

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université de Blida1



Institut d'Aéronautique et des Etudes spatiales

Département de Construction Aéronautique

Laboratoire des Sciences Aéronautiques

Mémoire de Master

En

STRUCTURES AERONAUTIQUES

***Etude et analyse chimique et spectrométrique pour
l'identification et la caractérisation physico –chimique
des matériaux aéronautiques***

Présenté par :

SAIFI Lina

Dirigé par :

Dr. ALLOCHE Rachid

Dr. RENANE Rachid

Promotion 2017

Remerciements

Ce travail est l'aboutissement d'un long cheminement au cours duquel j'ai bénéficié de l'encadrement, des encouragements et du soutien de plusieurs personnes, à qui je tiens à dire profondément et sincèrement merci.

Tout d'abord, nous remercions le Dieu, notre créateur de nos avoir donné Les forces, la volonté et la patience durant ces longues années d'étude.

*Mes sentiments de reconnaissance vont en premier lieu à l'endroit de mes promoteurs, **Mr. R. ALLOUCHE** et **Mr. R. RENANE** n'ont pas hésité à me soutenir dès le départ et à accepter d'endosser la charge de promoteur, malgré leurs nombreuses occupations. Leurs encouragements m'ont beaucoup édifié, et leur encadrement scientifique a toujours été pour moi une lumière pour comprendre un peu plus de ces merveilles que le monde des plantes porte en lui.*

*Un profond respect et un remerciement particulier pour **HASSNI Mhamed**, **HAMTANI Mohamed** et **MR. RABEH** pour la bonne contribution de ce travail.*

Je remercie tous les membres du jury pour avoir bien voulu donner de leur temps pour lire ce travail et faire partie des examinateurs. Certains ont dû prendre en compte de se déplacer de leur endroit de travail.

Qu'ils en soient particulièrement remerciés.

Je remercie toutes les personnes et associations qui, d'une quelconque manière, m'ont apporté leur amitié, leur attention, leurs encouragements, leur appui et leur assistance.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail ...

A ma très chère mère Nadjah

Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.

Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études.

Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis ma naissance, durant mon enfance et même à l'âge adulte.

Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études.

Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.

A mon Père Ammar

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous.

*A ma très chère sœur Basma, son mari Mohamed
et leurs fille Marame*

En témoignage de l'attachement, de l'amour et de l'affection que je porte pour vous.

Malgré la distance, vous êtes toujours dans mon cœur.

Je vous dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, de santé et de réussite.

A mes chères et adorable sœurs

Manel, Serine et Sondous

En témoignage de mon affection fraternelle, de ma profonde tendresse et reconnaissance, je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant, vous protège et vous garde.



*A mon très cher frère Nafaa
Mon cher petit frère présent dans tous mes moments d'examens par son soutien
moral et ses belles surprises sucrées.*

*Je te souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité.
Je t'exprime à travers ce travail mes sentiments de fraternité et d'amour.*

*A ma grande mère chérie
Qui m'a accompagné par ses prières, sa douceur, puisse Dieu lui prêter longue vie
et beaucoup de santé et de bonheur dans les deux vies.*

*A mes chers oncles, tante, leurs époux et épouses
A mes chers cousins cousines
Veuillez trouver dans ce travail l'expression de mon respect le plus profond et
mon affection la plus sincère.*

*Et spécialement A Mr Thimizert Bouziane .
A tous ceux qui me sont chers et proches.
A tous ceux que j'aime et ceux qui m'aime.*

Lina

Résumé :

Notre travail a pour le but de faire une étude analytique, chimique et par spectrométrie pour l'identification et la caractérisation physico-chimique des matériaux aéronautiques, afin de confirmer leurs compositions ou identifier des défauts, en fonction des problématiques rencontrées, cette étude nous permet aussi de faire une analyse chimique qualitative et quantitative des matériaux connus et inconnus.

Abstract:

Our work aims at analytical, chemical and spectrometric studies for the physico-chemical identification and characterization of aeronautical materials, in order to confirm their compositions or to identify defects, according to the problems encountered; this study allows us also to make a qualitative and quantitative chemical analysis of known and unknown materials.

ملخص:

يهدف عملنا الى القيام بدراسة تحليلية من اجل ايجاد التركيبة الكيميائية الفيزيائية لمختلف المواد خاصة في مجال الطيران وكذلك من أجل تأكيد تركيباتها أو تحديد العيوب، وفقا للمشاكل التي واجهتها، وهذه الدراسة تسمح لنا أيضا لإجراء تحليل كيميائي نوعي وكمي للمواد المعروفة وغير المعروفة.

Mots clés :

Etude analytique – chimique – spectrométrique –matériaux aéronautique – qualitative – quantitative .

Table de matière

Remerciement

Dédicace

Résumé

Table de matière

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale.....1

Chapitre I : Généralités sur les propriétés physico-chimiques des matériaux

I.1 Introduction	3
I.1.1 Les différentes familles de matériaux.....	3
I.1.2 Matériaux structurant l'avion.....	3
I.2 Historique	4
I.3 Obtention de L'aluminium	4
I.3.1 La Bauxite	4
I.3.2 L'Alumine	4
I.3.3 L'Aluminium	4
I.3.4 Principaux étapes de fabrication de l'Alumine	5
I.4 Principales Propriétés	6
I.5 Caractéristiques Mécaniques	6
I.6 Les alliages d'aluminium	7
I.7 Principaux alliages industriels	8
I.7.1 Les alliages de la série 1000	8
I.7.2 Les alliages de la série 2000	10
I.7.3 Les alliages de la série 3000	13
I.7.4 Les alliages de la série 4000	15
I.7.5 Les alliages de la série 5000	16
I.7.6 Les alliages de la série 6000	19
I.7.7 Les alliages de la série 7000	22
I.7.8 Les alliages de la série 8000	24
I.8 conclusion	25

Chapitre II : Techniques d'identification chimique et physico-chimique des matériaux

II.1 Introduction	26
II.2 Préparation de L'échantillon	26
II.3 Mode de prélèvement des copeaux	27
II.3.1 lingots	27
II.3.2 Plaque.....	28
II.3.3 Barre.....	28
II.3.4 Tôles.....	28
II.3.5 Billettes	28
II.3.6 Pièces finies	29
II.3.7 Déchets	29
II.4 Prélèvement en fonderie.....	29
II.5 Les moyens d'analyse	30
II.5.1 Techniques chimiques	30
II.5.1.1 Gravimétrie	31
II.5.1.2 Electro-gravimétrie	31
II.5.1.3 Volumétrie	32
II.5.1.4 Colorimétrie	33
II.5.2 Technique physico-chimique.....	35
II.5.2.1 La polarographie	35
II.5.2.2 La méthode d'absorption atomique – Emission de flamme	37
II.5.3 Dosages particuliers.....	46
II.6 Le choix d'une méthode de dosage	48

Chapitre III : Techniques physiques d'identification des matériaux

III.1 Introduction	49
III.2 La spectrométrie de masse	49
III.3 Spectrométrie X	50
III.4 Analyse par isotopie	51
III.5 Identification des défauts par l'analyse spectrométrique	53
III.5.1 L'analyse spectrométrique des huiles usagées	53
III.6 Conclusion	60

Chapitre IV : Applications et résultats

IV.1 Introduction	61
IV.2 La méthode physico-chimique pour un échantillon 2024	64
IV.2.1 Spectrométrie par absorption atomique – émission de flamme	64
IV.2.1.1 Mode opératoire	64
IV.2.1.2 Résultats	67
IV.3 La méthode physique pour un échantillon 2024	68
IV.3.1 Spectrométrie de masse	68
IV.3.1.1 Les étapes qu'il faut suivre pour analyser l'échantillon	68
IV.3.1.2 Résultats	71
IV.3.2 Spectrométrie X	73
IV.3.2.1 Résultats quantitatifs	76
IV.3.2.2 Etude comparative et validation des résultats	76
Conclusion et perspective	84
Références	

CHAPITRE I

Figure I.1 : Les différentes familles de matériaux.....3
 Figure I.2 : Aluminium non allié.....7
 Figure I.3 : Aluminium allié.....7

CHAPITRE II

Figure II.1 : L'aluminium a l'échelle atomique.....35
 Figure II.2 : Phénomènes d'absorption et d'émission atomiques.....37
 Figure II.3 : Schéma d'une transition électronique.....38
 Figure II.4 : Principe de l'absorption atomique.....38
 Figure II.5 : L'appareillage en spectrométrie d'absorption atomique.....39
 Figure II.6 : La lampe à cathode creuse.....39
 Figure II.7 : La flamme – atomisation.....40
 Figure II.8 : Interférences spectrales.....42
 Figure II.9 : Interférences physiques.....43
 Figure II.10 : Principe de la spectrométrie d'émission atomique.....44
 Figure II.11 : Transitions énergétiques pendant l'émission atomique.....45
 Figure II.12 : Appareillage d'un photomètre d'émission de flamme.....45

CHAPITRE III

Figure III.1 : Schéma du spectromètre de masse : source-analyseur-détecteur.....49
 Figure III.2 : Schéma du principe de fonctionnement de « SPECTROLAB ».....53
 Figure III.3 : Principe de fonctionnement d'un spectromètre à émission atomique type
 ROTROD.....55
 Figure III.4 : Le modèle statistique de tendance à l'usure.....57
 Figure III.5 : Evolution du Taux d'usure en cours d'exploitation.....58

CHAPITRE IV

Figure IV.1 : Un formulaire d'analyse chimique effectué sur l'avion HERCULE C-130.....62
 Figure IV.2 : Le couple N=°6 de la poutre de queue de l'hélicoptère Mi-24.....62
 Figure IV.3 : Un échantillon découpé d'une pièce d'un couple N=°6 de la poutre de queue de
 l'hélicoptère Mi-24.....63
 Figure IV.4 : schéma expliquant les différentes étapes de la procédure.....64
 Figure IV.5 : L'échantillon sous forme de copaux.65
 Figure IV.6 : Une balance électronique.....65
 Figure IV.7 : Les copaux sont attaqués par un acide65

Figure IV.8 : Une fiole de 100 ml.....	65
Figure IV.9 : Filtrage de solution dans une fiole de 100 ml.....	65
Figure IV.10 : L'addition de l'eau distillée à la solution.....	66
Figure IV.11 : Les étapes suivies pour préparer l'échantillon	66
Figure IV.12 : La lampe à cathode creuse.....	66
Figure IV.13 : Le dispositif utilisé a la spectrométrie par absorption atomique – émission de flamme.....	67
Figure IV.14 : le pourcentage de Cu donné par le formulaire et par l'absorption atomique – émission de flamme.....	67
Figure IV.15 : le pourcentage de Mg donné par le formulaire et par l'absorption atomique – émission de flamme.....	68
Figure IV.16: L'ouverture du statif d'un spectrolab.....	69
Figure IV.17: Nettoyage d'échantillon pour éliminer les couches d'oxydes.....	69
Figure IV.18: L'échantillon est positionné sur le statif.....	70
Figure IV.19: Affichage des trois (03) résultats pour trois (03) essais.....	70
Figure IV.20: Affichage de la moyenne des trois (03) résultats.....	71
Figure IV.21: le pourcentage de Mg donné par le formulaire et par la spectrométrie de masse.....	72
Figure IV.22: le pourcentage de Mg donné par le formulaire et par la spectrométrie de masse.....	73
Figure IV.23: Le dispositif utilisé pour la spectrométrie X.....	73
Figure IV.24: L'échantillon est placé a l'intérieur du dispositif.....	74
Figure IV.25: Réglage de la caméra sur l'échantillon.....	74
Figure IV.26: Un graphe indique la présence du magnésium.....	75
Figure IV.27 : Un graphe indique la présence du cuivre.....	75
Figure IV.28: comparaison entre le pourcentage de Si donné par le formulaire, la spectrométrie de masse et l'absorption atomique.....	76
Figure IV.29: comparaison entre le pourcentage de Fe donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.....	77
Figure IV.30: comparaison entre le pourcentage de Mn donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.....	77
Figure IV.31: comparaison entre le pourcentage de Cr donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.....	78

Figure IV.32: comparaison entre le pourcentage de Zn donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes	78
Figure IV.33: comparaison entre le pourcentage de Cu donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.....	79
Figure IV.34: comparaison entre le pourcentage de Mg donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes	79
Figure IV.35 : le spectre M	82
Figure IV.36 : prélèvement de l'échantillon.....	82
Figure IV.37 :préparation de l'échantillon.....	82
Figure IV.38 :Commencer l'analyse	82

CHAPITRE I

Tableau I.1 : Réparation des matériaux constituant certains appareils d'Airbus Industries (% en masse).....3

Tableau I.2 : Les caractéristiques mécaniques d'aluminium.....6

CHAPITRE III

Tableau II.1 : Carte technologique des principaux contaminants d'usure et leurs origines probables.....59

CHAPITRE IV

Tableau IV.1 : La composition chimique d'alliage 2024 dans le formulaire.....63

Tableau IV.2 : Les résultats donné par la spectrométrie par absorption atomique – émission de flamme.....67

Tableau IV.3 : Les résultats des trois (03) essais donnés par la spectrométrie de71

Tableau IV.4 : La moyenne des résultats donnée par la spectrométrie de masse.....72

Tableau IV.5 : les résultats affichés par la spectrométrie X.....76

Tableau IV.6 : Les résultats d'une analyse spectrale d'un échantillon en acier inox.....80

Tableau VI.7 : Les résultats d'une analyse spectrale d'un échantillon en acier faiblement allié.....81

Tableau VI.8 : Les résultats d'une analyse spectrale d'un HUILE : ASTO 390.....82

Les abréviations

A310 : Airbus 310

Al : Aluminium

Ti : Titane

Org : Organique

Si : Silicium

Cu : Cuivre

ϕ : Diamètre

Cr : Chrome

Mg : Magnésium

Mn : Manganèse

Fe : Fer

Zn : Zinc

Ni : Nickel

I : Intensité après absorption atomique

I₀ : Intensité initiale de la source lumineuse

SEA : Spectrométrie d'émission atomique

SAA : Spectrométrie d'absorption atomique

AA : Absorption atomique

EA : Emission atomique

ΔE : La variation de l'énergie

h : La constante de planck

A : L'absorption

a : coefficient d'absorption spécifique

INTRODUCTION GENERALE

La métallurgie aéronautique demeure ces derniers temps la nouvelle vague d'une technologie de haut facteur qui ne cesse de se développer jour après l'autre, cette énorme évolution nous a offert un moyen de résoudre la célèbre équation : sécurité, légèreté et fiabilité.

Les concepteurs se frôlent toujours à des certaines limites concernant la maîtrise des performances des matériaux de fabrication, et d'autre part à la complexité du problème de la fatigue nécessitant la perception d'un environnement souvent contraint et évolutif, en particulier dans le cas des pièces fortement sollicitées.

Le développement dans cette industrie a connu un essor considérable et beaucoup d'efforts ont été déployés dans ce sens ,mais s'il ya un facteur principale dans cette révolution ce n'est bien évidemment que grâce à la **Métallurgie** qui étudie les propriétés mécaniques et chimiques des matériaux aéronautiques et surtout avec l'investigation des méthodes d'analyse structurales, elle offre un moyen performant aux chercheurs de bien étudier le comportement structural des avions loin des couts faramineuses des souffleries et des essais mécaniques et de duretés. L'étude expérimentale du spectre d'un phénomène physique, c'est-à-dire de sa décomposition sur une échelle d'énergie, ou toute autre grandeur se ramenant à une énergie (fréquence, longueur d'onde, etc.).

Historiquement, ce terme s'appliquait à la décomposition, par exemple par un prisme, de la lumière visible émise (spectrométrie d'émission) ou absorbée (spectrométrie d'absorption) par l'objet à étudier. Aujourd'hui, ce principe est décliné en une multitude de techniques expérimentales spécialisées qui trouvent des applications dans quasiment tous les domaines de la physique au sens large : Aérospatial, astronomie, biophysique, chimie, physique atomique, physique du solide, etc.

Notre mémoire s'articule sur les techniques d'identification physico-chimique des matériaux qui peuvent être classées de diverses manières. Avant d'aborder les différentes méthodes de l'analyse conventionnelle, on doit en général procéder à un certain nombre d'opérations généralement connues sous le nom d'"Analyse Immédiate". Il s'agit pour l'essentiel de méthodes physiques (surtout) voire chimiques (quand elles sont suffisamment spécifiques) dont le but est de séparer les différentes espèces chimiques présentes dans un échantillon. **La spectrométrie de masse, la Spectrométrie X, L'Analyse par isotopie, l'analyse spectrométrique à émission atomique, la polarographie, Electro-gravimétrie** etc. sont parmi beaucoup d'autres qui font partie de l'ensemble des techniques propres à

l'Analyse Immédiate. L'approche moderne des méthodes dites "non destructives" où l'échantillon est traité comme un tout dont la consommation reste négligeable vis-à-vis de la masse totale de celui-ci, offre évidemment l'économie de l'analyse immédiate, conserve cet échantillon aux fins de contre-analyse si nécessaire.

L'étude entreprise durant ce mémoire a donc consisté à faire une étude comparative des matériaux souvent utilisés en construction aéronautique à savoir l'aluminium et ses alliages (durale), en traversant le chemin suivant :

- ✓ Le rappel théorique de ce travail est procédé par la définition de quelques généralités sur les matériaux aéronautiques puis on a rappelé les notions fondamentales qui régissent les différentes propriétés et caractéristiques de ces derniers .Par la suite on a expliqué les trois (03) principales méthodes utilisées dans une étude pareille commençant par la méthode chimique puis la méthode physico-chimique et terminant en fin par la méthode physique avec les circonstances nécessaires de cette dernière.
- ✓ La deuxième partie consiste sur l'étude analytique structurale qui résume les expériences effectuées au niveau des laboratoires du **BCL (Base militaire centrale de logistique)** pour un échantillon du 2024 avec la technique physico-chimique (**spectrométrie par absorption atomique – émission de flamme**), aussi bien les expériences de la méthode physique (**spectrométrie de masse**) et (**la spectrométrie X**) effectuées à l'**ERMAaero**(Entreprise de rénovation de matériel aéronautique) seront présentés et discutés. En fin ce travail se termine par une conclusion générale et les perspectives.

I.1.Introduction

I.1.1. Les différentes familles de matériaux sont :

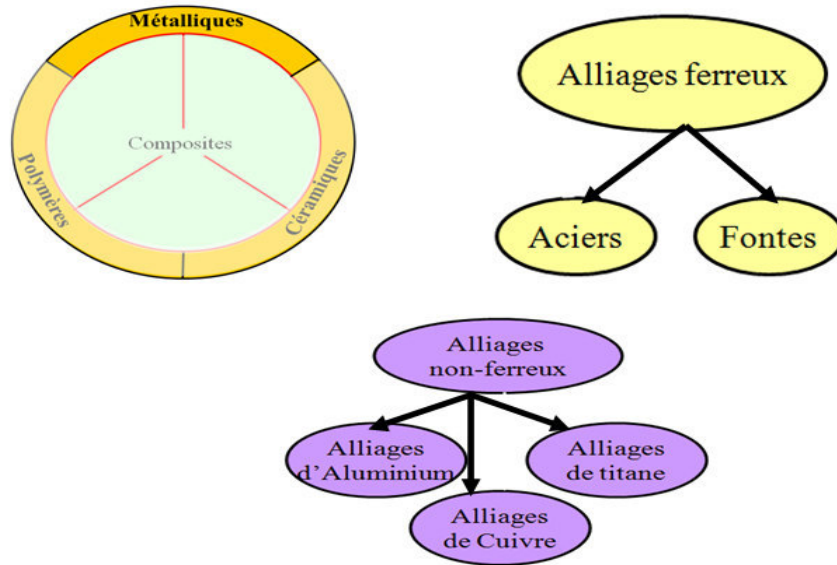


Figure I.1 : Les différentes familles de matériaux.

I.1.2. Matériaux structurant l'avion

Appareils	Alliages Al	Alliages Ti	Composites Org	Aciers	Autres
A310	67%	5%	10%	13%	5%
A320	58%	6%	20%	13%	3%
A330/A340	73%	6.5%	10%	7.5%	3%
A380	75%	7%	8%	7%	3%

Tableau I.1 : Répartition des matériaux constituant certains appareils d'Airbus Industries (% en masse).

Ce tableau résume tous les matériaux structurant l'avion ; on observe que L'aluminium est très utilisé en général car sa masse volumique est très faible, ce qui présente un grand intérêt en aéronautique. En effet, plus l'avion est léger, moins il consommera de carburant L'aluminium est aussi très apprécié pour sa bonne résistance à la corrosion qui est dû à la formation au préalable d'une couche d'alumine qui va ensuite empêcher la corrosion d'atteindre l'aluminium.

I.2. Historique

Les recherches qui ont provoqué le développement de l'aluminium illustrent particulièrement les influences respectives de la composition et des traitements thermiques sur les propriétés des métaux et alliages.

Il semble à peu près sûr que DAVY, en 1807, obtient un alliage aluminium –fer , mais le mauvais fonctionnement du procédé et la faible quantité d'alliage obtenu ne permettent pas de déterminer les propriétés de l'aluminium .

En 1825, ØRSTED prépare un amalgame dont il retire une petite masse d'Al impur et l'Allemand WÖHLER, en 1827, obtient de l'Al sous forme d'une poudre grise.

C'est en 1854 que SAINTE-CLAIRE DEVILLE élabore un aluminium suffisamment pur pour que les propriétés fondamentales du métal puissent être décrites. Le métal relativement pur étant obtenu, les études d'alliages commencent à donner d'intéressants résultats. En 1856, SAINTE-CLAIRE DEVILLE produit un alliage AL-SI.

1886: invention du procédé d'électrolyse de l'aluminium par Paul Héroult (France) et Charles Martin Hall (USA) .Depuis l'aluminium a connu un développement très important grâce notamment à son utilisation dans les industries ayant attiré au transport : aviation, automobile, marine. Il est aussi employé dans l'emballage, le bâtiment, l'électricité, la mécanique etc...[1]

I.3. Obtention De L'Aluminium

I.3.1. La Bauxite

L'aluminium est un métal très répandu sur la terre, le troisième élément après l'oxygène et le silicium. Les bauxites qui sont des roches riches en aluminium (45 à 60%) constituent actuellement la source quasi exclusive de ce métal.

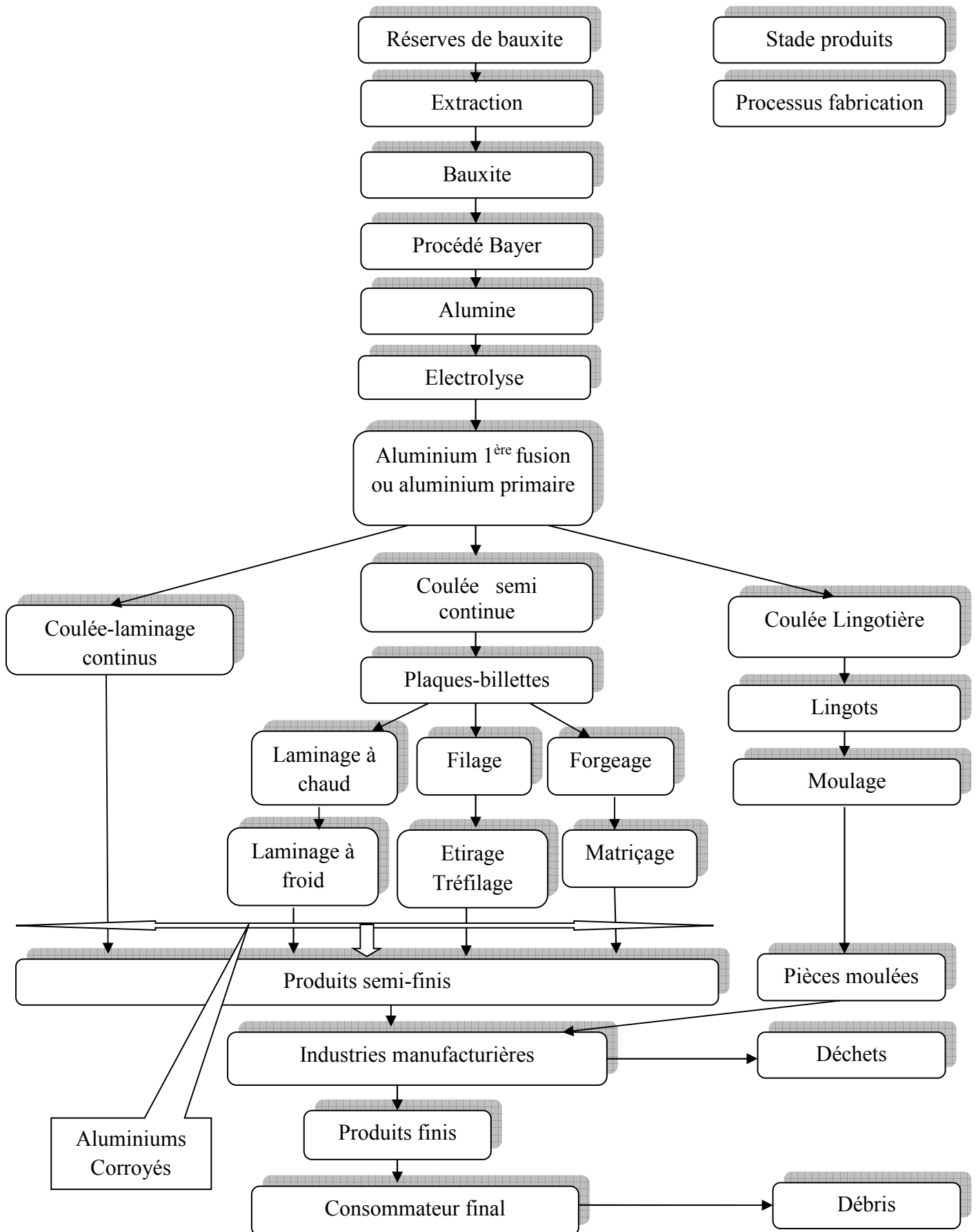
I.3.2. L'Alumine

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

I.3.3. L'Aluminium

L'aluminium est obtenu à partir de l'alumine par électrolyse dans une cuve comportant un garnissage en carbone (cathode). L'aluminium formé par électrolyse se dépose au fond de la cuve. [2]

I.3.4.Principaux étapes de fabrication de l'Alumine



I.4. Principales Propriétés

L'aluminium est un métal de type cubique à faces centrées très malléable. A plusieurs atouts sont :

- ✓ bon conducteur de la chaleur et de l'électricité ;
- ✓ faible masse volumique : 2,7 kg/dm³ ;
- ✓ point de fusion : 658° C ;
- ✓ faible module d'Young : 70000 N/mm² 70000 Mpa 7000DaN/mm² ;
- ✓ le coefficient de rigidité par unité de masse est sensiblement égal à celui de l'acier ;
- ✓ faible limite élastique ;
- ✓ fort allongement à la rupture (tôles minces, feuilles, papier) ;
- ✓ La résistance à la corrosion est bonne à condition que la couche d'alumine soit formée car ensuite elle empêche la corrosion de pénétrer dans l'aluminium ;
- ✓ Par contre l'association avec un métal plus électropositif (acier, alliages de cuivre) détruit la couche d'alumine qui ne peut donc plus protéger l'aluminium. [2]

I.5. Caractéristiques Mécaniques

	Coulé	laminé recuit
Résistance traction N/mm ²	70 à 100	70 à 90
limite app d'elast. N/mm ²	30 à 40	30 à 40
Allongement %	15 à 25	40 à 30
Dureté Brinell	15 à 25	15 à 25
Module d'élasticité N/mm ²	67500	67500

Tableau I.2 : Les caractéristiques mécaniques d'aluminium.

L'allongement à l'état recuit (amélioré à chaud) permet d'utiliser les procédés de laminage, forgeage.

La pureté du métal joue un rôle essentiel car plus le métal est pur, plus la dureté, la charge à la rupture diminuent alors que l'allongement augmente. D'où l'emploi d'éléments alliés dans l'aluminium.

Cette pureté améliore considérablement la résistance chimique du matériau. [2]

I.6. Les alliages d'aluminium

L'aluminium non allié ayant des propriétés très réduites, il est possible d'améliorer ses propriétés en ajoutant des éléments qui modifient plus ou moins profondément la microstructure.

Les atomes des éléments d'addition peuvent :

- ✓ être en solution solide de substitution : ils prennent la place des atomes d'aluminium dans le réseau. Leur taille est plus petite ou plus grande que l'atome d'aluminium ce qui perturbe le réseau qui devient plus difficile à déformer ;
- ✓ former des précipités hors solution solide : cohérents, semi-cohérents, ou incohérents avec la matrice d'aluminium. L'effet provoqué est le même sur la difficulté de déformation du réseau.

Le durcissement de l'aluminium sera ainsi d'autant plus conséquent que le nombre et l'importance de ces perturbations seront plus grands : la nature, la teneur, la répartition de ces éléments d'addition sont primordiales à cet égard.

Les éléments d'addition sont peu nombreux : cuivre, silicium, magnésium, manganèse, titane et des associations magnésium + silicium, zinc + magnésium, zinc + magnésium + cuivre.

Désignation des alliages d'aluminium :

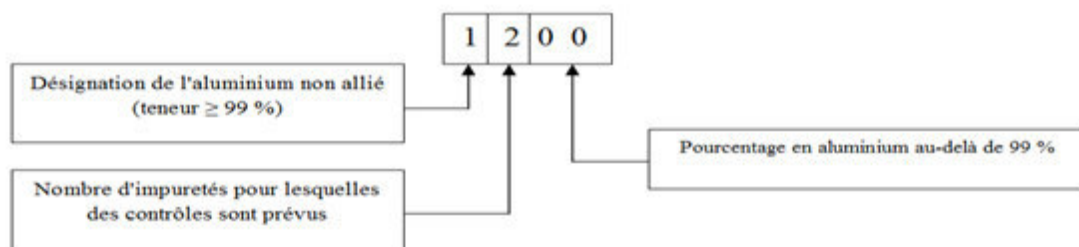


Figure I.2 : Aluminium non allié.

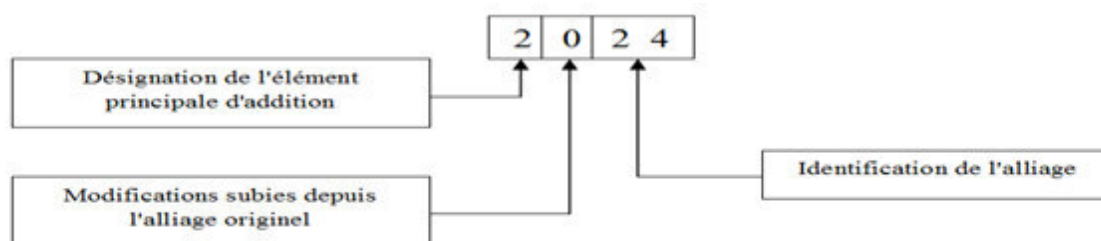


Figure I.3 : Aluminium allié.

Désignation des éléments principale

- 2 : Cuivre
- 3: Manganèse
- 4: Silicium
- 5: Magnésium
- 6: Magnésium et silicium
- 7: Autres éléments

I.7. Principaux alliages industriels

I.7.1. Les alliages de la série 1000

I.7.1.a. Aluminiums non alliés de la série 1000

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 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.

❖ Nuances courantes d'aluminiums non alliés

➤ L'aluminium 1080 A (Al > 99,80%)

- ✓ Bonne aptitude à présenter de très beaux états de surface après brillantage et anodisation ;
- ✓ Très bonne résistance à la corrosion.

⇒ Nombreuses applications dans les domaines de la décoration et des industries alimentaires ou chimiques (cuves à acide nitrique).

➤ L'aluminium 1050 A (Al > 99,50%)

Alliage de très grande consommation applicable dans plusieurs domaines :

- ✓ du bâtiment et des travaux publics : couvertures, bardages, revêtements de façades, plafonds, gaines de ventilation...
- ✓ de l'industrie chimique et alimentaire : cuves, échangeurs
- ✓ de l'industrie mécanique : circuits basse pression, accessoires pour canalisations, diffuseurs de climatisation...
- ✓ de l'emballage : tubes souples, étuis rigides, boîtiers d'aérosols...
- ✓ du matériel ménager : ustensiles divers, circuits de réfrigérateurs, pièces de décoration...

➤ **L'aluminium 1070 A (Al > 99,70%)**

Propriétés intermédiaires entre celles des nuances 1080 A et 1050 A.

➤ **L'aluminium 1100 et 1200 (Al > 99,00%)**

Remplaçant du 1050 A toutes les fois où leur plasticité est suffisante et que leur aspect de surface est compatible avec l'application envisagée.

I.7.1.b. Aluminiums raffinés

Nuance la plus couramment utilisée :

➤ **Aluminium 1199** obtenu :

- ✓ soit par raffinage électrolytique ;
- ✓ soit par ségrégation (purification par cristallisation fractionnée) ;

Caractérisé par :

- ✓ une aptitude exceptionnelle à la déformation plastique ;
- ✓ un excellent comportement aux agents atmosphériques et à l'atmosphère marine ;
- ✓ Possibilité d'obtenir de très beaux états de surface après brillantage et anodisation.

⇒ Applications dans la décoration, la bijouterie, les réflecteurs

Application principale (70 % de la production) de l'aluminium raffiné (degré de pureté compris entre 99,99 et 99,999 %) réside dans la fabrication des condensateurs électrolytiques :

- ✓ l'anode étant constituée d'une feuille mince d'aluminium raffiné gravée en continu par un procédé électrolytique pour augmenter sa surface ;
- ✓ le diélectrique étant obtenu par anodisation en continu de la feuille gravée.

I.7.1.c. Aluminiums « ultra-purs »

(Entre 99.999 et 99.9995, voir 99.9999%) peuvent être obtenus par une purification supplémentaire par fusion de zone.

Applications concernent la microélectronique (circuits intégrés) et exigent un contrôle sévère de certaines impuretés : Al sont actuellement commercialisés avec des teneurs en uranium et thorium < 100 parties par trillion (tolérances exigées car les impuretés sont susceptibles de créer des erreurs de logiciels dans les mémoires de très haute capacité).

I.7.1.d. Aluminiums pour conducteurs électriques

L'utilisation intensive de l'aluminium dans la fabrication des conducteurs électriques est essentiellement due à l'association exceptionnelle :

- d'une conductivité électrique élevée
 - d'une faible densité
- } A conduction égale, masse conducteur
Al = 1/2 masse conducteur Cu

- Pour des raisons économiques et également de qualité métallurgique, les aluminiums pour conducteurs électriques sont actuellement essentiellement obtenus, à partir de métal liquide, par des procédés de coulée et laminage en continu (procédés Properzi, Cecim...)

⇒ Le fil machine ainsi directement obtenu a \varnothing de 7,5 à 12 mm mais pouvant atteindre 24 mm.

- Nuance la plus utilisée est **Aluminium 1370** dans les applications :
 - Fils pour câbles nus aériens (câbles homogènes ou câbles mixtes aluminium-acier) ;
 - Fils pour câbles isolés.
 - **Aluminium 1350** réservé à la fabrication des fils tréfilés pour câbles isolés de transport d'énergie électrique
 - **Aluminium 1310** spécialement mis au point pour la fabrication :
 - Fils pour câbles souples isolés (automobile, électroménager, aéronautique marine...);
 - Fils pour câbles téléphoniques de réseau urbain.
 - **Aluminium 1340** est réservé à la fabrication des fils émaillés pour bobinage, mais peut être utilisé pour les câbles souples et les câbles téléphoniques.

I.7.2. Les alliages de la série 2000 : DURALUMIN

I.7.2.a. 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.

❖ **Alliages pour structure à résistance mécanique élevée**

- **Alliage 2017 A** (très connu sous *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. Il est toujours très utilisé dans les domaines les plus variés.
- **Alliage 2014** a des applications importantes dans les domaines de l'armement (chars, missiles, obus...), de la mécanique (poutrelles), de l'aéronautique [structure des avions militaires (Mirage, Jaguar)].

❖ **Alliages pour structure à résistance mécanique élevée**

- **Alliage 2214** se différencie du 2014 par une teneur plus faible en fer qui améliore sa ténacité, aussi il tend à le remplacer toutes les fois que cette propriété est considérée comme privilégiée ou importante (secteur aéronautique en particulier).

Les principaux avantages du 2214 résident dans

- ✓ sa grande fiabilité industrielle ;
- ✓ sa résistance mécanique relativement élevée à l'état T6 ;
- ✓ et son bon comportement en fatigue ;

Son point faible (idem pour le 2014) consiste dans

- ✓ sa faible résistance à la corrosion sous tension.
- ✓ Améliorations importantes peuvent être obtenues dans ce domaine en agissant :
 - ✓ soit par des traitements de surface adéquats ;
 - ✓ soit par le traitement thermique final (double revenu type haut-bas).
- **Alliage 2024** a supplanté l'alliage **2017 A** dans les applications aéronautiques
- **Alliage 2124** à teneurs plus faibles en fer et silicium tend à remplacer l'alliage 2024 toutes les fois que l'on recherche une ténacité améliorée.

Les applications des alliages 2024 et 2124 sont importantes, elles concernent les secteurs :

- ✓ des transports : aéronautique en particulier ;
- ✓ de la mécanique ;
- ✓ de l'armement ;
- ✓ du sport.

De nouveaux alliages dérivés du **2124** sont actuellement développés :

- **Alliage 2224** permet d'obtenir des gains substantiels du point de vue :
 - ✓ résistance mécanique ($R_e \nearrow \sim 35 \% / 2124$) ;

- ✓ comportement en fatigue (↘ vitesse de propagation des fissures).
- **Alliage 2001** est réservé pour la fabrication des corps creux filés et des bouteilles extincteurs et des bouteilles à gaz comprimé (air, oxygène, CO₂...) :
- résistance à la pression ;
- résistance à la corrosion ;
- bon comportement à l'éclatement.

❖ **Alliages pour résistance à chaud**

- **Alliage 2618**, mis au point à l'origine par Rolls-Royce (dénomination RR58) pour les pièces matricées de réacteurs (disques et aubes de compresseur), a reçu depuis des applications dans les domaines les plus variés (supersonique Concorde intervient pour 75 % de la masse de la structure).

Les propriétés sont

- ✓ bonne résistance au fluage de 110 à 150°C et pour des durées atteignant 30 000h ;
- ✓ bonne résistance à la fatigue à la température ambiante et à chaud ;
- ✓ bonne stabilité thermique des caractéristiques mécaniques, même après maintien de plusieurs dizaines de milliers d'heures à 130°C ;
- ✓ bonne résistance à la corrosion sous tension.
- **Alliage 2219**, peut être considéré comme étant, parmi les différents alliages d'aluminium transformés, celui qui présente la meilleure résistance à la traction et au fluage dans le domaine 200 à 325°C.
- Indépendamment de sa bonne tenue à chaud, **l'alliage 2219** présente :
- ✓ bon comportement aux basses températures ;
- ✓ aptitude au soudage correcte : présente la meilleure soudabilité des alliages série 2000.
- ⇒ Utilisation pour la fabrication des réservoirs soudés des fusées pour stockage des gaz liquéfiés

❖ **Alliages pour décolletage**

Ces alliages, grâce à la présence d'éléments tels que le plomb et le bismuth, donnent des copeaux courts à l'usinage permettant le décolletage à grande vitesse sur tours automatiques.

- **Alliage 2030** peut être considéré comme un alliage 2017 A avec addition de 0,8 à 1,5 % de plomb. Fabriqué uniquement sous forme de barres ou tubes filés ou filés étirés, il est très utilisé en France et en Europe.

Propriété principale

- ⇒ Bonne aptitude à l'anodisation ;
- ⇒ Protection efficace contre la corrosion ;

- ⇒ De bonnes qualités de frottement ;
- ⇒ Eventuellement, la décoration par coloration.

➤ **Alliage 2011** (surtout utilisé aux Etats-Unis) voit ses applications grandir en Europe.

Propriété principale

Aptitude à la déformation à chaud, très supérieure à celle de l'**alliage 2030**, permet son obtention non seulement sous forme de produits filés mais également sous forme de pièces matricées.

❖ Alliages pour déformation plastique

Ces alliages ont une composition spécialement adaptée (en particulier teneurs en cuivre et magnésium) de façon à présenter une bonne aptitude à la mise en forme à T ambiante.

- **Alliage 2117**, le plus ancien, commercialisé en Europe depuis les années 50, a été utilisé dans la carrosserie automobile des modèles Citroën (AMI, DS, SM), Rover, Rolls-Royce... en raison de :
 - ✓ ses caractéristiques moyennes ($R_{p0,2}=180$ MPa, $R_m=300$ MPa) pouvant être acquises par mise en solution, trempe à l'air libre et maturation ;
 - ✓ sa bonne aptitude à la mise en forme ($A=27\%$) ;
 - ✓ sa bonne aptitude au soudage par points (sans dégraissage préalable des tôles), au collage, à la peinture ;
 - ✓ une bonne résistance à la corrosion.
- **Alliage 2002**, commercialisé en France à partir de 1975 pour la carrosserie automobile, présente des caractéristiques > à celles de l'*alliage 2117* ($R_{p0,2}=190$ MPa, $R_m=330$ MPa, $A=31\%$) mais a surtout l'avantage de voir ses caractéristiques augmentées par les traitements de cuisson de peinture.

⇒ Alliages en concurrence avec les alliages des séries 5000 et 6000.

I.7.3. Les alliages de la série 3000

I.7.3.a. 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.

❖ Alliages Al-Mn

- Alliage représentatif est l'**Alliage 3003**

Remplace l'aluminium non allié toutes les fois qu'une légère augmentation des caractéristiques mécaniques s'avère nécessaire.

Utilisé dans les domaines les plus divers sous forme de tôles, bandes, barres, produits filés :

- bâtiment (bardage, sous-plafond) ;
- industrie (pièces chaudronnées, échangeurs cryogéniques et thermiques, radiateurs, climatiseurs) ;
- tubes d'irrigation ;
- ustensiles de cuisson.
 - **Alliage 3103** variante européenne du 3003 se différencie surtout par une teneur en Cu non imposée ($< 0,10\%$ au lieu de comprise entre $0,05$ et $0,20\%$) mais applications identiques.

❖ Alliages Al-Mn-Mg

Addition de magnésium \Rightarrow \nearrow Rm des alliages Al-Mn en complétant le durcissement par phases dispersées, obtenu par le manganèse, par un durcissement de la solution solide par présence de magnésium.

- **Alliage 3004** présente des caractéristiques mécaniques sensiblement $>$ à celles du 3003 mais son aptitude à la déformation plastique est légèrement \searrow .

Principalement fabriqué sous forme de tôles et bandes, est très utilisé dans le domaine :

- ✓ des panneautages ;
- ✓ de l'emballage ;
- ✓ du boîtage (l'alliage par excellence pour la réalisation des corps de boîtes pour boissons gazeuses).
 - **Alliage 3105** : propriétés sont intermédiaires entre celles des alliages **3003** et **3005**, est utilisé dans les domaines du boîtage et du capsulage.
 - **Alliage 3002** à très faibles teneurs en impuretés ($Fe < 0,10\%$, $Si < 0,08\%$) est réservé à l'obtention de qualités spéciales pour la décoration.
 - **Alliages 3008** et **3009** d'origine allemande sont plus spécialement réservés aux ustensiles émaillés.

Leur composition est donc spécialement conçue pour présenter :

- ✓ une bonne aptitude à l'emboutissage ;
- ✓ une bonne adhérence mécanique et chimique avec l'email ;

- ✓ une limite d'élasticité aussi élevée que possible après le traitement d'émaillage réalisé à 560°C et plus.

⇒ Alliages en concurrence avec les alliages des séries 4006 et 4007.

I.7.4. Les alliages de la série 4000 : Les ALPAX

I.7.4.a. 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.

❖ Alliages pour métaux d'apport de soudage et de brasage

1) Soudage

- **Alliage 4043** à 5 % ~ de silicium est recommandé lorsque les alliages à souder ou les types d'assemblages à réaliser présentent des difficultés du point de vue soudabilité opératoire (c-à-d risque de fissuration en particulier).

⇒ Systématiquement conseillé dans le cas du soudage des alliages d'aluminium de moulage ainsi que dans le cas du soudage d'un alliage d'aluminium de moulage avec un alliage d'aluminium de transformation (norme Afnor A 81-410).

2) Brasage

- **Alliages 4045, 4047, 4145** sont les métaux d'apport utilisés le plus souvent pour le brasage avec flux.
- **Alliages 4004 et 4104** sont spécialement adaptés au brasage sans flux.

❖ Alliages pour pistons

- **Alliages 4032** essentiellement réservé à la fabrication des pistons forgés. Il présente une bonne aptitude au forgeage et au matriçage ainsi que des propriétés d'usage adaptées à ce type d'application :
- coefficient de dilatation relativement faible par rapport à l'aluminium et aux alliages d'aluminium des autres séries ;
- bonne résistance à l'usure et au frottement ;
- bonne tenue à chaud.

❖ Alliages pour émaillage

- **Alliages 4006 et 4007** sont spécialement adaptés pour la fabrication de pièces, récipients, ustensiles réalisés par mise en forme à froid (emboutissage en particulier) et devant être émaillés.

I.7.5. Les alliages de la série 5000 : LES DURALINOX

I.7.5.a. Alliages aluminium-magnésium de la série 5000

Les alliages aluminium-magnésium constituent une famille importante et variée d'alliages industriels.

Propriétés générales

Les alliages Al-Mg forment, en fonction de leur teneur en magnésium (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
(e ↗ avec ↘ teneur en magnésium) ;
- ✓ excellente soudabilité opératoire et métallurgique :
- ✓ Résistance mécanique des joints soudés \cong celle du métal de base à l'état recuit ;
- ✓ excellent comportement aux basses et très basses T \Rightarrow 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.

} nombreuses applications dans le chaudronnage-soudage

❖ Principaux alliages Al-Mg d'usage général

- **Alliage 5005**, le moins chargé en magnésium (0,8 %), remplace l'aluminium non allié lorsqu'une légère augmentation des caractéristiques est nécessaire :
 - ✓ domaine de l'emboutissage ;
 - ✓ du chaudronnage ;
 - ✓ de l'architecture (bardages) ;
 - ✓ du mobilier métallique...
- **Alliage 5050 (Mg = 1,45 %)**, sous forme de produits filés et laminés est utilisé dans les domaines les plus variés :
 - ✓ bâtiment (chéneaux, tuyaux...) ;
 - ✓ ménager (machines à laver...) ;
 - ✓ transports (remorques automobiles, bateaux...).
- **Alliage 5251 (Mg=2,05 % ; Mn=0,3 %)** est plus spécialement utilisé sous forme de produits filés (barres, fils, tubes) ou de tubes soudés pour l'irrigation.

- **Alliage 5052** (Mg=2,5 % ; Cr=0,25 %) est situé, du point de vue résistance mécanique, sensiblement au milieu de la gamme des alliages Al-Mg.

Avantage de combiner

- ✓ une bonne aptitude à la mise en forme ;
- ✓ une bonne résistance à la fatigue ;
- ✓ une très bonne résistance à la corrosion.

Ses domaines d'application sont les plus divers : en particulier en chaudronnerie sous forme de réservoirs et tuyauteries pour :

- ✓ l'industrie chimique ;
- ✓ l'industrie pétrolière ;
- ✓ les transports maritimes ;
- ✓ les transports aéronautiques ;
- **Alliage 5086** (Mg=4 % ; Mn=0,45 % ; Cr=0,15 %) et **5083** (Mg=4,45 % ; Mn=0,7 % ; Cr=0,15 %), donc plus chargés en magnésium que les précédents, sont utilisés toutes les fois que l'on recherche, en plus des caractéristiques générales des alliages Al-Mg, une résistance mécanique élevée, ce qui est le cas des applications :
 - ✓ industrie chimique, alimentaire : canalisations, réservoirs, installations de liquéfaction, de stockage de gaz liquéfiés. Matériaux de choix pour les installations cryogéniques car très bon comportement jusqu'aux très basses températures.
 - ✓ industrie des transports :
 - terrestres : carrosseries, citernes, conteneurs ;
 - aéronautiques : nids d'abeilles ;
 - maritimes : canots de sauvetage, superstructures de petites unités, aménagements de paquebots, revêtements de cales frigorifiques.
 - ✓ bâtiment et travaux publics : panneaux de revêtement, matériel de manutention ;
 - ✓ biens de consommation : loisirs (caravanes), mobilier métallique, matériel de ;
 - ✓ cuisson et de stockage des aliments, matériel ménager (cont. isothermes, bacs à glace...) ;
 - ✓ industries mécanique et électrique : canalisations diverses, bobines pour textiles, rivets, boulonnerie ;
 - ✓ installation de dessalement de l'eau de mer.

- **Alliage 5056** (Mg=5,05%, Cr=0,12%, Mn=0,12%), **5056 A** (Mg=5,05%, Mn=0,35%) et **5456** (Mg=5,1%, Cr=0,12%, Mn=0,75%), Mg ∇ \Rightarrow + performants de la série 5000.

Applications limitées \Rightarrow risques de corrosion intergranulaire et de corrosion sous tension.

\Rightarrow Remplacés par les alliages 5086 et 5083 plus sécurisants.

❖ **Alliages Al-Mg pour applications plus spécifiques**

Alliages pour métal d'apport en soudage

Les alliages Al-Mg sont très utilisés en tant que métal d'apport lors du soudage des différents alliages d'aluminium en raison de leur bonne soudabilité opératoire.

Les alliages les plus utilisés sont les nuances : **5554, 5654, 5754, 5854, 5183, 5356, 5556**.

Alliages pour décoration

Ces alliages se différencient des alliages à usage général par une faible teneur en impuretés (Fe, Si). Spécialement adaptés à la décoration en raison des beaux états de surface obtenus après brillantage ou oxydation anodique et de leur très bonne résistance à la corrosion.

Les nuances les plus utilisées sont : **5457, 5557, 5657, 5150, 5252, 5351**

Alliages pour conducteurs électriques

Alliage 5005 peut être utilisé sous forme de fils élaborés par des procédés de coulée et laminage en continu pour des applications électriques ;

- conducteurs nus et aériens de lignes de transport et de distribution d'électricité ;
- câbles souples isolés.

Alliages pour bouteilles à gaz sous pression

Deux alliages sont normalisés en France pour ce type d'application (norme NF A 50 101).

- **Alliage 5013** (Mg=3,5% ; Mn=0,4%).
- **Alliage 5283** (Mg=4,8% ; Mn=0,75%) \Rightarrow bouteilles de plongée sous-marine.

Alliages pour boîtage

- **Alliage 5182** (Mg=4,75% ; Mn=0,35%) \Rightarrow couvercles de boîtes à boissons gazeuses.
- **Alliage 5049** (Mg=2,05% ; Mn=0,8%) \Rightarrow anneaux des couvercles à ouverture facile.

Rq : **l'alliage 5182** a également un domaine d'emploi dans les pièces de carrosserie automobile exigeant des mises en forme difficiles. Il supplante à cet égard les alliages concurrents des séries 2000 et 6000.

I.7.6. Les alliages de la série 6000

I.7.6.a. Alliages aluminium-magnésium 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 : représente 80 % des alliages d'aluminium utilisés dans le monde pour la fabrication des profilés filés.

Propriétés générales

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

- ✓ 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) ;
- ✓ caractéristiques moyennes ;
- ✓ très bonne résistance à la corrosion (renforcée par des traitements d'anodisation) ;
- ✓ possibilité d'obtenir de beaux états de surface dès la sortie de la presse à filer
- ✓ (Améliorés par brillantage et anodisation) ;
- ✓ bonne aptitude au soudage ;
- ✓ bon comportement aux basses ou très basses T mais résistance à chaud limitée à partir de 150 à 200°C suivant la durée du maintien à chaud.

Principaux alliages Al-Mg-Si d'usage général

Ces alliages sont utilisés sous formes variées (tôles, barres, matricés) dans des applications très diversifiées :

- **Alliage 6061** (Mg=1% ; Si=0,6% ; Cu=0,3% ; Cr=0,2%) très ancien est encore universellement utilisé dans :
 - ✓ les transports (structures, panneaux, caravanes, conteneurs...) ;
 - ✓ les structures au sol (charpentes de bâtiment, de matériel de manutention, pylônes, paravalanches, coffrages de travaux publics) ;
 - ✓ les pièces chaudronnées soudées.

Les principales propriétés de l'**alliage 6061** sont les suivantes :

- ✓ caractéristiques mécaniques moyennes à la température ambiante ;
 - ✓ bonne aptitude à la mise en forme ;
 - ✓ résistance à la fatigue moyenne ;
 - ✓ bonne aptitude au soudage à l'arc ;
 - ✓ excellente résistance à la corrosion dans des atmosphères agressives et cela à l'état soudé ou non ; de plus, il est insensible à la corrosion sous tension.
- **Alliage 6181** (Si=1% ; Mg=0,8%) reçoit des applications dans le domaine de la chaudronnerie. Des réserves doivent être formulées vis-à-vis de sa ténacité : sa résilience, en particulier, du fait de l'absence d'addition ou faible teneur de chrome et/ou de manganèse.

⇒ Remplacé par le **6081** (Si=0,9% ; Mg=0,8% ; Mn=0,3%) qui ne présente pas cet inconvénient.

- **Alliage 6013** (Si=0,75% ; Mg=0,95% ; Cu=0,9% ; Mn=0,35%) : un nouvel alliage d'origine américaine du type Al-Mg-Si-Cu est un concurrent des **alliages 5083, 5456** et surtout **6061** et **2024** pour les applications structurales.

Son intérêt majeur est de présenter une combinaison attractive des propriétés résistance mécanique, résistance à la corrosion, aptitude au soudage et aptitude à la mise en forme:

- ✓ sa résistance mécanique > de 15 à 25% de celle de l'**alliage 6061** ;
- ✓ sa limite d'élasticité surpasse celle de l'**alliage 2024** ;
- ✓ sa résistance à la corrosion > à celle des alliages à haute résistance de la série 2000 et 7000 et équivalente à celle de l'**alliage 6061** (sauf en milieu marin) ;
- ✓ sa ténacité est = à celle de l'**alliage 2024** et est très nettement > à celle du **6061** ;
- ✓ son aptitude au soudage est similaire à celle du **6061** (métal d'apport recommandé **4043**) mais les caractéristiques des joints soudés sont supérieures.

Alliages Al-Mg-Si pour profilés

Qualité principale : très bonne aptitude à la transformation à chaud par filage,

⇒ Réservés exclusivement à la fabrication des produits filés (barres, tubes et surtout profilés).

On distingue deux types d'alliage :

- ✓ Alliages pour profilés de menuiserie métallique ;
- ✓ Alliages pour profilés de structure.

Alliages pour profilés de menuiserie métallique

Alliages faiblement chargés en Mg et Si spécialement conçus pour pouvoir être filés sous forme de profilés de formes + / - sophistiquées, dans des conditions économiques (grandes vitesses de filage, trempe sur presse en sortie de filière) et avec de très beaux états de surface.

- **Alliages 6060 et 6063** sont universellement utilisés pour la réalisation des nombreux types de profilés destinés à la menuiserie métallique.
- La nuance **6463** est réservée lorsqu'un aspect très brillant est souhaité après l'anodisation, ce dernier traitement est généralement effectué afin d'assurer la maintenance dans le temps de l'état de surface et de permettre la coloration.

Alliages pour profilés de structure

Ces alliages à teneur en Mg et Si > à celle des alliages précédents et renforcés par l'addition de Mn et/ou de Cr sont plus spécialement adaptés à des applications structurales comme :

- ✓ ossature de voitures ferroviaires ou de métro, de caravanes, de conteneurs... ;
 - ✓ ridelles de camions ;
 - ✓ mâts de bateaux ;
 - ✓ pylônes ;
 - ✓ panneaux de signalisation routière ;
 - ✓ montants d'échelles et d'escabeaux ;
 - ✓ garde-corps de balcons ;
 - ✓ jantes de cycles.
- **Alliages 6106, 6005 A, 6351** : résistance mécanique compris entre 240 et 340 MPa.
 - Une nuance, l'**alliage 6351 A**, est réservée aux bouteilles à gaz sous pression.

Alliages Al-Mg-Si pour conducteurs électriques

- Alliage représentatif est le **6101** permet par une combinaison de traitements thermiques et mécaniques d'obtenir une résistance mécanique double de celle de l'aluminium conducteur non allié (nuance **1370**) avec une conductivité électrique de 10 à 15 % inférieure seulement.

Application principale

Fabrication des câbles nus aériens pour lignes de transport et de distribution d'électricité (lignes moyenne et haute tensions EDF).

✚ Autres alliages Al-Mg-Si pour applications spécifiques

➤ Alliages pour décolletage

Les alliages **6012** (Mg=0, % ; Si=1% ; Mn=0,7%, + Pb, Bi) et **6262** (Mg=1% ; Si=0,6% Cu=0,3% ; Cr=0,10%, + Pb, Bi) grâce à la présence de Pb et Bi ⇒ adaptés pour le décolletage sur tours automatiques à grande vitesse (formation de copeaux fins).

Avantage par rapport aux alliages concurrents **2011** et **2030** une meilleure résistance à la corrosion et de plus grandes possibilités de fabrication par matriçage.

➤ Alliages pour carrosserie automobile

Différents alliages Al-Mg-Si ont été homologués ces dernières années en vue de leur application dans la carrosserie automobile (**alliages 6009, 6010, 6011, 6015, 6016**).

⇒ en concurrence avec les alliages des séries 2000 (**alliages 2002, 2036, 2037 et 2117**) et **5000 (alliage 5182)**.

Intérêt est de présenter

- ✓ une bonne aptitude à la mise en forme sans formation de vermiculures lors de l'emboutissage ;
- ✓ une bonne aptitude au soudage par points ;
- ✓ une bonne résistance à la corrosion ;
- ✓ la possibilité de durcir fortement lors des traitements de cuisson de peinture effectués après emboutissage, à condition que ces traitements (souvent courte durée) soient réalisés à une température au moins égale à 180°C.

I.7.7. Les alliages de la série 7000 : LES ZICRALS

I.7.7.a 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.

✚ Alliages Al-Zn-Mg-Cu traditionnels à haute résistance

- ✓ Ces alliages, du fait de leurs caractéristiques mécaniques relativement élevées

⇒ Les alliages d'aluminium dits à haute résistance

- ✓ Caractéristiques mécaniques élevées = ténacité et résistance à la corrosion sous tension (dans le cas des produits épais) faible ⇒ traitements de sur-revenu annule cette sensibilité à la corrosion sous tension mais ↘ résistance mécanique.

➤ **Alliage 7075** universellement utilisé sous forme de produits laminés, filés et matriçés dans de nombreuses applications :

- ✓ transports : industrie aéronautique en particulier ;

- ✓ armement ;
- ✓ mécanique, boulonnerie ;
- ✓ sport (skis, bâtons de ski).
- **Alliage 7175** (dérivé du **7075**) recommandé lorsqu'une ténacité renforcée est recommandée.

Alliages Al-Zn-Mg-Cu à haute résistance industrialisés plus récemment :

Ces alliages ont été spécialement mis au point afin de présenter différents compromis performants des propriétés suivantes :

- ✓ résistance mécanique fonction de l'épaisseur des produits en agissant sur les éléments d'addition principaux et secondaires ;
- ✓ résistance à la corrosion sous tension en jouant sur les traitements thermiques ;
- ✓ ténacité et comportement en fatigue en utilisant des alliages à faibles teneurs en impuretés (Fe, Si...), en ajustant les teneurs de certains éléments d'addition secondaires et en optimisant les traitements thermiques.

Ces alliages ont actuellement des applications importantes dans l'industrie aéronautique et en particulier dans les structures des avions modernes (Airbus, Boeing...).

- **Alliage 7475**, (dérivé des alliages **7075** et **7175**) considéré comme celui qui présente la meilleure ténacité de tous les alliages d'aluminium à haute résistance actuellement industrialisés.

Alliage représentatif est l'**alliage 7020**, il se caractérise par :

- ✓ une bonne aptitude à la déformation à chaud par filage en particulier ;
- ✓ une faible vitesse critique de trempe qui autorise, après mise en solution, le refroidissement à l'air si l'épaisseur ne dépasse pas 10 à 12 mm ;
- ✓ une bonne soudabilité opératoire et métallurgique : la zone adoucie par la chaleur lors du soudage se réduit ensuite spontanément par simple séjour à la température ambiante, ce qui permet d'obtenir sur l'état brut de soudage des caractéristiques mécaniques élevées ;
- ✓ des caractéristiques moyennes ;
- ✓ une résistance à la corrosion et aux agents atmosphériques satisfaisante.
- ✓ Par contre, à l'état soudé, il est conseillé de protéger les zones situées de part et d'autre du cordon de soudure dont la microstructure a été modifiée par le cycle de chauffage.

Applications de l'alliage 7020 limitées aux

- ✓ constructions mécano-soudées du génie (engins spéciaux « Gillois » : ponts de franchissement d'obstacles par les chars) ;
- ✓ gros réservoirs de gaz liquéfiés pour fusées ;
- ✓ blindages pour chars légers.

✚ Autres alliages de la série 7000 pour applications spécifiques

- Alliages pour automobiles et autocars : pare-chocs et profilés de renforcement

Différents alliages ont été développés aux États-Unis :

- ⇒ **Alliages 7016, 7029** spécialement réservés aux pare-chocs de décoration.
- ⇒ **Alliages 7021, 7046, 7146, 7116, 7129** destinés aux pare-chocs ou profilés de sécurité.
 - Alliage pour bouteilles à gaz sous pression :
- ⇒ **Alliage 7060** récemment développé en France réservé aux bouteilles à résistance mécanique élevée.
 - Alliages pour blindage de chars :
- ⇒ **Alliages 7017, 7018, 7039** utilisés, en parallèle avec l'*alliage 7020*, en raison de leurs propriétés balistiques intéressantes.
 - Alliages à très grande fiabilité pour profilés :

Alliage représentatif est l'alliage **7003** développé au Japon pour les profilés de structure, (Concurrent 7020 et 6061 mais avec l'avantage de présenter une meilleure aptitude au filage).

I.7.8. Les alliages de la série 8000**I.7.8.a. 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.

✚ Alliages Al-Fe pour bandes minces

Ces alliages dont la composition permet un recyclage facile des déchets sont obtenus sous forme de bandes minces (épaisseur 10 à 100 mm) réalisées selon un processus de transformation simple et donc économique (coulée continue, laminage à froid, recuit).

Ces bandes présentent un très bon compromis résistance mécanique et plasticité qui les rend aptes à des applications du type : boîtier léger, capsulage, papier ménager, tuyaux flexibles, échangeurs thermiques.

- **Alliage 8011** (Al-Fe-Si), le plus ancien, est le plus représentatif : très utilisé pour les capsules de bouchage, les emballages souples et le papier ménager.
- **Alliage 8006** (Al-Fe-Mn) a une résistance mécanique > à celle du 8011 : papier ménager.
- **Alliage 8018** (Al-Fe-Si-Cu) est plus spécialement réservé au capsulage.

Alliages Al-Sn pour frottement

L'intérêt de ces alliages pour ce type d'application réside dans le fait qu'ils présentent :

- ⇒ un couple de frottement excellent avec l'acier ;
- ⇒ une bonne résistance à la corrosion vis-à-vis des huiles chaudes ;
- ⇒ une bonne résistance à la fatigue ;
- ⇒ une résistance élevée à la corrosion par cavitation.

Deux types d'alliages sont surtout commercialisés :

- Alliages à 6 % Sn (type *8280*) renforcés par différentes additions (Cu, Ni, ...) afin d'augmenter la résistance mécanique pour la fabrication des produits massifs (coussinets et bagues des très grandes séries automobiles).
- Alliages à 20 % Sn (type *8081*) à forte teneur en étain conviennent pour la réalisation des coussinets et bagues bimétalliques à support acier et à couche de frottement Al-Sn (ce revêtement Al-Sn étant plaqué par laminage sur le support acier).

Alliages Al-Fe pour conducteurs électriques :

Destinés aux nouvelles applications dans le domaine des fils et câbles de télécommunications et des câbles souples pour applications diverses.

- Les alliages **8076** et **8276** sont respectivement très proches des alliages **1310** et **1340**.

Alliages Al-Sn pour frottement

L'intérêt de ces alliages pour ce type d'application réside dans le fait qu'ils présentent :

- ⇒ un couple de frottement excellent avec l'acier ;
- ⇒ une bonne résistance à la corrosion vis-à-vis des huiles chaudes ;
- ⇒ une bonne résistance à la fatigue ;
- ⇒ une résistance élevée à la corrosion par cavitation.

Deux types d'alliages sont surtout commercialisés :

- Alliages à 6 % Sn (type 8280) renforcés par différentes additions (Cu, Ni, ...) afin d'augmenter la résistance mécanique pour la fabrication des produits massifs (coussinets et bagues des très grandes séries automobiles).
- Alliages à 20 % Sn (type 8081) à forte teneur en étain conviennent pour la réalisation des coussinets et bagues bimétalliques à support acier et à couche de frottement Al-Sn (ce revêtement Al-Sn étant plaqué par laminage sur le support acier).

Alliages Al-Fe pour conducteurs électriques :

Destinés aux nouvelles applications dans le domaine des fils et câbles de télécommunications et des câbles souples pour applications diverses.

- Les alliages **8076** et **8276** sont respectivement très proches des alliages **1310** et **1340**.

I.8. Conclusion

Plusieurs grands axes de recherche pour le secteur aéronautique ont mis au point des nouveaux alliages d'aluminium plus léger qui pourraient concurrencer les matériaux composites pour produire des avions, le but étant :

- ✓ d'assurer le développement de l'aluminium ;
- ✓ de répondre aux exigences du marché des produits de haute technologie (domaine aérospatial en particulier) ;
- ✓ de supplanter les nouveaux matériaux concurrents.

C'est alliages sont :

- **Alliages aluminium-lithium.**
- **Alliages d'aluminium obtenus par métallurgie des poudres et solidification rapide.**
- **Matériaux composites à matrice Aluminium.**
- **Alliages d'aluminium amorphes. Verres d'aluminium. [3]**

II.1.Introduction

Dans le monde industriel, c'est le cahier des charges du produit fini à réaliser qui détermine le matériau le mieux adapté et le processus de fabrication. A l'inverse, les laboratoires de recherche se basent généralement sur l'étude de petits échantillons de matière afin d'appréhender les caractéristiques finales du matériau dans ses diverses applications.

Pour cette raison, il est indispensable de disposer d'un matériel adapté et performant pour appréhender les caractéristiques désirées (mécaniques, thermiques, chimiques...), depuis l'étape de recherche et développement jusqu'au contrôle du produit fini, en passant par les étapes de fabrication.

Le dosage de l'aluminium peut être réalisé en plusieurs étapes et par plusieurs méthodes. Il est très important de vérifier les aspects pré analytiques et également les aspects analytiques et déprendre des précautions rigoureuses pendant la détermination de cet élément quelles que soient les techniques utilisées et les matrices étudiées. Son dosage reste notamment délicat en raison de l'ubiquité de cet élément et des risques de contamination qui en résultent.

II.2.Préparation de l'échantillon

On n'attache pas toujours une importance suffisante à la préparation de l'échantillon qui doit servir à effectuer l'analyse.

Cependant, on ne doit pas perdre de vue que la détermination de la teneur d'un élément quelconque dans une quantité de métal donnée, est fournie par le résultat d'un dosage effectué sur quelques grammes seulement de ce métal. Il s'ensuit que l'échantillon idéal est celui qui aurait une composition globale exactement correspondante à la moyenne de celle des lingots, plaques, tôles ou autres pièces composant le lot à analyser. Une telle condition ne peut être rigoureusement remplie. Que si le prélèvement d'échantillon a pu se faire sur le métal en fusion, à une température telle que toute la masse métallique présente une phase liquide homogène, ce qui est d'ailleurs normalement réalisé pour le contrôle des coulées dans les usines de fabrication. Mais, comme en pratique l'analyse doit être effectuée avec du métal prélevé sur des lingots ou des produits semi manufacturés ou même entièrement « usinés », il n'est pas possible d'envisager une refusion de métal. Aussi, convient-il alors de prendre des soins particuliers pour que l'échantillon qui servira à l'analyse représente, avec le plus de garanties possibles, la moyenne de l'ensemble.

L'échantillonnage étant fréquemment effectuée au laboratoire, il est par suite indispensable que le chimiste soit mis au courant du but de l'analyse et de l'interprétation qui en sera donnée, afin d'avoir le critérium nécessaire qui lui permettra de choisir judicieusement le mode de prélèvement des échantillons. Quelques alliages d'aluminium, par exemple ceux qui contiennent une proportion importante de cuivre ou de certains autres éléments, présentant une tendance à la ségrégation. Il y aura donc lieu, dans un seul cas comme on le verra plus loin à propos de l'échantillonnage des grosses billettes d'attacher une importance particulière aux choix des emplacements pour le prélèvement des copeaux.

Une des premières conditions à respecter avant d'effectuer le prélèvement de l'échantillon est de sélectionner sur le lot de métal à analyser une quantité de matière suffisante pour représenter la moyenne du lot. En général, le prélèvement des échantillons destinés à l'analyse fait l'objet de clauses spéciales dans les cahiers des charges ou les marchés. Lorsque toutefois il n'existe pas des directives particulières auxquelles il est nécessaire de se conformer, on constituera un lot de matières représentant 5% de l'ensemble.

II.3.Mode de prélèvement des copeaux

Il faut s'assurer, avant tout, que le métal est bien propre toute trace d'huile ou de saleté doit être éliminé. Lorsque le laboratoire dispose d'une fraiseuse, les copeaux seront prélevés de la fraise. Cette pratique est très recommandée elle permet on effet, d'attaquer le métal sur une grande surface et d'obtenir l'échantillon offrant d'assez grandes garanties d'homogénéité. La fraise utilisée sera un outil spécial pour l'aluminium ; les copeaux de fraisage sont plus fins et plus réguliers que ceux obtenus par perçage. Ce dernier mode de prélèvement des échantillons sera cependant utilisé par les laboratoires ne disposant pas de fraiseuse. On trouvera ci – après quelques indications générales sur le prélèvement des échantillons dans les différents cas peuvent se présenter en pratique.

II.3.1.Lingots

Les lingots d'aluminium montrent presque toujours une légère dépression, due au retrait de solidification qui part des extrémités et s'accroît vers le centre. Certaines impuretés de l'aluminium commercial peuvent avoir tendance à se concentrer aux endroits où la dépression est plus importante.

Il s'ensuit que l'on aura la composition représentant le mieux la moyenne des lingots en prélevant les copeaux à mi-distance du centre et des extrémités.

Si l'on opère par fraisage, on découpera d'abord une tranche dans le lingot et l'on fraisera toute la section de cette tranche sur une même profondeur, de chaque côté.

Si l'on ne peut que percer des trous, ceux-ci devront traverser le lingot complètement.

II.3.2. Plaque

Dans le cas du fraisage, on sciera la plaque et on effectuera le travail sur toute la section coupée ou bien on percera les trous en les situant sur des diagonales et le nombre des trous devra être le même sur chaque moitié de la plaque.

II.3.3. Barre

La barre sera sciée en plusieurs parties si possibles et le fraisage sera effectué sur chaque section. Dans le cas d'utilisation de la perceuse, on disposera les trous sur des cercles concentriques depuis la périphérie jusqu'au centre de la barre.

II.3.4. Tôles

Dans les tôles minces, on prélèvera l'échantillon soit à la cisaille, soit par perçage le long des 4 côtés des tôles. Pour les tôles suffisamment épaisses, on percera des trous ou bien on fraiser sur les 4 côtés.

II.3.5. Billettes

Lorsque le laboratoire doit effectuer l'analyse d'une grosse billette, il faut toujours tenir compte d'une ségrégation possible. Il n'existe donc pas dans ce cas de règles générales pour définir les modalités d'échantillonnage. Ce sera le rôle du chimiste de déterminer les zones où devront se faire les prélèvements, selon que l'on cherche la teneur moyenne en éléments divers de la billette ou, au contraire, la répartition des différents éléments suivant les zones. Pour situer les endroits où l'on devra prélever les copeaux, il est nécessaire de scier d'abord la billette et de faire des coupes macrographiques afin de délimiter l'importance des zones où se trouve la ségrégation. En mesurant les dimensions respectives des zones sans ségrégation et de celles qui en contiennent on obtient par le calcul le rapport des volumes : Pour constituer un échantillon moyen, on prend des poids de copeaux proportionnels au rapport de ces volumes.

II.3.6. Pièces finies

Le prélèvement de l'échantillon doit être effectué sur les différentes parties de la pièce, et s'il s'agit de moulages, il est important de prélever des copeaux aussi bien dans les parties les plus minces que dans les plus épaisses.

II.3.7. Déchets

L'échantillonnage des déchets présente de grandes difficultés, surtout lorsque les déchets sont très hétérogènes et que l'on ignore, par suite, la nature de l'alliage des différents morceaux pour obtenir un échantillon moyen, il faut toutes les fois que cela est possible commencer par peser les éléments semblables répartis par un triage préalable, puis prélever une quantité proportionnelle de chaque élément par rapport au poids total et fondre l'ensemble de ces échantillons. C'est alors avec le métal fondu que l'on coule un petit lingot pour les besoins de l'analyse.

- ✓ Lorsque les copeaux seront mis de préférence dans un flacon bouché afin d'éviter toute contamination ultérieure. Il ne faut jamais pilonner les copeaux dans un mortier dans le but de mieux les mélanger, cette pratique risque de favoriser une séparation des parties moins dures de l'alliage d'avec les constituante plus durs qui, étant généralement plus friables, tombent en poussière. On obtient ainsi, en définitive, un mélange hétérogène.
- ✓ Lorsque l'échantillon a été obtenu en partant d'un lot assez important de métal, le chimiste est toujours certain d'avoir un poids de copeaux bien supérieur à celui qui lui est nécessaire pour effectuer les différents dosages ; mais lorsque le prélèvement de copeaux ne peut être fait que sur quelques morceaux de métal, il est important de préparer dès le début un poids de copeaux suffisant pour permettre, soit de recommencer les dosages, soit d'effectuer ultérieurement une analyse contradictoire. il faut éviter d'être obligé au cours du travail de faire un nouveau prélèvement d'échantillon sur le métal primitif. [2]

II.4. Prélèvement en fonderie

Pour obtenir un lingot ayant exactement la composition du bain, il est nécessaire de prendre les précautions suivantes :

- ✓ La louche sera potayée puis réchauffée dans le bain, en la trempant plusieurs fois dans le métal en fusion. On évitera ainsi un début de cristallisation sur les parois de la louche.

- ✓ La lingotière utilisée sera la moins profonde possible pour diminuer la ségrégation.
- ✓ Pour le même raison, elle sera également réchauffée avant qu'on y coule le lingot, et, pour cela, la meilleure manière d'opérer est d'y couler un lingot alors qu'elle est froide. Le second lingot coulé immédiatement derrière le premier sera celui qui sera utilisé pour le prélèvement des copeaux.
- ✓ Le lingot sera le plus mince possible, la surépaisseur augmentant l'importance des ségrégations, on coulera donc le minimum de liquide. [8]

II.5. Les moyens d'analyse

Les techniques d'analyse des alliages d'aluminium sont semblables à celles adoptées par les métallurgies plus anciennes et, quelles que soient ces techniques, on observe souvent des transpositions ou adaptation de méthodes et principes utilisés, entre autres, par la sidérurgie; l'adaptation peut d'ailleurs s'accompagner d'une simplification notable, comme par exemple, lorsque la dissolution de la prise d'essai en milieu sodique permet de séparer le métal de base dès la première attaque, en recueillant dans l'insoluble le ou les éléments à doser.

Entre les anciennes formes de la gravimétrie, de la volumétrie et de la colorimétrie et les procédés très modernes d'analyse, basés sur la formation d'isotopes sous rayonnement nucléaire, nous disposons d'un choix important de moyens de mesure qui permet de satisfaire les besoins industriels, comme le désidérata scientifique (recherche de dosage de traces ultimes, étude des migrations et des hautes puretés, etc).

Les moyens d'analyses sont classés en trois catégories: chimique, physico-chimique et physique, quoiqu'il puisse sembler arbitraire, si l'on considère que la balance, instrument de physique, est utilisé au départ des analyses faites par voie chimique et physico-chimique, ainsi que, très souvent, au terme des premières.

II.5.1. Technique chimique

La technique chimique comprend les méthodes dites « par voie humide » et contient essentiellement quatre sous-groupes: la gravimétrie, l'électro-gravimétrie, la volumétrie et l'on doit y rattacher la colorimétrie sous sa forme actuelle. Par rapport à l'état de choses antérieur, les laboratoires modernes doivent, pour pratiquer la technique chimique, être équipés, en sus de l'outillage classique bien connu, de pH-mètres, de

millivoltmètres et milliampèremètres, d'appareils d'électrolyse munis d'agitateurs, de photomètres, etc....

II.5.1.1. Gravimétrie

L'analyse gravimétrique groupe les plus anciennes méthodes de dosage. Son principe est de séparer l'élément à doser, par précipitation quantitative, sous une forme insoluble dans le milieu où l'on crée le précipité ; ce précipité, recueilli par filtration, est ensuite lavé (parfois redissous et reprécipité dans le but de le purifier), séché, pesé tel quel ou après calcination, etc.... La généralité de la gravimétrie est très grande et les mises au point modernes s'ingénient à lui conserver son caractère traditionnel de « témoin de référence », grâce à une meilleure définition du mode opératoire, à une plus grande spécificité des réactions, à des améliorations dans les produits et dans le matériel, etc.... Il est certain que la reproductibilité et la précision de la gravimétrie se sont considérablement améliorées depuis quelques années, malgré l'incidence inévitable du facteur « humain » qui reste la principale cause de divergences.

Dans les alliages d'aluminium, on dose gravimétriquement, de façon courante :

- ✓ Silicium, à l'état de SiO_2 après déduction du résidu laissé par la volatilisation, par HF, de la silice calcinée,
- ✓ Nickel, à l'état de diméthylglyoxime de Ni séchée à 110°C ,
- ✓ Zinc, à l'état d'oxime, séchée à 120°C , ou à l'état de mercurithiocyanate de Zn séché à 1200°C ,
- ✓ Magnésium, à l'état de pyrophosphate de Mg calciné,
- ✓ Cuivre, à l'état de salicylaldoxime.

L'emploi de la gravimétrie conduit généralement à un prix relativement élevé par suite de la durée des manipulations (main- d'œuvre) et des dépenses de verrerie et de produits divers ; toutefois, la filtration sous vide, sur creusets en pâte de verre fritté, et la facilité avec laquelle la gravimétrie s'accommode du travail « en série » peut réduire très sensiblement les frais.

II.5.1.2. Electro-gravimétrie

Son principe est basé sur la séparation de l'élément à doser, par électrolyse, dans un milieu convenable. Lorsque l'on agite le milieu (anode tournante, bulles d'air comprimé, agitation magnétique) on peut déposer rapidement le cuivre à la cathode et le

plomb à l'anode. Directement après dissolution, suivie ou non de filtration et réglage de l'acidité.

On peut aussi, en contrôlant le potentiel des électrodes à l'aide de potentiostats manuels ou automatiques, doser successivement, sur la même prise d'essai, plusieurs cations métalliques (Cu, Bi, Pb, Sn...).

La précision des méthodes électro-gravimétriques n'est bonne que pour les teneurs relativement élevées. Les dosages se terminent par une pesée du dépôt à l'anode ou à la cathode et, avec les méthodes actuelles, on dose en 30 à 35 mn de façon courante :

- ✓ Le cuivre, au-dessus de 1%, dans tous les duralumins, les alliages mères, et autres alliages
- ✓ Le plomb, à l'état d'oxyde (coefficient empirique).

La présence de Si en quantité importante, celle du Bi et du Mn en quantité notables, obligent à des corrections de l'électrolyte et à des modifications du mode opératoire (redis solution de l'oxyde de plomb, par ex.) destinées à éviter l'interférence de ces éléments.

II.5.1.3. Volumétrie

La volumétrie, ou titrimétrie, a pour but de doser les éléments au moyen de réactions dont le terme est nettement visible (changement de coloration, apparition ou cessation d'un précipité, etc....) à l'aide de solutions dont la concentration en réactif est parfaitement déterminée ; du volume de solution ou liqueur titrée employé pour produire la réaction quantitative, on déduit, à l'aide de l'équation de cette réaction, le poids de la substance à doser. Dans les méthodes volumétriques, la séparation préalable de l'élément à doser n'est pas souvent nécessaire et cette simplification abrège la durée et augmente la précision du dosage.

Qu'elle soit pratiquée par neutralisation, oxydo-réduction ou précipitation, la volumétrie réunit des méthodes d'application très générale ; plus encore que la gravimétrie, elle a fait des progrès très sensibles dus, d'une part, à la découverte de nouvelles réactions ou de moyens nouveaux d'éviter les interférences, d'autre part, à l'introduction d'instruments rendant les fins de réaction indépendantes du jugement de l'opérateur (burettes automatiques, par exemple) ou lui signalant la fin de la réaction.

D'autres dispositifs permettent de suivre le cheminement des réactions et de tracer des courbes, manuellement ou automatiquement ; les méthodes récentes connues sous les noms de potentiométrie, coulométrie, voltamétrie, etc.... Ne sont finalement que des volumétries « instrumentales » pratiquées au moyen d'un appareillage parfois complexe et onéreux, mais qui concourt à la fidélité et à la précision, par l'intermédiaire de la physico-chimie et de l'électronique.

Cette instrumentation utile n'est pas toujours indispensable ; des améliorations considérables furent apportées ces dernières années à la volumétrie classique, soit par des indicateurs colorés plus sensibles et donnant des virages plus nets, soit par l'emploi de réactifs plus spécifiques, soit encore par l'emploi de moyens nouveaux, tels que la complexométrie et la chélatométrie.

Parmi les applications de la volumétrie à l'analyse des alliages d'aluminium, on peut citer les dosages suivants :

- ✓ Fer, par le trichlorure de titane ou par le permanganate de potassium,
- ✓ Magnésium, par titration en retour acide-base ou par complexométrie,
- ✓ Manganèse, par l'arsenite de sodium ou l'acide arsénieux,
- ✓ Chrome, à l'état chromique, par le sulfate ferreux,
- ✓ Cuivre, par le sulfocyanure de potassium,
- ✓ Zinc, par potentiométrie ou par complexométrie au complexe III,
- ✓ Plomb, à l'état de chromate, par l'hyposulfite de Na.

II.5.1.4. Colorimétrie

La forme ancienne de la colorimétrie, basée sur la comparaison visuelle d'intensité de colorations, est presque complètement disparue (le dosage de NH_3 par NESSLER date de 1856). La forme actuelle remplace l'œil humain par des cellules photosensibles, mais le nombre de désignations appelle une « normalisation » qui éviterait quelques confusions ; on trouve, en effet : photolorimétrie ou photométrie-colorimétrique, spectro-absorptiométrie, spectro-photométrie, photométrie, etc. ... Pour désigner le même principe de méthodes et de réalisations d'appareils.

Ces derniers permettent l'évaluation précise des densités optiques, soit par déviation ou compensation électrique, soit par compensation optique.

Le groupe des méthodes colorimétriques est devenu l'un des plus importants de l'analyse chimique des métaux légers, car elles sont d'un emploi très général par suite de leur sélectivité, par le grand nombre de réactions colorées que l'on connaît

actuellement, par la précision dont elles sont capables, pour les teneurs élevées comme pour les teneurs faibles. D'autre part, dans notre cas, les solutions d'attaque sont très souvent incolores et permettent donc la mesure directe sans séparations préalables. Le principe de ces méthodes est le suivant :

- ❖ Si l'on fait passer un faisceau de lumière monochromatique (longueur d'onde déterminée) d'une intensité " I_0 ", à travers une épaisseur " l " d'une solution colorée de concentration " c ", la loi de BOUGHER-LAMBERT-BEER, formulée par BUNSER (1877), nous dit que la lumière transmise " I ", à la fin de parcours, est liée à la densité optique " D " par l'expression « $D = \log I_0/I = \epsilon l c$ », dans laquelle ϵ (coefficient de proportionnalité ou coefficient d'extinction molaire) est constant pour la longueur d'onde choisie.

L'intensité de la source lumineuse étant fixe, les mesures de densité optique se résument le plus souvent, à la comparaison de deux intensités lumineuses, après absorption du rayonnement par une même longueur de parcours, l'une avant et l'autre après coloration. La précision de la mesure comparative dépend alors, surtout, toutes autres précautions prises (stabilité thermique, lumières parasites, etc....), des caractéristiques de l'instrument (sensibilité des cellules, coefficient d'amplification du courant de cellule, sensibilité du galvanomètre, etc. ...)

La découverte fréquente de réactifs nouveaux (surtout d'origine organique) et l'étude des conditions optimales de formation et de stabilité des colorations, ont permis une grande extension de ce genre de méthodes, d'autant plus que, d'une façon similaire, on peut mesurer l'absorption de la lumière par des précipités ou des troubles « en suspension » dans le milieu liquide, à la condition que la suspension soit homogène et reste stable pendant assez longtemps; ce procédé prend alors, indifféremment, les noms de : néphélométrie, opacimétrie ou turbidimétrie.

Soit à l'aide d'appareils équipés de photopiles (cellules au sélénium, dite « à couche d'arrêt »), soit, de préférence, à l'aide d'appareils à deux cellules, l'une à l'antimoine (de l'U.V. au jaune-orangé) l'autre au cæsium (de l'orangé à l'I.R.), la plupart des métaux peuvent se doser par colorimétrie. On peut citer parmi les composants les plus courants des alliages d'aluminium :

- ✓ Fer, à l'état de thiocyanaterouge,
- ✓ Manganèse, à l'état de permanganate violet,

- ✓ Cuivre, à l'état de complexe ammoniacal bleu ou de diéthylthiocarbonate brun,
- ✓ Titane, à l'état de peroxyde jaune,
- ✓ Vanadium, à l'état de peroxyde jaune-brun,
- ✓ Silicium, à l'état de silico-molybdate jaune ou bleu. [2]

II.5.2. Technique physico-chimique

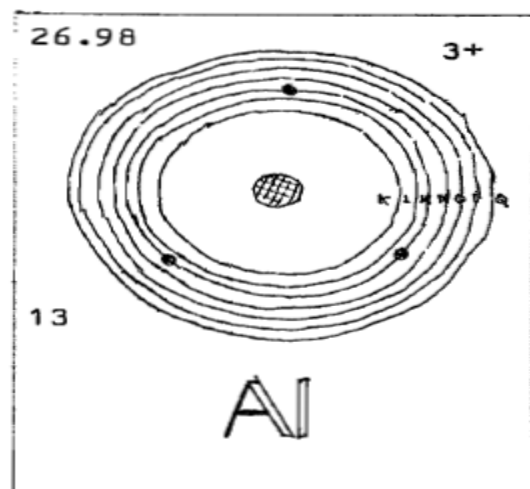
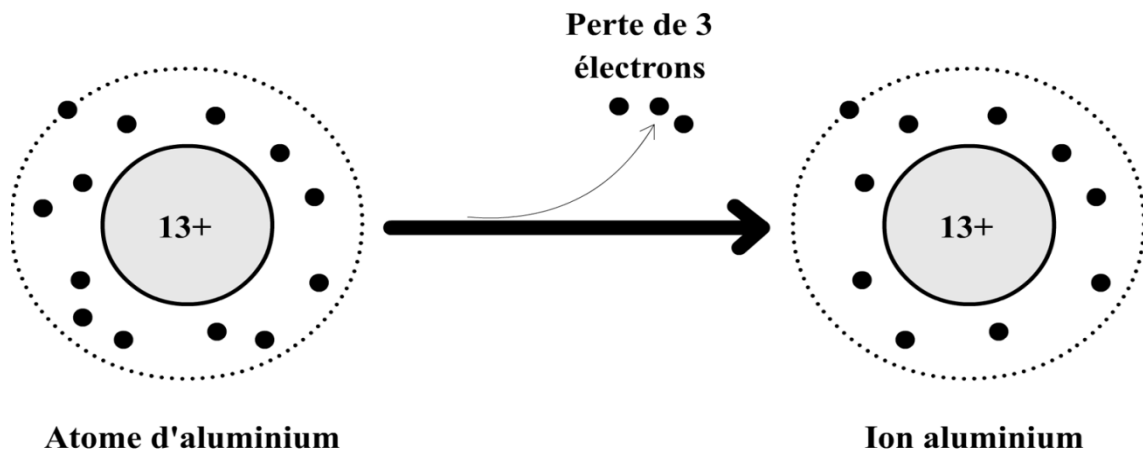


Figure II.1 :L'aluminium a l'échelle atomique.

II.5.2.1. la polarographie :

La polarographie, méthode déjà ancienne mais qui prend un nouvel essor, du, en grande partie, à la construction de polarographes de plus en plus pratiques, précis et robustes, utilisant l'amplification par tubes électroniques et l'inscription automatique des polarogrammes, ce qui assure une meilleure connaissance des phénomènes.

C'est une méthode qui convient spécialement aux dosages de faibles quantités ou de traces, mais dont la généralité est réduite et nécessite d'opérer avec des électrolytes purifiés par voie chimique et dans des conditions anioniques bien déterminées, pour éviter les interférences.

Si, dans une solution contenant les ions à doser, on fait passer un courant (continu) d'électrolyse, en appliquant une tension régulièrement croissante, il ne se produit rien tant que l'on n'a pas atteint le potentiel de décharge de l'ion en solution ; mais, lorsque ce potentiel est atteint, l'intensité croît subitement et rapidement, pour un faible accroissement de la tension. Si la différence de potentiel continue à croître, l'intensité redevient à peu près constante jusqu'à ce que l'on atteigne la tension de décharge d'un autre ion. Les vagues ainsi tracées sont des courbes d'intensité de la forme $i=F(v)$ et la hauteur de la demi-vague est fonction de la teneur en chaque ion. D'après l'ordre des potentiels de décharge, il est théoriquement possible de doser à la suite : Cu, Pb, Cd, Zn, Mn, etc ...

Le polarographe est essentiellement constitué par l'ensemble des électrodes et du vase à électrolyse , c'est -à-dire : d'une part ,une électrode débitant par un tube capillaire des gouttes de mercure chimiquement pure à vitesse constante (20 gouttes /mn p.ex.) ; c'est l'électrode polarisable , fonctionnant généralement comme pôle négatif ; d'autre part , dans la vase à électrolyse , une électrode non polarisable , qui peut être constituée soit par une large surface de mercure reliée au pôle positif , soit par une électrode de référence , du type électrode au calomel , par exemple . la source de courant continu doit être très stable et est généralement constituée par des accumulateurs .l'enregistrement des courbes peut être fait par photographie du « spot » d'un galvanomètre à miroir (1^{er} système d'HEYROWSKY) ou, dans les polarographes, ou par le tracé d'un style.

Pour les alliages d'aluminium, les modes opératoires débutent généralement par une attaque alcaline ; on acidifie ensuite par l'acide nitrique et on purifie par voie chimique. L'établissement des solutions d'étalonnage et la détermination préalable des constantes du courant résiduel et du courant de diffusion, se font à partir d'aluminium pur .On peut doser par polarographie, sous courant d'azote ou à l'air :

Fe et Cu sans séparation , Cu en présence d'une grande quantité de Fe , Pb en présence de beaucoup de Cu et Fe ,Ni et Zn (en 10 minutes) et des traces de Cu , Cd ,Ni , Zn et Pb (de l'ordre de 0.3ppm) dans l'aluminium pur ou très pur .[2]

II.5.2.2. La méthode d'absorption atomique – Emission de flamme

L'absorption atomique (AA) et l'émission atomique (EA) sont deux techniques largement utilisées pour l'analyse de plus de 70 éléments parfois à l'état de traces.

❖ Définitions

a) Absorption atomique

L'absorption atomique est le phénomène observé lorsqu'un atome à l'état fondamental absorbe un rayonnement électromagnétique à une longueur d'onde spécifique et passe à un état excité. Il en résulte un spectre de raies noires sur fond clair (**Spectre d'absorption**).

b) Émission atomique

L'émission atomique est le phénomène observé lorsqu'un rayonnement électromagnétique est émis par des atomes ou des ions excités qui retournent à l'état fondamental. Il en résulte un spectre de raies claires sur fond noir (**Spectre d'émission**).

[5]

❖ Phénomènes d'absorption et d'émission atomiques

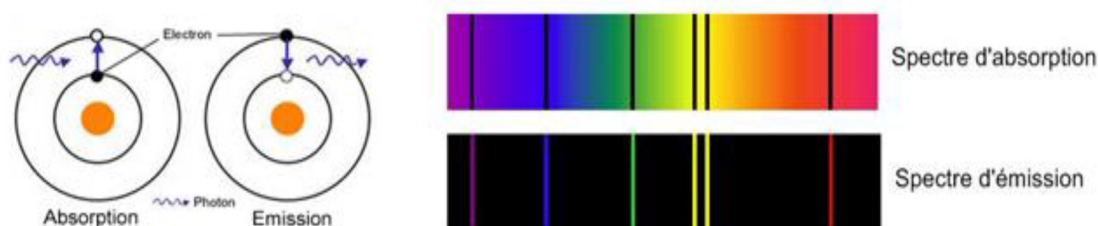


Figure II.2: Phénomènes d'absorption et d'émission atomiques.

a) L'absorption atomique

Cette méthode consiste à déterminer la composition élémentaire des échantillons de différentes natures. Cette composition nous permet d'identifier la nature de ces échantillons.

➤ Le principe de la méthode

L'absorption atomique de flamme est une méthode qui permet de doser essentiellement les métaux en solution. Cette méthode d'analyse élémentaire impose que la mesure soit faite à partir d'un analyte (élément à doser) transformé à l'état d'atomes libres. L'échantillon est porté à une température de 2000 à 3000 degrés pour que les combinaisons chimiques dans lesquelles les éléments sont engagés soient détruites.

Elle est basée sur la théorie de la quantification de l'énergie de l'atome. Celui-ci voit son énergie varier au cours d'un passage d'un de ses électrons d'une orbite électronique à une autre : « $\Delta E = h\nu$ » où h est la constante de Planck et ν est la fréquence du photon absorbé. Généralement seuls les électrons externes de l'atome sont concernés.

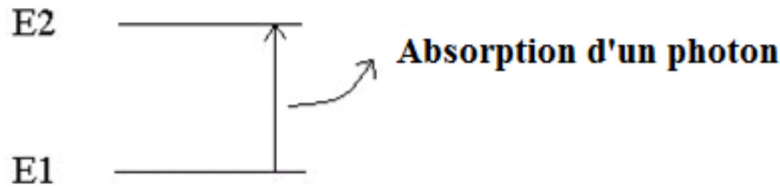


Figure II.3 : Schéma d'une transition électronique.

Les photons absorbés étant caractéristiques des éléments absorbants, et leur quantité étant proportionnelle au nombre d'atomes d'élément absorbant selon la loi de distribution de Boltzmann, l'absorption permet de mesurer les concentrations des éléments à doser. L'analyse par absorption atomique utilise la loi de Beer- Lambert.



Figure II.4 : Principe de l'absorption atomique.

➤ La loi d'absorption atomique :

L'intensité de l'absorption dépend directement du nombre de particules absorbant la lumière selon la loi de Beer Lambert selon laquelle l'absorbance est proportionnelle au coefficient d'absorption spécifique a , au trajet b et à la concentration c

Avec :

$$A = abc$$

$$\text{Ou } A = \log I_0/I$$

I : intensité après absorption atomique.

I_0 : intensité initiale de la source lumineuse.

Cependant en pratique, cette relation n'est pas toujours vérifiée. On n'obtient pas toujours un droit d'étalonnage. C'est le cas si la concentration est trop élevée. La gamme de dosage est le domaine dans lequel la droite d'étalonnage est pratiquement une droite. Il est limité pour les faibles concentrations par la limite de détection et pour les fortes concentrations par l'erreur sur la fidélité : à une très forte variation de

concentration correspond une faible variation de l'absorbance. La gamme de dosage est généralement donnée par le constructeur. Elle dépend de la raie de dosage utilisée.

➤ **Instrumentation de base :**

Le dispositif expérimental utilisé en absorption atomique se compose d'une source, la lampe à cathode creuse, d'un brûleur et un nébuliseur, d'un monochromateur et d'un détecteur relié à un amplificateur et un dispositif d'acquisition.

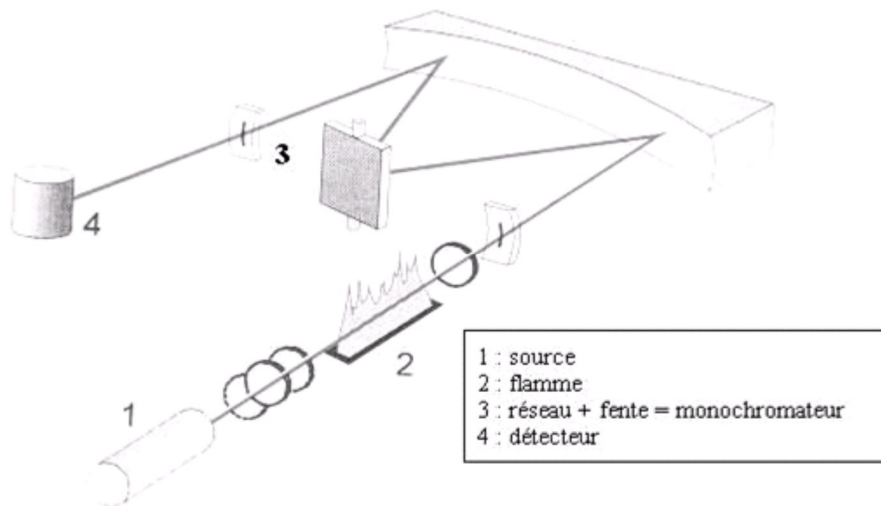


Figure II.5: L'appareillage en spectrométrie d'absorption atomique.

✓ **La lampe à cathode creuse :**

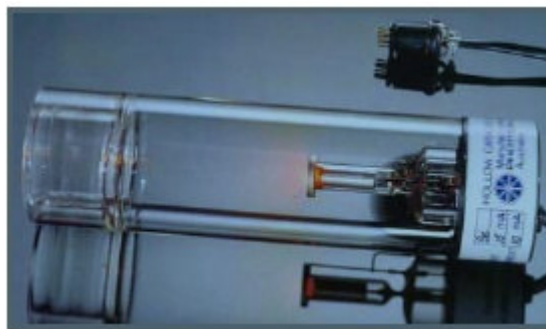


Figure II.6 : La lampe à cathode creuse.

La lampe à cathode creuse est constituée par une enveloppe de verre scellée et pourvue d'une fenêtre en verre ou en quartz contenant une cathode creuse cylindrique et une anode. La cathode est constituée de l'élément que l'on veut doser. Un vide poussé est réalisé à l'intérieur de l'ampoule qui est ensuite remplie d'un gaz rare (argon ou néon) sous une pression de quelques mm d'Hg. Lorsqu'on applique une différence de potentiel de quelques centaines de volts entre les deux électrodes, une décharge s'établit.

Le gaz rare est alors ionisé et ces ions bombardent alors la cathode, arrachant des atomes à celle-ci. Ces atomes sont donc libres et sont excités par chocs : il y a émission atomique de l'élément constituant la cathode creuse. La particularité du rayonnement ainsi émis est qu'il est constitué de raies très intenses et très fines.

✓ **Le nébuliseur**

L'échantillon à analyser est en solution. Celle-ci est aspirée au moyen d'un capillaire par le nébuliseur. A l'orifice du nébuliseur, du fait de l'éjection d'un gaz à grande vitesse, il se crée une dépression (effet Venturi). La solution d'analyse est alors aspirée dans le capillaire et à la sortie, elle est pulvérisée en un aérosol constitué de fines gouttelettes. Cet aérosol pénètre alors dans la chambre de nébulisation dont le rôle est de faire éclater les gouttelettes et d'éliminer les plus grosses. Ce brouillard homogène pénètre alors dans le brûleur.

✓ **La flamme – atomisation**



Figure II.7 : La flamme – atomisation.

L'aérosol pénètre dans le brûleur puis dans la flamme. Au bout d'un certain parcours au seuil de la flamme, le solvant de la gouttelette est éliminé, il reste les sels ou particules solides qui sont alors fondus, vaporisés puis atomisés. La flamme air acétylène est la plus répandue et permet de réaliser le dosage de nombreux éléments. Sa température est de 2500°C environ. A la place d'une flamme, on peut également utiliser un four cylindrique en graphite pour atomiser l'échantillon. La lumière qui quitte la source n'est pas monochromatique. On obtient un spectre de raies contenant :

- les raies de l'élément à doser,
- les raies du gaz de remplissage dans la source,

- les raies d'éventuelles impuretés,
- les raies de l'atomiseur (flamme).

Le rôle du monochromateur consiste à éliminer toute la lumière, quelle que soit son origine, ayant une longueur d'onde différente de celle à laquelle on travaille.

✓ **Le détecteur**

Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur. Ce dernier mesure les intensités lumineuses nécessaires au calcul des absorbances. Il est relié à un amplificateur et un dispositif d'acquisition. On détermine :

Absorbance spécifique = Absorbance totale – Absorbance non spécifique

L'absorption spécifique est due à l'élément à doser (sur une raie). L'absorption non spécifique est due à l'absorption continue de la matrice. Des mesures permettent la correction des absorptions non spécifiques. [6]

➤ **Perturbations physiques et chimiques**

Un élément est dosé par absorption de sa raie la plus intense. Cependant, plusieurs facteurs peuvent affecter la position des raies donc conduire à des dosages inexacts.

Les interférences perturbant l'analyse sont de quatre types :

- ✚ chimique,
- ✚ d'ionisation,
- ✚ physique,
- ✚ spectrale.

▪ **Interférences spectrales (= absorptions non spécifiques) :**

Ces phénomènes ont leur siège dans la source d'atomisation et affectent la mesure spectrale d'absorbance de l'analyte :

- par superposition de raies : raie de l'élément à doser et raie appartenant à un autre élément.
- par superposition d'absorbances provenant de molécules.
- par la diffusion de la lumière incidente sur des particules solides ou liquides présentes dans l'atomiseur.

Elles se traduisent souvent par une translation de la droite d'étalonnage établie en milieu complexe, par rapport à celle obtenue en milieu simple (interférences additives).

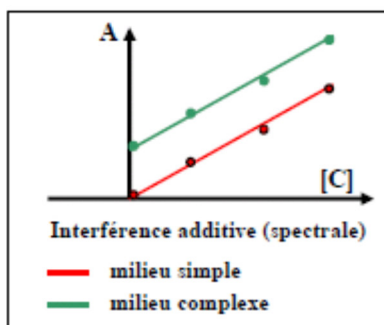


Figure II.8 : Interférences spectrales.

▪ Correction des interférences spectrales

Le rôle des correcteurs est de mesurer automatiquement les absorbances non spécifiques dues aux interférents en tout genre afin de les soustraire de l'absorbance.

Lors des réglages préliminaires de l'appareil (c.à.d. en l'absence d'échantillon), il faut ajuster $\log I_0/I = 0$ si on veut obtenir une mesure correcte.

▪ Interférences chimiques

Elles sont dues au fait que certains sels métalliques sont difficiles à atomiser, ou qu'ils forment des oxydes réfractaires dans la flamme.

L'anion qui accompagne le cation que l'on dose joue un rôle important dans ce cadre : Exemple : Le CaCl_2 est plus facile à atomiser, donc plus facile à doser que du Ca sous forme de $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$: phosphate tricalcique.

Donc, on n'utilise jamais l'acide phosphorique comme acide redissoudre les échantillons après minéralisation, car il forme des phosphates difficiles à atomiser.

▪ Correction des interférences chimiques

Il faudra faire l'étalonnage et les dosages sous la même forme saline ; par exemple, si on dose du Ca dans CaCl_2 , on prendra CaCl_2 pour faire la gamme d'étalonnage.

▪ Interférences physiques

Elles sont généralement liées aux propriétés physiques des solutions étudiées (changement de viscosité entre les étalons et les échantillons).

Si la solution dans laquelle on veut doser un métal donné renferme un ou plusieurs autres ions en concentration importante, quand on va provoquer la nébulisation de la solution dans une flamme, ces autres sels métalliques s'insolubilisent.

⇒ Il ya formation de petites particules qui vont physiquement provoquer des perturbations, car ils dispersent la lumière.

Ce phénomène est appelé le scattering effect : effet de diffusion de la lumière par des particules qui s'insolubilisent dans la flamme.

▪ Correction des interférences physiques

- On fait une mesure à la longueur d'onde de la raie de résonance.

⇒ On a l'absorption atomique, et la diffusion de la lumière par les particules.

- On se place à une longueur d'onde complètement différente de la raie de résonance :

⇒ Le métal n'absorbe plus.

Mais il ya toujours la diffusion de la lumière par les particules qui s'insolubilisent.

- On fait la différence des 2 mesures : d'où l'absorption du métal que l'on veut doser.

Les interférences chimiques et physiques entraînent un changement de pente de la droite par rapport à la droite d'étalonnage établie en milieu simple.

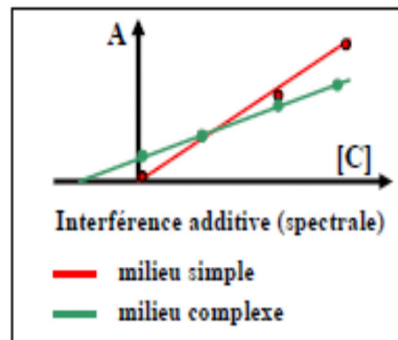


Figure II.9 : Interférences physiques.

▪ Interférences d'ionisation

Les interférences d'ionisation se rencontrent lorsque l'analyte est un élément facilement ionisable, car tout atome qui s'ionise ne peut plus être dosé. On choisit donc des conditions de température qui permettent d'éviter l'ionisation.

Cependant, on ne peut pas toujours l'éviter : la présence d'un autre élément plus facilement ionisable modifie l'équilibre d'ionisation de l'analyte. Il peut être ajouté sciemment afin de diminuer l'ionisation de l'analyte (effet tampon) et donc accroître l'absorbance.

▪ Correction des interférences d'ionisation

Si on veut doser les alcalino-terreux (ex : Ca), pour éviter l'ionisation, on ajoute dans la solution à doser des éléments qui s'ionisent davantage (ex : un alcalin)

⇒ Le Ca est protégé.

- Pour doser les alcalins, il existe un élément qui s'ionise plus facilement qu'eux : un sel de tantale.

⇒ Il y a protection de l'alcalin, car ce sel supporte l'ionisation.

➤ Dosage par absorption atomique

La courbe d'étalonnage est déterminée de deux manières différentes :

Étalonnage direct → matrice simple (un seul élément à doser)

Méthode des ajouts dosés → matrice complexe ou inconnue. [7]

b) Émission atomique**➤ Définition**

L'émission atomique est une méthode d'analyse élémentaire qualitative et quantitative basée sur le phénomène d'émission du rayonnement électromagnétique UV-Visible par les vapeurs atomiques dans un domaine énergétique de l'ordre des transitions électroniques.

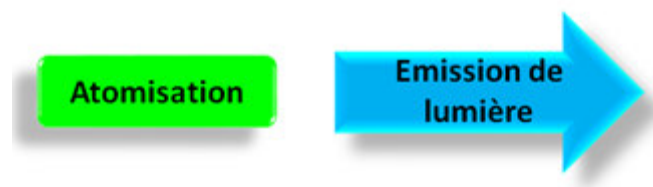
➤ Le principe de la méthode

Figure II.10: Principe de la spectrométrie d'émission atomique.

⇒ L'échantillon est introduit au niveau de l'atomiseur, ce dernier joue un double rôle :

- Production de vapeurs atomiques.
- Excitation des atomes.

⇒ Après excitation, le retour à l'état fondamental est accompagné d'émission de rayonnements spécifiques de l'élément à doser (ou des éléments à doser).

⇒ L'intensité du rayonnement émis est proportionnelle à la concentration de l'analyte considéré.

En SEA, il existe deux types d'atomiseurs :

⇒ La flamme (Photométrie d'émission de flamme).

⇒ La torche à plasma (Spectrométrie d'émission optique à plasma par couplage inductif).

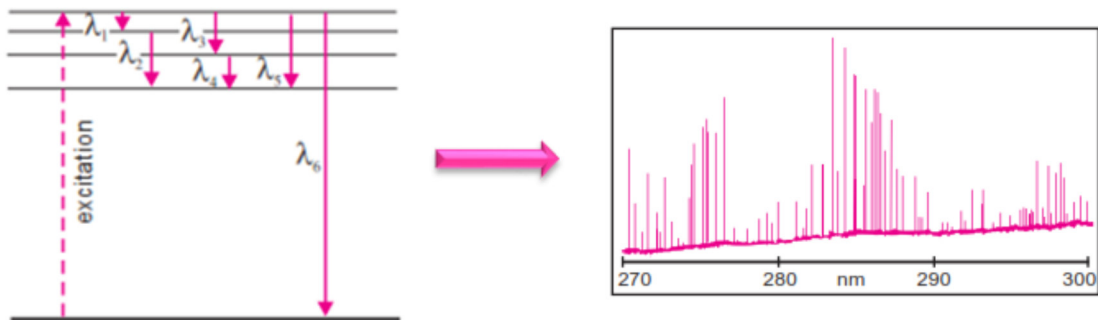


Figure II.11 : Transitions énergétiques pendant l'émission atomique.

➤ Appareillage



Figure II.12: Appareillage d'un photomètre d'émission de flamme.

➤ La flamme

Atomisation de l'échantillon et excitation des atomes réduits en vapeurs.

➤ Le filtre interférentiel

Permet de sélectionner la raie de résonance de l'élément à doser.

➤ Raie de résonance

Il s'agit de la raie la plus intense du spectre d'émission atomique qui correspond à la transition la plus facile et la moins énergétique.

➤ Photomultiplicateur

Permet la conversion des rayonnements émis en courant électrique qui sera amplifié et mesuré par un ampèremètre.

NB

- La photométrie de flamme est une technique très ancienne dont l'appareillage n'est pas très sophistiqué.
- Comme la température de la flamme n'est pas très élevée (environ 2000 °K), les photomètres les plus courants permettent surtout le dosage des métaux alcalins: Potassium, Sodium, Lithium ...

Lorsqu'un atome est chauffé ou qu'il subit une décharge électrique, un de ses électrons de sa couche périphérique (ou plus rarement des couches internes) passe du niveau fondamental à un niveau d'énergie supérieur appelé niveau d'état excité. Ce phénomène s'appelle l'absorption. Lorsque l'électron redescend, il réémet de l'énergie sous forme lumineuse (photon) : c'est l'émission. [7]

Ces deux phénomènes peuvent être exploités pour servir de méthodes d'identification.

NB

- La SEA permet une analyse élémentaire qualitative de composition, c'est-à-dire, qu'il est possible d'identifier les éléments d'un échantillon de composition inconnue contrairement à la SAA, où on ne dose que l'élément pour lequel le spectromètre a été préparé par le choix de la lampe de l'élément à analyser.
- Après excitation, pour chaque atome, il existe une centaine de possibilités de retour à l'état fondamental et pour chacune un rayonnement de longueur d'onde spécifique est émis. Ainsi, le spectre de l'émission atomique présente plusieurs raies d'émission, qui constituent une empreinte de l'élément à doser tandis qu'en SAA, les mesures se font sur une longueur d'onde, sélectionnée par la bande passante (le spectre présente une seule bande d'absorption).

II.5.3. Dosages particuliers

Après cette revue rapide des principales techniques d'analyse des alliages d'aluminium, nous grouperons ci-dessous des méthodes qui, avec ces mêmes techniques, sont utilisées pour des dosages moins courants ou ayant des applications spéciales.

Gaz,- dans la métallurgie de l'aluminium, on attache une importance particulière à la teneur en hydrogène (apporté par l'humidité, les hydrocarbures, etc...). La méthode actuellement la plus courante est l'extraction sous vide (Jauge de Mac-LEOD). Il a été créé des appareils capables d'effectuer ce dosage « en routine », sur des échantillons d'environ 10 g, à raison de 20 déterminations hebdomadaires par appareil.

Pour l'azote (nitrures), la méthode la plus courante est tirée du principe de dosage de l'azote organique (KJELDAHL), en terminant le dosage par une colorimétrie de l'ammoniac.

Pour l'oxygène (oxydes), le dosage se fait indirectement en dosant l'alumine incluse, par l'une des trois voies chimiques ci-après.

-voie humide- mise en solution de l'aluminium au moyen d'une solution aqueuse de chlorure cuivrique ; séparation de l'alumine par filtration, purification du résidu et pesée (EHRENBERG). Attaque ménagée de 5g environ, par HCL (1 partie d'eau et 2 partie d'HCL d=1016) à froid (2 à 4 heures). Solubilisation du Cu, le cas échéant, par ClO_4K , en fin d'attaque. Filtration sur filtre colmaté à la pulpe de papier, lavage jusqu'à disparition de l'anion Cl. Calcination et pesée en creuset de platine. Cette méthode permet aussi une évaluation approchée du silicium à l'état de SiO_2 (TOURNAIRE).

- voie liquide anhydre- . Attaque au brome-méthanol (WERNER). Cette méthode se termine actuellement par une colorimétrie à l'aluminon [L'**aluminon** est un composé organique de plusieurs acides salicyliques. C'est un indicateur principalement utilisé pour détecter la présence de l'ion aluminium, Al^{3+} en solution], après calcination et purification du premier résidu. La dernière mise au point date de 1961 (BERTOLDI et CASALVOLONE). Cette méthode permet le dosage d' Al_2O_3 dans des alliages à 13% de Si (ALPAX) et dans le silicium métallique.

-voie gazeuse-. Elimination de l'aluminium par le chlore ou l'acide chlorhydrique gazeux, sec et exempt d'oxygène. Cette méthode (URECH) se termine maintenant par une mesure photométrique à l'ério-chrome-cyanine, de l'Al combiné à l'oxygène (dernière étude faite en 1958 par MATELLI et ATTINI). [2]

Dosage du silicium sous ses différentes formes

Il s'agit de doser la part du silicium total qui peut se trouver dans les alliages, soit à l'état de SiO_2 (impureté), soit à l'état de siliciure de Mg dissous dans l'Al, ou du même siliciure en phase séparée, soit à l'état de silicium dissous dans l'Al, soit enfin, à l'état de Si graphitoïde. Par une attaque chlorhydrique et à l'aide d'un appareil simple (TOURNAIRE), une évaluation très satisfaisante de ces 4 états est relativement facile et a rendu de grands services dans l'étude de l'évolution du Si dans les alliages AL-Mg-Si, en relation avec les traitements thermiques. [2]

II.6. Le choix d'une méthode de dosage

La principale qualité que l'on demande à une méthode de dosage est de donner des résultats semblables sur un même échantillon, quel que soit le laboratoire qui l'utilise. C'est l'amélioration constante de cette reproductibilité ou fidélité, qui justifie les discussions et échanges de travaux entre divers groupes de spécialistes, sur le plan de chaque nation, comme au niveau international.

La reproductibilité dépend, tout d'abord, de la spécificité de la réaction ou de la technique choisies, en désignant par spécificité l'aptitude d'une méthode à éviter « l'interférence » des autres éléments simultanément présents. Mais, la spécificité pouvant être influencée par la variation des proportions relatives, les modes opératoires doivent être établis en fixant les limites supérieures des éléments qui peuvent interférer (on limite, par exemple, à 4%, la teneur en nickel dans la méthode de dosage photométrique du fer à l'O-phénantroline). Ces phénomènes d'interférence ne sont d'ailleurs pas une exclusivité des techniques chimique et physicochimique.

La sensibilité, c'est-à-dire, le seuil de teneur au-dessus duquel le dosage est possible est un autre facteur qui doit intervenir dans le choix d'un réactif ou d'une technique. Une sensibilité trop grande peut limiter l'emploi d'une technique, en diminuant la précision pour les fortes teneurs de quelques éléments, de même qu'une sensibilité faible peut interdire l'emploi d'une méthode pour les basses ou très basses teneurs.

En fin la rapidité, facteur de productivité, peut imposer une technique, surtout lorsqu'il est possible, sans autre dommage, de consentir quelques sacrifices sur la précision. [2].

III.1. Introduction

lorsque le nombre d'analyses à effectuer est important on emploie de plus en plus des spectrographes à lecture directe, avec lesquels le manipulateur, à part la surveillance et l'approvisionnement du spectrographe en échantillons préparés, n'a plus d'autres opérations à effectuer que celles de presser sur des boutons et de lire des résultats inscrits.

Certains appareils récents peuvent même fournir une fiche d'analyse imprimée, après passage par un calculateur électronique intégré. Malgré le prix élevé d'installations de ce genre, leur succès est grand et les progrès dus à l'émulation technique et commerciale se poursuivent.

III.2. La spectrométrie de masse

La spectrométrie de masse est une technique permettant de détecter, d'identifier et de quantifier des molécules d'intérêt par mesure de leur masse.

➤ Le principe de la méthode

Son principe réside dans la séparation en phase gazeuse de molécules chargées (ions) en fonction de leur rapport masse/charge (m/z).

De plus, la spectrométrie de masse permet de caractériser la structure chimique des molécules en les fragmentant.

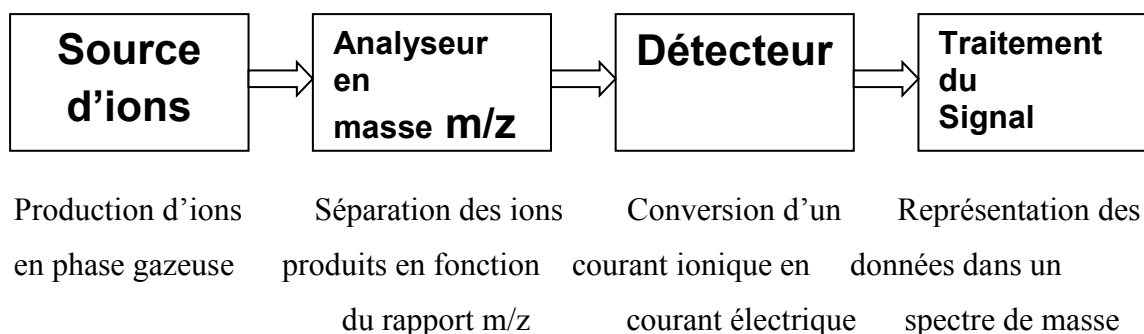


Figure III.1 : Schéma du spectromètre de masse : source-analyseur-détecteur.

➤ Résumé des caractéristiques de la spectrométrie de masse

- très sensible : quelques atomes les sont détectées
- haute résolution permet de distinguer les isotopes naturels d'un élément
- analyse rapide (quelque msec) et compatible avec des mélanges séparés par chromatographie liquide en ligne
- génère de nombreuses données : spectres MS, MS/MS qui renseignent sur la structure de biomolécules
- compatible avec l'étude de mélanges hautement complexes comme un protomé entier.[9]

III.3. Spectrométrie X

Appliquée à l'analyse depuis seulement une dizaine d'années, la spectrométrie X est, à plusieurs titres, de plus en plus considérée comme une extension et un complément de la spectrographie d'émission, dont elle semble appelée, dans une certaine mesure, à prendre le relais.

Bien qu'elle puisse être utilisée en absorption à des fins analytiques, la spectrométrie X n'a guère été abordée que du point de vue de l'émission directe ou de la fluorescence en utilisant le phénomène suivant : Lorsqu'un faisceau de RX pénètre dans la matière, le rayonnement subit un affaiblissement dépendant de sa répartition spectrale et du nombre atomique de l'absorbant. Une partie de l'énergie absorbée réapparaît sous forme d'un rayonnement secondaire de longueur d'onde différente, dit «de fluorescence» et, en conséquence de l'effet photoélectrique, les atomes, plus ou moins profondément ionisés, sont le siège de déplacements ou mutations électroniques, donnant naissance à un spectre très pur de raies caractéristiques, ou spectre de fluorescence de l'atome.

Les spectrographes à fluorescence X actuellement réalisés et en fonctionnement diffèrent peu, dans leurs grandes lignes, des dispositions adoptées pour la radiocristallographie. Schématiquement, l'échantillon est placé le plus près possible du tube émetteur de R.X, en position horizontale; il est frappé par un rayonnement incident de courte longueur d'onde et le spectre secondaire de fluorescence est canalisé par un collimateur sur un cristal analyseur. Ce dernier agit comme un réseau de diffraction, en séparant les radiations composantes qu'il réfléchit en cours de rotation selon les angles privilégiés de BRAGG.

La radiation est alors détectée par un tube compteur de GEIGER, qui transmet les impulsions reçues à une unité électronique de comptage.

La méthode la plus courante de mesure est la totalisation des impulsions pendant une période déterminées et l'évaluation du pourcentage recherché des éléments constituants se fait par comparaison avec les données d'un échantillon servant d'étalon.

Le rendement de la méthode est mauvais pour les éléments à numéro atomique faible, mais s'applique aux solides (poudres, etc....) ou aux liquides (dissolutions de métaux et alliages) et convient particulièrement aux dosages de fortes teneurs, pour lesquels la spectrographie d'émission par étincelles est peu indiquée ou défailante.[2]

III.4. Analyse par isotopie

Certains éléments, bombardés par des neutrons, peuvent donner naissance à des isotopes radioactifs, dont les noyaux, instables, se décomposent suivant une loi de décroissance exponentielle qui leur est propre.

Chaque isotope radioactif est caractérisé par sa « période », temps nécessaire pour que sa radioactivité baisse de moitié.

L'isotope de l'aluminium a une période de 2,4 minutes, alors que celle du manganèse est de 2.6 heures, celle du silicium de 2.8 heures, celle du cuivre de 12,8 heures et celle du sodium de 15 heures.

La période de l'aluminium, étant très courte, ne gêne pas et l'on a pu ainsi mettre au point des méthodes de dosage d'impuretés à l'état de traces, méthodes qui se sont avérées précieuses, aussi, pour l'étude métallurgique des migrations et ségrégations aux stades macro-, micro- et submicroscopiques.

On peut doser ainsi 0.01 ppm de Cu, 0.1ppm de Na, 0.01ppm de Mn, etc. ... après irradiation de quelques jours par un flux de neutrons thermiques de 10^{22} neutrons/cm²/s. Il peut sembler osé ou dangereux de doser le sodium par son isotope, alors que Na_{10}^{24} est un produit de « transmutation » de l'aluminium, mais cette transmutation ne peut se produire de façon notable que sous un flux de neutrons suffisamment énergiques (neutrons rapides).

D'autre part, on élimine l'influence des phénomènes parasites, en irradiant parallèlement deux fractions du même échantillon, dont l'une sous écran de cadmium, qui arrête les neutrons thermiques, ainsi qu'un étalon de sodium enfermé avec elles; de

plus , on élimine l'interférence du gallium en l'absorbant , après dissolution des échantillons dans une colonne de résine échangeuse qui le retient quantitativement .[2]

❖ Exemple de Spectromètre des alliages d'aluminium

Pour les alliages d'aluminium en utilise le SPECTROLAB.

Le spectromètre SPECTROLAB, est un appareil destiné pour déterminer la composition chimique des alliages légers (Aluminium et Magnésium).

1) Définition

Le spectromètre SPECTROLAB est de type Spectromètre à Emission Optique, ce type d'analyse est classé parmi les techniques de spectrométrie de précision par la qualité élémentaire et quantitative.

Le SPECTROLAB est un système d'analyse modulaire, tous les composants sont facilement accessibles, ce qui rend l'appareil facile à entretenir, les panneaux du fond et des cotés sont fixés avec des connecteurs rapides, le statif d'étincelage et le serre-échantillon sont placés à l'avant de l'appareil, et travaillant dans un milieu a argon pour faire échapper les oxydes émanant de l'étincelage de l'échantillon à l'état plasma. L'optique du spectromètre est équipée de 21 canaux analytiques, correspondant à 21 éléments chimiques.

Le spectromètre est constitué essentiellement de :

- La source
- Le système optique
- L'électronique associée.

2) Description du système

a) La source : elle est sous forme d'un statif d'étincelage, L'échantillon à mesurer est placé sur ce dernier constitué d'un bloc massif jouant le rôle d'une anode et une cathode pour pouvoir débiter une charge électrique, portant ainsi l'échantillon en un état plasma en excitation électronique.

L'excitation des atomes est nécessaire pour créer un état excité de la matière sous forme d'un rayonnement électromagnétique et acheminé ainsi vers une fenêtre optique.

b) Le système optique : Situé dans la partie inférieure de l'appareil, le système optique selon Paschen-Runge est constitué d'un châssis en forme de A, sur lequel sont fixées la fenêtre d'entrée du paquet d'onde, qui sera séparé par le réseau holographique en différentes longueurs d'ondes du dit paquet, et les dirigés adroitement vers des

photomultiplicateurs servant de détecteurs de comptage par effet photoélectrique et chaque photomultiplicateur est dédié pour une longueur d'onde correspondante à chaque élément chimique.

C) L'électronique associée : est dotée d'un Convertisseur Analogique Numérique qui traduit toutes les mesures collectées en une distribution qualitative et quantitative en pourcentage par rapport à l'élément de base qui est l'aluminium.

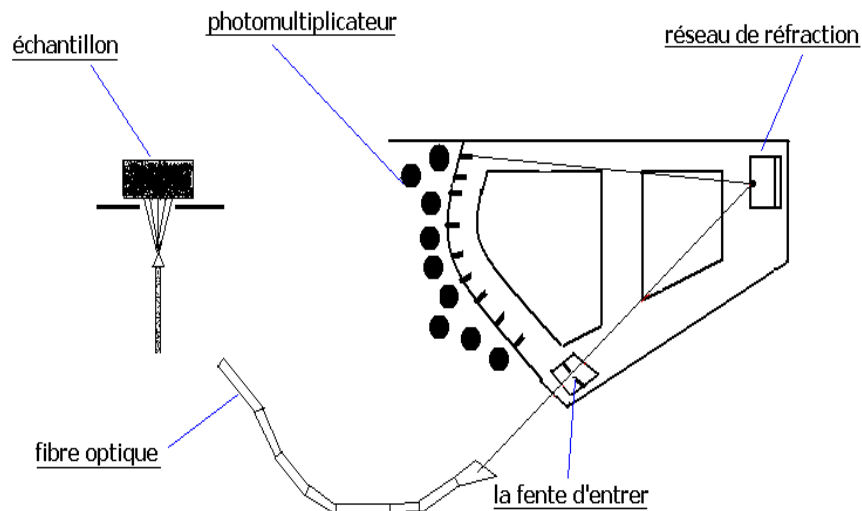


Figure III.2 : Schéma du principe de fonctionnement de « SPECTROLAB ».

III.5. identification des défauts par l'analyse spectrométrique

III.5.1. L'Analyse spectrométrique des huiles usagées

1) Définition

Dans le passé, la stratégie de la maintenance préventive était basée essentiellement sur l'optimisation des périodes d'inspection et de remplacement des pièces de rechange. Les actions de maintenance sont généralement effectuées sur la base des recommandations du constructeur ou de l'historique des usures survenues dans les matériels. En effet, certaines pièces, les huiles de lubrification, les fluides hydrauliques et les filtres sont à remplacer après une durée calendaire ou un certain volume horaire de fonctionnement.

Dans le domaine aéronautique, ce concept de maintenance systématique, adopté après la deuxième guerre mondiale, présente un inconvénient majeur de son coût élevé dû au remplacement excessif des pièces.

Actuellement, la stratégie de maintenance s'oriente de plus en plus vers le concept prédictive ou conditionnelle sur la base de programme réel mettant en œuvre des tests périodiques d'analyse de signature vibratoire d'huiles usagées, de contrôle non destructif et de performances de vol pour atteindre les objectifs suivants :

- ✓ Réduction des coûts de maintenance ;
- Détection anticipée des pannes, limitation des dommages secondaires, prévention des destructions totales ;
- ✓ Amélioration de la disponibilité des équipements ;
- éviter les pannes imprévues et les indisponibilités non programmées ;
- ✓ Amélioration de la sécurité des vols ;
- avec certains équipements, les pannes peuvent être dangereuses ;
- ✓ Réduction de la consommation de lubrifiant ;
- extension des intervalles de remplacement des huiles ;
- ✓ Extension de la vie en service des équipements ;
- amélioration de l'entretien et des pratiques de maintenance.

L'analyse des huiles est une technique dédiée, exclusivement, à la prédiction de l'état d'usure de pièces ou d'assemblages.

En effet, en analysant périodiquement des échantillons d'huiles prélevées d'un moteur ou d'une boîte de transmission, l'état de dégradation d'un revêtement métallique d'une pièce ou d'un assemblage est cerné par la simple détermination des concentrations des dépôts métalliques induits dans cette huile au regard des caractéristiques physico-chimiques.

2) Programme de surveillance par analyse spectrométrique des huiles

⇒ Objectif

L'étude de l'évolution de la concentration des particules en suspension, apporte des informations intéressantes sur le comportement des pièces lubrifiées et permet de dépister une éventuelle anomalie (usure) avant qu'elle ne se transforme en avarie.

⇒ Outil

Durant les travaux d'expérimentations, Le spectromètre à émission atomique (AES) "Spectroil M" de type ROTROD, a été employé pour effectuer les analyses spectrométriques des huiles. Le principe de fonctionnement de la spectrométrie à

émission atomique est basée sur l'ignition d'un échantillon d'huile à haute température, cette tâche est assurée dans le Spectroil M par un système d'électrodes en baguette et disque, créant ainsi une décharge en arc oscillant portant ainsi l'échantillon d'huile à un état plasma où tous les atomes des débris présents seront énergétiquement excités.

Les atomes ainsi excités vont se désexciter en émettant des ondes caractéristiques pour chaque élément, le paquet d'onde émis, sera acheminé à travers une fenêtre optique vers un réseau holographique (principe du prisme), séparant les différentes longueurs d'ondes caractéristiques de chaque élément chimique dans un système optique (cercle de ROWLAND) et détectée chacune par un photomultiplicateur, qui transforme l'impulsion photonique en une grandeur électrique caractéristique pour chaque longueur d'onde (courant électrique mesurable). Les impulsions électriques en question seront amplifiées, numériquement converties et présentées sous forme de concentrations mesurables et indicatives.

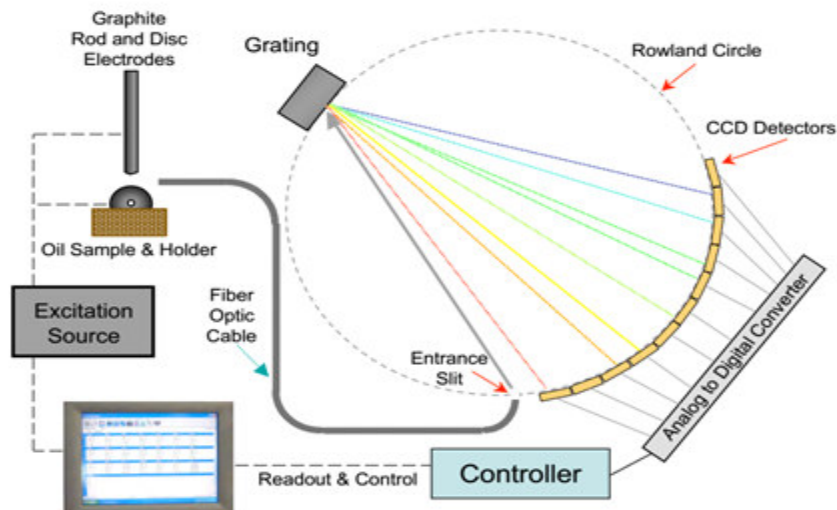


Figure III.3: Principe de fonctionnement d'un spectromètre à émission atomique type ROTROD.

⇒ Aspects importants

Rappelons-nous que nous essayons de mesurer de petites concentrations de particules et de prendre la décision de sûreté en utilisant l'analyse spectrométrique des huiles comme technique de surveillance :

1. Toutes les procédures doivent être suivies pendant le processus complet ;
2. Des points de repères réguliers doivent être recueillis pour chaque composant ;
3. L'huile recueillie doit être représentative du composant ;
4. Le spectromètre doit être bien calibré ;

- Entretien périodique de l'équipement ;
- Validité opérationnelle des standards de calibrage ;
 5. Tous les facteurs qui pourraient affecter les résultats doivent être complètement enregistrés ;
- Changements d'huile ;

⇒ **Procédure de prélèvement des échantillons d'huiles**

Pour que les résultats d'analyses soient représentatifs des phénomènes d'usures du composant surveillé, il est indispensable que les échantillons soient prélevés avec le plus grand soin en respectant les règles élémentaires suivantes :

- 1- Faire tourner l'Aéronef au sol pendant une durée minimale de 12 minutes ;
- 2- Prise de l'échantillon dans un délai maximum de 20 minutes, après l'arrêt, et tenir compte des points suivants :
 - ✓ Utilisation d'un flacon (récipient) d'échantillonnage sec et exempt de polluants ;
 - ✓ Bien renseigner l'étiquette de la bouteille d'échantillon d'huile ;
 - Connaître de quel composant l'huile a été prise (pas seulement le numéro de l'aéronef) ;
 - ✓ Renseigner " la fiche technique d'analyse" ;
 - Les numéros de série, temps d'exploitation, quantités d'huiles de remise à niveau ;
 - ✓ Assurer la propreté absolue - la plus petite contamination affectera les résultats ;
 - Nettoyer le point de prélèvement d'huile sur le composant ;
 - La bouteille et le tuyau ne doivent pas toucher la surface du composant ;
 - La bouteille doit être ouverte JUSTE AVANT la prise d'échantillon ;
 - Fermer la bouteille JUSTE APRÈS la prise de l'échantillon ;
 - ✓ Prélever l'huile à une profondeur n'excédant pas 25mm le fond du carter
 - ✓ Jeter les premiers 100ml d'huile, prélever les 100ml d'huile suivants (l'échantillon)
 - ✓ Envoi du premier échantillon accompagné d'un échantillon d'huile neuve correspondante issue de la même livraison afin de pouvoir suivre de manière relativement précise l'évolution de ses caractéristiques et de sa contamination en service.
 - ✓ Analyse des échantillons d'huile en tenant compte du calibrage et de l'entretien dans les limites calendaires préconisées (La non adhésion à ces

conditions rendra les résultats sans signification - comme c'est le cas pour n'importe quel instrument de mesure).

⇒ Analyse et diagnostique

L'analyse des résultats et le diagnostic des faits sont exécutés individuellement pour chaque composant, elles se basent essentiellement sur la comparaison entre la ligne de base du composant " NORMAL ", et le comportement observé sur :

- ✓ La valeur absolue de concentration (minimum, maximum et moyenne) ;
 - ✓ Changements de concentrations en fonction du temps (tendances).
- En générale la courbe ci-dessous établi du modèle statistique de tendance à l'usure, tout en illustrant la criticité de l'usure en fonction de la variation des concentrations des particules générées dans l'huile :
 - Les niveaux de concentration sont comparés au comportement normal du composant.
 - Les tendances sont très importantes, aussi bien que les valeurs absolues de concentration.

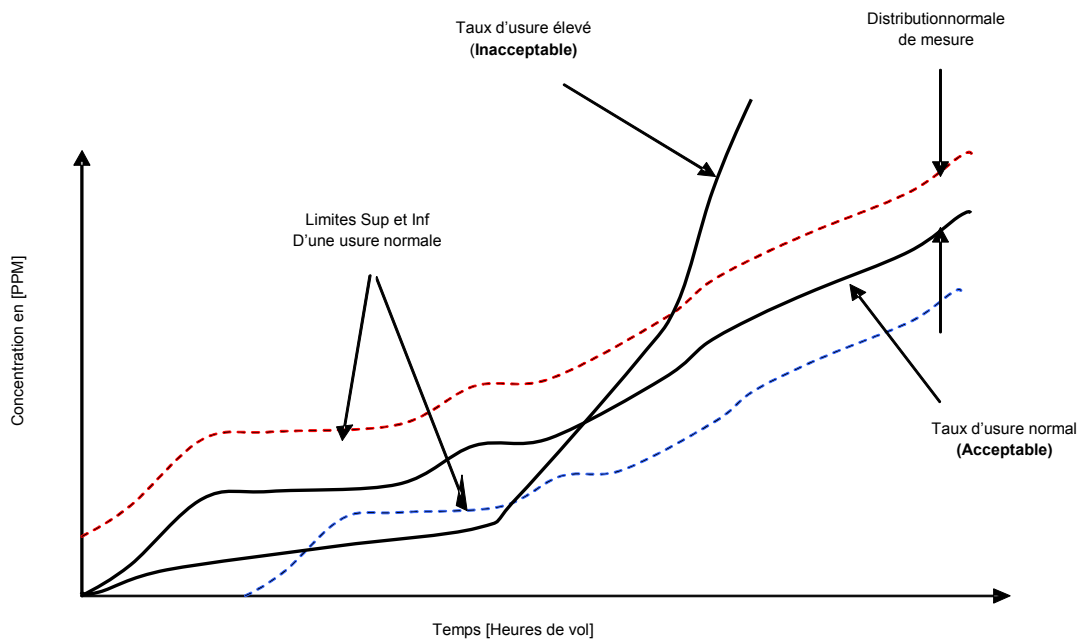


Figure III.4 : Le modèle statistique de tendance à l'usure.

Toutes les données disponibles concernant la conception technologique des différentes pièces du composant doivent être réunies et bien prises en compte. On cite quelques exemples de données générales et spécifiques

:

⇒ Le taux d'usure

D'une façon générale, les phénomènes d'usures lentes des pièces lubrifiées par l'huile subissent 3 phases d'évolution successives bien distinctes, sur le schéma suivant :

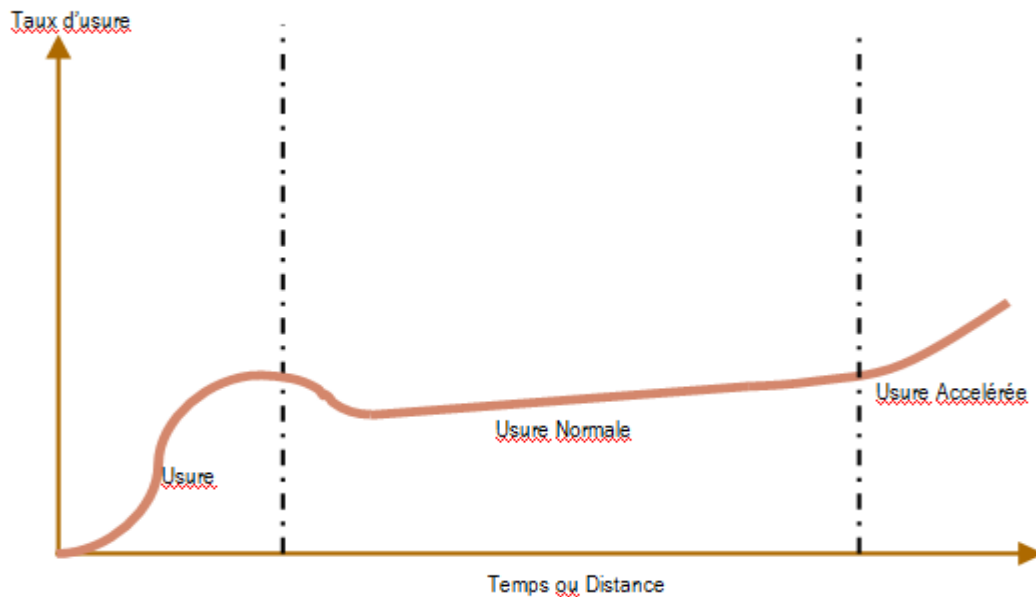


Figure III.5: Evolution du Taux d'usure en cours d'exploitation.

Phase 1 : Usure de rodage

Cette phase correspond à la période de rodage; elle peut apparaître lors de la mise en service d'un moteur ou d'une boîte de transmission, pour lequel les pièces du circuit d'huile ont été partiellement ou totalement remplacées.

Phase 2 : Usure normale

C'est la phase dite d'usure normale, la valeur moyenne des taux d'usure est en général très faible et fonction de la nature des pièces; la durée de cette période varie d'un moteur à l'autre et peut être relativement longue.

Phase 3 : Usure accélérée

Cette phase est la période de détérioration: sa durée est en fonction de la nature de la dégradation; elle peut s'étendre de 50 heures à plusieurs centaines d'heures de fonctionnement avant rupture de la pièce incriminée ou avant que les dommages secondaires ne se manifestent par une anomalie de fonctionnement mise en évidence au cours d'un vol.

⇒ Carte technologique des principaux contaminants d'usure et leurs origines probables

Tableau III.1 : Carte technologique des principaux contaminants d'usure et leurs origines probables.

Eléments	Type de matériaux générateur	Pièces probablement atteintes
Fe	Usure et corrosion de tous les aciers et fontes	segments, chemises, cames, soupapes, vilebrequin, engrenages, paliers etc...
Ag	Revêtement d'argent à antifriction	de certains moteurs et pompes hydrauliques, Revêtement de portées de roulements
Ti	Usure et corrosion d'aciers rapides et de fontes spéciales au titane	chemises de certains moteurs, Revêtement de portée interne de roulement, joint rotatif air/huile
Ni	Usure et corrosion de certains aciers alliés, acier inox, alliages réfractaires, fontes alliées	soupapes, et pièces nickelées. (Ni-Cr, Ni-Cr-Mo), roulements et paliers.
Cr	Usure des pièces chromées, d'aciers alliés, d'aciers inoxydables, de fontes alliées, aciers et fontes alliées	Roulements, Cages de roulement, pistons, segments chromés, inhibiteurs de liquides de refroidissement.
Cu	Usure de corrosion des coussinets en cuivre-plomb, laiton et des métaux cuivreux :	bagues de pied de bielle, arbres a cames et culbuteurs, échangeurs de température eau huile et synchronisateur de boites de vitesse, Cages de roulement.
Al	Usure d'alliages légers	Carters de boites d'accessoires, piston et coussinets Al-Sn; certains joints rotatif air/huile (dents).
Mg	Usure et corrosion d'alliages légers au Mg	Carters et paliers, Portées de roulements
Zn	Usure et corrosion des revêtements galvanisés, électro zingués, d'alliage de zinc (laiton, zamak, maillechort, etc.)	Cages de roulement
Sn	Usure et corrosion de pièces étamées d'alliages antifriction à base d'étain (Al-Sn, métal blanc).	Usure et corrosion des coussinets en métal blanc, Al-Sn, des revêtements de coussinets, cages de roulements
Si	Poussières atmosphériques, sables de fonderie. Usure et corrosion des alliages légers silices et hyper silicatés	piston, culasse, bloc-cylindre, chemises, segments, etc.) « Le Silicium est un excellent indicateur de début d'usure sévère ».

Conclusion

A travers les essais d'expérimentations effectuées, nous restons convaincus que la technique d'analyse spectrométrique des huiles usagée est d'une grande crédibilité dans la prédiction d'anomalies d'usures et surtout quand elle est complétée par les autres techniques de ce nouveau concept de maintenance.

Quant à son application, elle reste tributaire d'une décision de conviction scientifique et s'instaure progressivement en parallèle aux travaux de maintenance systématique. Le coût des moyens nécessaires pour la mise en œuvre de ces techniques de surveillances sont négligeables par rapport aux coûts des accessoires et pièces de rechange des machines.

IV Introduction

Après avoir passé en revue toute la théorie qui entoure le sujet il nous a été inévitable à statuer sur un autre palier qui touche le côté pratique, dans ce sens on avait l'occasion d'intégrer le laboratoire de recherche et des essais « URD » a l'ERMAaero ,Dar El Beida , Alger , et le laboratoire de chimie au « BCL » ,base militaire a Bni Mared, Blida pour voir de près l'analyse dont on a parlé et cela avec différents techniques .

Ce chapitre décrit les méthodes et les protocoles employées dans l'expérimentale avec toutes les étapes de préparation et d'exécution des tests conformément aux normes et aux recommandations qui s'imposent.

Tout d'abord on doit signaler qu'on a éprouvé beaucoup de difficultés dans l'application de la méthode chimique et cela se traduit par la négligence de cette technique par les laboratoires que ce soit au niveau de L'ERMA, Notre faculté, le laboratoire de l'unité de recherche de l'université de Boumerdes ou même la BCL. Ils sont tous unanime a juger cette technique comme étant classique et dépassée par le développement moderne et que leurs résultats ne réjouissent plus de la précision ni de la fiabilité exigées dans le domaine aéronautiques .mais cela nous a pas empêché de présenter une application explicative par un formulaire d'analyse chimique effectuer sur l'avion militaire American HERCULE C-130 comme suit :

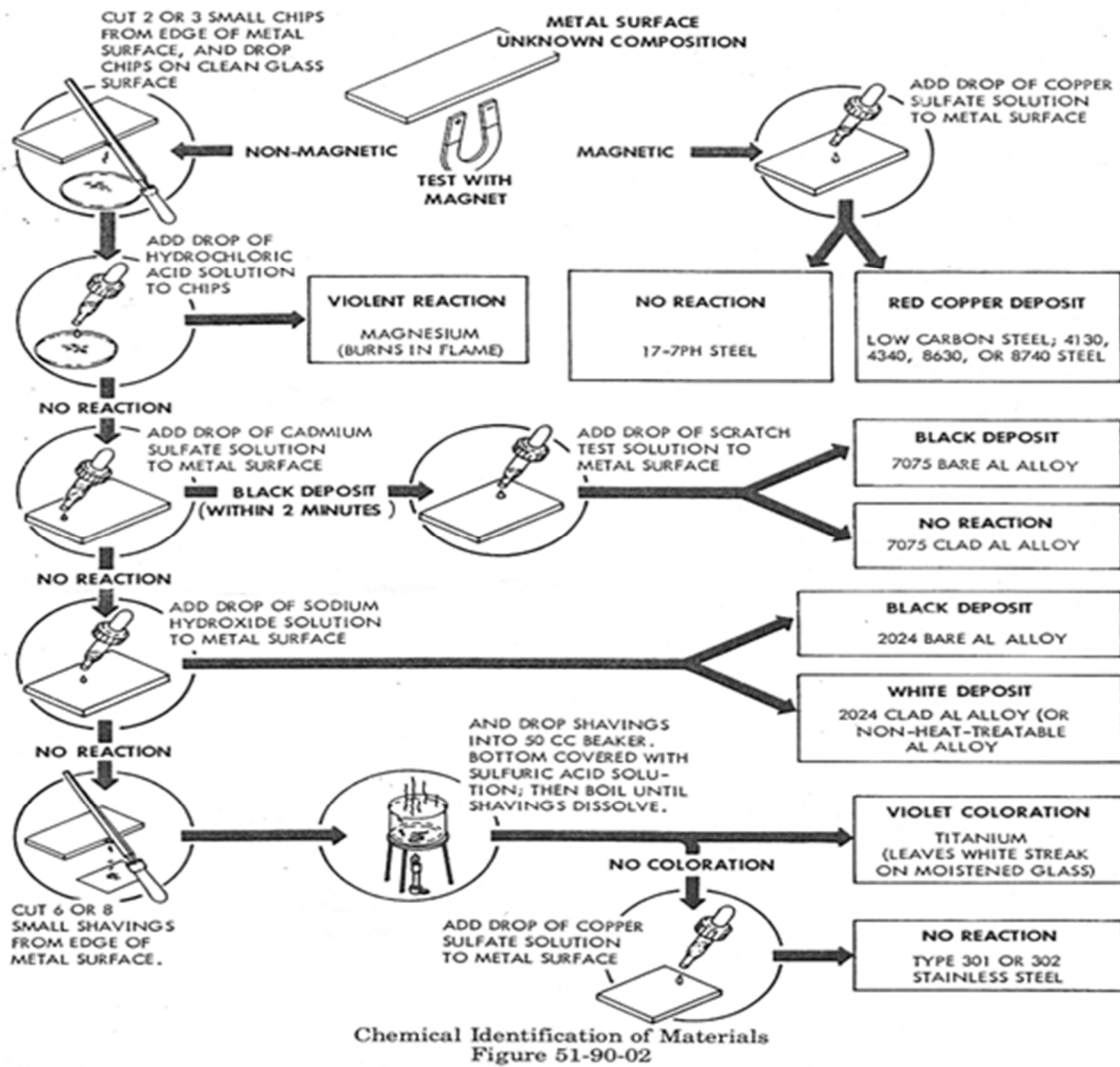


Figure IV.1 : Un formulaire d'analyse chimique effectué sur l'avion HERCULE C-130.

Tout d'abord il faut signaler que les échantillons utilisés pour les différents essais sont découpés d'une pièce d'un couple N=°6 de la poutre de queue de l'hélicoptère Mi-24 comme la montre la figure si dessous :



Figure IV.2 : Le couple N=°6 de la poutre de queue de l'hélicoptère Mi-24.

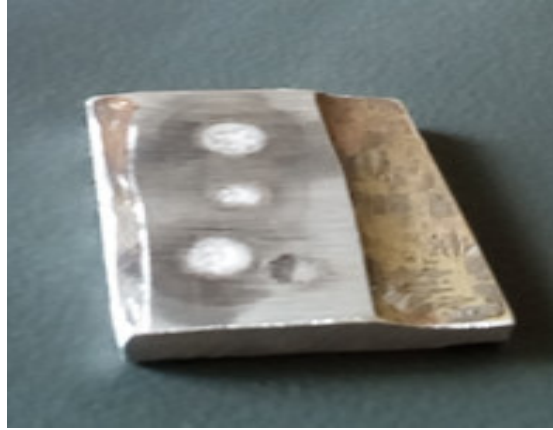


Figure IV.3 : Un échantillon découpé d'une pièce d'un couple N=°6 de la poutre de queue de l'hélicoptère Mi-24.

D'après la fiche technique de l'élément d'aeronef (qui est enfaite notre échantillon) stipule que la piece est construite en sa grande partie à la base d'un alliage d'alluminium 2024 dont la compstion chimique est donnée par le tableaux suivant :

Tableau IV.1 : La composition chimique d'alliage 2024 dans le formulaire.

Eléments %(masse)	2024
Cu	3.8 - 4.9
Mg	1.2 – 1.8
Mn	0.3 – 0.9
Si	0.5
Fe	0.5
Ni	/
Zn	0.2
Ti	0.2

IV.2 La méthode physico-chimique pour un échantillon 2024

IV.2.1 spectrométrie par absorption atomique – émission de flamme

C'est une expérience réalisée au niveau de laboratoire de BCL avec l'orientation d'un personnel hautement qualifié et en suivant les précautions de sécurité et de prévention nécessaires cette expérience a pour objectifs d'identifier la composition chimique de l'échantillon met en épreuve.

IV.2.1 .1.Mode opératoire :

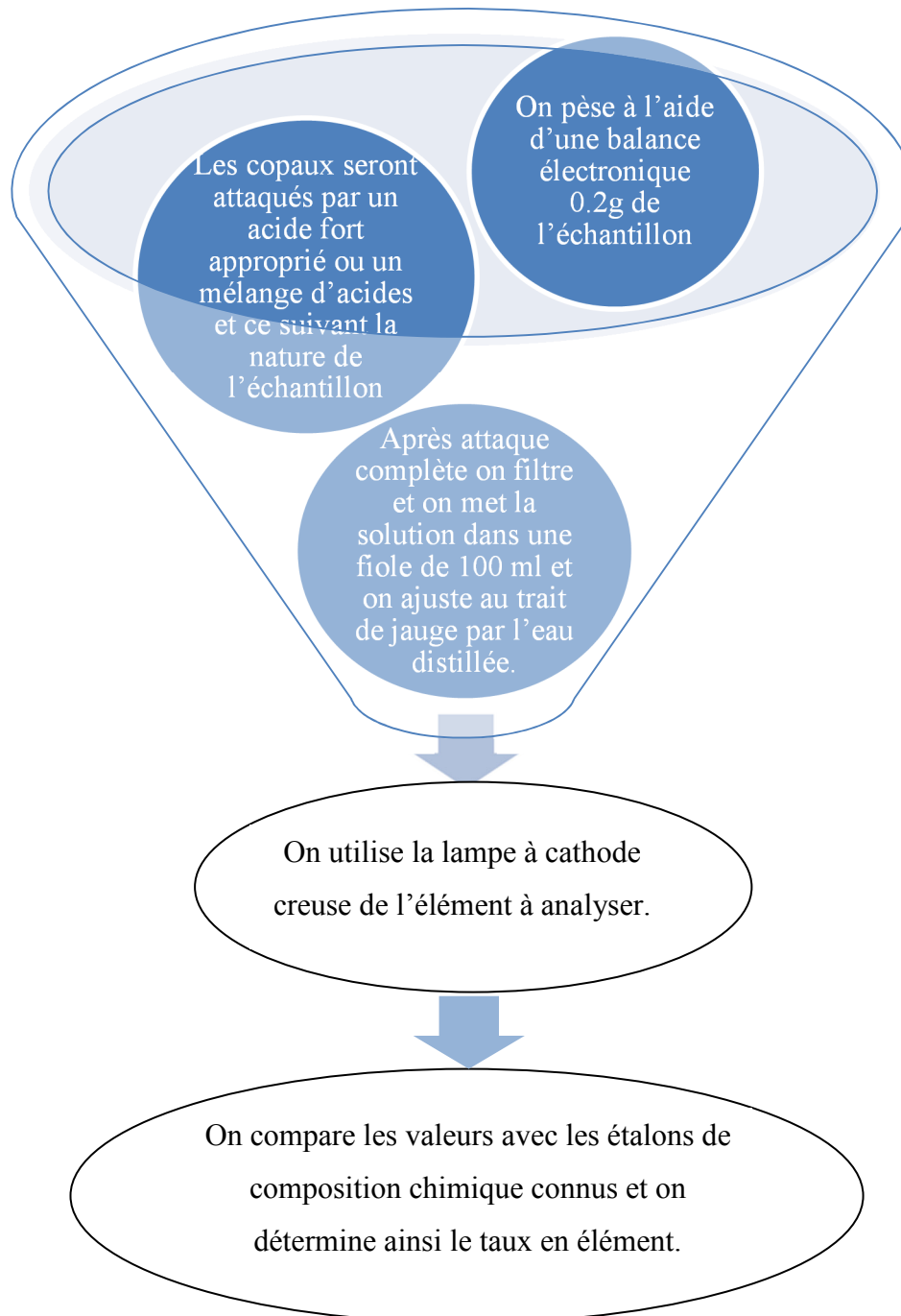


Figure IV.4 : schéma expliquant les différentes étapes de la procédure.

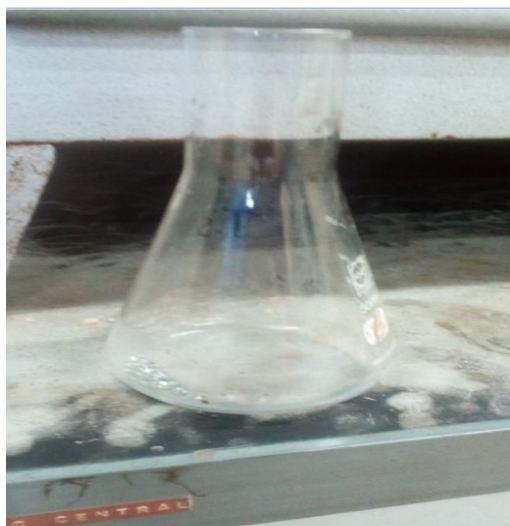


Figure IV.5 : L'échantillon sous forme de copaux.



Figure IV.6 : Une balance électronique.



Figure IV.7 : Les copaux sont attaqués par un acide.



Figure IV.8 : Une fiole de 100 ml.

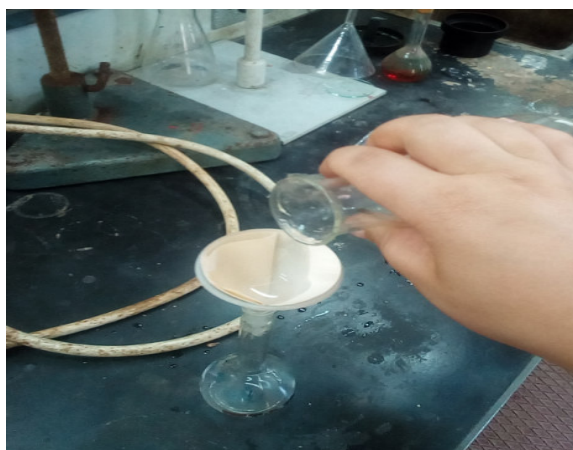


Figure IV.9 : Filtrage de solution dans une fiole de 100 ml.



Figure IV.10 : L'addition de l'eau distillée à la solution.

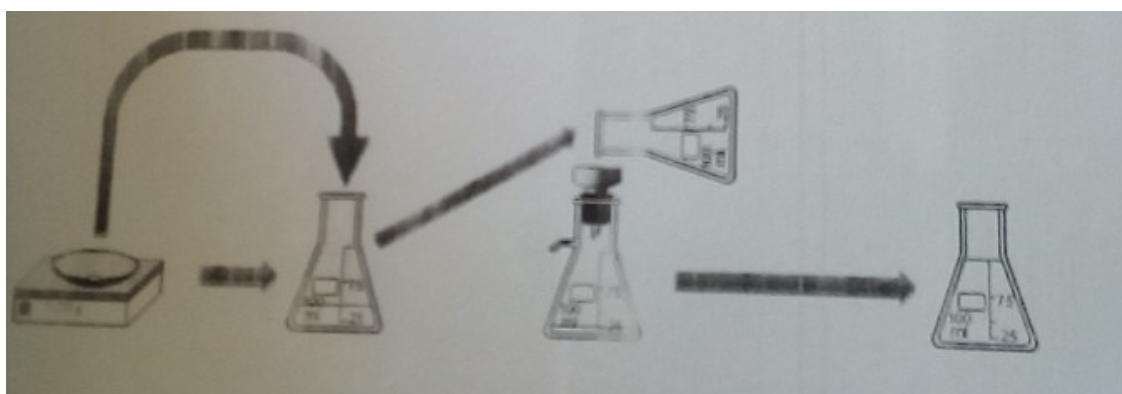


Figure IV.11 : Les étapes suivies pour préparer l'échantillon.



Figure IV.12 : La lampe à cathode creuse.



Figure IV.13 : Le dispositif utilisé à la spectrométrie par absorption atomique – émission de flamme.

IV.2.1 .2.Résultats :

Les résultats donnés par cette méthode sont :

Tableau IV.2 : Les résultats donnés par la spectrométrie par absorption atomique – émission de flamme.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn
1.20	0.7	5	1.20	0.80	0.10	0	0.25

On va prendre en considérations les pourcentages du cuivre et du magnésium puisque ils sont les éléments les plus influents dans la composition de l'alliage d'aluminium 2024.

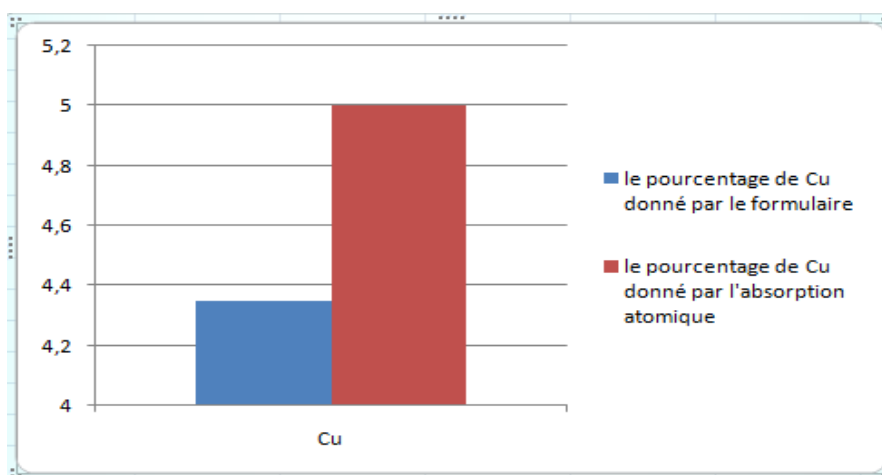


Figure IV.14 : le pourcentage de Cu donné par le formulaire et par l'absorption atomique – émission de flamme.

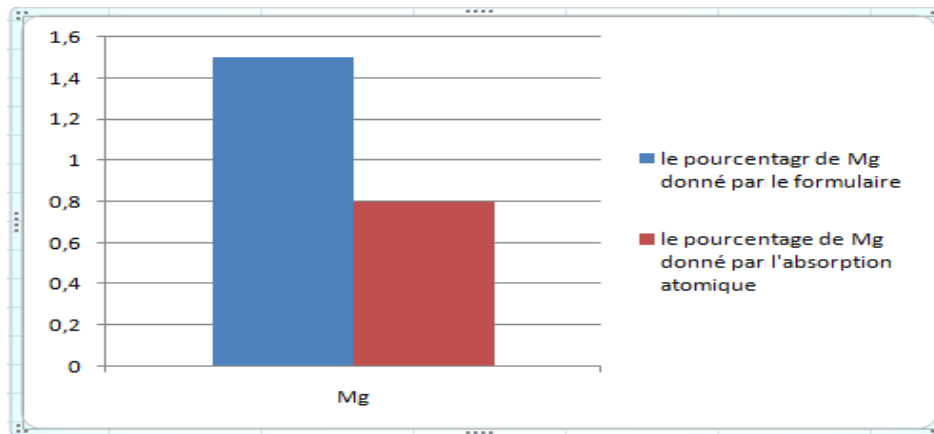


Figure IV.15: le pourcentage de Mg donné par le formulaire et par l'absorption atomique – émission de flamme.

D'après ce qu'on constate dans le graphe, le pourcentage de cuivre est loin d'être idéal par rapport à la moyenne exigée par le formulaire qui est comprise entre 3.8 et 4.9 cela peut s'expliquer par plusieurs motifs entre autre la moins précision de l'étalonnage et les mauvaises conditions du stockage des ingrédients et des produits chimiques utilisés dans l'expérience.

Ce qui se dit pour le cuivre est valable aussi pour le magnésium qui doit être en principe compris entre 1.2 et 1.8 et ce n'est pas le cas malheureusement à cause des mêmes raisons précitées à cela on peut rajouter quelques sous-réactions secondaires causés par les conditions environnementales de l'expérience.

IV.3 La méthode physique pour un échantillon 2024

IV.3.1 spectrométrie de masse :

On a pris un autre échantillon de la même pièce précédente en utilisant le dispositif SPECTROLAB, les étapes sont les suivants :

IV.3.1.1 : Les étapes qu'il faut suivre pour analyser l'échantillon :

Avant l'analyse de notre échantillon, on procède à un contrôle d'étalonnage de l'appareil par rapport à un étalon en alliage d'aluminium.

➤ Effectuer un calibrage :

Il est nécessaire de calibrer périodiquement la méthode, les intensités mesurées par spectromètre peuvent changer en fonction du temps et du degré de pollution des optiques, ces modifications doivent être corrigées.

➤ **Effectuer un étalonnage :**

Les fonctions analytiques transforment les intensités mesurées en concentrations, la détermination de ces fonctions s'appelle l'étalonnage.

➤ **Préparation de l'échantillon :**

Les meilleurs résultats sont obtenus lorsque la préparation suivie les étapes suivantes :

- ✓ La surface de l'échantillon doit être plane pour pouvoir obturer l'ouverture du statif d'étincelage.

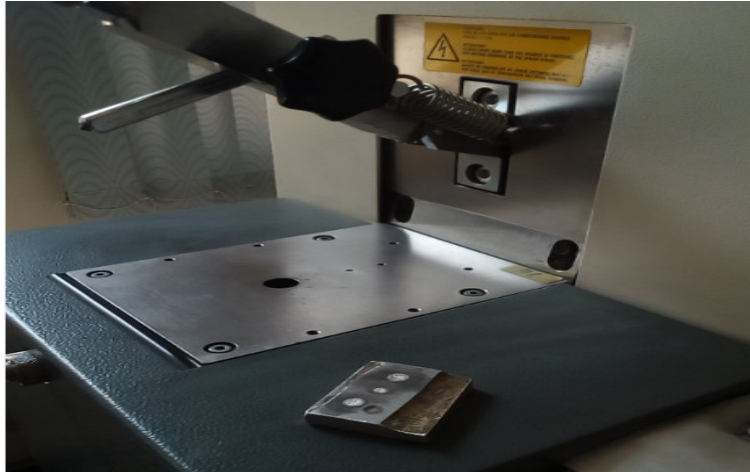


Figure IV.16 : L'ouverture du statif d'un spectrolab.

- ✓ Evitez les contaminations provoquées par la préparation des échantillons.
- ✓ Les couches d'oxydes doivent être éliminées.



Figure IV.17 : Nettoyage d'échantillon pour éliminer les couches d'oxydes.



- ✓ Il faut éviter la pénétration de matière abrasive dans les échantillons peu durs.

➤ **Effectuer une mesure :**

- Positionner l'échantillon sur le statif ;



Figure IV.18 :L'échantillon est positionné sur le statif.

- Appuie sur  pour entrer le nom de l'échantillon.
- Appuie sur  pour la première mesure mais une seule mesure n'est pas Suffisante pour obtenir de meilleurs résultats, trois mesures sont généralement réalisées et en cas de doute passer a cinq (05) analyses.

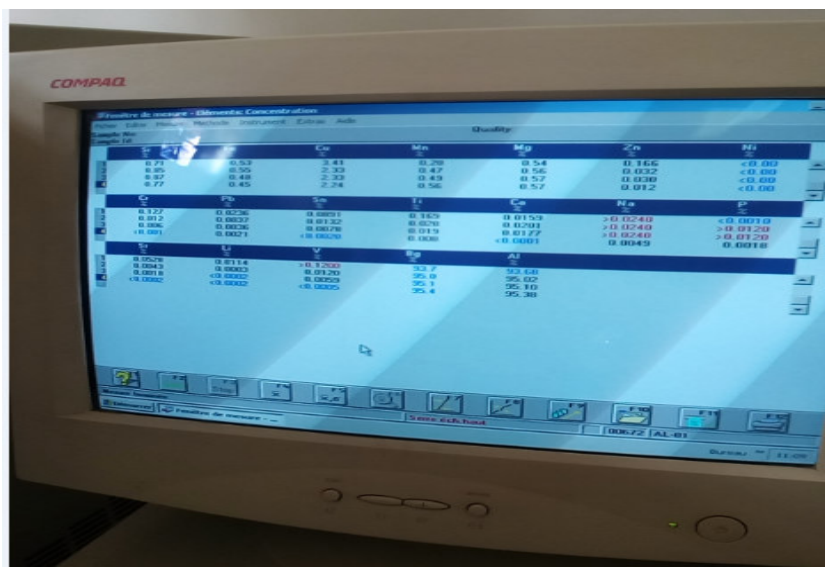



Figure IV.19 : Affichage des trois (03) résultats pour trois (03) essais.

- Appuie sur  pour calculer la moyenne des trois mesures faites.

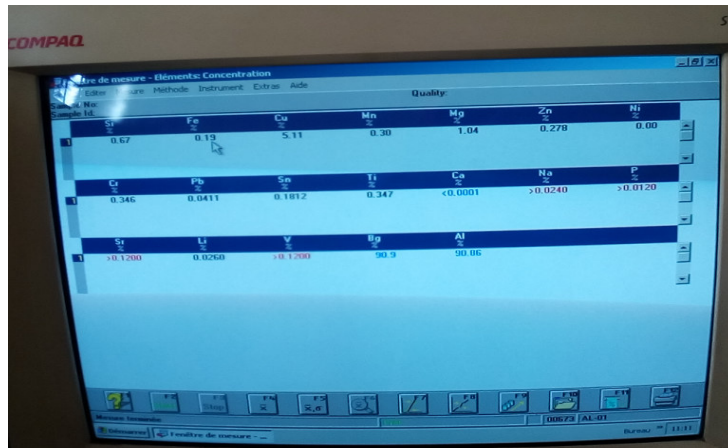



Figure IV.20 : Affichage de la moyenne des trois (03) résultats.

- Appuie sur  pour imprimer la moyenne de ces mesures.

IV.3.1.2.résultats

La procédure donne les résultats suivants :

Tableau IV.3 : Les résultats des trois (03) essais donnés par la spectrométrie de masse.

Nom	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni
%	%	%	%	%	%	%	%
1	0.19	0.29	4.36	0.41	1.36	<0.001	0.00
2	0.18	0.30	4.55	0.46	1.45	<0.001	<0.00
3	0.18	0.30	4.58	0.46	1.45	<0.001	<0.00

Nom	Cr	Pb	Sn	Ti	Ca	Na	P
%	%	%	%	%	%	%	%
1	<0.001	<0.0010	0.0028	0.022	0.0001	<0.0008	0.0010
2	<0.001	<0.0010	0.0021	0.024	<0.0001	<0.0013	0.0010
3	0.18	<0.00	4.33	0.46	1.45	<0.001	<0.00

Nom	Sr	Li	V	Bg	Al
%	%	%	%	%	%
1	<0.0002	<0.0002	0.0005	94.0	93.95
2	<0.0002	<0.0002	0.0005	93.5	93.55
3	<0.0002	<0.0002	0.0005	93.5	93.55

IV.3.1.3. la moyenne des concentrations est calculé en appuyant sur F4 :

Tableau IV.4 : La moyenne des résultats donnée par la spectrométrie de masse.

Nom	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni
%	%	%	%	%	%	%	%
X	0.18	<0.00	4.20	0.44	1.4	<0.001	0.00

Nom	Cr	Pb	Sn	Ti	Ca	Na	P
%	%	%	%	%	%	%	%
X	0.001	<0.0010	0.0024	0.023	0.0001	<0.0010	<0.0010

Nom	Sr	Li	V	Bg	Al
%	%	%	%	%	%
X	0.0002	<0.0002	0.0005	93.7	93.75

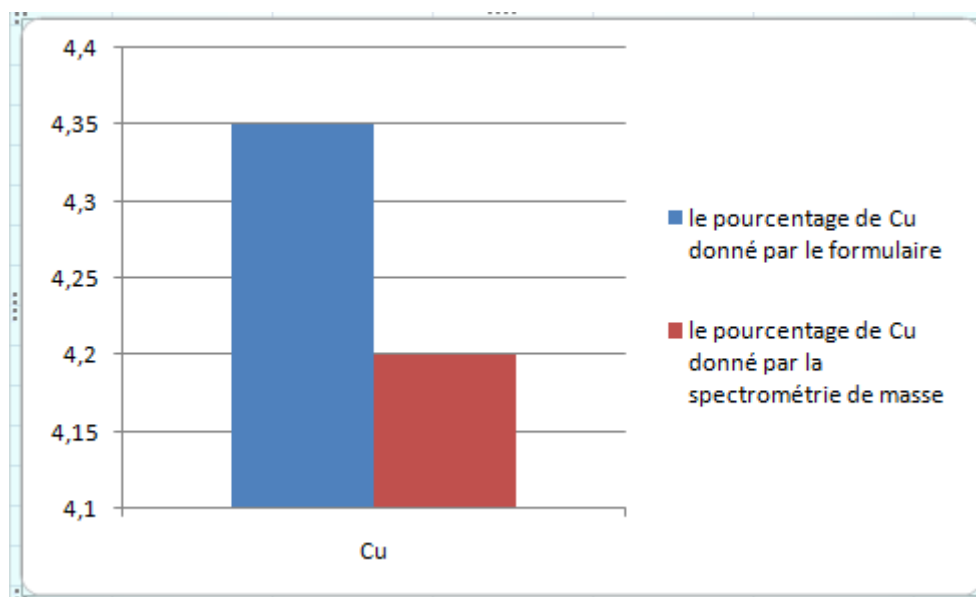


Figure IV.21: le pourcentage de Mg donné par le formulaire et par la spectrométrie de masse.

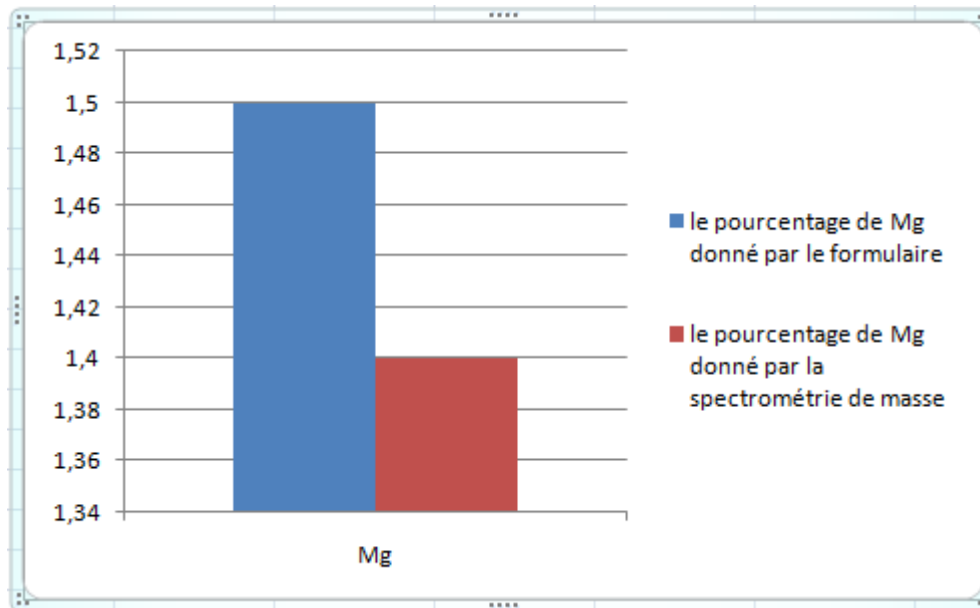


Figure IV.22: le pourcentage de Mg donné par le formulaire et par la spectrométrie de masse.

On constate d'après les graphes de pourcentage de Cu et de Mg que les résultats obtenus de l'expérience au voisinage des valeurs recommandées par la norme de formulaire où la différence est de l'ordre de -0.15 pour le cuivre et de -0.1 pour le magnésium, ce qui prouve en quelque sorte le bon déroulement de l'ensemble des étapes de l'expérience.

IV.3.2. Spectrométrie X



Figure IV. 23 : Le dispositif utilisé pour la spectrométrie X.

- Concernant la préparation de l'échantillon, On a passé par les mêmes étapes de la méthode précédente.
- placer l'échantillon dans un des trous de dispositif.

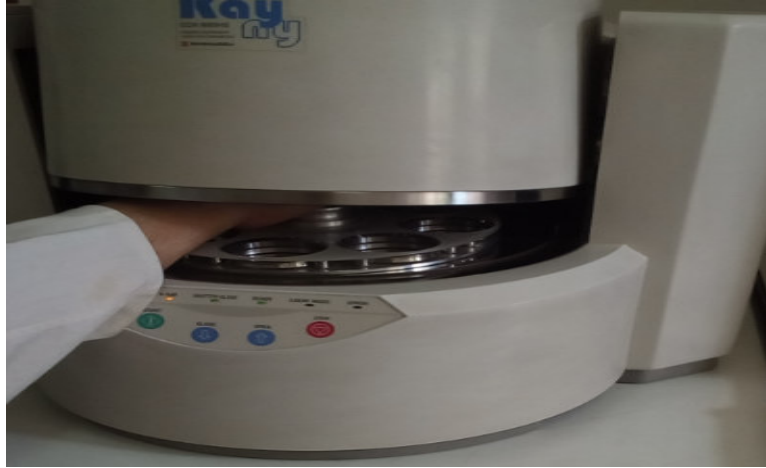


Figure IV. 24 : L'échantillon est placé à l'intérieur du dispositif.

- positionner la caméra sur la zone qu'on veut analyser.



Figure IV. 25 : Réglage de la caméra sur l'échantillon.

- Appuie sur START pour commencer l'analyse.

Après quelques minutes les résultats sont affichés sur l'ordinateur et indique que le matériau est un alliage d'aluminium A-U₄G₁ (2024).

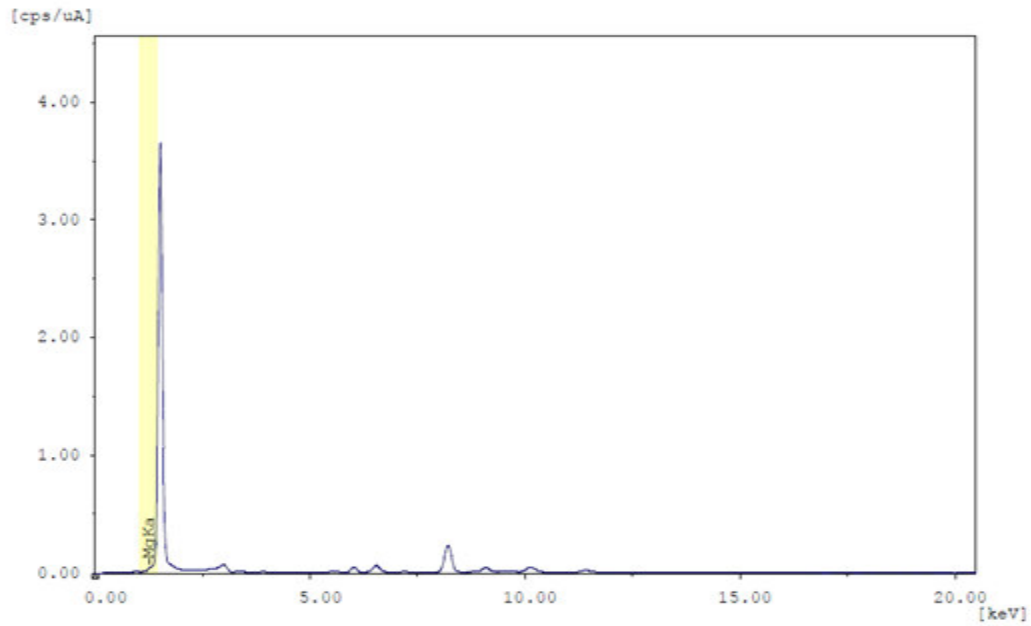


Figure IV. 26 : Un graphe indique la présence du magnésium.

- Le pic représente la présence du magnésium.

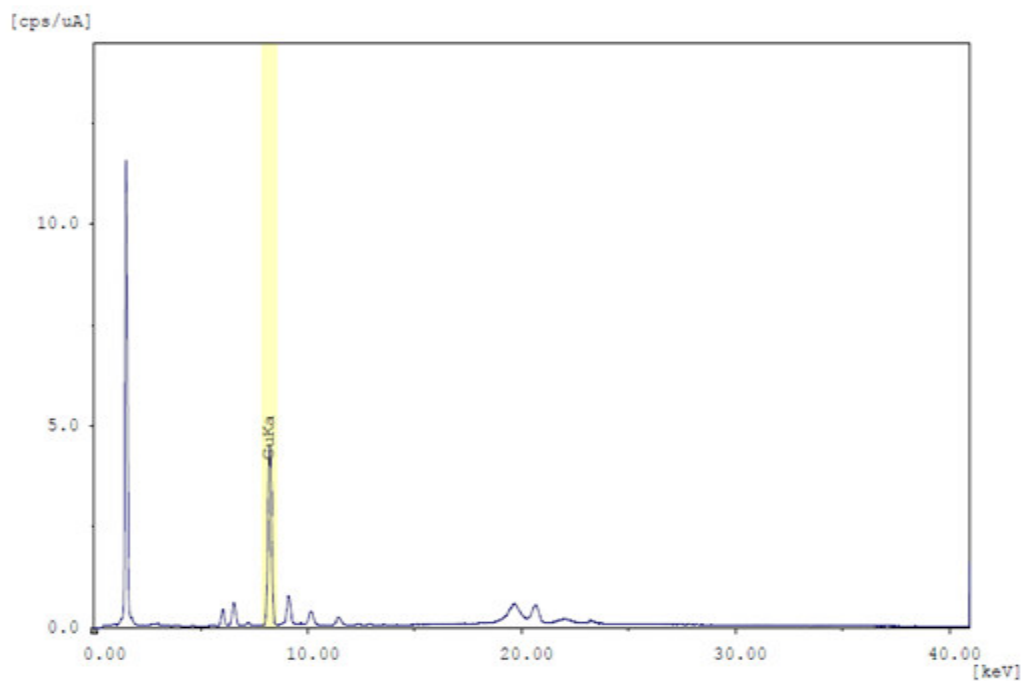


Figure IV. 27 : Un graphe indique la présence du cuivre.

- Le premier pic représente la présence du magnésium.
- Le deuxième pic représente la présence du cuivre.

IV.3.2. 1. Résultats quantitatifs :

Le tableau ci-dessous résume le pourcentage de chaque composant de l'échantillon

Tableau IV.5: les résultats affichés par la spectrométrie X.

Analyte	Result	Line	Int. (cps/uA)
Fe	0.855%	FeKa	5.4834
Cu	3.675%	CuKa	43.1790
Mn	0.327%	MnKa	1.3743
Mg	1.422%	MgKa	0.3355
Cr	0.006%	CrKa	0.0726
Ti	0.012%	TiKa	0.0346
Al	93.703%

Les graphes déterminent d'une façon qualitative puis quantitative de la composition de notre échantillon, ça commence par la détection de la présence de l'élément constituant (Cu + Mg) d'une sorte énergétique par projection d'électrons puis ça vient le calcul de pourcentage de ces mêmes constituants, et là on trouve une petite différence par rapport au formulaire de presque - 0.68 pour le cuivre et de - 0.078 pour le Mg et cela toute a fait logique en sachant que c'est une méthode qui consiste à un balayage superficiel sans enlèvement de la matière.

IV.3.2.2. Etude comparative et validation des résultats :

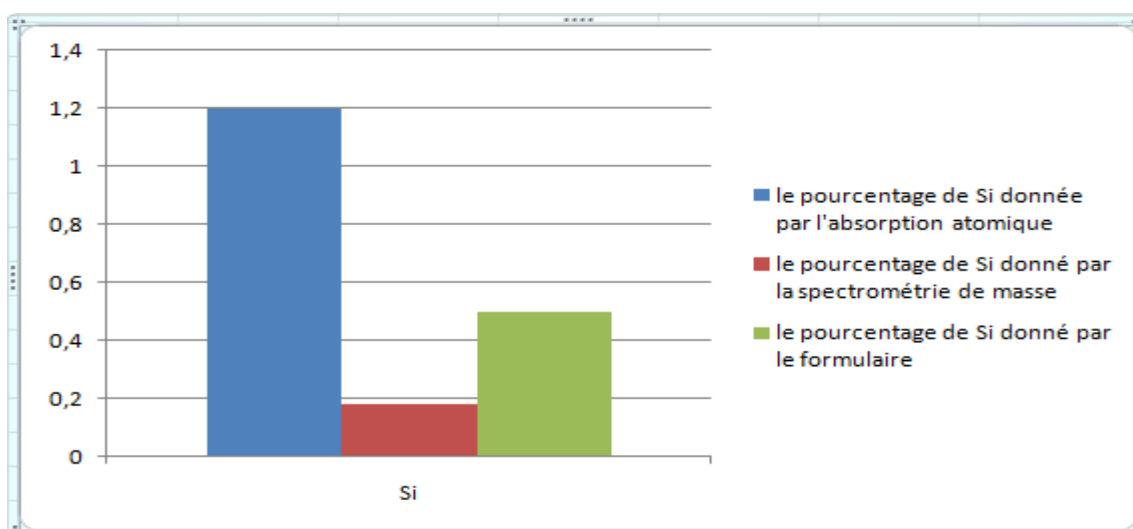


Figure IV.28: comparaison entre le pourcentage de Si donné par le formulaire, la spectrométrie de masse et l'absorption atomique.

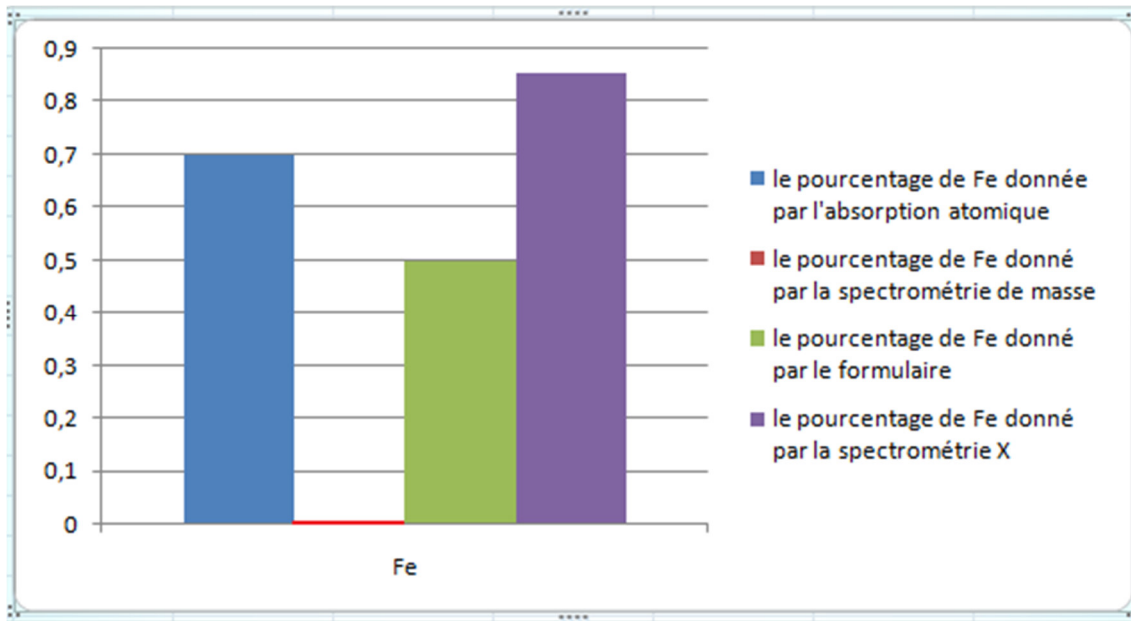


Figure IV.29: comparaison entre le pourcentage de Fe donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.

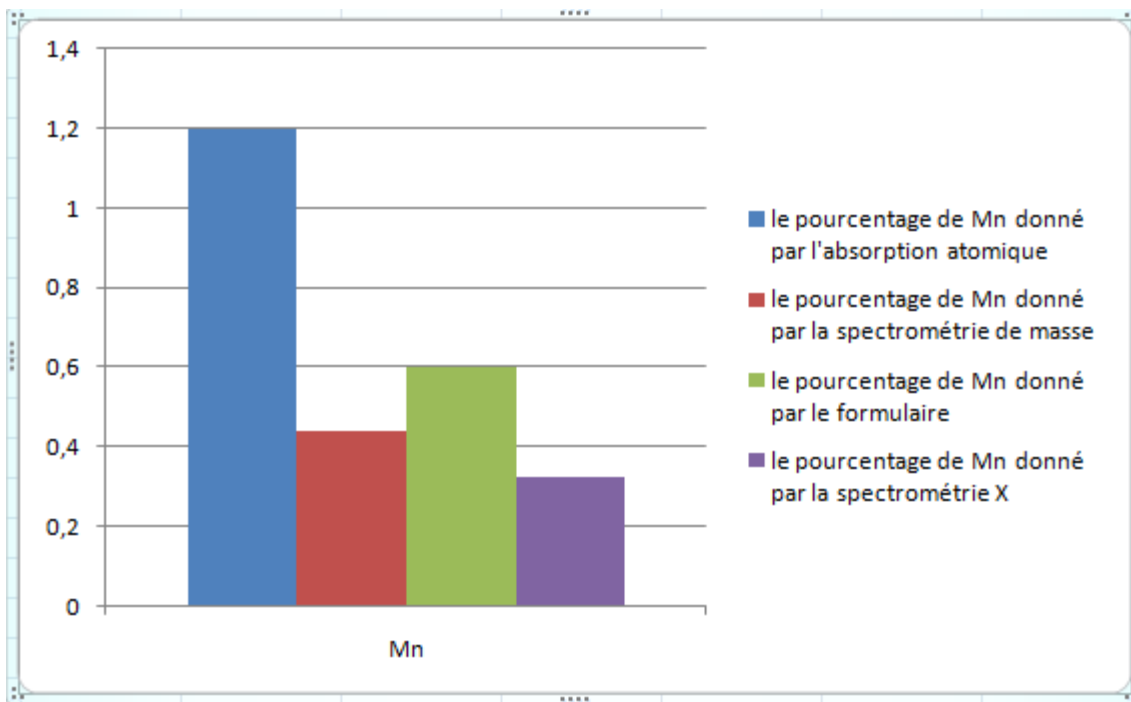


Figure IV.30: comparaison entre le pourcentage de Mn donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.

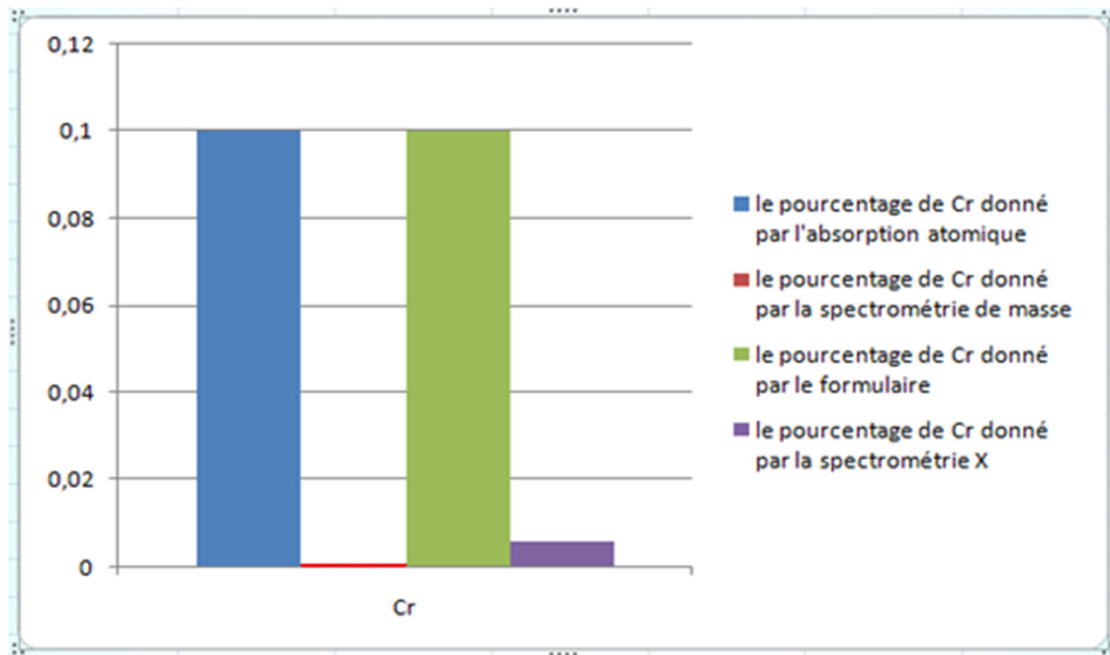


Figure IV.31: comparaison entre le pourcentage de Cr donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.

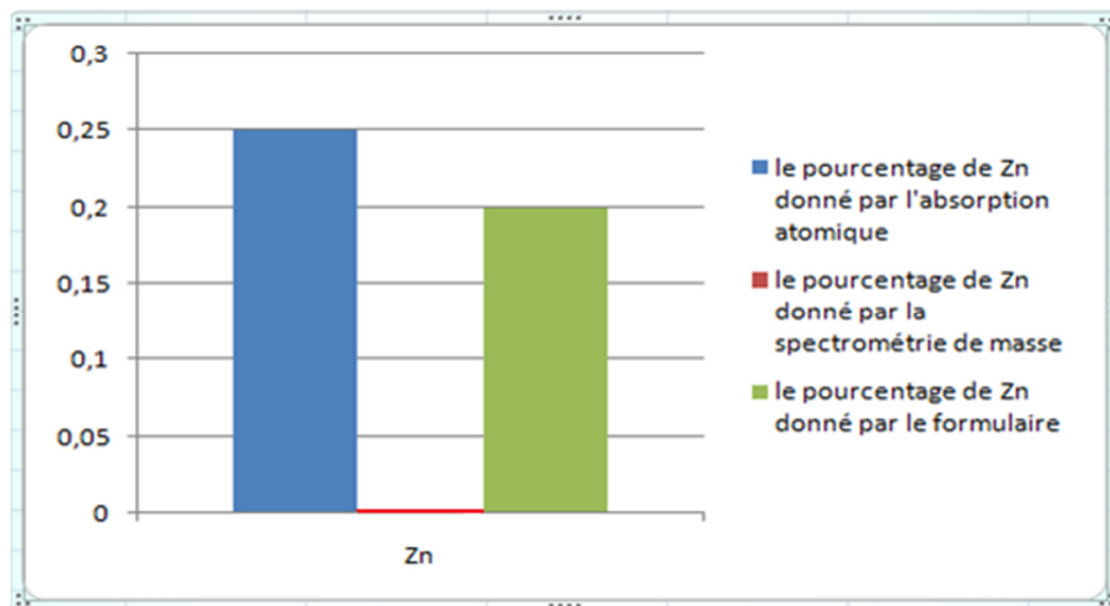


Figure IV.32: comparaison entre le pourcentage de Zn donné par le formulaire, la spectrométrie de masse et par l'absorption atomique.

Les graphes expliquent clairement certaines petites différences de teneur des constituants en Fr, Si, Cr, Zn et Mn.

Mais vu qu'il s'agit des traces secondaires cette différence devient insignifiante contrairement aux deux autres composants (Cu+Mg) qui sont les constituants majeurs.

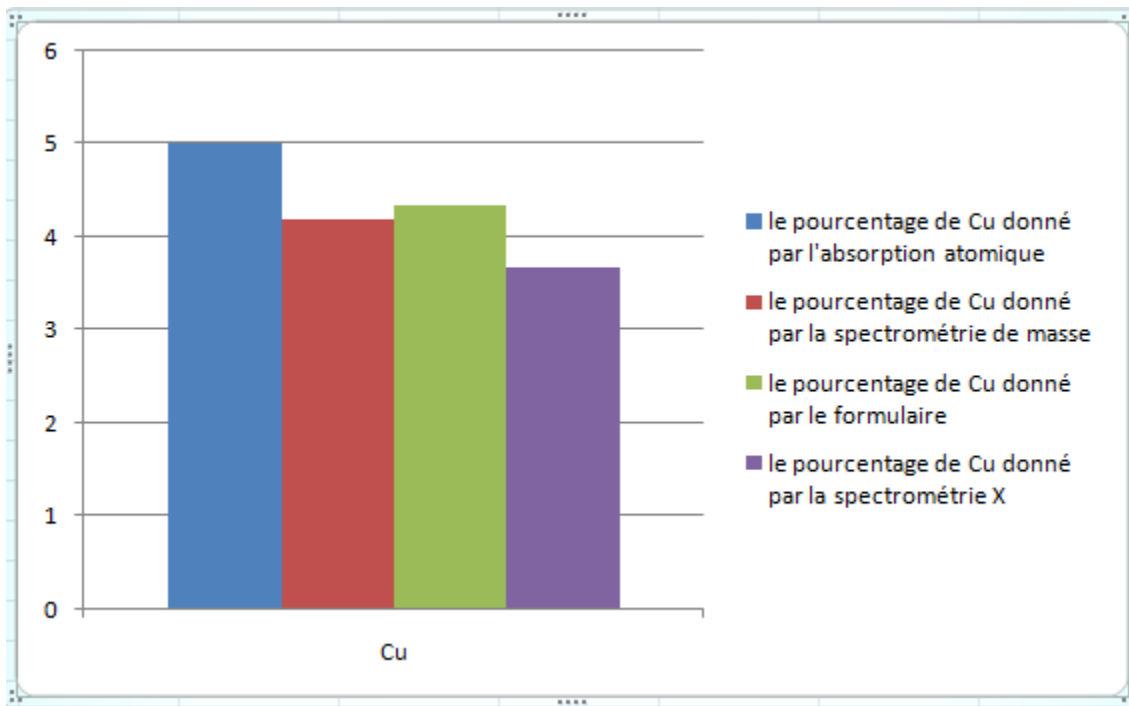


Figure IV.33 : comparaison entre le pourcentage de Cu donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.

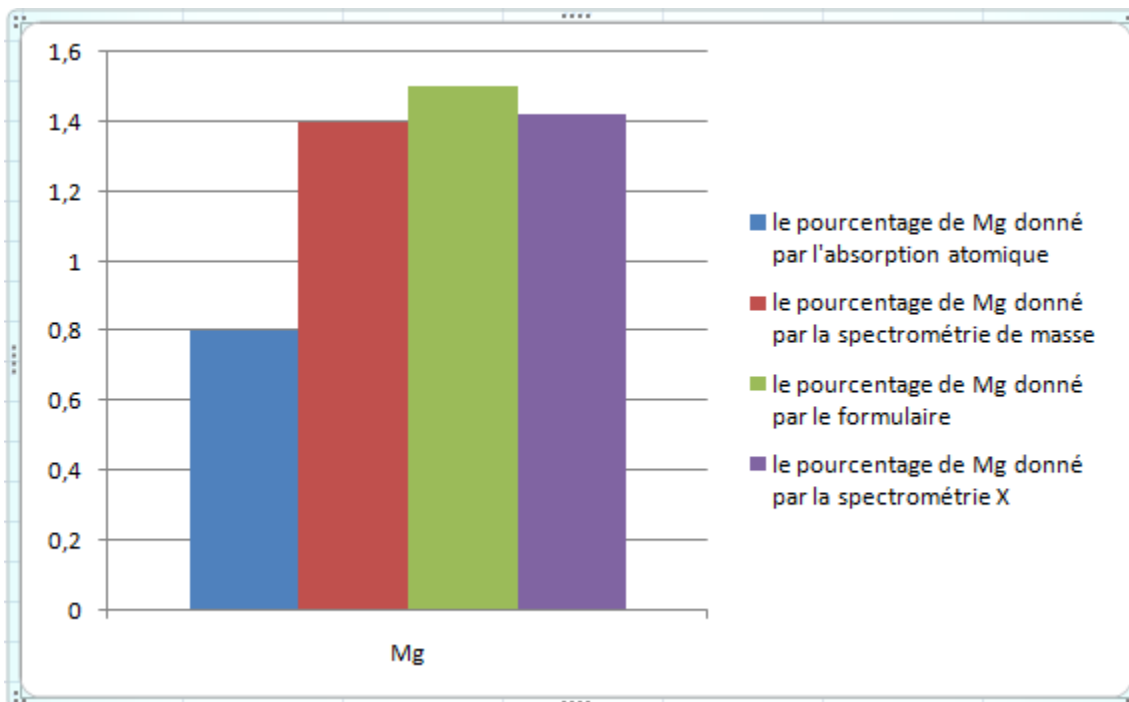


Figure IV.34 : comparaison entre le pourcentage de Mg donné par le formulaire et par les trois méthodes précédentes.

Comparativement à normes exigées par le constructeur en ce qui concerne la composition de l'alliage d'aluminium illustré par le formulaire d'usage on peut déduire ce qui suit :

- La différence la plus proche en pourcentage de cuivre est donné par la méthode de spectrométrie de masse par contre la moins sensés est enregistré par la méthode l'absorption atomique cela est justifiable par les conditions d'usage de l'expérience moins fiable en étalonnage et aussi les impuretés qui peuvent toucher au produits chimiques le risque est moins pratique dans la spectrométrie de masse ou l'outillage ne peut pas être trop influencer par l'environnement de l'expérience .
- La méthode spectrométrie X est plus efficace coté qualitatif puisque elle définie avec exactitude la présence de toutes constituants par le principe de projection des électrons, ajouter à cela qu'elle est une technique non destructive sans arrachement de la matière.
- En dépit de l'efficacité de la méthode spectrométrie de masse mais elle présente un inconvénient de taille qui est l'enlèvement de la matière causé par bombardement rapide donc une technique destructive.
- A la fin il est souhaitable de procéder par la méthode physique et précisément la spectrométrie de masse avec ses avantages qu'on a cité mais elle peut être perfectionnée en injectant l'identification énergétique à cette méthode si c'est possible.

Après l'étude comparative qui nous a montré clairement l'efficacité de la méthode physique dans l'analyse il nous a semblé très utile d'appliquer cette même méthode sur d'autre échantillons de différents matériaux aéronautiques tels que le inox et l'acier faiblement allier. et voici les résultats de cette expérience :

⇒ L'acier inox :

Tableau IV.6 : Les résultats d'une analyse spectrale d'un échantillon en acier inox

	C%	Mn%	Si%	P%	S%	Cr%	Ni%	Cu%	Mo
1	0.075	0.462	0.504	0.022	0.000	15.41	7.43	2.017	0.096
2	0.071	0.474	0.498	0.023	0.000	15.40	7.47	1.997	0.095
3	0.073	0.476	0.543	0.024	0.000	15.43	7.38	2.144	0.098
Moy	0.073	0.471	0.515	0.023	0.000	15.41	7.43	2.053	0.096

	Co%	V%	Ti%	Pb%	Sn%	Al%	As%	Nb%	Fe%
1	0.000	0.015	0.010	0.003	0.009	0.015	0.008	0.431	73.496
2	0.000	0.014	0.009	0.003	0.010	0.013	0.008	0.419	73.502
3	0.000	0.019	0.010	0.003	0.010	0.015	0.008	0.444	73.320
Moy	0.000	0.016	0.010	0.003	0.010	0.014	0.008	0.431	73.439

⇒ Acier faiblement allié :

Tableau VI.7 : Les résultats d'une analyse spectrale d'un échantillon en acier faiblement allié

	C%	Mn%	P%	S%	Si%	Ni%	Cu%	Cr%	V%
1	0.735	0.706	0.004	0.000	0.290	0.024	0.029	0.162	0.009
2	0.736	0.708	0.003	0.000	0.292	0.023	0.031	0.160	0.009
3	0.740	0.706	0.004	0.001	0.291	0.025	0.031	0.162	0.009
Moy	0.737	0.707	0.004	0.000	0.291	0.024	0.030	0.161	0.009

	Mo%	W%	Co%	Ti%	Sn%	Al%	Nb%	Pb%	As%
1	0.018	0.000	0.028	0.000	0.008	0.071	0.011	0.000	0.000
2	0.019	0.000	0.029	0.000	0.008	0.075	0.012	0.000	0.000
3	0.019	0.000	0.030	0.000	0.008	0.072	0.012	0.001	0.000
Moy	0.019	0.000	0.029	0.000	0.008	0.073	0.012	0.000	0.000

	B%	Zr%	Fe%
1	0.000	0.000	97.862
2	0.000	0.000	97.850
3	0.000	0.000	97.849
Moy	0.000	0.000	97.854

Dans le même sens de l'analyse spectrométrique on peut citer une autre application qui s'appelle la méthode des huiles usagés .c'est un moyen de control et de prévoyance qui détecte les zones à inspecter suite aux analyses des débris.

(Le mode opératoire est détaillé dans les chapitre III)



Figure IV.35 : le spectroil M .

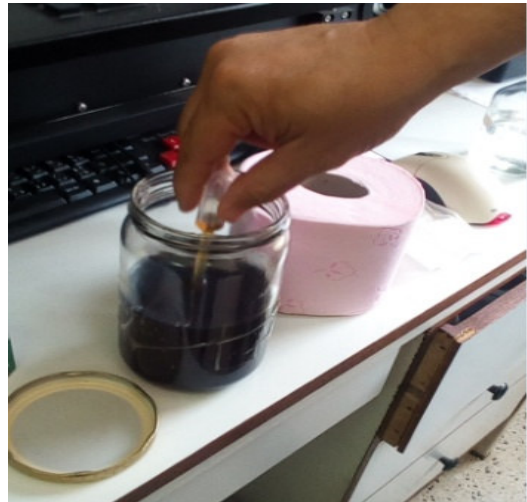


Figure IV.36 : prélèvement de l'échantillon.



Figure IV.37 :préparation de l'échantillon.

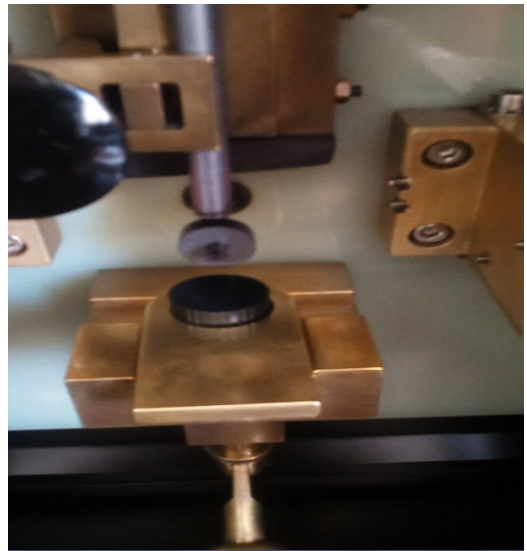


Figure IV.38 :Commencer l'analyse .

Les résultats sont les suivants :

Tableau VI.8 : Les résultats d'une analyse spectrale d'un HUILE : ASTO 390.

	Fe	Cr	Pb	Cu	Sn	Al	Ni	Ag
1	2.648	0.709	0.103	0.254	3.779	1.376	0.798	0.112
2	2.358	0.863	0.514	0.246	4.389	0.954	1.007	0.110
3	2.852	0.731	0.442	0.244	3.837	1.195	0.915	0.096
AV	2.619	0.767	0.353	0.248	4.002	1.175	0.907	0.106

	Si	Na	Mg	Ti	H	C	Mo	B
1	6.565	0.000	0.502	2.870	13961	138K	0.000	0.386
2	6.050	0.000	0.655	2.855	13566	134K	0.000	0.543
3	6.763	0.000	0.669	3.207	13819	135K	0.000	0.316
AV	6.459	0.000	0.609	2.977	13782	136K	0.000	0.415

L'étude de l'évolution de la concentration des particules en suspension, apporte des informations intéressantes sur le comportement des pièces lubrifiées et permet de dépister une éventuelle anomalie (usure) avant qu'elle ne se transforme en avarie.

Ce modeste travail nous a incité à étudier un couplage (Métallurgique-structurale) qui sont les domaines les plus importants pour la construction structurale d'un avion. C'est la passion ainsi que la technologie haute gamme qui nous a encouragé à faire cette étude dans le domaine des analyses du comportement des matériaux qui n'a pas encore divulgué tous ses secrets vue l'importance des propriétés physico-chimique et les services primordiales rendus par ces études.

C'était une agréable expérience pour nous de faire ce sujet très riche d'informations et de techniques.

Ça nous a permis de s'initier aux différents méthodes d'analyses structurales des matériaux aéronautiques puis faire les études comparatives à l'aide de la collaboration du personnel qualifié aux niveaux des laboratoires du **BCL** pour les méthodes chimique et physico-chimique et **L'ERMAaero** pour les méthodes physique.

Le principal obstacle devant nous était le manque flagrant des données très confidentiel du constructeur, d'autre part la difficulté de la procédure elle-même qui nécessite un matériel très puissant pour générer un rayonnement raffiné et largement suffisant avec bien-évidemment les mesures de sécurité nécessaires et trop sévères aussi et obtenir des résultats optimales sans oublier les difficultés de maîtrise de ces nouvelles approches qui nous a coûté beaucoup d'efforts et du temps.

Il a été constaté une très bonne satisfaction des résultats présentés par rapport à la réalité, les graphes représentant l'analyse **spectrométrique de masse**, d'un alliage **2024** comparables avec celles exigées par les consignes du constructeur. Néanmoins, il a été constaté l'absence de sensibilité de quelques résultats concernant la méthode chimique et cela se justifie par l'étalonnage moins précis du matériel, les réactions secondaires qui peuvent influencer les milieux de l'expérience ainsi que certaines conditions évolutives de l'échantillon comme de l'outillage utilisé.

La stratégie de maintenance s'oriente de plus en plus vers le concept prédictif ou conditionnel.

L'analyse des huiles est une technique dédiée, exclusivement, à la prédiction de l'état d'usure de pièces ou d'assemblages.

En effet, en analysant périodiquement des échantillons d'huiles prélevées d'un moteur ou d'une boîte de transmission, l'état de dégradation d'un revêtement métallique d'une pièce ou d'un assemblage est cerné par la simple détermination des concentrations des dépôts métalliques induits dans cette huile au regard des caractéristiques physico-chimiques.

Dès le début de ce travail, on a voulu prouver que malgré la complexité de cette technologie elle reste réalisable ici même en Algérie notre principale objectif c'était de fournir aux gens de l'aéronautique au pays un support technique qui fait l'étude analytique et structurale nécessaires pour des éventuelles réalisations inchalah.

A la fin nous espérons avoir su apporté toutes les réponses nécessaire entourant ce sujet qui permettront à nos collègues de poursuivre ce travail pour des amélioration qui feront l'objet d'un autre sujet en constatant le développement illimité de l'aéronautique qui exprime la force du cerveau humain , de quoi il est capable , mais aussi le défi et la lutte éternelle de l'homme contre la nature et en plein air .

D'autre part et comme perspective:

- Pour notre institut, il est primordial d'installer un laboratoire sur l'identifications physico-chimiques des matériaux et d'entamer des travaux pratiques afin de mettre en évidence cet axe de recherche indispensable au profit de l'option Structures aéronautiques .
- On suggère le traitement des problèmes techniques et professionnels survenu pendant l'exploitation grâce aux PFEs dans un cadre de collaboration entre toutes les parties concernées (institut, compagnies aériennes et laboratoires de recherche).

- [1] « les ingénieurs du groupe PECHINEY sous la direction de M. Pierre Barrant et M. Robert Gadeau », L'aluminium, tome 1 production – propriétés – alliages Fabrication des demi –produits Fabrication annexes, 1964, boulevard saint-Germain , Paris .
- [4] Céline Daher. Analyse par spectroscopies Raman et infrarouge de matériaux naturels organiques issus d'objets du patrimoine : méthodologies et applications. Chimie théorique et/ou physique. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2012. Français. <tel-00742851>
- [5] chapitre IV, Spectrométrie D'absorption Atomique, Um5a_fsr/Filière SMC/S4/Module 14/E2:Techniques Spectroscopiques/Chapitre I/A. ELHAJJI.
- [6] Rim Karbouj. Transfert d'aluminium : cas des matériaux pour contact alimentaire. Sciences de l'ingénieur [physics]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2008. Français.
- [7] Mémoire de Master Présenté Par : BENDADA Khair-Eddine et BOULAKRADECHE Mohamed Walid, Optimisation des conditions de dosage par spectroscopie d'absorption atomique (SAAF et SAAET) : Application à la détermination de la pollution et de la bioaccumulation des métaux lourds , UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE HOUARI BOUMEDIENE (U.S.T.H.B) ,2011 .
- [8] Johnson –Iron Age, méthodes d'analyse ,11 avril 1946.
- [9] la spectrométrie de masse plate-forme protéomique de l'institut de microbiologie de la méditerranée FR 4379-CNRS-AMU , 2013.
- [3] Mémoire de fin d'étude en Master, Caractérisation physico-chimique des alliages D'Aluminium utilisés comme matériau de revêtement mural, Présentée par : Asma Haddouche, 2014.
- [2] L'aluminium et ses alliages, caractéristique mécaniques, <http://joho.monsite.orange.fr/>.
-