé de moulage aura également une influence sur l'aptitude à l'anodisation de par les défauts de surface qu'il sera susceptible de créer (porosités, retassures, ségrégations grossières...).

III.4.1.5.3 Quelques spécifications durant le changement des paramètres d'anodisation

Que l'on ait affaire aux alliages de corroyages ou aux alliages de moulage, deux points importants sont à signaler :

- Lorsque l'anodisation est effectuée à tension constante, les densités de courant, donc les vitesses d'élaboration, sont variables d'une nuance à l'autre (**Figure III.9**) ;
- À densité de courant fixée, c'est la tension d'anodisation qui pourra différer.

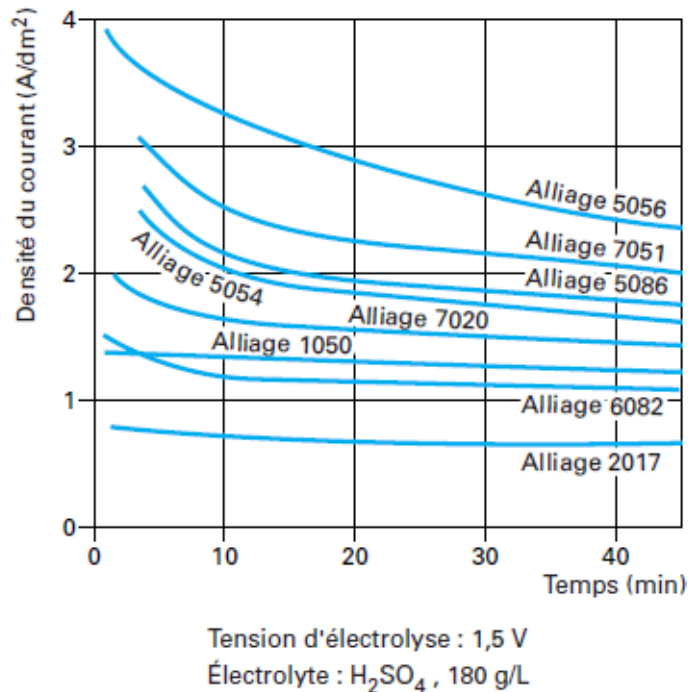


Figure III.9 : Variation de la densité de courant en fonction du temps pour différents alliages à l'anodisation sulfurique [10].

Enfin, il faut souligner que la composition du métal n'est qu'un facteur parmi d'autres influençant son aptitude à l'anodisation sulfurique. L'aluminium subit en particulier des transformations et traitements thermiques qui sont à même de modifier sa structure (taille et orientation des grains, nature et répartition des composés intermétalliques...) et donc sa réponse à l'oxydation anodique. Il est d'ailleurs fréquent que la gamme de transformation des alliages soit optimisée à cet effet.

III.4.2 Autres procédés

Nous allons citer quelques procédés [2] :

III.4.2.1 Anodisation barrière

Ce procédé n'est réservé industriellement qu'à l'aluminium de haute pureté. Une application particulière a été proposée dans le domaine de l'optique, consistant à anodiser en milieu barrière de l'aluminium déposé sous vide en couche alternée avec de l'oxyde de titane, le tout sur un substrat en verre. Moyennant un choix judicieux de la tension d'anodisation et des épaisseurs déposées, il est en effet possible d'améliorer significativement la réflectivité du métal par la combinaison des indices de réfraction.

III.4.2.2 Anodisation dure

L'anodisation dure est un cas particulier de l'anodisation sulfurique car, dans la grande majorité des cas, l'acide sulfurique est utilisé comme électrolyte de base, en combinaison ou non avec d'autres produits. Ce qui caractérise en premier lieu ce traitement, c'est la faible température du bain (généralement -5 à 0 °C) qui autorise l'emploi de densités de courant plus élevées (typiquement 3 A/dm²). Les conséquences en sont les suivantes :

- La faible température de l'électrolyte minimise la dissolution de l'oxyde, ce qui permet d'atteindre des épaisseurs plus importantes qu'en anodisation conventionnelle, à savoir de 25 à 100 nm ;
- La dissolution des précipités est également diminuée, d'où leur incorporation plus importante dans l'oxyde ; ce dernier présente par conséquent une coloration plus marquée que pour l'anodisation pratiquée à 20 °C ;
- La porosité de l'oxyde est plus faible car la tension d'élaboration (qui, à densité de courant constante, augmente au cours du processus) a une incidence directe sur la morphologie de la couche.

- Les procédés d'anodisation dure sont nombreux, utilisant l'acide sulfurique à diverses concentrations avec ou sans additifs (amélioration de la dureté, traitements des alliages au cuivre, etc.).

Les applications industrielles de ces procédés sont nombreuses. En particulier, on met à profit les caractéristiques suivantes :

- **La résistance à l'abrasion, l'aptitude au frottement** : pistons de frein automobile, pièces de boîte automatique, corps de vérins, corps de pompe, guide-fil, ustensiles culinaires, glissières de rack pour équipement électronique, pales de turbine, bords d'attaque de pales d'hélicoptères... ;
- **La résistance électrique** : enroulement électrique, corps de disjoncteur, pièces de moteur électrique, équipements radar, rhéostats, contacteurs... ;
- **L'isolation thermique** : têtes de pistons (figure 10), tuyères de fusée, boucliers thermiques... etc. [10]



Figure III.10 : Tête de piston traitée par anodisation dure [10]

III.5 Mise en œuvre industrielle d'une gamme d'anodisation

III.5.1 Préparations de surface

L'anodisation, comme tout procédé de finition, requiert un certain nombre d'opérations préliminaires :

- Pour rendre la surface propice au traitement ;
- Pour conférer au métal un aspect décoratif (brillant ou mat) [20].

III.5.1.1 Dégraissage

En ce qui concerne l'aluminium et ses alliages, deux types de dégraissage sont principalement rencontrés :

Dégraissage aux solvants : les solvants chlorés ou chlorofluorés sont plus fréquemment utilisés car ils sont ininflammables. Le dégraissage peut s'effectuer manuellement, au trempé ou en phase vapeur.

Dégraissage en milieu aqueux : Il utilise des molécules tensioactives pour éliminer le film gras et le maintenir en solution (détergence). Pour simplifier, on peut classer les principales familles de dégraissant, *Dégraissage en milieu alcalin* et *Dégraissage en milieu acide*.

III.5.1.2 Décapage. Satinage. Usinage chimique

III.5.1.2.1 Décapage

Bien que certains bains de dégraissage aient également une action décapante sur l'aluminium, il est fréquemment nécessaire d'enlever une quantité significative de métal, pour éliminer les oxydes superficiels et se rapprocher de la concentration à cœur de l'alliage.

Pour ce faire, on utilise des bains de décapage, que l'on peut, en ce qui concerne les alliages d'aluminium, classer en différentes catégories, *Décapage alcalin*, *Décapage acide* [12].

III.5.1.2.2 Satinage

Le satinage, utilisé dans le domaine du bâtiment, a pour rôle supplémentaire de conférer à la surface un aspect mat décoratif. Il utilise parfois des bains dont la viscosité est spécialement calculée pour que l'aluminium produit par la réaction chimique soit éliminé par l'entraînement dû aux pièces [10].

III.5.1.2.3 Usinage chimique

L'usinage chimique, utilisé dans l'aéronautique lorsque les procédés d'usinage conventionnels ne peuvent être employés. Le principe reste celui du décapage alcalin [10].

III.5.1.3 Brillantage

Les traitements de brillantage ont pour objectif de niveler la rugosité du métal et, par conséquent, de lui donner un aspect brillant pour des motifs esthétiques ou pour améliorer ses propriétés optiques comme le *Brillantage chimique* ou *brillantage électrolytique*.

III.5.1.4 Traitements mécaniques

Les traitements préparatoires mécaniques jouent essentiellement un rôle décoratif. On en distingue deux catégories [20].

Polissage mécanique : Obtenu par des opérations de bufflage, de tamponnage et d'avivage (utilisant fréquemment des pâtes abrasives), il permet de diminuer la rugosité du métal et de lui conférer un aspect brillant.

Satinage et matification de surface : Le satinage ou, plus généralement, la matification de surface sont obtenus par des opérations de broissage ou par jet abrasif (corrindon, microbilles de verre, etc.)

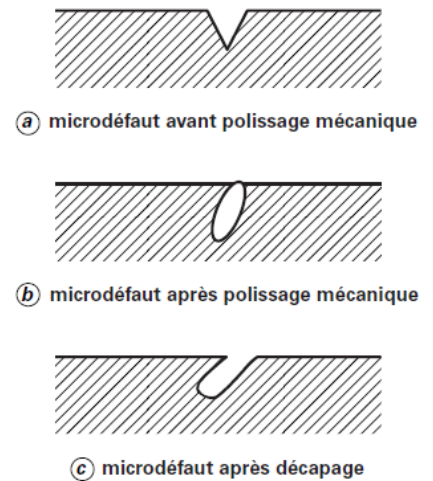


Figure III.11 : Défaut de fluage de surface révélé au cours de la gamme d'anodisation [10].

III.5.2 Technologie de l'anodisation

III.5.2.1 Anodisation en statique

- Le principe consiste à traiter une pièce en **la plaçant successivement dans une série de cuves** affectées aux préparations de surface, à l'anodisation et aux traitements post-anodiques (coloration, colmatage), chaque opération étant suivie d'un ou plusieurs rinçages.
- Aujourd'hui, de nombreuses chaînes **d'anodisation travaillent en mode automatique**, les pièces étant accrochées à des barres porte-montages qui sont saisies et déposées dans les différentes cuves par des robots.
- **Le choix des matériaux constituant les cuves** prendra en compte les produits chimiques utilisés, mais également les conditions opératoires (en particulier la température). Leur taille dépendra, bien évidemment, des pièces à traiter et de la productivité requise.
- **Le choix des cathodes** (souvent en aluminium, mais également en acier inoxydable, graphite ou plomb en fonction des procédés d'anodisation) est également important.

Il peut être nécessaire, en fonction de la géométrie de la pièce, de faire appel à des électrodes auxiliaires, par exemple pour anodiser l'intérieur d'un corps creux.

- **L'agitation**, paramètre qui ne doit pas être négligé, est effectuée par de l'air surpressé ou comprimé, avec l'obligation dans ce cas d'utiliser un air propre et déshuilé.
- **La réfrigération** peut s'effectuer dans la solution elle-même (le liquide réfrigérant circule dans un serpentin plongé dans le bain) ou à l'extérieur de la cuve, en faisant circuler l'électrolyte dans un échangeur situé à proximité (**Figure III.12**).
- **Le choix du redresseur** dépend du procédé d'anodisation. De faibles tensions (15 à 25 V) sont suffisantes pour l'anodisation sulfurique de décoration ou de protection. On rencontre deux modes de fonctionnement : *l'anodisation à intensité contrôlée*, *l'anodisation à voltage contrôlé*.

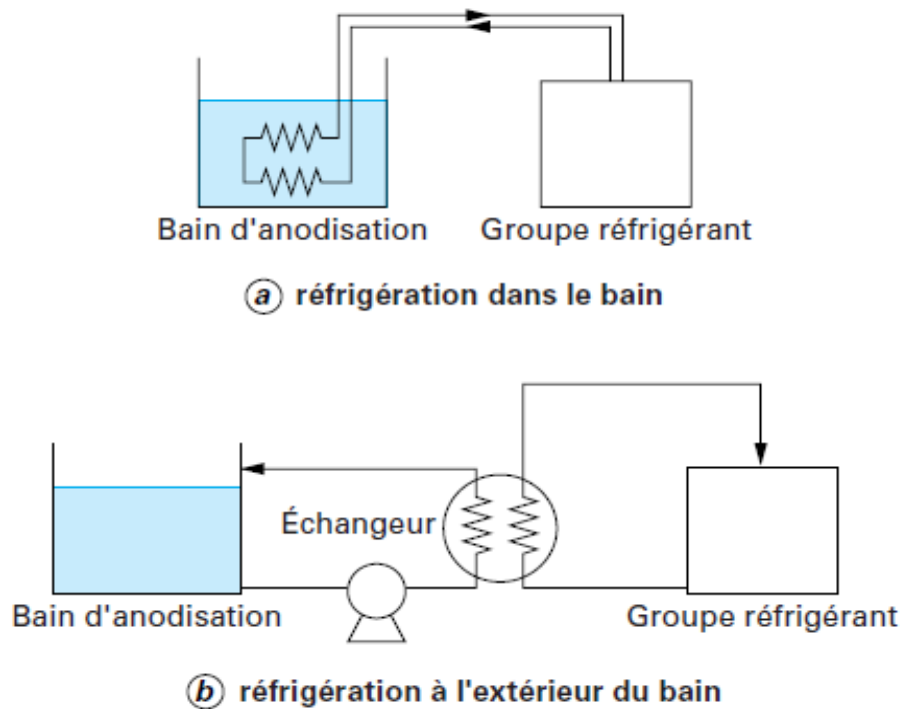


Figure III.12 : Modes de réfrigération d'un bain d'anodisation [10].

Deux cas particuliers sont à signaler dans le domaine de l'anodisation en statique :

- **L'anodisation en vrac de petites pièces** : Il est néanmoins possible de traiter de nombreuses petites pièces à l'aide de paniers cylindriques percés (Figure III.13), dans lesquels les pièces, si leur forme le permet, sont maintenues serrées les uns contre les autres par un couvercle.
- **L'anodisation in situ permet**, par des outillages adaptés, le traitement localisé ou la réparation de pièces. Cette technique est notamment utilisée dans le domaine aéronautique.

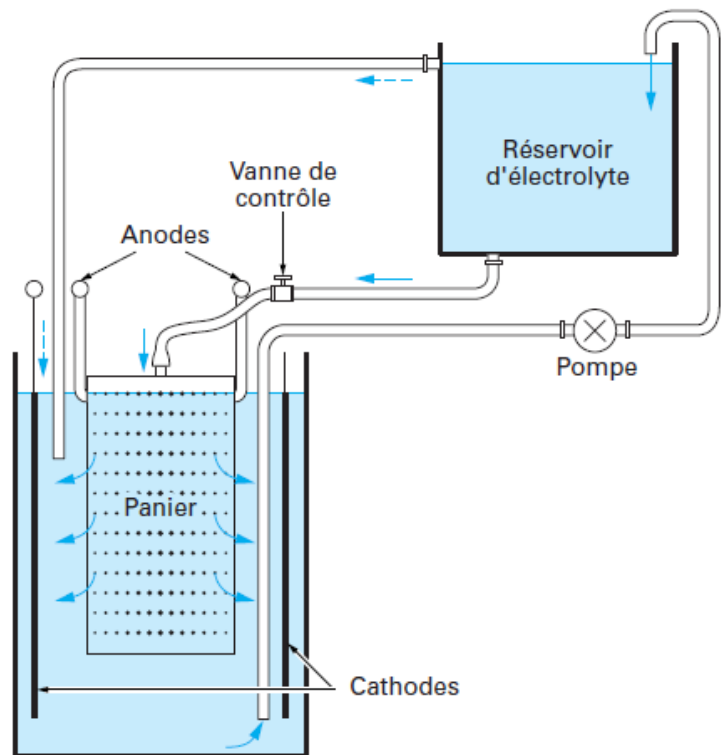
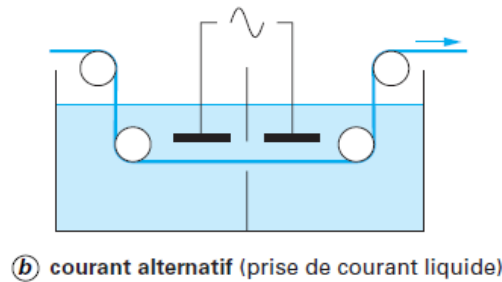
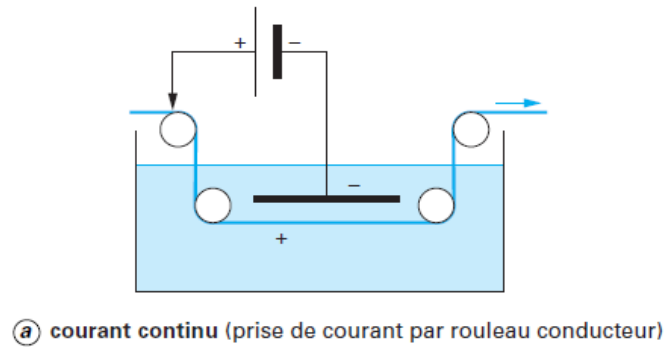


Figure III.13 : Anodisation « en vrac » [10].

III.5.2.2 Anodisation au défilé

Dans le cas où l'on souhaite anodiser une bande ou du fil en aluminium, on parlera de traitement au défilé. Le métal passe successivement dans une série de cuves où il subit, en défilement, les opérations classiques d'une gamme d'anodisation.

La caractéristique principale de ces procédés, par rapport à l'anodisation statique, est l'utilisation de densités de courant élevées, indispensables pour assurer la rentabilité de l'opération [10].



Prise de courant liquide : pas de contact mécanique, le courant transite par la bande

Figure III.14 : Principe de l'amenée du courant sur la cuve d'oxydation dans l'anodisation au défilé [10].

III.5.2.3 Contrôle des bains

- Outre le contrôle de l'acidité, l'anodisation nécessite la mesure du taux d'aluminium dissous dans le bain. Suivant l'électrolyte, différentes méthodes de titrage existent et doivent être mises en œuvre périodiquement pour garantir un bon fonctionnement du bain.
- Pour éviter d'introduire des impuretés dans les solutions d'oxydation anodique, il est hautement souhaitable d'utiliser de l'eau désionisée pour le montage des bains [1].

III.5.3 Traitements consécutifs à l'anodisation

III.5.3.1 Coloration chimique

Les couches anodiques, de par leur porosité, sont susceptibles d'absorber des colorants (**Figure III.15**) qui leur confèrent des aspects décoratifs remarquables.

Deux familles de colorants chimiques sont utilisées :

Les colorants organiques, dont il existe une multitude de variétés, permettent d'obtenir des teintes très diverses. L'opération s'effectue en général par immersion, mais

il est également possible, pour certains produits, de colorer l'aluminium manuellement au chiffon.

Les colorants minéraux sont en général des oxydes métalliques qui précipitent dans les pores de la couche anodique et possèdent un comportement plus stable que les colorants organiques [10].

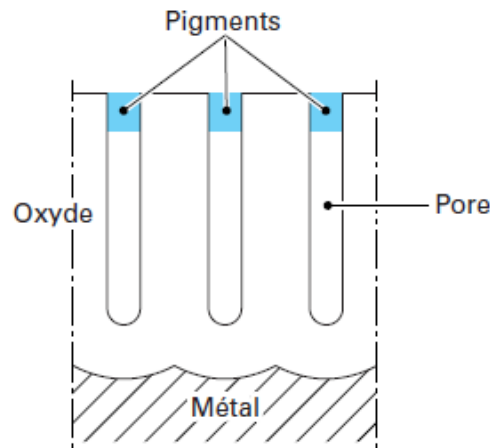
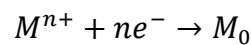


Figure III.15 : Principe de la coloration chimique [10].

III.5.3.2 Coloration électrolytique

La coloration électrolytique diffère fondamentalement dans son mécanisme de la coloration chimique. Certes, on utilise à nouveau l'extrême porosité des couches anodiques, mais la coloration s'effectue par électrolyse, en réduisant un ou plusieurs cations métalliques en solution :



Cette réaction électrochimique ne peut se faire que par la couche barrière, compte tenu du caractère isolant de la partie supérieure de la couche.

En revanche, du fait que les particules déposées sont situées au fond des pores, la couche colmatée offre une excellente durabilité quant à la tenue des couleurs aux ultraviolets et aux intempéries. C'est la raison pour laquelle ce procédé s'est largement répandu dans le domaine architectural (menuiserie métallique, bardages de façade...) depuis de nombreuses années [10].

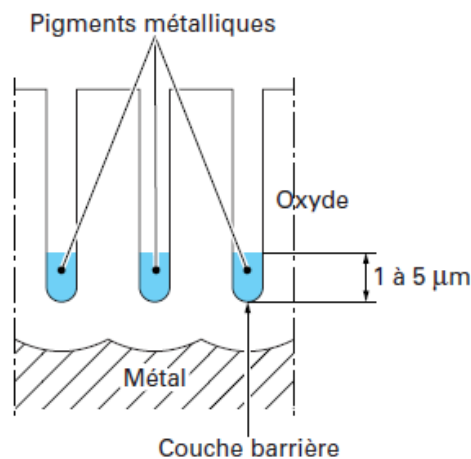


Figure III.16 : Principe de la coloration électrolytique [10].

III.5.3.3 Imprégnations

Certaines propriétés des couches anodiques peuvent être améliorées en imprégnant ces dernières avec différentes substances. C'est en particulier le cas des pièces soumises à frottement qui, après anodisation (souvent une anodisation dure non colmatée), peuvent être imprégnées [10] :

- De lubrifiants liquides : lanoline, huile, cires... ;
- De lubrifiants solides : bisulfure de molybdène, PTFE (polytétrafluoroéthylène).

III.5.3.4 Colmatage

Le colmatage représente l'opération finale dans une gamme d'anodisation dans la mesure où cette dernière est utilisée pour la protection du métal.

Le principe consiste à transformer l'alumine Al_2O_3 formée lors de l'anodisation en alumine monohydratée (on parle de colmatage hydrothermal), opération qui s'accompagne d'un gonflement de la couche et par conséquent de la fermeture des pores.

- On peut classer les procédés de colmatage comme suit :
- Colmatage à l'eau bouillante ;
- Colmatage à l'eau bouillante avec additifs ;
- Colmatage à la vapeur ;
- Colmatage à froid.

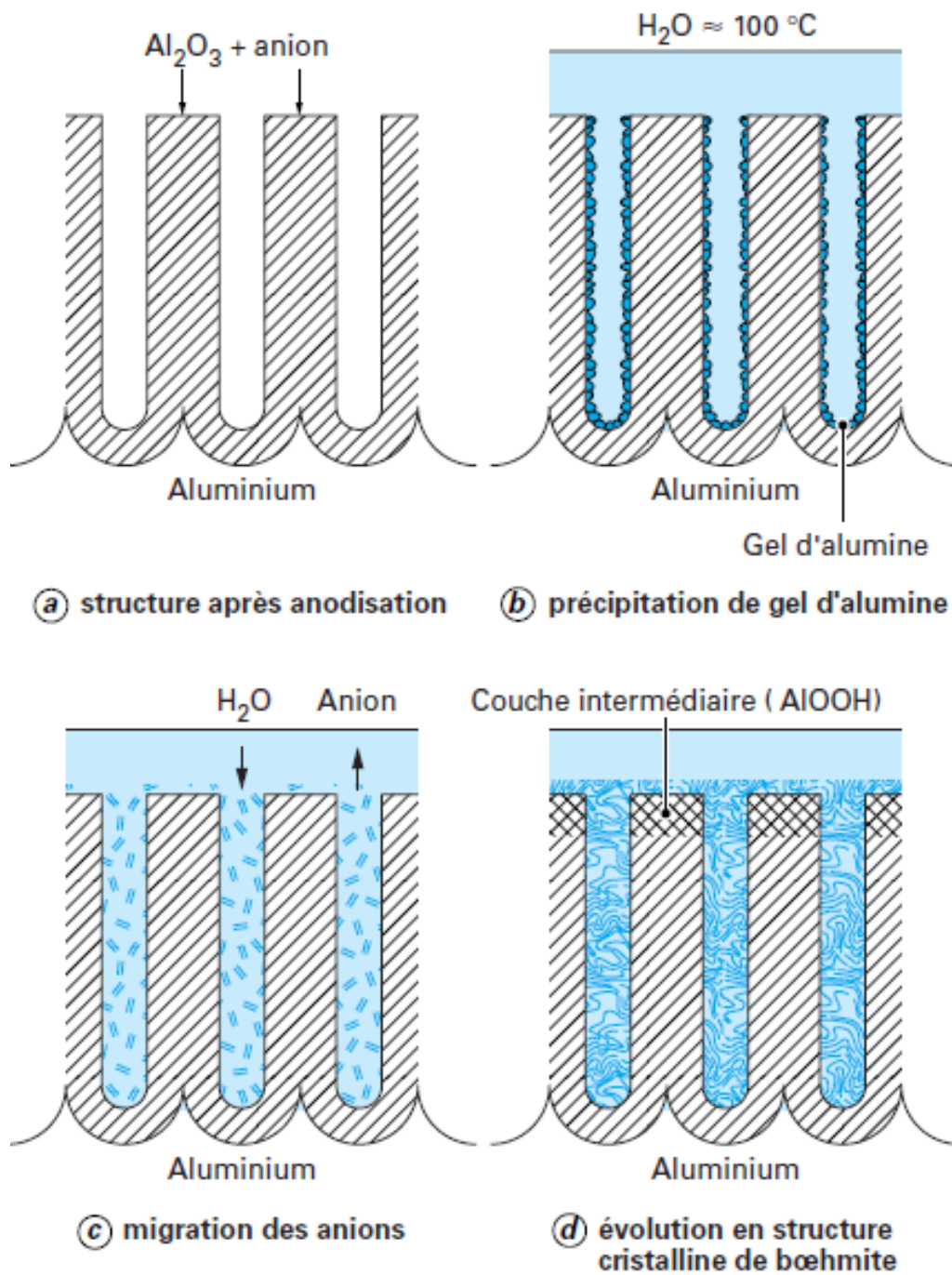


Figure III.17 : Mécanisme de colmatage à l'eau bouillante d'une couche anodique [10].

III.6 L'effet couplé de la microstructure du substrat et de l'anodisation à l'acide sulfurique sur le comportement à la fatigue de l'alliage d'aluminium 2017A

Le comportement à la fatigue est un critère de sélection important pour alliages d'aluminium sure tout dans les applications aérospatiales. Très souvent, pour l'aluminium alliages de la série 2000, les principales exigences pour les composants comprennent une résistance à la fatigue élevée, qui est obtenue par une bonne sélection des matériaux et traitement thermique, afin de développer un renforcement fin précipite.

Les alliages Al-Cu sont généralement anodisés par électrolyse pour augmenter leur résistance à la corrosion et à l'usure et meilleure adhérence de la peinture amorces. Cependant, l'amélioration des performances en fatigue de ces alliages pourraient être gravement altérés après le processus d'anodisation.

Les résultats des tests de fatigue du traitement thermique des échantillons avant et après l'anodisation sulfurique sont représentés sur la **Figure III-18**. Les courbes correspondant aux durcissement par vieillissement (avec de fines particules) et recuits (avec des particules grossières) des spécimens de l'alliage d'aluminium 2017A. La durée de vie en fatigue de l'alliage durci est constamment supérieure à celle du matériau recuit. Comme indiqué ci-dessus, dans l'alliage vieilli, la limite d'élasticité est contrôlée par l'interaction des luxations avec précipités et l'espacement moyen des précipités est beaucoup plus petite que la taille des grains. Par conséquent, il n'est pas prévu que la taille des grains joue un rôle important dans la détermination de la limite d'élasticité du matériel.

Pour les deux traitements thermiques, l'anodisation sulfurique conduit à une diminution importante dans la résistance à la fatigue de l'alliage, par rapport aux échantillons traités thermiquement avant l'anodisation. En effet, la durée de vie en fatigue est essentiellement divisé en deux régions : la nucléation des fissures (dominante à faibles contraintes) et la propagation des fissures (dominante à fortes contraintes). Le film anodique devrait avoir une influence plus importante sur l'étape de nucléation des fissures de fatigue et donc la durée de vie de la fatigue, à faible contrainte [13].

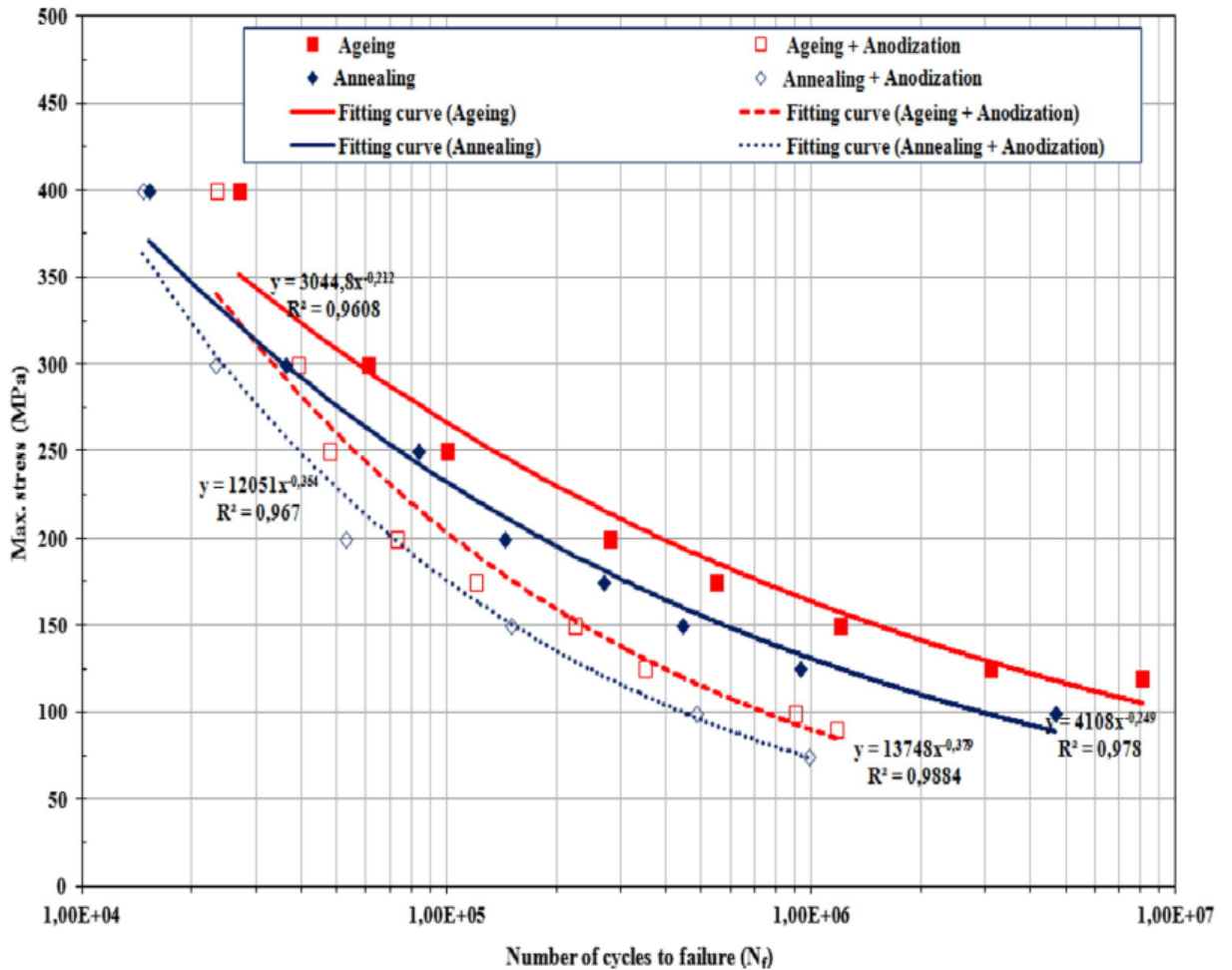


Figure III.18 : Courbes *S – N* pour les échantillons d'alliage d'aluminium 2017A traités thermiquement (durcissement par vieillissement et recuit) avant et après anodisation.

On observe sur la **Figure III.18** que la durée de vie en fatigue de l'alliage durci est supérieure à celle du matériau recuit. L'anodisation conduit à une diminution significative de la durée de vie en fatigue de l'alliage, par rapport aux échantillons traités thermiquement avant l'anodisation, qui est moins prononcée lorsque la contrainte maximale augmente.

Pour une durée de vie en fatigue de 10⁶ cycles, il y a une diminution d'environ 49% de résistance à la fatigue pour les conditions de durcissement et 64% pour la condition de recuit. En général, la diminution de la durée de vie en fatigue est liée à la morphologie du film, qui à son tour est influencée par la microstructure du substrat.

Les résultats de réduction observés principalement à partir des composés intermétalliques, qui sont formés dans le film et à la formation de l'oxyde de cuivre à l'interface, en particulier le cas du durcissement par vieillissement.

Pendant l'anodisation sulfurique, la matrice riche en Al se dissout préférentiellement autour des particules d'Al₂Cu, ce qui entraîne le détachement de ces particules et

donc leur incorporation au film et leur dissolution lors de la production d'anodisation vides.

À l'interface film-substrat, l'accumulation de l'oxyde de cuivre fragile favorise le délaminage. Pour l'état recuit, la réduction de la durée de vie en fatigue est plus prononcée et il a été associée à la présence de cavités, ce qui a eu pour conséquence de l'incorporation des particules grossières d' Al_2Cu dans le film et leur dissolution lors de l'anodisation.

Donc il y a l'**effet négatif** de la microstructure du substrat et de l'anodisation à l'acide sulfurique sur le comportement à la fatigue de l'alliage d'aluminium 2017A [13].

III.7 Conclusion

L'anodisation est un procédé de conversion électrolytique au cours duquel les surfaces d'Aluminium subissent une oxydation anodique qui a pour but de substituer au film naturel d'alumine, un film d'oxyde dont les propriétés peuvent être modelées en fonction du procédé utilisé et de ses paramètres d'application.

L'anodisation permet d'édifier une couche d'oxyde beaucoup plus épaisse que la pellicule naturelle conférant ainsi au métal une bonne protection contre la corrosion, une amélioration de l'aspect de surface et une modification de certaines propriétés telles que l'isolation électrique, le pouvoir réflecteur, la dureté superficielle... etc.

PARTIE 2 : PRATIQUE

CHAPITRE 4 :
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

IV Techniques expérimentales

IV.1 Introduction

Aujourd'hui les industries aéronautiques et automobiles ont besoin des alliages légers (alliage d'aluminium) qui allient à la fois une rigidité, une résistance à la fatigue, une ténacité élevée et bien sur une bonne tenue vis-à-vis de la corrosion. Pour mieux comprendre le comportement d'un alliage d'aluminium (2017A), nous avons effectué des traitements thermiques, une oxydation anodique, des essais mécaniques et une caractérisation métallurgique, dont le but d'apercevoir une corrélation entre les propriétés mécaniques de notre alliage à différents états métallurgiques avant et après anodisation. Cette dernière elle a comme but principal l'amélioration de sa résistance à la corrosion.

Donc ce chapitre a pour objectif la présentation de différents procédés et méthodes traitement utilisés pour l'étude d'alliage aluminium de la série 2000. Le plan expérimental établi fait un balayage des paramètres opératoires ayant une influence directe sur la formation et les propriétés finales des couches à élaborer. Les facteurs étudiés se résument dans l'électrolyte et l'effet des nanoadditifs. Le matériau utilisé dans ce travail étant l'alliage d'aluminium 2017A-T4.

Dans cette étude, nous avons réalisé trois mécanismes d'anodisation à savoir l'anodisation sulfurique sans nanoadditif et anodisation sulfurique avec l'ajout de nanoadditif durant l'anodisation et finalement l'anodisation sulfurique avec l'ajout de nanoadditif après l'anodisation (durant le colmatage).

Le but recherché à travers ce chapitre est l'élaboration des couches d'oxyde d'aluminium, en vue d'améliorer les propriétés superficielles du matériau en question, et l'étude de l'influence de l'anodisation sulfurique sur l'alliage d'aluminium 2017A. Ainsi, l'influence de l'ajout des nanoadditifs dans le bain d'anodisation et dans l'eau bouillon durant le colmatage sur les propriétés finales des couches d'anodisation.

IV.2 Echantillon étudié

L'étude expérimentale repose bien évidemment sur deux examens : le premier type est métallurgique, très important à travers l'amélioration de la propriété de dureté de notre alliage par des traitements thermiques optimaux. Le second est électrochimique sert à assurer et optimiser la propriété de dureté la couche d'oxyde. Ceci nous conduira à

envisager l'influence la microdureté du composant film-substrat sur les propriétés mécaniques du 2017A anodisé.

La composition chimique présentée dans le **Tableau IV.1** :

Tableau IV.1 : La composition chimique de l'alliage d'aluminium utilisé (2017A).

Eléments	Si	Cu	Ni	Fe	Zn	Mg	Mn	Pb	Cr	Ti	Al
%	0.57	4.19	0.07	0.763	0.009	0.611	0.285	0.024	0.042	0.042	93.376

En premier lieu, nous avons effectué un traitement thermique **T4** suivis d'anodisation sur des échantillons de forme rectangulaire dont le but d'améliorer les propriétés mécaniques de notre matériau utilisé et enfin d'optimiser les paramètres d'anodisation.

Pour le traitement d'anodisation et le renforcement par les nanoadditifs le matériau était fourni sous trois formes, montrées dans le tableau suivant :

Tableau IV.2 : les dimensions des échantillons utilisés.

Forme d'échantillon	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)
1 ^{ère} forme	20	19	6
2 ^{ème} forme	30	19	10
3 ^{ème} forme	50	20	4



Figure IV.1 : Un des échantillons d'aluminium 2017A utilisés.

IV.3 Traitement thermique appliqué

Le traitement thermique a été réalisé dans un four électrique programmable de type « ELTI » (**Figure IV.2**) afin que notre alliage atteigne les propriétés mécaniques voulues, pour cela le traitement thermique effectué est représenté dans le tableau suivant :



Figure IV.2 : Le four utilisé.

Tableau IV.3 : Conditions du traitement thermique "T4" effectué.

Type de traitement	Conditions du traitement thermique	
Muri (T4)	Température de mise en solution	500 ± 5 °C
	Durée de mise en solution	50-60 min
	Milieu de trempe	Eau < 40 °C
	Temps d'incubation	-
	Température de maturation/ revenu	20 °C
	Durée de maintien	2-4 jours
	Milieu de refroidissement	Air

IV.4 Préparation des surfaces

L'état de surface initial est d'une importance primordiale sur l'efficacité des opérations d'anodisation. A cet effet les échantillons à anodiser ont été rigoureusement préparés afin d'étudier l'effet de l'anodisation sur le comportement mécanique de l'alliage et leurs propriétés superficielles.

Alors avant le processus d'anodisation, les échantillons ont été soumis à différents traitements de gravure afin de produire une surface chimiquement propre :

IV.4.1 Dégraissage

La pièce à anodiser est immergée dans un bain de dégraissage contenant l'acétone à la température ambiante pendant 15 minutes. Cette opération est directement suivie d'un séchage par papier Joseph afin d'éliminer toutes les traces de réactif restant.

IV.4.2 Décapage

Son rôle est d'éliminer les traces d'oxydes qui se trouvent en surface. Les échantillons ont été dégraissés et mariné dans une solution alcaline (10 g / l de NaOH) à 65 ° C pendant 5 min. Par la suite, ceux-ci ont été soigneusement rincés dans de l'eau dé ionisée.



Figure IV.3 : Le décapage dans une solution alcaline (NaOH).

IV.4.3 Blanchement

Les échantillons ont été immergés dans un mélange acide sulfurique / acide chromique (H_2SO_4 : 18 ml / l, CrO_3 : 65 g / l) pendant 5 min à 65 ° C. Enfin, les échantillons ont été rincés et séché dans un courant d'air chaud.



Figure IV.4 : Le blanchement dans un mélange acide sulfurique / acide chromique.

IV.5 Elaboration des couches anodiques au laboratoire

Tous les échantillons ont été anodisés individuellement à 20 ° C dans une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4 : 200 g / l) à une concentration de courant de 1.5 A/dm² pendant 30 min. Enfin, les échantillons ont été scellés à l'eau bouillon à 97 ° C pendant 30 min (le colmatage).

Cette procédure a été répétée pour les deux autres types d'anodisation, mais en ajoutant le nanoadditif soit avec l'acide sulfurique ou l'eau bouillon (cette partie va être bien expliquée dans les paragraphes suivants).

Le traitement d'anodisation des échantillons a nécessité l'emploi d'un montage expérimental, Il est constitué des éléments suivants :

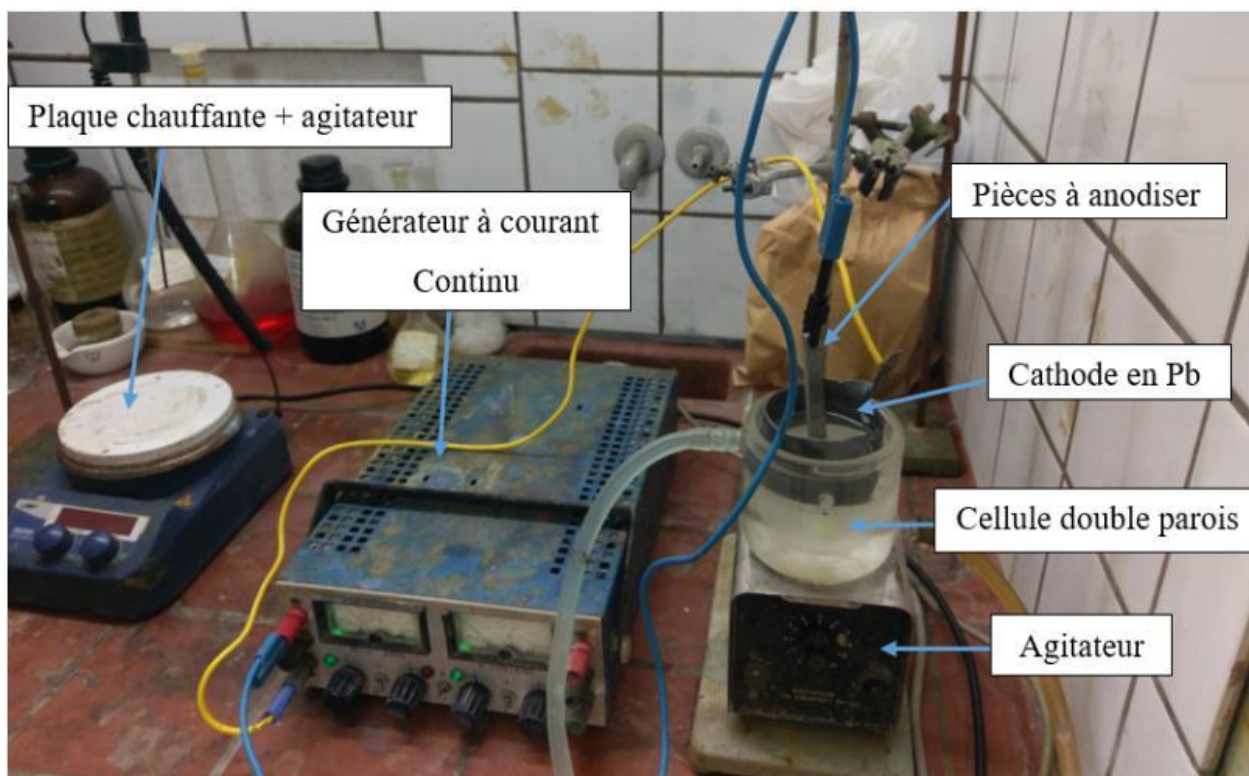


Figure IV.5 : Dispositif expérimentale.

IV.5.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental utilisé à cet effet est constitué :

- Un générateur à un courant continu de type MCD-2015 P-fontaine délivre un courant allant jusqu'à 1,5 A ;
- Une plaque chauffante ;
- Une cellule à double paroi ;
- Un bain marie pour maintenir la température ;
- Une plaque en plomb de forme cylindrique pour une bonne distribution des lignes de courant placé en cathode ;
- L'échantillon à anodiser est placé en anode ;
- Un chronomètre pour indiquer la durée d'anodisation ;
- L'électrolyte utilisé est l'acide sulfurique (H_2SO_4 , 200 g/l).



Figure IV.6 Un bain marie pour maintenir la température.

IV.5.2 Paramètres d'anodisation utilisés

Les paramètres d'anodisation sulfurique utilisés, sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau IV.4 : Les paramètres d'anodisation sulfurique utilisé.

Paramètres d'anodisation	La concentration	La température	Le temps d'anodisation	Concentration de courant
La valeur utilisée	200 g / l	20 ° C	30 min	1.5 A/dm ²

IV.6 Le renforcement des couches anodiques par l'intégration de nanoadditif

La particularité de ce travail, c'est l'ajout des nanoadditifs pour l'amélioration des propriétés superficielles et automatiquement les propriétés mécaniques des échantillons traités.

Pour réaliser ça, on a utilisé deux méthodes, la première c'est par la voie chimique et l'autre par la voie électrolytique :

IV.6.1 Le renforcement par voie chimique

Il est réalisé après l'anodisation, plus spécifiquement, durant le colmatage, en mélangeant une petite quantité des nanoparticules de Silice SiO₂ (entre 1g-2g) dans l'eau bouillon (entre 100ml-150ml), avec une agitation par un barreau magnétique pour l'obtention d'une solution aqueuse de Silice, ou le solvant c'est l'eau bouillon qu'on l'utilise pour le colmatage.

Puis, l'immersion de l'échantillon dans le bain de colmatage pendant 30 min à 97C°.



Figure IV.7 : Le renforcement par voie chimique (colmatage avec l'eau bouillon+nanoadditif).

IV.6.2 Le renforcement par voie électrolytique :

Il est réalisé durant l'anodisation, en mélangeant une petite quantité des nanoparticules de Silice (entre 1g-2g) dans l'acide sulfurique avec une bonne agitation, et lancer le traitement d'anodisation en utilisant cette dernière solution (acides sulfurique + SiO₂).



Figure IV.8 : Le renforcement par voie électrolytique dans une solution (acides sulfurique+SiO₂).

IV.7 Méthodes de caractérisation

IV.7.1 Caractérisation mécanique

IV.7.1.1 Mesure de la microdureté VICKERS de la couche d'oxyde

Pour déterminer la dureté superficielle, il est possible de faire appel aux essais Brinell, Rockwell ou Vickers. Ce dernier a été utilisé dans le cas de notre étude.

Afin de déterminer la dureté Vickers, il faut produire une empreinte dont les dimensions sont mesurées. L'angle dièdre de deux faces de la pyramide est de 136°. La profondeur de l'empreinte est égale au septième de la diagonale [11].

Le dispositif de microdureté employé est constitué essentiellement d'un appareil de type « **HWDM-1** » relié à un ordinateur muni d'un logiciel de mesure et d'acquisition d'image « C.A.M.S ».



Figure IV.9 : Dispositif utilisé pour la mesure de la microdureté.

Les diagonales de l’empreinte produite donnent la valeur de la microdureté Vickers (HV) d’après la formule suivante :

$$Hv = \frac{2P \sin\left(\frac{x}{2}\right)}{d^2} = \frac{1.8544 \cdot P}{d^2}$$

Avec

- **x** : Angle au sommet de la pyramide ($x = 136^\circ$) ;
- **P** : La charge en grammes ($P = 25 \text{ g}$) ;
- **d** : La valeur moyenne de la diagonale de l’empreinte (μm).

La valeur de la micro dureté est la moyenne arithmétique des valeurs mesurées en plusieurs points de la couche anodique de chaque échantillon.

IV.7.1.2 Essais de traction

Il s’agit d’un des essais les plus pratiqués, permettant de déterminer les caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite élastique, charge de rupture, allongement à la rupture...etc.

L’essai consiste à soumettre une éprouvette à un champ de contrainte uniforme uniaxial de traction jusqu’à la rupture. On impose en général une déformation croissante à une éprouvette de longueur utile initiale L_0 et on enregistre simultanément l’effort appliqué **F** et l’allongement résultant ($L-L_0$).

Nos essais de traction ont été effectués au moyen d'une machine universelle de traction servo-hydraulique de type WOLPERT AMSLER TZZ 220 avec une commande électronique Zwick/Roell ZMART.PRO de capacité $\pm 200\text{KN}$.

Notons que les essais de traction ont été effectués à la température ambiante sur des éprouvettes cylindriques (**Figure IV.10**) subit un traitement thermique **T4** ainsi qu'un traitement d'anodisation sulfurique dont la vitesse de déformation est constante (50 mm/min).

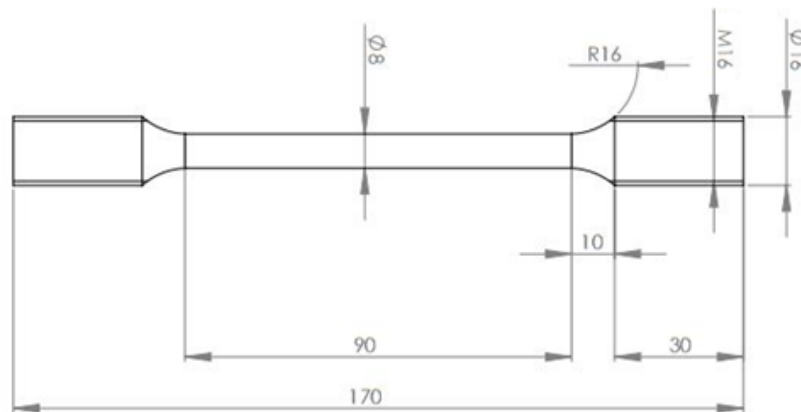


Figure IV.10 : Géométrie des éprouvettes utilisées en traction.



Figure IV.11 : Dispositif de traction.

IV.7.2 Caractérisation métallographique

La caractérisation métallographique a pour objectif l'observation du matériau à l'échelle microscopique, elle permet de relever la structure métallographique homogène ou hétérogène d'une coupe transversale d'une pièce. Le réactif chimique appliqué sur la surface polie de la pièce révèle par dissolution à vitesse inégale, les hétérogénéités physiques et chimiques de la surface métallique examinée.

IV.7.2.1 Techniques de préparation

L'analyse métallographie nécessite un certain nombre d'opérations : l'échantillonnage, l'enrobage, le polissage et l'attaque chimique.

IV.7.2.1.1 Échantillonnage

L'échantillon est pris de façon qu'il doit représenter correctement la pièce dont il est issu du point de vue composition et structure.

IV.7.2.1.2 Enrobage

D'une façon générale, l'enrobage permet de faciliter la manipulation des échantillons et d'avoir une meilleure prise en mains pour obtenir des surfaces plus plane. La méthode la plus simple est d'utiliser une résine thermoplastique à l'état liquide, un durcisseur et des moules destinés à cet effet.

IV.7.2.1.3 Le polissage

Engendre deux étapes :

- **Le polissage d'ébauches** : Le polissage d'ébauches de la surface à examiner est réalisé sur une polisseuse, moyennant un papier abrasif de plusieurs granulométries P400-P800- P1000 et P1200. Ces nombres correspondent au nombre de grains par unité de surface (grains/cm²). On fait tourner l'échantillon de 90° à chaque changement de granulométrie pour effacer les stries du polissage précédent. La durée de polissage est d'environ une minute par granulométrie.
- **Le polissage de finition** : L'opération de finition s'effectue sur un disque de feutre avec une suspension de poudre d'alumine.

IV.7.2.1.4 L'attaque

L'observation au microscope optique (MO) après polissage nécessite une attaque chimique pour révéler et mettre en évidence les grains et les différentes phases de l'alliage.

L'attaque est effectuée pendant un temps fixé (30 seconds) par une solution Keller dont la composition chimique est la suivante :

H ₃ PO ₄	10%
HF.....	1%
HNO ₃	0.5%
Eau distillée	le reste

Remarque

Après l'opération de l'attaque chimique, l'échantillon doit être soigneusement lavé à l'eau et séché.

IV.7.2.2 Microscope Optique (MO)

Le microscope optique utilisé dans cette étude est de type LEITZ, il permet l'observation des échantillons avec des grossissements de 32 à 1000 fois. Ce microscope est doté d'une caméra, d'un écran et d'un logiciel d'acquisition et de traitement d'images. L'observation des surfaces après chaque traitement nous permet d'obtenir des informations sur la morphologie et l'épaisseur de la couche d'oxyde formée sur le substrat.



Figure IV.12 : Microscope optique de type LEITZ.

IV.7.2.3 Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B)

L'examen et le contrôle des surfaces des échantillons sont réalisés par un microscope électronique à balayage de type QUANTA 600, muni d'un détecteur ETD et d'une caméra infrarouge avec la possibilité de fournir des images numériques.

Le principe de la méthode est basé sur le bombardement de l'échantillon solide par un faisceau d'électrons, l'électron excité émet des signaux de divers formats (rayons X, électrons rétrodiffusés, électrons secondaire...).

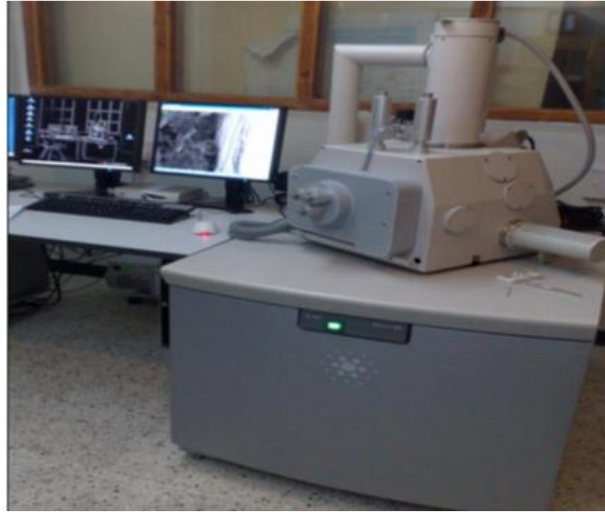


Figure IV.13 : Microscope électronique à balayage QUANTA 600-FEI

IV.7.2.3.1 Technique d'analyse d'échantillon

On découpe un petit morceau du matériau étudié puis on le met dans un bain contenant une solution d'acétone pour enlever toute sorte d'impuretés à l'aide d'une solution d'argent, et on effectue l'analyse par le MEB.

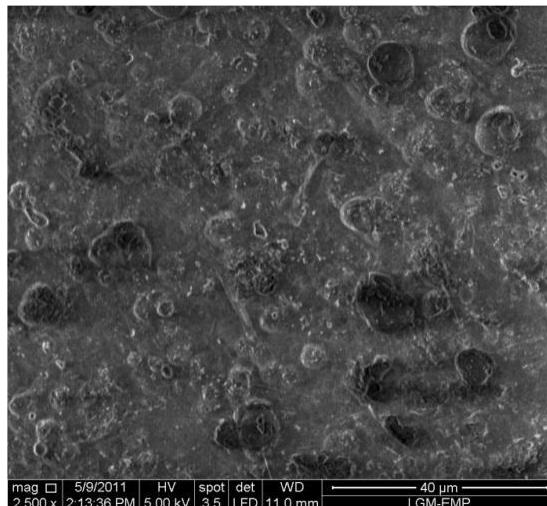


Figure IV.14 : Micrographie au Microscope Electronique à Balayage (après anodisation).

IV.7.2.4 Technique de mesure de l'épaisseur de couche d'oxyde.

La couche anodique, pour être parfaitement protectrice, doit avoir une épaisseur correcte et être étanche. Pour apprécier ces caractéristiques, on dispose de plusieurs méthodes de contrôle applicables en laboratoire et qui font l'objet de normes précises.

Théoriquement l'épaisseur de la couche d'alumine est donnée par la formule ;

$$e = \lambda \cdot t \cdot d, \text{ avec : } \lambda = 0,003 (\mu\text{m}^2/\text{A}\cdot\text{mm})$$

e (μm); épaisseur de la couche.

λ ($\mu\text{m}^2/\text{A}\cdot\text{mm}$) ; coefficient d'oxydation.

d (A/m^2) ; densité électrique.

t (s) ; temps d'électrolyse.

La méthode que nous avons adoptée est une technique expérimentale couramment utilisées pour le contrôle de l'épaisseur d'alumine (la coupe micrographique), qui consiste à découper, enrober et polir chaque échantillon par la suite mesurer au microscope l'épaisseur de la couche d'anodisation.

IV.7.2.5 Mesure de la taille du grain

Le volume moyen des cristaux, c'est-à-dire la taille de grain d'un matériau métallique, peut être caractérisée par différentes grandeurs conventionnelles déduites de l'observation d'une coupe plane du matériau préparée pour faire apparaître les contours des sections des cristaux par le plan de coupe.

Le grain est mis en évidence par attaque métallographique et capturé sur une image par un microscope optique. On peut utiliser cette image ou travailler sur une épreuve photographique de l'image.

IV.7.2.5.1 Méthodes de mesure de la taille du grain

Trois méthodes peuvent être utilisées :

- Par comptage.
- Par intersection.
- Par comparaison avec des images types.

Les méthodes de détermination de ces grandeurs sont purement géométriques, il en résulte qu'elles sont absolument indépendantes du métal ou de l'alliage considéré.

Ces grandeurs conventionnelles sont :

- Le nombre de grains par unité de surface : m
- L'aire moyenne de grain : $a = \frac{1}{m}$
- La taille moyenne du grain ou diamètre moyen du grain : $d = \sqrt{a}$
- La longueur moyenne d'intersections L : Quotient de la longueur totale d'un ou plusieurs segments tracés sur l'image de l'éprouvette par le nombre de grains dénombrés sur ces lignes.

Dans cette présente étude, le diamètre moyen des grains est mesuré par la méthode d'intersection au cercle suivant la norme (NF A 04-102).

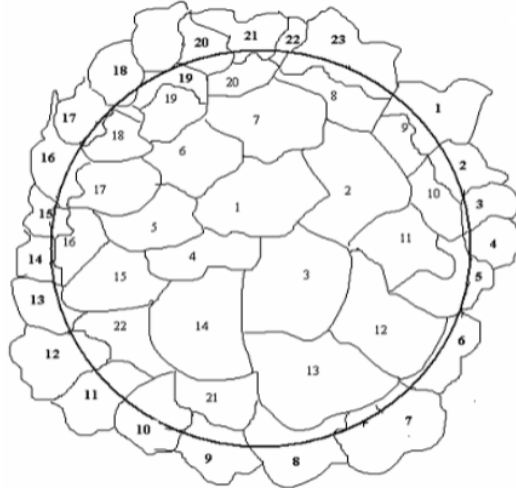


Figure IV.15 : Schéma de décomptage (norme NF A 04-102).

IV.7.2.5.2 Détermination de l'aire moyenne de grain

L'échantillon attaqué est observé avec un microscope de type LEICA ainsi que sur le moniteur du PC. Nous avons cherché autant que possible une zone bien visible et correspondante à une valeur moyenne de la taille des grains des différentes zones observées.



Figure IV.16 : Microscope optique LEICA.

Une fois la zone est choisie, on a utilisé un module appelé GRAIN SIZING, avec ce dernier on va utiliser la méthode de cercle simple, qui sert à tracer un rond de diamètre

D, ensuite numéroter chaque grain en partant du centre et en tournant dans le sens des aiguilles de la montre. Donc le nombre (N_1) des grains à l'intérieur du cercle et non coupés par le cercle, ainsi que le nombre (N_2) de grains coupés par la délimitation du cercle sont déterminés par le module utilisé. Ainsi chaque grain coupé ne compte que pour demi grain puisqu'il est commun à la fois à la surface intérieure (surface de référence) et à la surface extérieure.

- Le nombre total de grains de la surface de référence est alors : $N = (N_1) + \left(\frac{N_2}{2}\right)$;
- La surface tracée étant prise circulaire donc : $S = \pi\left(\frac{D}{2}\right)^2$;
- Le nombre de grains par unité de surface : $m = \frac{N}{S}$;
- L'aire moyenne de grain sera donc : $a = \frac{1}{m}$;
- Le diamètre moyen du grain : $d = \sqrt{a} = \sqrt{\frac{S}{N}}$.

IV.8 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents procédés expérimentaux qui nous ont permis de dévoiler les caractéristiques mécaniques de notre alliage ainsi que de vérifier la théorie concernant son comportement vis-à-vis les traitements thermiques avant et après anodisation.

Dans le chapitre suivant, nous donnerons les résultats de l'étude expérimentale ainsi que leurs discussions et interprétations

CHAPITRE 5 :
RESULTATS ET
DISCUSSION

V Résultats et discussion

V.1 Introduction

Ce chapitre est consacré essentiellement à la présentation, l'interprétation et la discussion des résultats expérimentaux obtenus. Il s'étalera alors sur deux grandes parties:

La première repose sur la caractérisation mécanique et l'analyse métallographique, où on va présenter pour les différents traitements effectués, des observations faites avec le microscope optique, courbe de traction.

La deuxième partie est réservée à l'étude et la comparaison entre tous les cas d'anodisation renforcée par les nanoadditifs en utilisant les valeurs de microdureté obtenues dans chaque cas.

V.2 Caractérisation mécanique et l'analyse métallographique après traitement thermique et traitement d'anodisation (sans nanoadditifs)

V.2.1 Traitement thermiques applique (T4)

A l'état actuel les traitements thermiques sont de plus en plus indispensables dans de telles conceptions, ces derniers peuvent être intervenir d'une manière rentable ou désavantageuse sur leurs propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Pour cela l'accent va être mise sur l'effet un traitement thermique **T4** sur les propriétés mécaniques et structurales du 2017A, d'où on va avoir l'influence du traitement de durcissement par précipitation sur les propriétés micro et macroscopiques.

Pour observer la structure microscopique à différents états métallurgiques, extraire certaines caractéristiques mécaniques et distinguer la corrélation entre les propriétés micro et macroscopique de notre alliage, on a fait un examen avec le microscope optique:

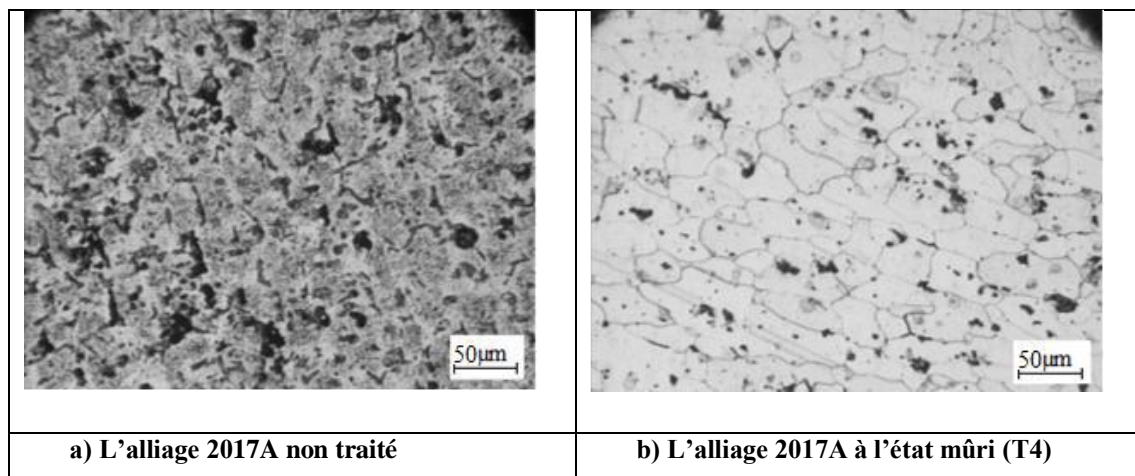


Figure V.1 : La tailles des grains obtenue avant et après un traitements thermiques T4 du 2017A non anodisé

V.2.1.1 Influence des traitements thermiques sur la taille des grains

A l'état **T4**, le 2017A présente des taches noires, ces derniers sont dus aux constituants qui sont précipités.

Les dimensions des grains avant et après le traitement thermique du 2017A sont indiquées dans le tableau suivant :

Tableau V.1 : Evolution de la taille moyenne des grains avant et après le traitement thermique (T4).

Etat de 2017A	Non traité	Mûri (T4)
Taille moyenne des grains (μm)	49.4	27.4

Discussion des résultats

D'après ces résultats nous pouvons constater que la taille des grains atteint une valeur minimale pour le traitement **T4**, ou les caractéristiques mécaniques sont inversement proportionnelle à la taille des grains, donc ce dernier présente normalement des meilleures caractéristiques mécaniques par rapport aux cas non traité.

V.2.2 Traitement d'anodisation

V.2.2.1 Examens Micrographique

Après la préparation de surfaces des échantillons du 2017A, on passe à l'élaboration des couches d'oxydes dans un milieu sulfurique dont le but de déterminer les conditions optimales d'anodisation. La caractérisation de la couche d'oxyde est terminée par l'obtention de résultat suivant :

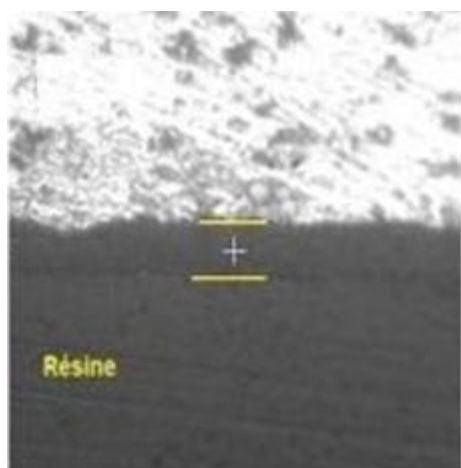


Figure V.2 : Examens microscopiques des couches élaborées sur le 2017A dans l'acide sulfurique.

D'après la microscopie de la couche élaborée sur le 2017A dans l'acide sulfurique, la mesure de l'épaisseur de cette couche nous donne une valeur de 10.8 μm , qu'est fortement plus grande que celle dans le cas anodisé (la couche d'oxyde créée naturellement).

V.2.2.2 Influence de l'anodisation sur la taille des grains

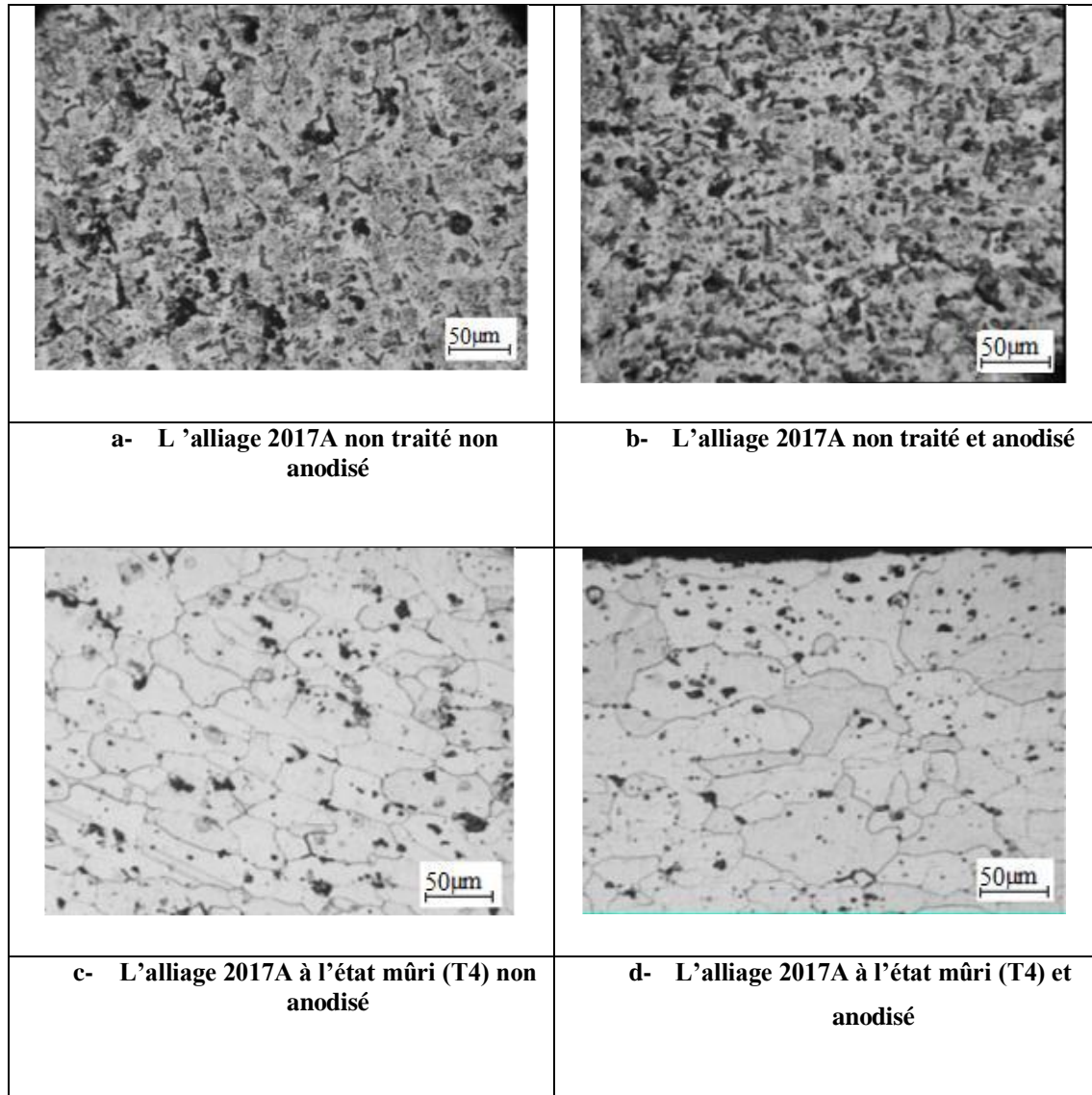


Figure V.3 : Figures de différentes tailles des grains obtenus pour le 2017A avant et après anodisation.

D'après ces résultats, nous distinguons que le traitement d'anodisation influe sur la taille des grains juste au voisinage de la couche d'oxyde. Conformément à la théorie ou le traitement d'anodisation influe sur les propriétés mécaniques et structurales, pour cela l'augmentation de la taille des grains au voisinage de la couche d'oxyde va engendrer le changement (**diminution**) des caractéristiques mécaniques de notre alliage.

V.2.3 Caractérisation mécanique

V.2.3.1 Essai de traction

Les essais de traction ont pour but la détermination des caractéristiques mécaniques de notre alliage étudié, ce dernier subit le traitement thermique mentionné dans les paragraphes précédents. Les résultats issus de ces essais sont présentés ci-dessous :

V.2.3.1.1 Influence des traitements thermiques

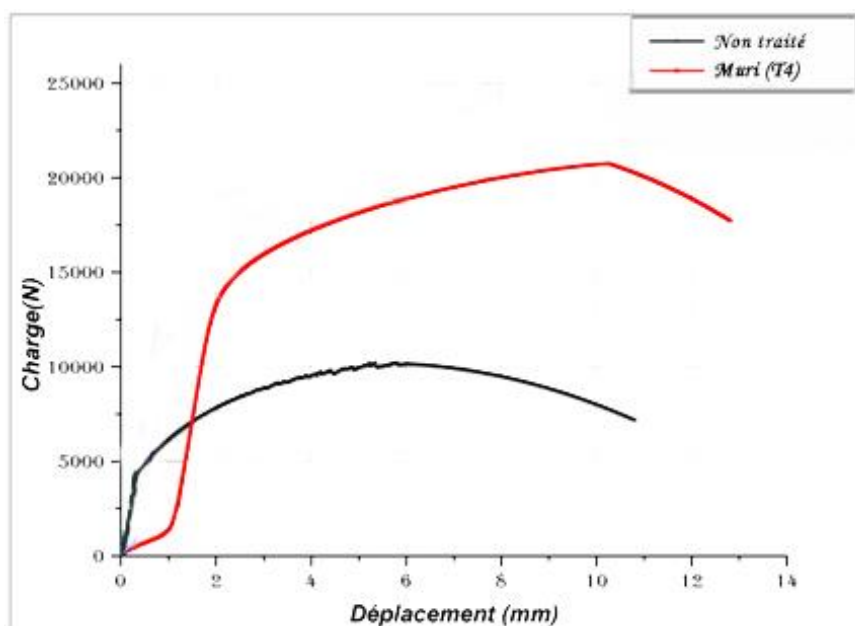


Figure V.4 : Courbe de traction pour le 2017A avant et après traitement T4.

D'après la courbe (Figure V.4), on voit que les caractéristiques mécaniques du duralumin 2017A s'améliorent après un traitement de durcissement structural (T4), ainsi que la résistance à la rupture R_m .

Ces résultats conformes à la théorie qui indique que l'alliage 2017A à 4.5% de cuivre est un alliage qui appartient à la famille des alliages trempant.

Sur le Tableau V.2 quelques grandeurs fondamentales relatives à l'essai de traction pour des éprouvettes avant et après traitement thermique T4 sont données.

Tableau V.2 : Grandeurs fondamentales relatives à l'essai de traction.

Etat de l'éprouvette	Non traité	Mûri(T4)
R_e (MPa)	85.74	274.74
R_m (MPa)	203.09	421.01
A%	11.82	14.23
E (GPa)	74	74

D'après les résultats obtenus, cet alliage (2017A) donne un durcissement structural appréciable à l'état **T4**, d'où :

L'effet de la température de mise en solution, n'a été que pour le but d'homogénéiser la composition chimique de l'alliage et de saturer totalement la solution solide.

Le temps de maintien de revenu influe légèrement sur les caractéristiques mécaniques, il fait augmenter la dureté d'une façon notable par rapport à l'état non traité.

Le nombre élevé de lacunes retenues par trempe favorise la migration des atomes de cuivre vers les zones **G.P.** Tandis que l'élévation de la température accélère ce processus (elle augmente la vitesse de diffusion des atomes de cuivre), et par conséquent la formation des précipités (**Al₂Cu**) va engendrer une augmentation de la résistance mécanique.

V.2.3.1.2 Influence d'anodisation après traitement thermique

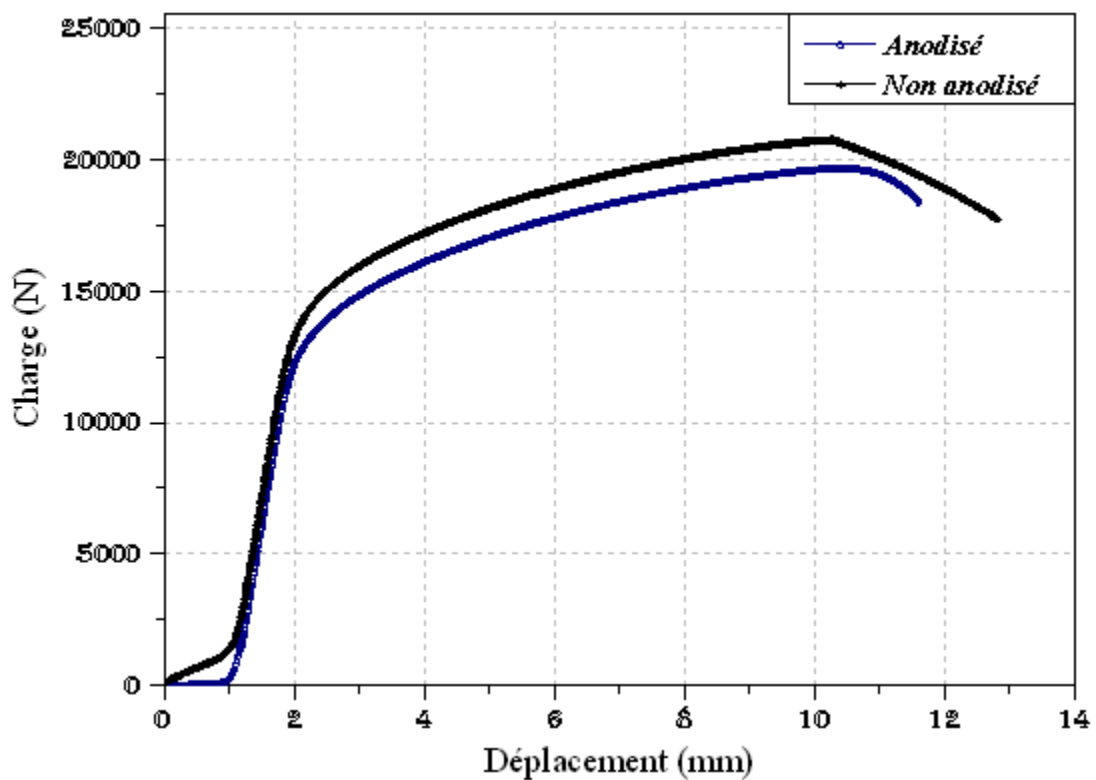


Figure V.5 : Courbe de traction pour le 2017A à l'état mûri (T4) sans et avec anodisation.

Tableau V.3 : Grandeurs fondamentales relatives à l'essai de traction pour le 2017A à l'état mûri sans et avec anodisation.

2017A	Rm (MPa)	Re(MPa)	E (GPa)	A%
Non anodisé	412.01	274.74	74	14.23
Anodisé	389.93	252.66	73.6	11.11

En examinant les résultats correspondent à l'essai de traction, on remarque que le traitement d'anodisation influe sur les propriétés mécaniques de notre alliage.

Conformément aux résultats de la taille des grains, l'augmentation de ces derniers après anodisation va engendrer une diminution des caractéristiques mécaniques.

V.3 Comparaison entre l'Anodisation sans nanoadditif et l'Anodisation avec nanoadditifs

V.3.1 Introduction

D'après l'étude précédente nous avons prouvé que le traitement d'anodisation a un effet négatif sur les propriétés mécaniques de l'alliage 2017A-T4.

Alors le présent travail a été réalisé afin de trouver une solution pour récupérer ces pertes dans les propriétés mécaniques en conservant le traitement d'anodisation sulfurique (qu'a un effet positif sur la résistance contre la corrosion).

À travers ce qui a été discuté dans la partie théorique sur l'effet du traitement de surface d'anodisation sur la couche superficielle d'aluminium, selon l'action dissolvante du milieu, on obtiendra des couches anodiques à **caractère barrière** ou à **caractère poreux**.

Cette dernière (la couche poreuse) donne une possibilité d'intégrer les nanoparticules de SiO₂ dans la surface de l'aluminium traité, et par conséquent, d'améliorer les propriétés superficielles et donc l'amélioration et la récupération des propriétés mécaniques perdues par l'effet couplé de la microstructure du substrat et de l'anodisation à l'acide sulfurique sur le comportement à la fatigue de l'alliage d'aluminium 2017.

Alors le but est de trouver une procédure efficace pour injecter les nano particules dans les pores qui sont formés sur la couche superficielle d'oxyde d'aluminium.

Pour réaliser ça, on a utilisé deux méthodes, la première c'est par la voie chimique et l'autre par la voie électrolytique. Puis on a caractérisé nos échantillons en mesurant leurs microduretés, et comparé les résultats avec celle d'un échantillon traité sans nanoadditif, pour prouver l'effet de renforcement par ces derniers.

V.3.2 Mesure de microdureté après un traitement d'anodisation sans nano additifs

Tout d'abord, on a fait un traitement d'anodisation normale sans l'ajout des nanoparticules, en divisant l'échantillon en trois zones : zone 1 non traitée ; zone 2 anodisée sans colmatage ; zone 3 anodisée et colmatée (**Figure V-6**).

Ce traitement a été répété sept fois, en utilisant des échantillons qui ont les mêmes dimensions (la première forme d'échantillonnage – voire le paragraphe « échantillons étudiés ») et dans les mêmes conditions, pour bien confirmer nos résultats (voire le paragraphe « échantillons étudiés »).

Puis on a mesuré la microdureté dans chaque zone, pour les sept échantillons.



Figure V.6 : Les trois zones d'échantillon après traitement.

Le tableau suivant récapitule tous les résultats trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons :

Tableau V.4 : Les résultats de microdureté trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons (sans nanoadditifs).

Echantillon N°	Microdureté dans la zone 1 (non traitée) en [HV]	Microdureté dans la zone 2 (anodisée) en [HV]	Microdureté dans la zone 3 (anodisée et colmatée) en [HV]
1	119	170	201
2	117	174	207
3	115	174	210
4	116	173	206
5	119	175	208
6	117	170	200
7	114	169	198
Moyenne	116.7	172.1	204

Discussion des résultats

D'après les résultats trouvés, on a bien constaté une augmentation de microdureté après l'anodisation sulfurique (de 116 HV vers 172 HV) et on peut expliquer cette augmentation par la création de la couche anodique durant le traitement. Cette couche est essentiellement de l'alumine Al_2O_3 (oxyde d'aluminium) qui améliore la dureté superficielle de l'alliage 2017A.

Mais si on la compare (la microdureté dans la zone 2) avec celle de la zone 3 (colmatée), on observe une autre augmentation (de 172 HV vers 204 HV).

On peut interpréter cette augmentation par la fermeture des pores formés durant l'anodisation par le colmatage dans l'eau bouillon. Où cette dernière est utilisée pour la protection du métal. Le principe de cette fermeture consiste à transformer l'alumine Al_2O_3 formée lors de l'anodisation en alumine monohydraté (on parle de colmatage hydrothermal), opération qui s'accompagne d'un gonflement de la couche et par conséquent de la fermeture des pores (schématisée dans la **Figure V.7**).

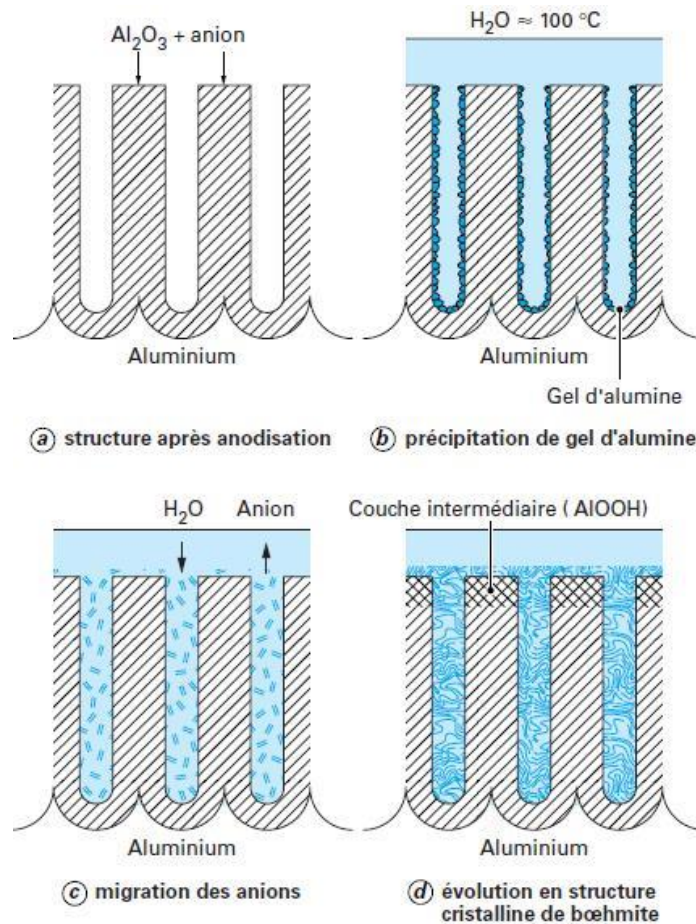


Figure V.7 : schématisation de colmatage à l'eau bouillante d'une couche [10].

V.3.3 Mesure de microdureté après un traitement d'anodisation renforcé par des nanoadditifs :

Notre but principal c'est de confirmer l'injection des nanoparticules de SiO_2 dans les pores de la couche anodique (par une des deux méthodes chimique ou électrolytique), et de bien démontrer si ces nanoadditifs ont un effet de renforcement en mesurant la microdureté après l'ajout d'additifs et voir s'il y a une augmentation de microdureté superficielle ou non.

V.3.3.1 Le renforcement par voie chimique

Il est réalisé après l'anodisation, plus spécifiquement, durant le colmatage, en mélangeant une petite quantité des nanoparticules de silice SiO_2 (entre 1g-2g) dans l'eau bouillon (entre 100ml-150ml), avec une agitation par un barreau magnétique pour l'obtention d'une solution aqueuse de silice, ou le solvant c'est l'eau bouillon qu'on l'utilise pour le colmatage.

Puis, l'immersion de l'échantillon dans le bain de colmatage pendant 30 min à 97°C .



Figure V.8 : L'échantillon après renforcement chimique avec les nanoadditifs.

Alors pour avoir des résultats utiles pour les comparer ultérieurement avec celle du cas de traitement normal (sans additifs), on a utilisé les mêmes échantillons précédents, mais cette fois on a fait un colmatage à la zone 2 (qu'est déjà anodisée sans colmatage durant la première expérience) en ajoutant les nanoparticules de silice SiO_2 .

Puis on a mesuré la microdureté dans cette zone nouvellement colmatée avec la solution (eau bouillon + nanoadditif SiO_2), pour les 7 échantillons.

Le tableau suivant récapitule tous les résultats trouvés dans les trois zones pour les 7 échantillons :

Tableau V.5 : Les résultats de microdureté trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons (avec nanoadditifs par voie chimique).

Echantillon N°	Microdureté dans la zone 1 (non traitée) en [HV]	Microdureté dans la zone 2 (anodisée sans colmatage) en [HV]	Microdureté dans la zone 2* (anodisée et colmatée avec nanoadditifs) en [HV]
1	119	170	228
2	117	174	229
3	115	174	220
4	116	173	226
5	119	175	223
6	117	170	220
7	114	169	225
Moyenne	116.7	172.1	224.4

Discussion des résultats

D'après les résultats trouvés, on a bien constaté une augmentation significative de microdureté entre la zone 2 et la zone 2* (de 172 HV vers 224 HV) et ça confirme l'efficacité du renforcement par les nanoparticules de SiO₂, car cette augmentation est plus importante que celle dans la première expérience.

On peut expliquer cette forte augmentation par l'effet d'intégration des nanoparticules de SiO₂ dans les pores des couches anodiques, car elles -de par leur porosité- sont susceptibles d'absorber les nanoadditifs (**Figure V.9**) qui leur confèrent une amélioration remarquable des propriétés superficielles (et l'une de ces propriétés : la microdureté) en plus de l'effet du colmatage normal.

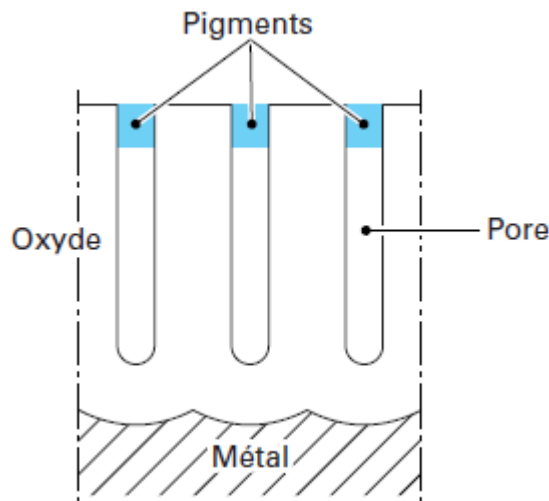


Figure V.9 : Schématisation d'emplacement des nanoadditifs après renforcement chimique.

V.3.3.2 Le renforcement par voie électrolytique

Il est réalisé durant l'anodisation, en mélangeant une petite quantité des nanoparticules de silice SiO₂ (entre 1g-2g) dans l'acide sulfurique avec une bonne agitation, et lancer le traitement d'anodisation en utilisant cette dernière solution (acides sulfuriques + SiO₂).

Tout d'abord, on a fait un traitement d'anodisation avec l'ajout des nanoparticules, en divisant l'échantillon en trois zones : zone 1 non traitée ; zone 2 anodisée **dans un bain (acide sulfurique + nanoparticules de SiO₂) sans colmatage** ; zone 3 anodisée **dans un bain (acide sulfurique + nanoparticules de SiO₂) et colmatée sans additif**. Voir la figure.



Figure V.10 : l'échantillon après renforcement électrolytique avec les nanoadditifs.

Ce traitement a été répété 7 fois, en utilisant des échantillons qui ont les mêmes dimensions (la 2^{ème} forme d'échantillonnage – voire le paragraphe « échantillons étudiés ») et dans les mêmes conditions, pour bien confirmer nos résultats.

Le tableau suivant récapitule tous les résultats trouvés dans les trois zones pour les 7 échantillons :

Tableau V.6 : Les résultats de microdureté trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons (avec nanoadditifs par voie électrolytique).

Echantillon N°	Microdureté dans la zone 1 (non traitée) en [HV]	Microdureté dans la zone 2 (anodisée avec additifs sans colmatage) en [HV]	Microdureté dans la zone 3 (anodisée avec additifs et colmatée sans additifs) en [HV]
1	130	209	264
2	129	203	254
3	133	208	267
4	128	200	260
5	130	207	263
6	131	207	266
7	129	205	262
Moyenne	130	205.5	262.2

Discussion des résultats

D'après les résultats trouvés, on a bien constaté que l'augmentation de microdureté entre la zone 1 et la zone 2 (de 130 HV vers 205 HV) est très importante, ainsi que la différence entre les deux valeurs est supérieure à celle du cas d'anodisation sans additifs, et ça confirme l'efficacité du renforcement par les nanoparticules de SiO₂ durant le traitement d'anodisation.

En plus, la microdureté superficielle des échantillons traité et renforcé s'augmente plus en plus après le colmatage (de 205 HV vers 262 HV), et alors ce traitement provoque un doublement de microdureté de (130 HV vers 262 HV), c'est-à-dire une amélioration de 100% de la dureté superficielle.

Il faut aussi noter que dans ce cas, durant le colmatage, la fermeture des pores de la couche anodique est approuvée en plus avec l'injection des nanoparticules de SiO₂ au fond de ces pores comme elle est schématisée dans la figure suivante.

En revanche, du fait que les particules déposées sont situées au fond des pores, la couche colmatée offre une excellente durabilité et donc une excellente microdureté.

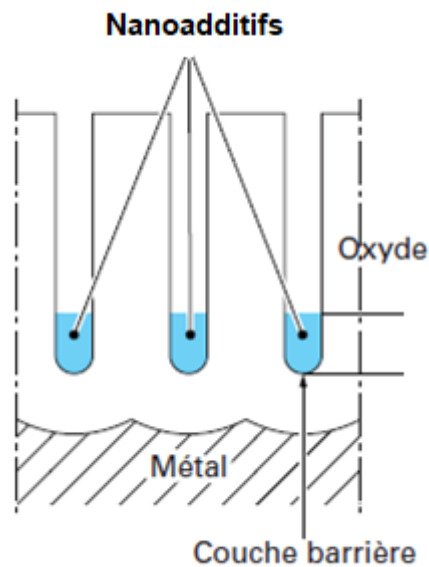


Figure V.11 : Schématisation d'emplacement des nanoadditifs après renforcement électrolytique.

V.3.3.3 Le renforcement par les deux voies en même temps (chimique + électrolytique)

Pour mieux comprendre l'effet des nanoadditifs, on a refait le colmatage en utilisant les mêmes échantillons précédents (la 2^{ème} forme) en divisant leurs 2èmes zones en deux : zone 2anodisée dans **un bain (acide sulfurique + nanoparticules de SiO₂)** sans colmatage ; et zone 2* anodisée **dans un bain (acide sulfurique + nanoparticules de SiO₂)** et colmatée **avec additif**.

Puis on a mesuré la micro-dureté dans cette zone nouvellement colmatée avec l'ajout des nanoadditifs d'oxyde de silicium.

Le tableau suivant récapitule tous les résultats trouvés dans les trois zones pour les 7 échantillons :

Tableau V.7 : Les résultats de microdurté trouvés dans les trois zones pour les sept échantillons renforcés par les deux voies en même temps.

Echantillon N°	Microdureté dans la zone 1 (non traitée) en [HV]	Microdureté dans la zone 2 (anodisée avec additifs sans colmatage) en [HV]	Microdureté dans la zone 3 (anodisée avec additifs et colmatée sans additifs) en [HV]	et zone 2* anodisée dans un bain (acide sulfurique + nanoparticules de SiO ₂) et colmatée avec additif
1	130	209	264	262
2	129	203	254	263
3	133	208	267	259
4	128	200	260	260
5	130	207	263	263
6	131	207	266	269
7	129	205	262	270
Moyenne	130	205.5	262.2	263.7

Discussion des résultats

Après la mesure de la microdureté des échantillons anodisés et doublement renforcés en utilisant les deux méthodes (chimique et électrolytique) en même temps, on constate que l'injection des nanoadditifs dans ce cas aussi provoque un doublement de microdureté de (130 HV vers 263 HV), c'est-à-dire une amélioration de 100% la dureté superficielle.

Alors on peut dire que la double utilisation des nanoparticules de silice dans l'acide sulfurique (vois électrolytique) et dans l'eau bouillon durant le colmatage (voie chimique) en même temps, ne donne pas un double effet, c'est-à-dire l'utilisation des deux méthodes ou une des deux, provoque la même amélioration de la microdureté superficielle de la couche anodisée et colmatée.

V.3.4 Comparaison et interprétation des résultats des tous les cas

Maintenant on va faire une comparaison globale entre tous les cas précédents, pour bien comprendre l'effet de renforcement par les nanoadditifs (nanoparticules de SiO₂), et bien vérifier la meilleure méthode de traitement entre eux.

Avant d'entamer l'étude comparative, voilà un tableau récapitulatif :

Tableau V.8 : les valeurs de microdurté obtenues pour tous les cas de traitement et renforcement.

Type de traitement	Non traité		Traitement sans nanoadditifs	Traitement avec nanoadditifs par voie chimique	Traitement avec nanoadditifs par voie électrolytique	Traitement avec nanoadditifs par les deux voie en même temps
Microdureté (HV)	116	130	204	224	262	263

Alors pour simplifier cette étude on va transformer ces résultats en histogrammes pour bien montrer la déférence entre les 5 cas, en passent par :

- La Comparaison entre le traitement d'anodisation sulfurique normale et l'anodisation renforcée par la méthode chimique :
- La Comparaison entre le traitement d'anodisation sulfurique normale et l'anodisation renforcée par la méthode électrolytique :
- La Comparaison entre le traitement d'anodisation renforcée par la méthode chimique et l'anodisation renforcée par la méthode électrolytique :
- La Comparaison entre le traitement d'anodisation renforcée par méthode chimique (ou électrique) et le renforcement par les deux voies en même temps.

V.3.4.1 Comparaison entre le traitement d'anodisation sulfurique normale et l'anodisation renforcée par la méthode chimique

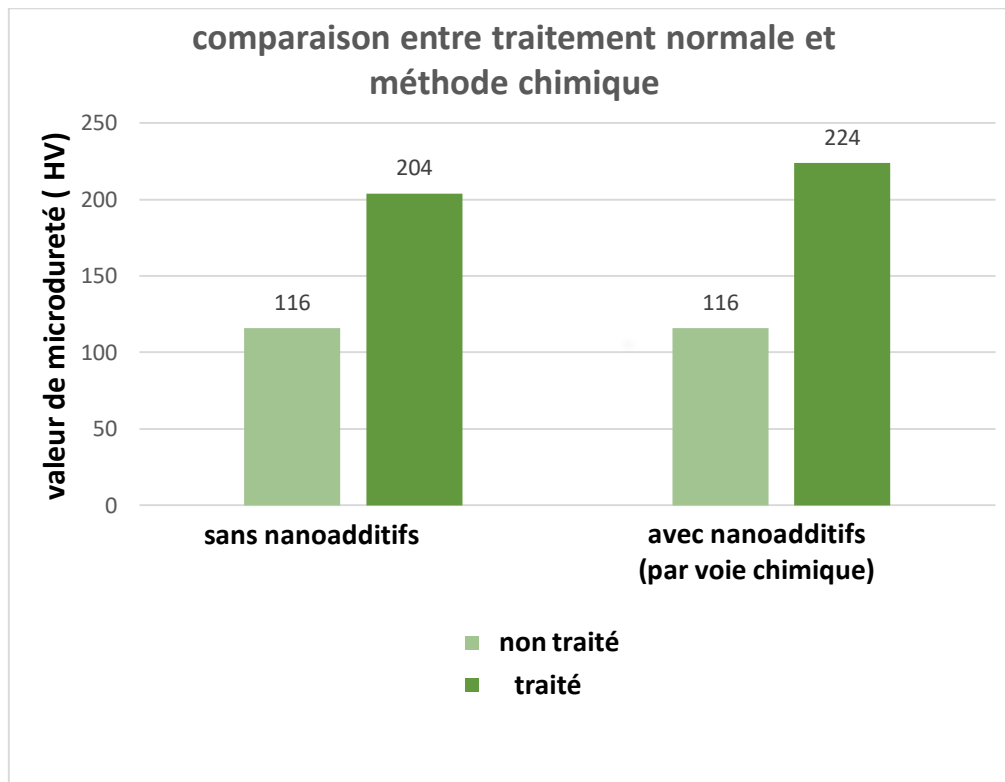


Figure V.12 : Histogramme pour la comparaison entre traitement normale et méthode chimique

D'après l'historgramme, on constate clairement la différence entre les deux méthodes, où le traitement d'anodisation sans nanoadditifs donne une augmentation de microdureté de 75%, et le traitement avec les nanoadditifs provoque une amélioration de 93%.

L'ajout des nanoparticules de SiO_2 dans l'eau bouillon utilisé pour le colmatage à 97°C , permis de les injecter dans les pores créés sur la couche anodique durant la fermeture de ces derniers, et ces nanoadditifs s'installent en haut des pores comme il est schématisé dans la figure suivante ; et à cause de la hausse dureté de carbure de silicium, la micro dureté superficielle sera augmentée d'une façon significative.

Alors on peut dire que le traitement d'anodisation renforcé par les nanoadditifs en utilisant la méthode chimique est mieux que le traitement d'anodisation sans additif.

V.3.4.2 Comparaison entre le traitement d'anodisation sulfurique normale et l'anodisation renforcée par la méthode électrolytique

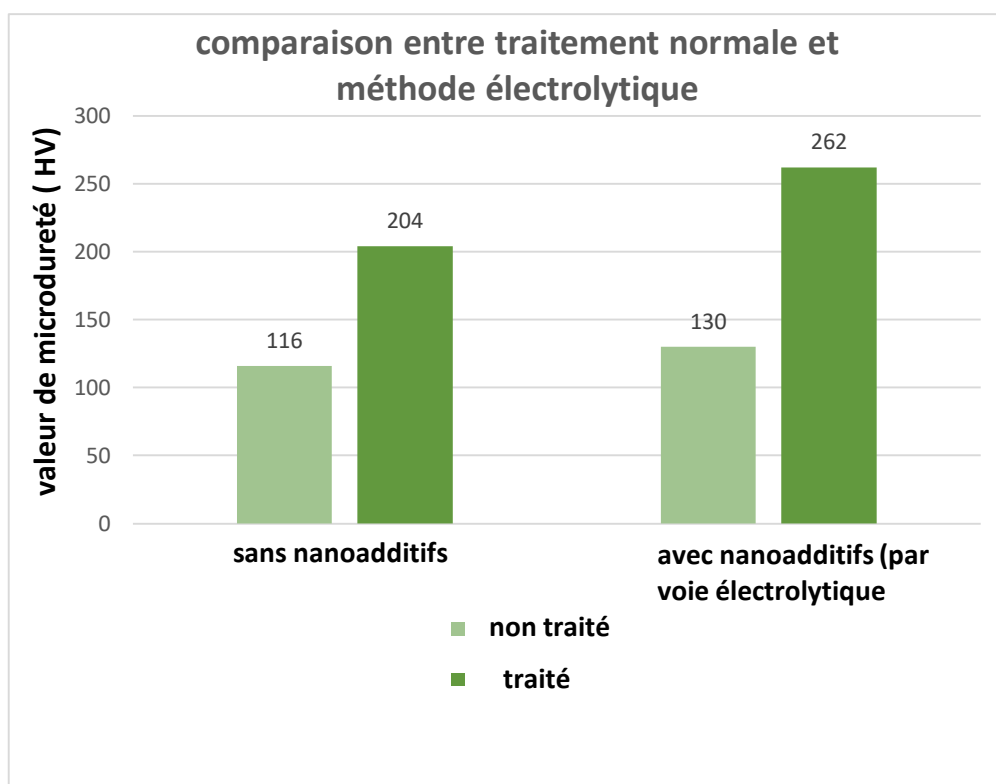


Figure V.13 : Histogramme pour la comparaison entre traitement normale et méthode électrolytique.

Dans ce cas, et d'après l'histogramme, on constate clairement la différence entre les deux méthodes, où le traitement d'anodisation sans nanoadditifs donne une augmentation de microdureté de 75%, et le traitement avec les nanoadditifs en utilisant la méthode électrolytique provoque une amélioration de 101.5%.

L'ajout des nanoparticules de SiO₂ dans l'acide sulfurique durant l'anodisation, permis de les injecter dans les pores créés sur la couche anodique, et ces nanoadditifs s'installent au bout des pores comme il est schématisé dans la figure suivante ; et à cause de la hausse dureté de silice la micro dureté superficielle sera améliorée d'une façon significative, surtout après le colmatage.

Alors on peut dire que le traitement d'anodisation renforcé par les nanoadditifs en utilisant la méthode électrolytique est mieux que le traitement d'anodisation sans additif.

V.3.4.3 Comparaison entre le traitement d'anodisation renforcée par la méthode chimique et l'anodisation renforcée par la méthode électrolytique

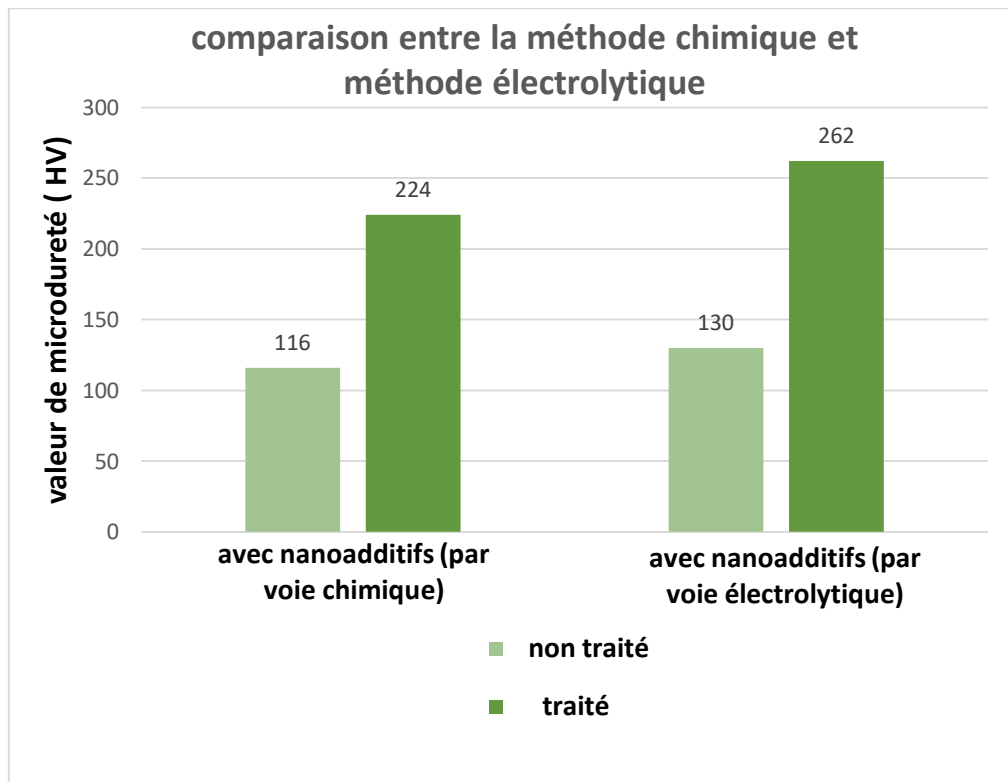


Figure V.14 : Histogramme pour la comparaison entre la méthode chimique et méthode électrolytique.

Nous allons maintenant voir quelle méthode de renforcement est la meilleure, est-ce que c'est la méthode chimique ou électrolytique ? On constate clairement sur cet histogramme la différence entre les deux méthodes, où le traitement d'anodisation renforcé par la voie chimique donne une augmentation de microdureté de 93%, et le traitement avec les nanoadditifs en utilisant la méthode électrolytique provoque une amélioration de 101.5%.

Du fait que les nanoparticules dans le cas de la méthode électrolytique sont situées aux fonds des pores (au contraire pour la voie chimique), la couche colmatée offre une excellente dureté et durabilité. C'est la raison pour laquelle ce procédé s'est largement meilleur que la méthode chimique.

V.3.4.4 Comparaison entre le traitement d'anodisation renforcée par méthode chimique (ou électrique) et Le renforcement par les deux voies en même temps

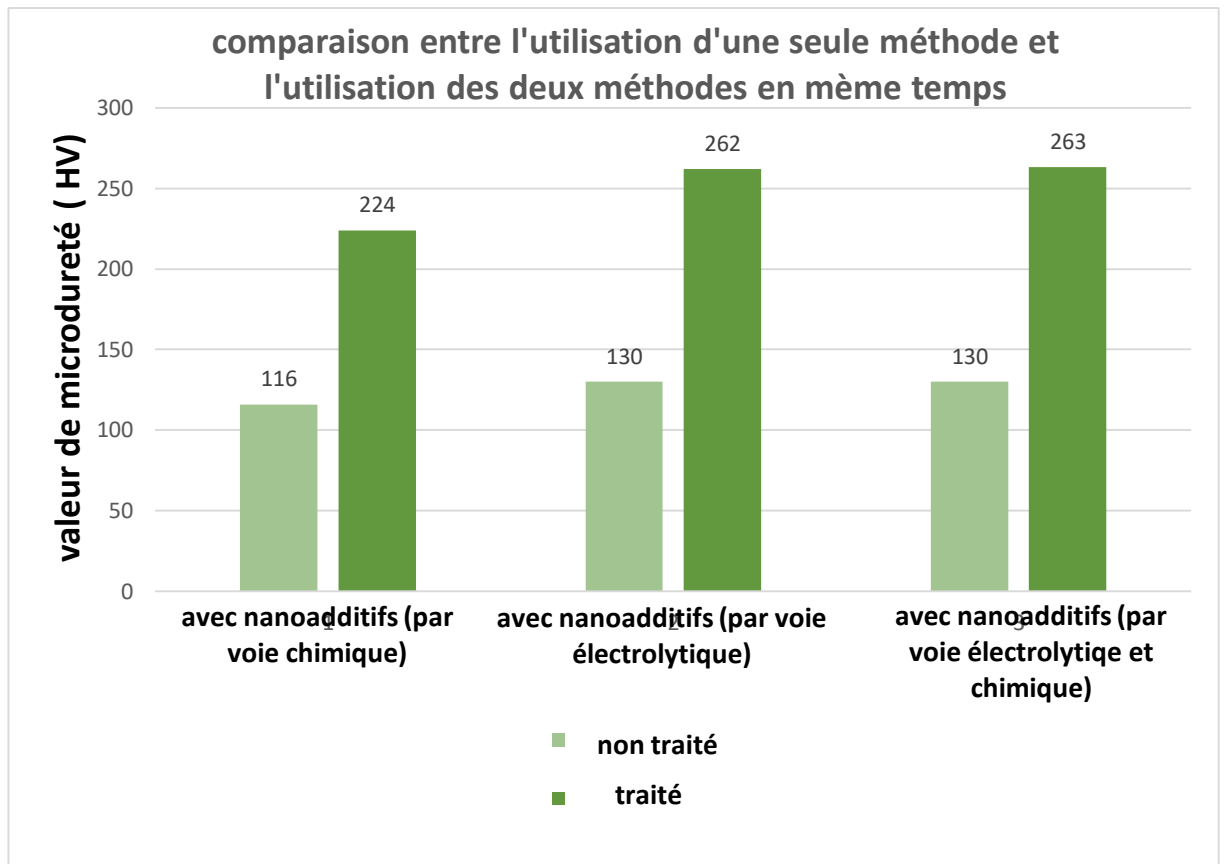


Figure V.15 : Histogramme pour la comparaison entre l'utilisation d'une seule méthode et l'utilisation des deux méthodes en même temps.

Pour le cas d'utilisation des deux types de renforcement en même, on observe une amélioration de dureté presque par le même pourcentage que celle de la voie électrolytique seulement.

Mais par rapport au traitement d'anodisation renforcé chimiquement, la double utilisation des deux procédés donne meilleurs résultats.

V.3.5 Les autres avantages du renforcement par les nanoadditifs

Après cette étude expérimentale sur l'effet de traitement d'anodisation sur les alliages d'aluminium 2017A, surtout après le renforcement par les nanoparticules de silice, il convient de souligner que cette nouvelle procédure de traitements d'anodisation avec les nanoadditifs en plus à leurs propriétés intrinsèques (légereté, bonne tenue à la corrosion, conductibilité thermique ou électrique...) permettent d'y ajouter, en fonction des applications visées, des propriétés très spécifiques :

- Renforcement important de la tenue à la corrosion ;
- Amélioration significative de la dureté et par conséquent une augmentation de la résistance à l'abrasion ;
- Diminution du coefficient de frottement, à cause de la fermeture des pores de la couche anodisée ;
- Si on utilise des nanoparticules d'un matériau isolant ou semi-conducteur (comme notre cas de SiO₂) Isolation thermique ;
- Isolation thermique ;
- Possibilité de coloration par l'injection des nanoadditifs ont des couleurs décoratives ;

V.4 Conclusion

A l'issue des résultats obtenus relatifs à tous les traitements d'anodisation menés sur l'alliage d'aluminium type 2017A, il ressort qu'il y a une diminution des propriétés mécaniques.

Pour récupérer ces pertes dans les propriétés mécaniques, nous avons créé une nouvelle procédure de traitement d'anodisation en utilisant des nanoadditifs pour Renforcer la couche anodisée.

L'intégration des nanoparticules de SiO₂ dans les pores a été réalisée par deux méthodes différentes, la première c'est la méthode chimique et la deuxième c'est la méthode électrolytique.

Nous avons effectué une observation systématique des échantillons par comparaison entre tous les types de traitement qu'on a expérimenté, et l'analyse de l'ensemble des données expérimentales permet de tirer les conclusions suivantes :

- Le traitement d'anodisation renforcé par les nanoadditifs en utilisant la méthode chimique est mieux que le traitement d'anodisation sans additif.
- Le traitement d'anodisation renforcé par les nanoadditifs en utilisant la méthode électrolytique est mieux que le traitement d'anodisation sans additif.
- Le traitement d'anodisation renforcé par les nanoadditifs en utilisant la méthode électrolytique est largement meilleure que la méthode chimique.
- D'utilisation des deux types de renforcement en même, on observe une amélioration de dureté presque par le même pourcentage que celle de la voie électrolytique seulement.
- Par rapport au traitement d'anodisation renforcé chimiquement, la double utilisation des deux procédés donne meilleurs résultats.

En plus, cette nouvelle procédure de traitements d'anodisation avec les nanoadditifs permet d'ajouter à l'alliage 2017A, en fonction des applications visées, des propriétés très spécifiques (bonne tenue à la corrosion, Amélioration significative de la dureté ; résistance à l'abrasion ; diminution du coefficient de frottement ; isolation thermique. etc.)

CONCLUSION GENERALE

Les alliages d'aluminium possèdent un large domaine d'utilisation grâce à la résistance de l'aluminium à la corrosion dont il doit à la couche d'alumine formée dès le contact avec l'oxygène de l'air.

Cette étude se résume dans l'élaboration puis la caractérisation des couches d'alumine obtenues par oxydation anodique sur l'alliage 2017A, et l'objectif principal de ce travail est de trouver une solution pour récupérer les pertes dans les propriétés mécaniques durant le traitement d'anodisation sulfurique (qu'a un effet positif sur la résistance contre la corrosion).

Les propriétés mécaniques des pièces en alliages d'aluminium sont fortement influencées par les traitements thermiques ainsi que par l'oxydation anodique, ces alliages se comportent d'une manière très complexe vis-à-vis leurs caractéristiques mécaniques et structurales.

La démarche que nous avons adoptée s'étalera bien évidemment sur deux parties, l'une se résume dans une caractérisation métallurgique, et métallographique, alors que l'autre consiste à une application des essais mécaniques pour les différents traitements considérés.

Si l'on reprend le cheminement de ce travail, les principales conclusions se résument comme suit :

- Il y a des modifications microstructurales dans le substrat, les éléments d'alliage sont incorporés dans la couche d'oxyde sous forme de composés intermétalliques ou d'oxydes, ainsi que l'enrichissement en Cu de l'interface film-substrat après le traitement de vieillissement ;
- **L'effet négatif** de la microstructure du substrat et de l'anodisation à l'acide sulfurique sur les propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium 2017A.
- **Pour récupérer** ces pertes dans les propriétés mécaniques, nous avons créé une nouvelle procédure de traitement d'anodisation en utilisant des **nanoadditifs** (pour cette étude j'ai utilisé des nanoparticules de silice) pour renforcer la couche anodisée.
- L'intégration des nanoparticules de SiO₂ dans les pores a été réalisée par deux méthodes différentes, la première c'est la **méthode chimique** et la deuxième **c'est la méthode électrolytique**.

- L'analyse de l'ensemble des données expérimentales, permet de tirer les conclusions suivantes :
- Le traitement d'anodisation renforcé par les nanoadditifs en utilisant la méthode chimique est mieux que le traitement d'anodisation sans additif.
 - Le traitement d'anodisation renforcé par les nanoadditifs en utilisant la méthode électrolytique est mieux que le traitement d'anodisation sans additif.
 - Le traitement d'anodisation renforcé par les nanoadditifs en utilisant la méthode électrolytique est largement meilleure que la méthode chimique.
 - D'utilisation des deux types de renforcement en même, on observe une amélioration de dureté presque par le même pourcentage que celle de la voie électrolytique seulement.
 - Par rapport au traitement d'anodisation renforcé chimiquement, la double utilisation des deux procédés donne meilleurs résultats.

Finalement, cette nouvelle procédure de traitement d'anodisation avec les nanoadditifs permettent d'ajouter au alliage 2017A, en fonction des applications visées, des propriétés très spécifiques (bonne tenue à la corrosion, amélioration significative de la dureté ; résistance à l'abrasion ; Diminution du coefficient de frottement ; Isolation thermique. etc.)

Alors Comme **perspectives** pour la suite de ce travail, et pour développer cette nouvelle technique de traitement de surface en utilisant les nanoadditifs, je propose de :

- Utiliser d'autres méthodes de caractérisation après le renforcement par les nanoparticules en concentrant sur leur effet concernant la résistance à la corrosion ;
- Faire une étude d'optimisation des paramètres utilisés dans cette technique de traitement (comme la durée de traitement, la concentration, la température...etc.) pour avoir des meilleurs résultats de renforcement ;
- Expérimenter cette nouvelle technique sur autres classes des alliages d'aluminium ;
- L'utilisation d'autre type des nanoadditifs (par exemple l'oxyde de Titane) pour améliorer l'effet de renforcement et ouvrir la possibilité d'application dans des domaines plus sensible comme le domaine médical.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] **SIMON, Wernick. ROBERT, Pinner. PETER, Sheasby.** *The surface treatment and finishing of aluminium and its alloys, Volume 1.* Fifth Edition. Teddington, Middlesex, England: Finishing Publications LTD, 1987, 661 pages. ISBN 0-904477-09-6.

[2] **SIMON, Wernick. ROBERT, Pinner. PETER, Sheasby.** *The surface treatment and finishing of aluminium and its alloys, Volume 2.* Fifth Edition. Teddington, Middlesex, England: Finishing Publications LTD, 1987, 1273 pages. ISBN 0-904477-09-6.

[3] **HAMOUR, Djamel. OUDJEDI, Yahia.** *Traitement de surface par procédé électrolytique sur un alliage d'aluminium.* Mémoire fin d'étude : Génie des Matériaux. Alger : Ecole Nationale Polytechnique, 2011. 88 pages.

[4] **LAKROUT, Housseyn.** *Effet des traitements thermiques sur le comportement cyclique et l'endommagement par fatigue de l'aluminium de type 2017A.* Mémoire fin d'études : Mécanique des Matériaux. Alger : Ecole Militaire Polytechnique CHAHID ABDERRAHMANE TALEB, 2019. 98 pages.

[5] **MAHKOUKA, Roumeissa.** *Etude de l'influence des traitements thermiques sur la corrosion d'un alliage d'aluminium de type 2017A.* Mémoire fin d'étude : Physico-chimie des Matériaux. Alger : Ecole Militaire Polytechnique CHAHID ABDERRAHMANE TALEB, 2015. 40 pages.

[6] **VARGEL, Christian.** *Métallurgie de l'aluminium.* Technique de l'Ingénieur. Fiche M4663. 2010.

[7] **DEVELAY, Roger.** *Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés.* Technique de l'Ingénieur. Fiche M 440. 1990.

[8] **DEVELAY, Roger.** *Traitements thermiques des alliages d'aluminium.* Technique de l'Ingénieur. Fiche M 1 290. 2010.

[9] **DUBOST, Bruno. SAINFORT, Pierre.** *Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium.* Technique de l'Ingénieur. Fiche M 240. 1991.

[10] **SAFRANY, Jean Sylvestre.** *Anodisation de l'aluminium et de ses alliages.* Technique de l'Ingénieur. Fiche M 1 630. 2010.

[11] **SALHI, Hichem.** *Elaboration et caractérisation des couches de peintures sur des substrats d'aluminium type 2024 anodises.* Mémoire fin d'études : Génie Mécanique, option Structures et Production. Alger : Ecole Militaire Polytechnique CHAHID ABDERRAHMANE TALEB, 2013. 107 pages.

[12] **NOUFEL, Abdenacer.** *Etude de l'influence du laminage sur le comportement en traction de l'alliage d'aluminium 2024 anodise.* Mémoire fin d'études : Physico-chimie des matériaux. Alger : Ecole Militaire Polytechnique CHAHID ABDERRAHMANE TALEB, 2016. 60 pages.

[13] **C. Fares, L. Hemmouche, M.A. Belouchrani, A. Amrouche, D. Chicot, E.S. Puchi-Cabrera.** Coupled effects of substrate microstructure and sulphuric acid anodizing on fatigue life of a 2017A aluminum alloy [en ligne]. In : *Materials and Design*. 2015. [consulté le 22/01/2020]. Disponible sur : www.ScienceDirect.com.

[14] **VARGEL, Christian.** Propriétés générales de l'aluminium et ces alliages. Technique de l'Ingénieur. Fiche M4661. 2008.

[15] **J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade.** *Métallurgie des matériaux.* Edition : Masson. 1998.

[16] **L.F. Mondolfo.** *Aluminium Alloys: structures and properties.* 1st Edition. London : Butterworth, 1976.

[17] **COLOMBIE ET COLL, Michel.** *Matériaux métalliques.* DUNOD. Paris. 2000.

[18] **C. Barlier, I. Girardin.** *Matériaux industriels : Matériaux métalliques* DUNOD. Paris. 2000.

[19] **DESGAGNES, Rémi. LANGEVIN, Raymond.** *Guide d'auto-apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique.* Québec, Canada. 2015. ISBN : 978-2-922946-17-8.

[20] **DERUELLE, Jacques.** *Préparation des surfaces.* Technique de l'Ingénieur. Fiche M 1 435. 2003.

[21] **B. Barlas.** *Etude du comportement et l'endommagement en fatigue des alliages d'aluminium de fonderie.* Thèse de doctorat. Paris : Ecole des mines de paris. 2