

REPUBLIQUE ALMGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

**UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA**  
**FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR**  
**DEPARTEMENT DE MECANIQUE**

# **Projet de fin d'études**

**Pour l'obtention de Master en Génie Mécanique**

**Option : Traitement des surfaces**

**Thème :**

**Conception et réalisation d'un  
montage expérimental pour la  
coloration des alliages  
d'aluminium**

**Proposé et dirigé par:**

**Dr Ned. Bacha**

**Dr O. Hannache**

**Présentée par :**

**M<sup>lle</sup> FZ. Boutebba**

# **REMERCIEMENT**

*Je remercie ALLAH de j'avoir donné le courage et la volonté ainsi que la conscience pour arriver a terminé ce travail ;*

*Je exprime notre profonde reconnaissance à mon enseignant et promoteur Dr BACHA .N, pour l'honneur qu'il j'à fait en acceptant de proposer et diriger ce mémoire ;*

*J'adresse également mes remerciements à Madame HANACHE pour son aide et son encouragement.*

*Je remercie sincèrement les membres du jury pour l'honneur qu'il j ont fait de juger ce travail ;*

*Je remercie également tous les enseignants et les administratifs de département de génie mécanique ;*

*Je tiens également à remercie tous personne qui ont participé de prés ou de loin à la réalisation de ce travail*

**Merci**

# DEDICACE

*DEDICACE*

**Je dédie ce modeste travail :**

**Aux être les plus chers que dieu ma donné « mes chers parents »  
qui ont toujours été pour moi une source d'affection et  
d'encouragement et leurs conseils tout au long de ma vie ;**

**à mes chers frères : Billal, Hocine et surtout Lokmane ;**

**À ma chère sœur Khadidja ;**

**À mon fiancé Chafik et tout sa famille ;**

**À toute ma famille ;**

**À mes très chères amies :**

**Yasmine, Karima, Lydia, Baya, Sameh, F. Zohra ;**

**À tous la promotion 2<sup>ème</sup> MASTER SDM .**



## Liste des figures

Figure n°1 : oxydation anodique de l'aluminium.....	page 04
Figure n°2 : courbes de l'intensité en fonction du temps .....	page 06
Figure n°3 : densité de courant suivant les alliages en fonction de temps.....	page 09
Figure n°4 : densité de courant en fonction de la teneur en Mg.....	page 10
Figure n°5 : l'épaisseur du film d'oxyde pour une même quantité de courant pour l'alliage Al-Mg .....	page 10
Figure n°6 : conditions d'obtention d'une pellicule homogène et dure sur l'alliage A-G7.....	page 11
Figure n°7 : effet de la température sur la taille des pores .....	page 18
Figure n°8 : conductivité d'une solution d'acide sulfurique en fonction de sa concentration.....	page 19
Figure n°9 : coloration par absorption.....	page 21
Figure n°10 : coloration électrolytique.....	page 26
Figure n°11 : coloration et colmatage de la couche d'oxyde.....	page 29

## Liste des tableaux

Tableau n°1 : conditions optimales de traitement.....	page 31
Tableau n °2 : l'épaisseur de la couche et la densité pour différent temps.....	page 38
Tableau n°3 : résultats d'essai de décoloration .....	page 41

# SOMMAIRE

## Introduction

## PARTIE I étude théorique

1. Généralité .....	1
2. Historique .....	3
3. Définition de l'anodisation .....	4
4. Principe de l'anodisation.....	4
5. Mécanisme de formation des couches anodiques.....	5
6. Procédés d'anodisation .....	8
1) Anodisation chromique.....	8
2) Anodisation sulfurique.....	8
3) Anodisation oxalique.....	8
7. Domaine pratique d'oxydation.....	9
8. L'anodisation en milieu sulfurique .....	12
8.1 Traitements précédant l'oxydation.....	13
1) Dégraissage.....	13
2) Décapage.....	13
3) Neutralisation.....	13
8.2 Anodisation sulfurique.....	17
Les paramètres de l'anodisation.....	17
8.3 Les traitements postérieurs à l'anodisation.....	21
1. coloration.....	21
A. Coloration par absorption.....	21
B. Coloration électrolytique.....	26
2. Colmatage.....	27
1. Colmatage à l'eau bouillante.....	27
2. Colmatage à la vapeur saturé.....	28
3. Colmatage avec des sels de nickel.....	29

# SOMMAIRE

## PARTIE II méthodologie expérimentale

1. Introduction.....	30
2. Matériau utilisé.....	30
3. Prélèvement des échantillons.....	30
4. Montage expérimental.....	30
Conditions de traitement.....	31
5. Procédure expérimentale.....	32
6. Préparation métallographique.....	34
6.1 Observation métallographique.....	36
6.2 Essai de microdureté.....	37
7. Essai de décoloration.....	37
8. Essai de pliage.....	37

## PARTIE III résultats

Étude micrographique .....	38
Résultats d'essai de décoloration.....	42
Résultats d'essais de pliage .....	43

## Conclusion

# Introduction

L'aluminium et ses alliages ne peuvent pas résister à la corrosion dans les milieux agressifs. Pour cela l'anodisation est un meilleur moyen pour améliorer leur résistance à la corrosion, plusieurs procédés sont utilisés tel que : le procédé chromique, sulfurique, oxalique, phosphorique...

Le procédé sulfurique est largement utilisé en raison de ses économies d'exploitation et des résultats satisfaisant qu'il permet d'obtenir.

Cette étude est divisée en trois parties, la première partie est consacrée à l'étude théorique où nous avons décrit les conditions du traitement conduisant à l'obtention d'un film d'aluminium  $Al_2O_3$  continu homogène et dure. Ainsi que l'influence des éléments d'alliages et l'état de la surface sur les propriétés du revêtement.

La deuxième partie de notre travail est réservée au mode expérimental où nous avons élaborés par anodisation des couches d'oxyde sur des éprouvettes en alliage d'aluminium dans un bain sulfurique puis nous avons colorés et colmatés ses éprouvettes .

Pour caractériser la couche obtenue, nous avons déterminé sa masse, son épaisseur, sa densité et sa dureté.

En fin nous avons fait un essai de décoloration des éprouvettes avec anodisation et sans anodisation et nous avons fait aussi le pliage des profilés anodisés.

La troisième partie c'est les résultats que l'on obtient dans notre étude.

---

## 1. Généralité

Au contact de l'atmosphère, la surface de l'aluminium et ses alliages est recouverte d'une mince couche d'oxyde qui constitue en soi une protection naturelle du métal contre l'action des agents atmosphériques. Cette couche d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  naturelle a une épaisseur, plus ou moins régulière, de l'ordre de  $0.01 \mu\text{m}$ . [1]

La valeur protectrice de la couche d'oxyde naturelle peut être mise en défaut et n'empêche pas toujours la formation de piqûres si elle n'est pas répartie uniformément.

On peut obtenir des pellicules d'oxydes artificiels beaucoup plus épais et de caractéristiques différentes de celle de la couche naturelle plus protectrices par des procédés chimiques ou électrolytiques.

Dans le premier cas ce sont les traitements de conversions qui donnent des couches de l'ordre de  $1 \mu\text{m}$  à  $2 \mu\text{m}$ . Dans le deuxième cas ce sont les procédés d'anodisation qui permettent d'édifier des couches dont l'épaisseur peut à volonté être de quelques  $\mu\text{m}$  à  $25 \mu\text{m}$  dans les traitements de décoration ou de protection et peuvent même atteindre  $100 \mu\text{m}$ . [8]

L'aluminium et ses alliages sont aujourd'hui largement utilisés pour leurs propriétés intrinsèques (légereté, bonne tenue à la corrosion, conductibilité thermique ou électrique...), il convient de souligner que les traitements d'anodisation permettent d'y ajouter, en fonction des applications visées, des propriétés très spécifiques :

- renforcement important de la tenue à la corrosion ;
- amélioration de la dureté et de la résistance à l'abrasion ;
- diminution du coefficient de frottement ;
- isolation thermique ;
- isolation électrique ;
- possibilité de coloration ;
- base d'accrochage avant revêtement organique ou dépôt galvanique, etc.

C'est la raison pour laquelle les procédés d'anodisation sont aujourd'hui très répandus dans l'industrie pour des applications très diverses allant du transport au bâtiment, en passant par les loisirs, la décoration, les pièces mécaniques, les articles culinaires...[9]

L'aluminium utilisé industriellement est issu de procédés de transformations divers (filage, laminage, usinage, tréfilage, emboutissage...) laissant en surface des résidus, tels que les lubrifiants, qui vont parfois réagir chimiquement avec le métal. Par ailleurs, l'aluminium peut subir un certain nombre de traitements thermiques qui, outre le renforcement de l'oxyde naturel, vont entraîner la ségrégation de certains éléments vers la surface du métal. [6]

---

## 2. Historique

Dans son principe, la découverte de l'oxydation anodique de l'aluminium et de ses alliages suit de près celle du métal lui-même.

Dès 1857, Buff découvre que l'aluminium forme un oxyde lorsqu'il est placé comme anode dans une cellule d'électrolyse. En 1911, De Saint-Martin propose les principes de base de l'anodisation sulfurique. [1]

Par la suite de nombreux brevets de perfectionnement ont été pris dans divers pays, différent les uns des autres par la nature du milieu électrolytique, les paramètres d'exécution les propriétés de la couche et les techniques post-opératoires de coloration et de colmatage.

En 1923, BENGOUGH et STUART, en Grande -Bretagne, développent l'anodisation en milieu chromique en vue de la protection des éléments en alliage aluminium-cuivre d'avions et hydravions.

L'anodisation en milieu sulfurique, mise au point de façon industrielle par GAYER et O'BRIEN, s'est révélée la plus apte aux traitements décoratifs (et en même temps protectifs) et a donné lieu, sous le nom initial « alumilite » à un développement considérable.[2]

Actuellement, la plupart des brevets d'anodisation sont dans le domaine public. On n'a pas assisté à de nouvelles découvertes qui bouleversent les procédés. Cependant, de nombreux travaux scientifiques de base on permet de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu.[1]

### 3. Définition de l'anodisation

L'anodisation de l'aluminium, appelée aussi oxydation anodique, est un traitement de surface de l'aluminium éprouvé et courant. La surface de l'aluminium est transformée en oxyde d'aluminium par un processus électrochimique. Cette couche d'oxyde est de dureté céramique, transparente et, à la différence du résultat obtenu par les autres traitements de surface, elle est fermement liée au matériau de base. L'épaisseur de la couche peut être sélectionnée en fonction de l'application.

### 4. Principe de l'anodisation [10]

L'anodisation ou oxydation anodique sulfurique consiste par voie électrolytique à former en surface une couche d'Alumine  $Al_2O_3$  qui est le résultat de la combinaison de l'aluminium et de l'oxygène dégagé comme la montre schématiquement la figure 1.

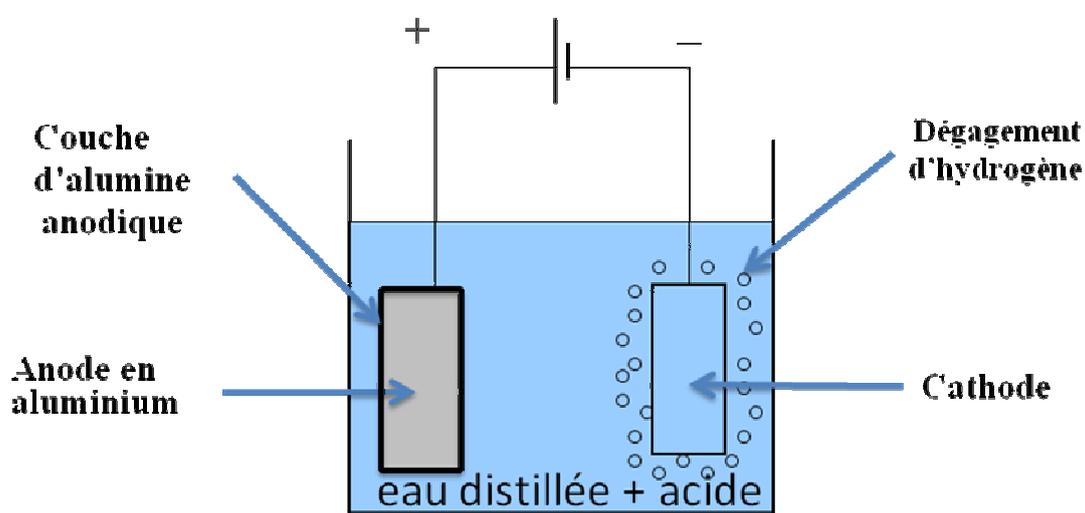


Figure n°1 oxydation anodique de l'aluminium [10]

## 5. Mécanisme de formation des couches anodiques

Selon le type de l'électrolyte utilisé dissout ou non dissout pas la couche, le processus d'anodisation sera différent. D'où la subdivision en deux grandes classes d'électrolytes :

1. Si l'électrolyte utilisé ne possède aucune action dissolvante ni sur l'aluminium ni sur son oxyde ; après quelques secondes de mise sous tension, l'intensité chute rapidement à une valeur extrêmement faible comme le montre la courbe n°1 de la figure n°2 .Il s'est donc formé une couche d'alumine compacte qui a arrêté le courant et qu'on désigne par « couche barrière ».[10]
2. Si par contre l'électrolyte possède une action dissolvante sur l'oxyde ; le processus de la croissance de la couche anodique est la résultante d'une compétition entre deux phénomènes :
  - l'élaboration de la couche sous l'action du courant,
  - la dissolution de l'oxyde par l'électrolyte, [1]

Après mise sous tension on observe un pic de courant (qui correspond à la formation de la couche barrière) puis se dernier se stabilise à une valeur non nulle (courbe n°2)de la figure n°2.

En effet la dissolution chimique commence en de nombreux points et conduit à la formation d'une « couche poreuse ». [6]

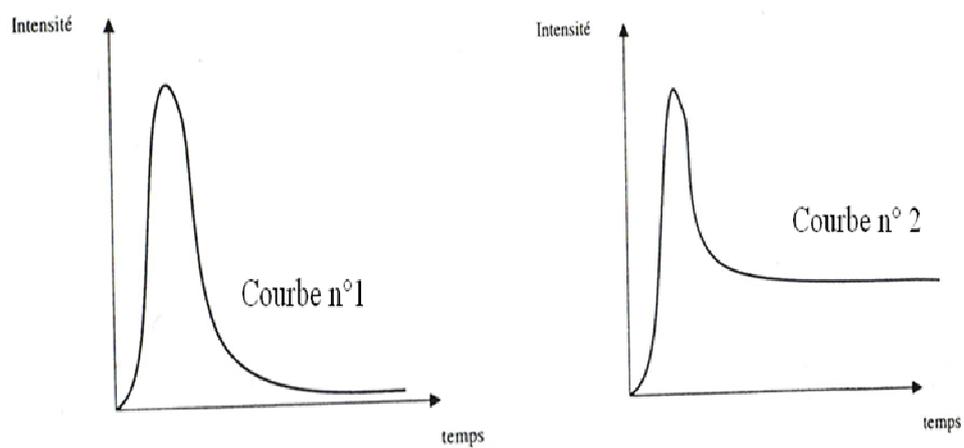


Figure n°2 : Courbes de l'intensité en fonction du temps et selon la nature de l'électrolyte.[2]

## 5.1 Propriété de la couche d'oxyde

L'oxyde obtenu par anodisation a des propriétés très différentes du métal, c'est un autre matériau. Ces propriétés varient beaucoup suivant les conditions opératoires de l'électrolyse et des autres paramètres qui interviennent dans la formation de la couche d'oxyde.[11]

Le tableau ci-après montre les différences de caractéristiques physiques, mécaniques et thermiques.

propriétés	Métal aluminium	Alumine
Allongement à la rupture	De 4 à 35 %	0,3 à 0,5 %
Température de fusion	658 °C	2100°C
Module d'élasticité	6700 kg/dm <sup>2</sup>	3600 à 5200 kg/dm <sup>2</sup>
conductibilité thermique (entre 0 et 60 °C)	21 à 63 W/m°C	220 W/m°C
coefficient de dilatation	5 10 <sup>-6</sup>	23 10 <sup>-6</sup>

## 6. Procédés d'anodisation

Différents procédés d'anodisation spécialisés permettent de tenir compte de manière ciblée du domaine d'application ou des propriétés nécessaires de la couche d'oxyde de la pièce d'aluminium

Les procédés historiques anglais utilisant l'acide chromique, japonais et allemand utilisant l'acide oxalique, sont maintenant presque totalement remplacés par l'acide sulfurique

### 1) Anodisation chromique

La couche d'anodisation chromique est obtenue par un courant continu dans un électrolyte d'acide chromique à une température d'environ 40 °C. Ces couches sont très minces, mais particulièrement résistantes à la corrosion. L'épaisseur usuelle se situe entre 1,5 et 6  $\mu\text{m}$ . [10]

### 2) Anodisation oxalique

En raison de la faible activité chimique de l'électrolyte, et des densités de courant admissibles élevées, les films obtenus sont épais et durs, ils sont cependant moins transparents que dans l'acide sulfurique, les tensions d'électrolyse sont élevées voisine de 40 V, la dépense d'énergie totale est donc à égalité d'épaisseur, deux fois supérieure à celle qui est nécessaire dans l'acide sulfurique [10]

### 3) Anodisation sulfurique

Elle permet d'obtenir des films transparents, homogènes, se colorant facilement, particulièrement adaptés aux applications décoratives et protectives en même temps

La couche d'oxyde est formée par un courant continu dans un électrolyte d'acide sulfurique à 18 - 20 °C. L'épaisseur des couches d'oxyde est de l'ordre de 5 à 30  $\mu\text{m}$ . [1]

## 7. Domaine pratique d'oxydation

### 7.1 Procédé sulfurique

#### Influence de l'alliage sur les paramètres d'anodisation

La nature du métal agit surtout la densité du courant d'anodisation que l'on peut atteindre sous une tension d'électrolyse déterminée.

#### Densité de courant

Si l'anodisation est effectuée à tension constante, les densités de courants (dont dépend la vitesse d'élaboration de l'oxyde) peuvent varier selon la nature de l'alliage. (Figure n°4)

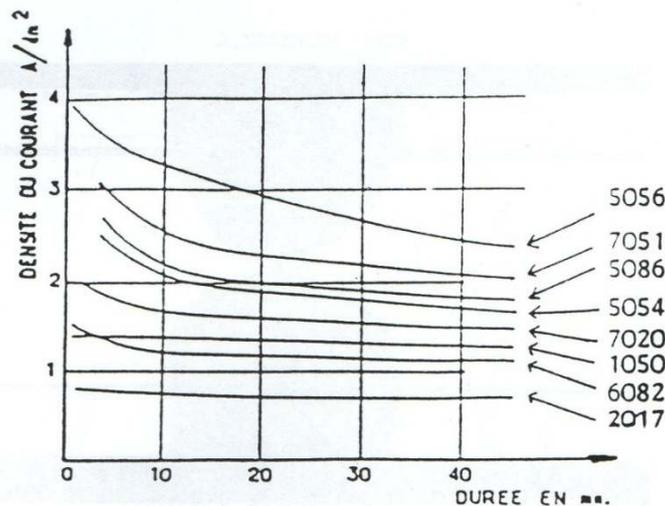


Figure n°3 : Densité de courant, suivant les alliages en fonction du temps d'oxydation d'après (J.HERENGUEL et R.SEGOND) [7]

La figure n°3 montre que la densité de courant varie en cours d'anodisation, elle se situe à tension déterminée à des niveaux différents selon la nature de l'alliage. On voit qu'après 45 minutes de traitement la densité de courant qui de  $1.3 \text{ A/dm}^2$  sur l'aluminium 1050 et seulement  $0.7 \text{ A/dm}^2$  sur l'alliage 2017 et atteinte jusqu'à 2.3 pour l'alliage 5056. [7]

## Influence des éléments d'alliage

Il y a des éléments d'alliages celles qui augmentent la vitesse d'oxydation. C'est le cas du Mg, Zn,... comme le montre la figure n°6, que la teneur en magnésium influence la densité de courant et l'épaisseur de la couche d'oxyde, et celles qui diminuent la vitesse d'oxydation comme Cu, Ni, Si, Ag... [6]

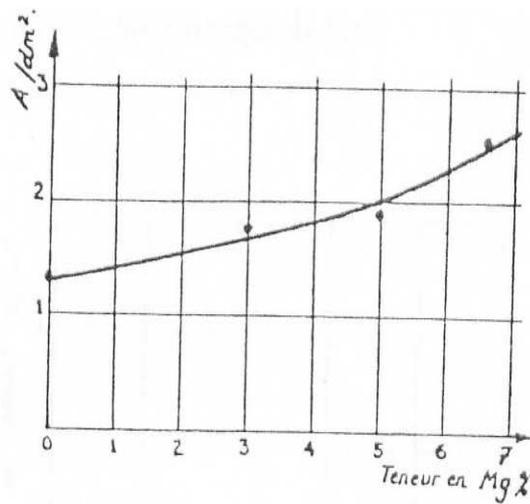


Figure n°4 : Densité de courant en fonction de la teneur en magnésium à la 30<sup>ème</sup> mn de l'électrolyse. ( $H_2SO_4$  180g/l, 15V, 20°C) [6]

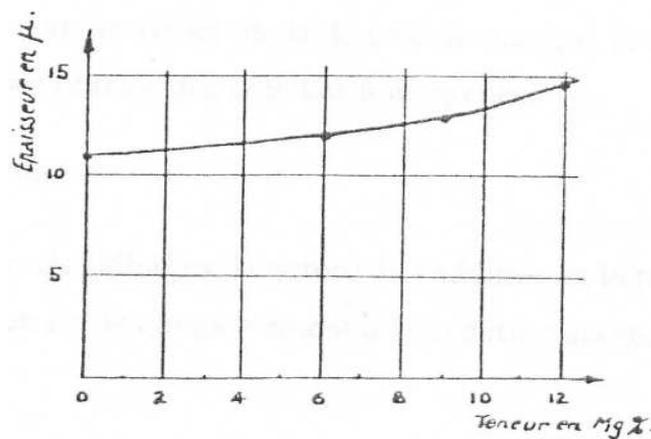


Figure n°5 : L'épaisseur du film d'oxyde pour une même quantité de courant pour l'alliage Al-Mg [8]

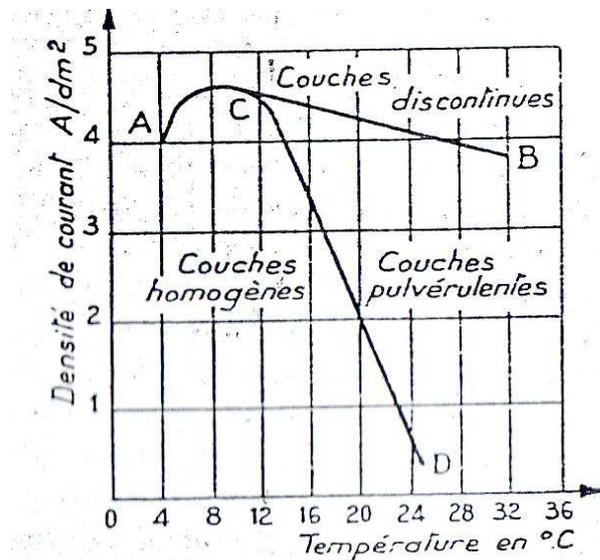


Figure n °6 : Conditions d'obtention d'une pellicule homogène et dure sur l'alliage

A-G7

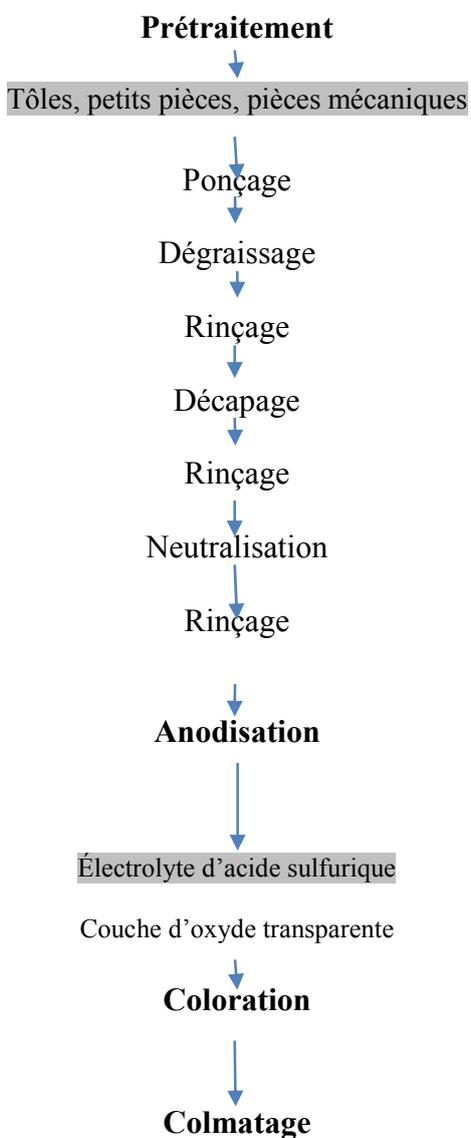
(Série 5000)(6.5% Mg) dans un électrolyte 15%en poids d'acide sulfurique [6]

La figure montre l'effet de la densité de courant, la température et la concentration du bain pour obtenir des couches homogènes

Avec les alliages Al-Mg on peut opérer à une densité de courant plus forte qu'avec l'aluminium pour obtenir des couches d'oxydes homogènes, mais à une température moins élevée.

## 8. L'anodisation en milieu sulfurique

L'ensemble des opérations devant concourir à l'accomplissement de l'anodisation en milieu sulfurique est schématisé ci-dessous :



## 8.1 Traitements précédant l'oxydation

Le traitement d'oxydation anodique doit être effectué sur une surface exempte de graisse, d'oxydes ou d'inclusion apportées par l'opération de laminage, de traitement thermique

On distingue entre les prétraitements mécaniques (ponçage) et chimiques (décapage,). Les diverses combinaisons de prétraitements mécaniques et chimiques permettent de déterminer les caractéristiques de la surface des pièces de manière ciblée.

### 1) Dégraissage

Le dégraissage, la première étape de tous les traitements chimiques ou électrochimiques, élimine en profondeur toute trace de substances organiques. Pour cela, les pièces sont traitées dans des bains de nettoyage aqueux alcalins. Les graisses et les huiles y sont émulsifiées, dissoutes et dispersées.

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

#### Dégraissage en milieu alcalin [3]

C'est la méthode la plus utilisée pour l'aluminium employé dans le bâtiment. Les spécifications auxquelles une bonne solution de dégraissant doit satisfaire, sont les suivantes :

- bien mouiller la pièce pour entrer en contact avec la salissure.
- dissoudre la salissure (par émulsion et saponification).
- détacher la salissure grasse de la pièce et la mettre en solution.

- être active mais ne pas attaquer l'aluminium.
- éliminer la dureté de l'eau (sels de Ca, Mg) pour accroître l'action du dégraissage.

Il est évident que toutes ces fonctions ne peuvent être accomplies par un seul produit et donc les dégraissants sont généralement un mélange de produits chimiques, dont chacun a un rôle bien défini dans ce traitement.

Nous allons répertorier quelques catégories de produits chimiques entrant dans la formulation des dégraissants :

### **Soude caustique; Carbonate de soude ; Phosphates ;Savons et détergents synthétiques**

Conditions d'utilisation

- Température : 45 à 65 °C
- Ph entre : 9 et 11
- Temps d'immersion : 2 à 15 minutes

### **Dégraissage en milieu acide [3]**

Les bains sont souvent à base **d'acide phosphorique** ou **d'acide sulfurique**. Lorsque l'on souhaite augmenter le pouvoir décapant du bain, des dérivés fluorés peuvent être ajoutés. De nombreuses combinaisons sont possibles entre différents produits acides (sulfurique, phosphorique, nitrique, fluorhydrique, etc.).

L'action de nettoyage est double :

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

## Conditions d'utilisation

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

## 2) Décapage

Après le dégraissage, les pièces en aluminium sont généralement décapées. Cette opération a lieu dans un bain alcalin ou un bain de décapage acide qui élimine les dernières traces de graisse, d'impuretés et d'oxyde naturel.

On utilise des bains de décapage, que l'on peut, en ce qui concerne les alliages d'aluminium, classer en différentes catégories.

- **Décapage alcalin**

Les bains, qui travaillent aux alentours de 50° C, sont en général à base de soude (NaOH).

Le décapage alcalin laisse en surface de l'aluminium une surface souillée (des hydroxydes d'aluminium et des éléments d'addition) qui prend parfois une couleur sombre. Il est indispensable, avant de continuer la gamme d'anodisation, de procéder à une dissolution de ces composés (neutralisation ou blanchiment) qui s'effectue en général en milieu acide oxydant, comme l'acide nitrique.[3]

Conditions d'utilisation

Concentration en soude ; 40 à 70 g/l

Température : 40 à 65 °C

Temps : 1 minute

- **Décapage acide**

Comme pour les bains de dégraissage, il existe dans le commerce de nombreuses combinaisons d'acides ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{CrO}_3$  ...).

Signalons cependant que lorsque l'on souhaite une attaque importante du métal en milieu acide, on peut provoquer une attaque préférentielle aux joints de grains et une diminution des caractéristiques mécaniques de l'aluminium.

### 3) **Neutralisation** (ou blanchiment) [11]

Les pièces à anodiser après avoir subi le traitement alcalin de décapage (suivi des rinçages correspondants), sont immergées dans la cuve de neutralisation acide afin de :

- Éliminer de la surface de l'aluminium les hydroxydes qui se sont formés lors des prétraitements alcalins et dont la présence provoquerait des défauts pendant l'oxydation anodique
- Passiver l'aluminium mis à nu pour le protéger lors du séjour dans les rinçages précédant l'anodisation.

Cette neutralisation se fait en milieu nitrique ou sulfurique.

#### **a) Acide nitrique**

Le plus souvent, la cuve de neutralisation contient une solution d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ).

#### **Conditions d'utilisation**

- Concentration de  $\text{HNO}_3$  : 10% en volume .
- Température : 20 à 25 °C
- Temps : 1 minute

#### **b) Acide sulfurique**

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

#### **Conditions d'utilisation**

- Concentration de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  : 40 à 60 g/l.
- Additifs : 15 à 40 g/l.
- Température : 15 à 25 °C.
- Temps de contact : 3 à 15 mn

#### 4) Anodisation sulfurique

Il s'agit du type d'oxydation anodique le plus utilisé dans le cas de l'aluminium destiné au bâtiment. L'anodisation en milieu sulfurique est aujourd'hui la plus répandue industriellement, essentiellement pour trois raisons :

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

Le traitement se fait généralement en immergeant dans une cuve contenant une solution d'acide sulfurique ; l'aluminium relié au pôle positif (anode) d'un générateur de courant continu adapté, et les cathodes en plomb ou en aluminium reliés au pôle négatif.

La cuve d'anodisation doit être habillée intérieurement avec un matériau anti-acide (généralement du PVC).

Les cathodes en plomb ont l'avantage de se passiver (devenir chimiquement inertes) dans la solution, car elles se recouvrent d'une très mince couche de sulfate de plomb insoluble. Elles ont donc une grande durée de vie si leur montage est fait dans les règles de l'art (étamage de la barre cathodique en cuivre et, par la suite, application de la bande en plomb avec soudure à la goutte).

Les cathodes en aluminium ont l'avantage d'avoir une plus grande conductibilité électrique (environ 7 fois supérieure à celle du plomb) et donc de nécessiter une surface immergée plus réduite. Le poids spécifique est aussi favorable à l'aluminium. Le seul aspect négatif concernant l'emploi de ce matériau, est sa réactivité dans l'acide sulfurique sous certaines conditions. [11]

## Les paramètres de l'anodisation

- 1) La durée de l'opération ;
- 2) La température du bain ;
- 3) La densité du courant;
- 4) La concentration de l'électrolyte

1) La durée de l'opération : dépend de l'épaisseur de la couche que l'on cherche à obtenir. On opère en général, pendant une à une heure quinze (10 à 20  $\mu$ ) pour la protection

2) la température du bain : l'anodisation est une réaction exothermique, c'est-à-dire qu'elle développe une grande quantité de chaleur. toute cette chaleur doit être éliminée par un système de refroidissement pour que le bain travaille à une température de  $19 \pm 2$  °C.[6]

Si la température dépasse 30°C dans le bain d'anodisation provoque des inconvénients suivants :

- Couche d'oxyde avec des pores trop ouverts (voir figure n°9) et donc plus difficiles à colmater.
- Danger de "brûlures" sur l'aluminium.
- Variations de densité de courant.
- Augmentation du pouvoir de dissolution du bain sur la couche et donc diminution du rendement.

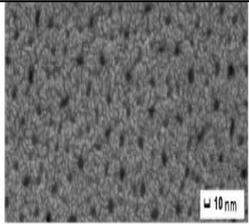
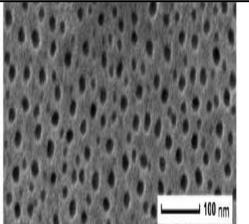
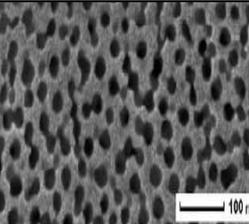
Température (°C)	5	35	55
Taille des pores			

Figure n °7 : Effet de la température sur la taille des pores [11]

- 3) La densité de courant sera limitée par les risques d'échauffements locaux.  
La valeur la plus généralement adoptée se situe aux alentours de  $1,5 \text{ A/dm}^2$   
Une densité de courant élevée provoque un développement de chaleur supérieur dans le bain. Si le refroidissement n'est pas assez performant, on peut avoir des "brûlures" sur le métal avec une désagrégation de la couche qui devient friable et laiteuse
  
- 4) La concentration de l'acide sulfurique est normalement choisie entre 150 et 200 g/l (voir figure n°8). Plus l'acide sulfurique est concentré meilleur est la conductibilité électrique du bain, avec une économie de tension électrique à parité de densité de courant.[5]

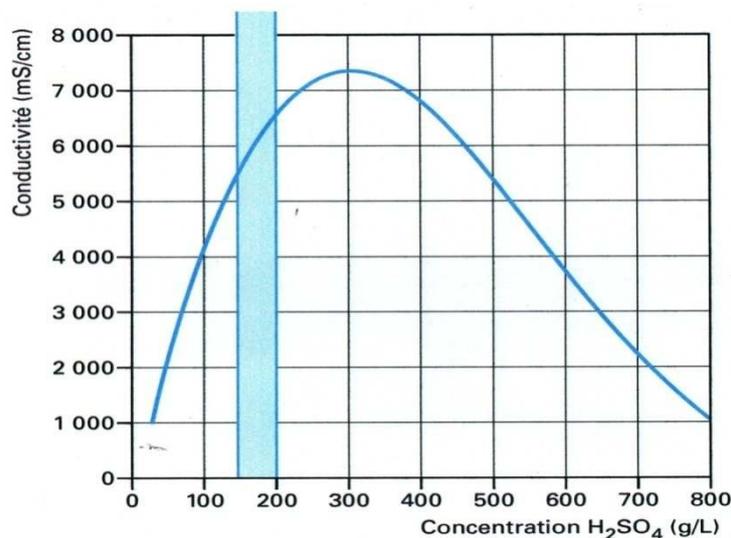
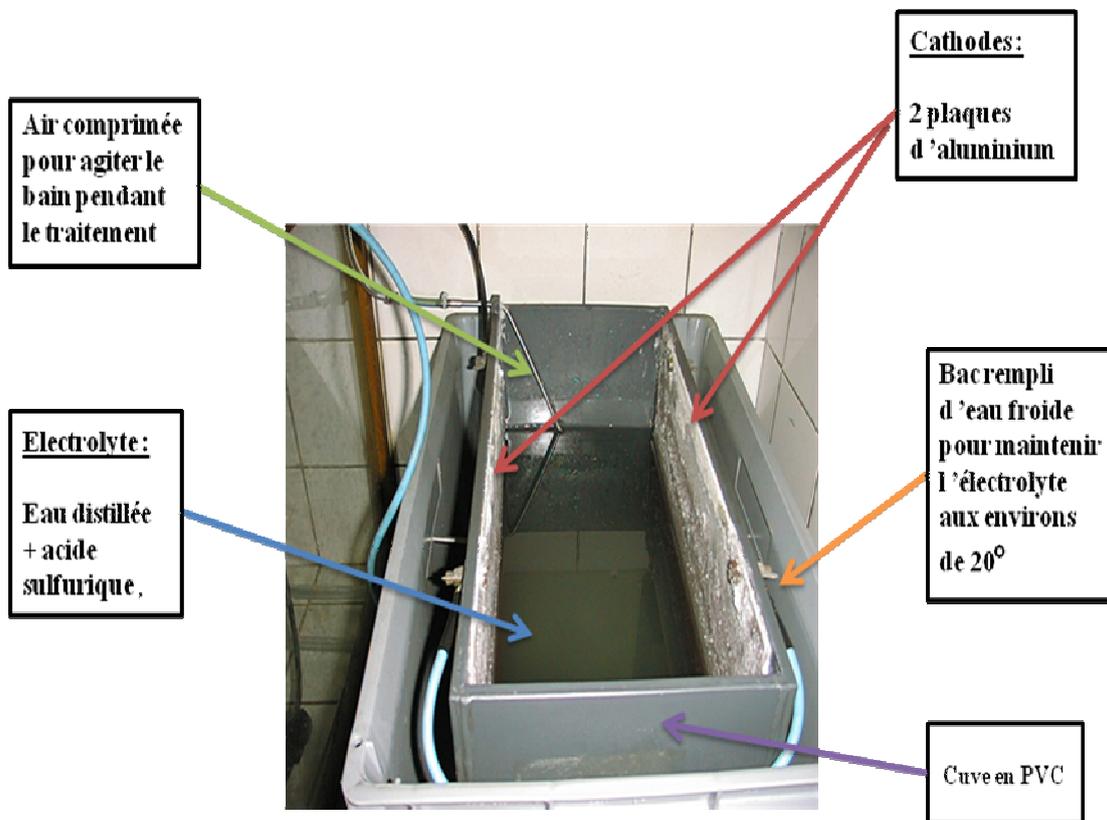


Figure n°8 : Conductivité d'une solution d'acide sulfurique en fonction de sa concentration [5]

Exemple d'une petite installation d'anodisation [11]



## 8.2 Les traitements postérieurs à l'anodisation

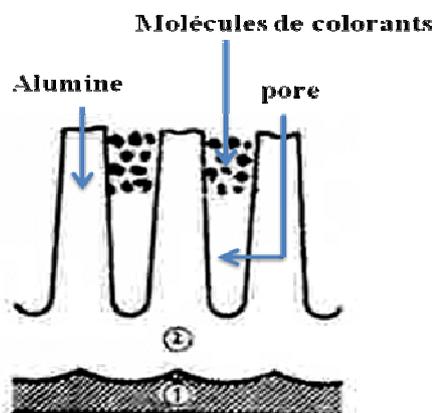
### 1) La coloration

Pour aborder les principes techniques de l'anodisation, nous devons traiter de la porosité. Les pores sont les éléments grâce auxquels il a été possible de développer des colorations.

Les techniques de coloration peuvent se classer en deux familles

#### A. Colorations par absorption

Il s'agit de colorations que l'on obtient simplement en plongeant l'aluminium anodisé dans certaines solutions de colorants, sans application de courant électrique. La couche d'alumine prend la couleur apportée par les molécules colorantes. Ces molécules se fixent par absorption dans les couches externes de l'alumine et peu à peu migrent vers le fond des pores - on dit que la couleur "monte". **La figure 11** représente schématiquement une telle couche colorée.[11]



Suivant le type de substance qui donne la couleur, on distingue :

1. Colorations organiques,
2. coloration inorganique.

#### A.1 )\_Colorations organiques

On emploie, pour ce type de traitement, des colorants organiques, solubles dans l'eau, ayant une grande tenue à la lumière. Ces produits chimiques entrent dans les pores de la couche d'oxyde (non colmatés). Les couleurs les plus répandues sont orange, rouge, bleu, vert, noir, etc

La qualité du résultat que l'on obtient avec ce type de traitement est fonction de différents paramètres :

- 1) Epaisseur de couche
- 2) Solidité à la lumière du colorant employé
- 3) Conditions de traitement (concentration, pH, temps, température).

##### 1. Epaisseur de couche

Pour effectuer ces colorations, surtout dans les tons les plus foncés, il faut avoir des épaisseurs de couche élevées, normalement au-dessus de 20 microns. Ceci parce que le produit de coloration, en entrant dans le pore, arrive difficilement à le remplir complètement, devant prendre la place de la solution aqueuse qui s'y trouve déjà.

##### 2. Solidité du colorant à la lumière

Les colorants organiques, utilisables pour l'aluminium employé en bâtiment ou en décoration pour des applications extérieures, ne sont pas très nombreux.

Conditions d'utilisation

- Temps : S'il est trop court, on a une absorption insuffisante (juste superficielle) avec des conséquences sur la tenue à la lumière. S'il est trop long, on n'a généralement pas d'effets négatifs
- Température : 60°C
- Concentration de colorants : 3 à 30 g/l.

## A.2 ) Colorations inorganiques

Le principe sur lequel elles se basent est la précipitation de composés métalliques (généralement des hydroxydes) à l'intérieur des pores de la couche d'oxyde. Ces colorations ne permettent pas d'avoir une gamme de tons de couleurs aussi étendue que celle des colorants organiques, mais elles ont normalement une meilleure tenue à la lumière et à la chaleur. Les colorations inorganiques les plus répandues pour l'aluminium utilisé en bâtiment et en décoration pour des applications extérieures, sont les suivantes :

Or : Ferri-oxalate d'ammonium et de sodium

Bronze : Cobalt et permanganate

Exemples de couleurs inorganiques : gammes des Or, Champagne

### 1. Or :

Le bain de coloration est formé par une solution aqueuse à 15 à 25 g/l de ferri-oxalate d'ammonium :  $(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3\text{H}_2\text{O}$

Les conditions de coloration or avec du ferri-oxalate d'ammonium

- Cuve en fer habillée intérieurement avec du PVC 2.
- Solution préparée avec de l'eau déminéralisée 3.

- Concentration de 15 à 25 g/l
- pH 4.5 à 5.
- Température 35 à 45 °C
- Temps de 1 à 10 mn suivant le ton de la couleur or que l'on recherche

## 2. Bronze inorganique

Avant d'exécuter cette coloration il faut complètement éliminer l'acide sulfurique des pores du matériel anodisé. Pour cela,

1. On plonge pendant quelques minutes le chargement dans une cuve qui contient une solution à 10 g/l de bicarbonate de sodium ( $\text{NaHCO}_3$ ) pH 8 à 9, à température ambiante.
2. on rince et on plonge le chargement dans une solution de 5 à 10 g/l d'acétate de cobalt, à pH 6-7 et température ambiante, durant environ 1 à 2 minutes. On rince et on rentre le chargement dans une solution de permanganate de potassium à 10 g/l, pH 6-7, température ambiante pendant environ 1-5 mn.
3. on rince et on met dans la solution de cobalt. le temps d'immersion est en fonction de l'intensité de la couleur bronze que l'on souhaite obtenir.

Exemples des pièces mécaniques anodisées et colorées par des colorants organiques



Exemples des pièces mécaniques anodisées et colorées par des colorants inorganiques



## B. La coloration électrolytique

Le traitement se fait en soumettant l'aluminium anodisé à un courant électrique alternatif adapté dans un bain contenant une solution de sels métalliques et d'autres additifs chimiques. Sous l'effet du courant, les particules métalliques se déposent au fond des pores de l'oxyde d'aluminium. Avec le traitement de colmatage qui suit (fermeture des pores), on obtient une coloration très résistante.

Le type de couleur est fonction du métal utilisé. Le ton (clair, foncé, noir) est fonction de la durée du traitement.

Les couleurs les plus répandues sont brun, bronze, gris, ardoise, noir, Ces couleurs sont obtenues avec des solutions à base de sels de cobalt, nickel ou étain.

Les bains d'électro coloration à base de nickel ont été les premiers à être proposés sur le marché, tout comme ceux à base de cobalt. Ensuite, ils ont été remplacés par l'électro coloration à base de sels d'étain. La palette des couleurs rouges peut être obtenue avec des solutions à base de sels de cuivre, d'or ou de sélénium. On peut obtenir un ton couleur OR avec un bain d'électro coloration à base de sels d'argent, cobalt ou manganèse.[11]

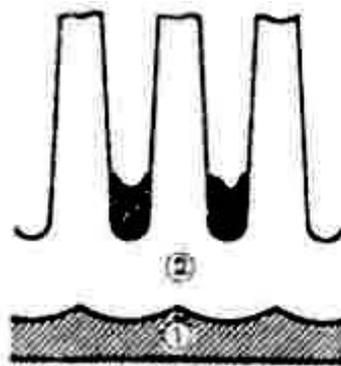


Figure n°10 : Coloration électrolytique [11]

## 2) Le colmatage

Cette opération finale est très importante dans le cycle d'anodisation de l'aluminium.

Un bon colmatage est fondamental pour la bonne qualité du produit fini.

La résistance dans le temps du métal soumis à l'oxydation anodique est fonction de l'efficacité de ce traitement. Un mauvais colmatage débouche inévitablement sur un vieillissement prématuré du métal surtout si celui-ci a subi aussi une coloration.

### Théorie du colmatage

Le colmatage se caractérise par la fermeture des pores de la couche d'oxyde qui est, soit hydratée à haute température, soit imprégnée de sels métalliques et hydratée [11]

### Différents types de colmatage

Le colmatage de la couche d'oxyde peut se faire de différentes façons :

- Colmatage à l'eau bouillante.
- Colmatage à la vapeur saturée.
- Colmatage avec des sels de nickel.

#### 1. Colmatage à l'eau bouillante

Pour ce traitement, on plonge le métal anodisé dans une cuve d'eau déminéralisée ou distillée, proche de la température d'ébullition.

#### Les conditions de traitement

- Température < 96 °C
- Temps 3 mn par micron de couche
- Ph De 5,5 à 6,5

## 2. Colmatage à la vapeur saturée

Il s'agit d'une méthode très efficace qui présente certains avantages et quelques désavantages par rapport au colmatage à l'eau bouillante

### Avantage

- Le colmatage n'est pas fonction du degré de pureté ni du pH de l'eau.
- l'action d'hydratation est beaucoup plus rapide, du moment que l'on travaille à des températures supérieures à 100 °C.
- Tendance réduite à décolorer l'aluminium.

### Inconvénients

- installation plus coûteuse.
- nécessité de travailler dans des récipients fermés, qui doivent être ouverts uniquement pour introduire et sortir les pièces
- possibilité de coulures dues à l'eau de condensation, pouvant laisser des tâches surtout sur des tôles colorées.

### Les conditions d'utilisations

- Température : De 100 à 110 °C.
- Temps : 3 mn par micron.
- Pression : De 1 à 3 atmosphères

### 3. Colmatage avec eau et sels de nickel

On se sert d'une cuve qui contient une solution aqueuse de sels de nickel à haute température, dans laquelle on plonge le chargement

Les conditions d'utilisation

- Concentration du sel : 10 g/l
- Température : minimum 96 °C
- Temps : 3 mn par micron

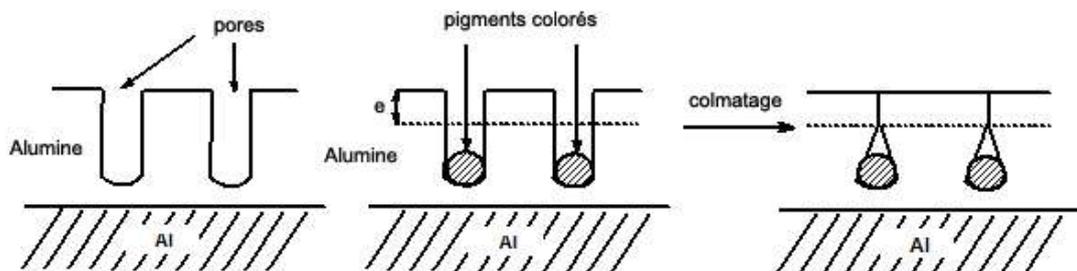


Figure n °11 : coloration et colmatage de la couche d'oxyde [11]

## 1. Introduction

Après l'étude bibliographique faite dans le chapitre précédent, on s'intéressera dans ce chapitre à la partie expérimentale.

On présente le matériau utilisé, ensuite, on expose les différentes étapes de la préparation des échantillons.

## 2. Matériau utilisé

Le matériau utilisé dans notre étude est l'alliage d'aluminium appartient à la série 5000 qui s'agit de nuance 5083.

## 3. Prélèvement des échantillons

Les échantillons ont été découpés avec la scie à métaux sous forme des éprouvettes de dimensions 30\*30\*6 mm. Ces échantillons ont été percés avec un foret de 2mm pour pouvoir les accrocher un fil d'aluminium.

## 4. Montage expérimental

Voir photo n°1.

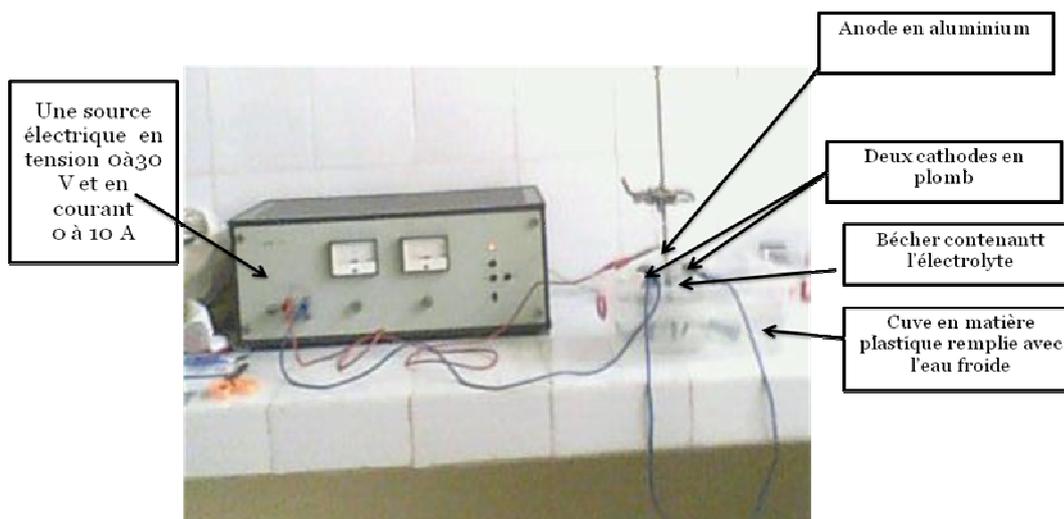


Photo n°1 : électrolyseur

### Conditions de traitement

Dans ce procédé, on utilise un bain à base d'acide sulfurique dont la concentration est 15%. Les conditions optimales de traitement sont résumées dans le tableau n°1

Tableau n°1 : conditions optimales de traitement

Alliage	Température (°C)	Tension (V)	Densité (A/dm <sup>2</sup> )	Durée (mn)
5083	19 ± 2	17	1.5	30 à 40

### Calcul du courant de l'électrolyse

L'électrolyse s'agit de courant électrique de forme  $I = d * S$ .

I : l'intensité de courant.

d : la densité de courant.

S : surface totale immergée dans l'électrolyte en dm<sup>2</sup>.

Dans notre cas l'échantillon avait une surface de 0.252 dm<sup>2</sup>. le courant résultant sera alors de

$$I = 1.5 * 0.252 = 0.378 \text{ A}$$

### Préparation de la solution de l'électrolyte

On verse 100 ml d'eau distillée dans un bécher, ensuite on introduit doucement 33.72 ml de l'acide sulfurique et on complète la solution à un volume de 400ml avec l'eau distillée.

### Aspect de la surface avant l'anodisation

L'aspect de la surface après les différentes opérations (dégraissage, décapage, neutralisation) prend la couleur grise.

### 5. Procédure expérimentale

Avant l'anodisation, on prépare la surface de l'échantillon (dégraissage, décapage, neutralisation).

- Pour dégraisser l'échantillon il suffit d'imbiber un chiffon de l'acide trichlorethylène  $\text{Cl}_2\text{CClCH}_3$  et on frotte l'échantillon puis on le rincer à l'eau courante.
- Le décapage se fait par l'immersion de l'échantillon dans une solution de soude (NaOH) de concentration 40 g/l à une température de 40 °C durant une minute ensuite on le rincer à l'eau courante.
- On trempe l'échantillon dans une solution d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) de concentration 10%, pendant une minute à la température ambiante pour neutraliser, puis on le rincer à l'eau courante et séché.

Après la préparation de la surface de l'échantillon, on le pèse avec une balance de précision 1mg.

Une fois que l'échantillon est préparé on l'accrocher avec un fil d'aluminium et on passe à l'étape d'anodisation :

On verse la solution de l'électrolyte dans un bécher et on le met dans une cuve remplie à l'eau froide pour fixer la température à 21°C.

On met l'échantillon dans le bécher, ensuite on le branche au pôle positif de la source électrique (c'est l'anode), et on branche les cathodes en plomb au pôle négatif.

On met en marche l'électrolyseur, en fixant le courant à la valeur précédemment calculée à 0.37 A.

On effectue l'anodisation au premier échantillon pendant 30 mn et un deuxième échantillon pendant 40 mn.

Après les 30 mn on coupe le courant et on retire rapidement l'échantillon du bain, on le lave abondamment avec de l'eau courante puis on le sèche avec un séchoir d'air.

Après le séchage on pèse notre échantillon.

**Aspect de la surface après l'anodisation**

L'aspect de la surface de l'échantillon après l'anodisation est modifié, il prend la couleur grise foncée.

**La coloration**

Après l'anodisation on passe à l'étape de la coloration :

Pour colorer les éprouvettes, on les plongera dans une solution remplie de colorant et d'eau distillée.

Pour préparer cette solution, nous avons utilisé de l'eau distillée avec soit :

- Un colorant sous forme de poudre utilisé dans l'industrie textile.
- Un colorant sous forme liquide qui est en fait encre d'imprimante.

Mode opératoire :

Dans un bécher, nous avons versé 30 ml d'eau distillée avec 20 ml de colorant. La solution est mélangée puis portée à une température de 45 °C.

Après le trempage dans le colorant, il faut rincer brièvement les éprouvettes pour enlever l'excédent de couleur à l'eau froide.

Maintenant qu'on a créé une couche autour de les éprouvettes, et qu'on y a inséré de la couleur, il faut refermer la couche pour solidifier la surface donc on les colmatées.

Pour colmater les éprouvettes on les passer à l'eau bouillante.

Le temps de colmatage = le temps d'anodisation.

## 6. Préparations métallographiques

### ➤ Enrobage

Pour faciliter la manipulation et le polissage des échantillons, on les enrobe de résines thermodurcissables suivant la coupe perpendiculaire à la surface du dépôt à mesurer. L'enrobage se fait avec une enrobeuse de marque prestopress (Voir la photo n° 2)



Photo n°2 : enrobeuse

### ➤ Polissage

Le polissage des échantillons enrobés a pour but d'éliminer les stries de la surface à observer en microscope.

Il s'effectue en deux étapes :

#### ✓ polissage grossier

Cette opération s'effectue manuellement avec des disques tournants en carbures de silicium (papier abrasif de 280,400, 800, 1000, 1200) . Cette opération est accompagnée par une lubrification (eau) pour éviter le risque de surchauffée. la polisseuse disponible est de marque Metasinex (voir photo n°3).



Photo n°3 : polisseuse

✓ **polissage de finition**

Un polissage final avec un tapis de velours et lubrification d'alumine



Photo n°4 : polisseuse de finition

### 6.1 Observation métallographique

#### ❖ Microscopie optique

L'examen micrographique à été effectué sur un microscope optique qui existe au niveau du laboratoire des Sciences Des Matériaux (SDM) au département de la mécanique, équipé d'un appareillage photographique (voir photo n°5). cet examen permet d'observer et de mesurer l'épaisseur des couches.



Photo n°5 : microscope optique

### **6.2 Essai de micro dureté**

Nous avons mesurés la micro dureté de la couche d'oxyde avec un micro uromètre. On a choisis le micro dureté Vickers.

Nous avons appliqués une charge de 50 g sur différent endroits de la couche d'oxyde on va de l'extrémité de la couche vers le métal de base. Après l'application de la charge pendant 5 s, on obtient l'empreinte sur la couche d'oxyde .Les résultats sont donnés dans le tableau n° 3

### **7. Essai de décoloration**

Dans cette partie on travaille avec deux échantillons, un échantillon avec anodisation et coloration et l'autre sans anodisation, et on observe la différence de couleur entre eux, et on les peser pendant chaque temps donné dans le tableau de résultats.

On les trempe au même temps dans une solution de l'eau de mer (eau distillée +NaCl) . Les résultats sont donnés dans le tableau n°4

### **8. Essai de pliage**

On a anodisé un profilé et on a le coloré puis on le plié avec une plieuse à 90° .

(Voir photo n°8)

On a plié une autre pièce anodisée et colorée industriellement

(Voir photo n° 9).

## Remarques

Lors du déroulement de l'expérience

- La tension augmente doucement de 17V puis se stabilise à 18V. ceci est dû à la résistance de la couche d'oxyde qui augmente le potentiel d'anodisation.
- la température du bain augmente au cours de l'anodisation. Elle était au dépôt de 21°C et atteint 23°C à la fin de l'expérience.

Masse de la couche

Les échantillons sont pesés avant et après chaque anodisation afin de mesurer la masse de dépôt ( $\Delta m$ ).

## Étude micrographique

L'examen micrographique a montré que

- ❖ pour l'échantillon anodisé pendant 30 minutes (photo n° 1) l'épaisseur de la couche est uniforme.
- ❖ pour l'échantillon anodisé pendant 40 minutes (photo n°3) l'épaisseur de la couche est uniforme.

L'épaisseur

Une échelle micrométrique associée au microscope optique a permis de mesurer l'épaisseur de la couche. On estime l'épaisseur de la couche pour deux les échantillons.

Alliage	Temps d'anodisation (mn)	Tension (V)	$m_{av}$ (g)	$m_{ap}$ (g)	$\Delta m$ (g)	Densité ( $g/cm^3$ )	Epaisseur ( $\mu$ )
5083	30	17-18	12.6796	12.6856	$6 \cdot 10^{-3}$	0.1253	19
5083	40	17-18	13.7314	13.7389	$7.5 \cdot 10^{-3}$	0.1352	22

Tableau n° 2 : l'épaisseur de la couche et la densité pour différents temps

### La densité

On détermine la densité de la couche d'oxyde à partir du poids de la couche

$\Delta m = m_{ap} - m_{av}$  [g], et l'épaisseur en [cm].

En appliquant la formule :

$$\rho = \Delta m / V = \Delta m / S e$$

$\rho$  : densité en (g/cm<sup>3</sup>)

e : l'épaisseur en (cm)

S : surface anodisée = 25.2 cm<sup>2</sup>

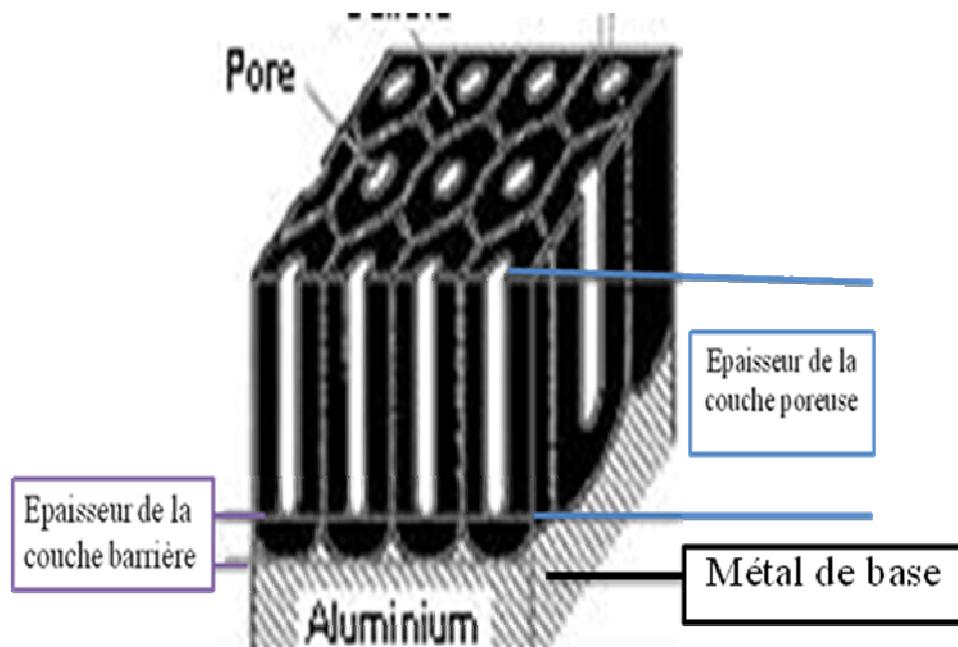
Les valeurs de la densité sont données dans le tableau n° 2

### La microdureté

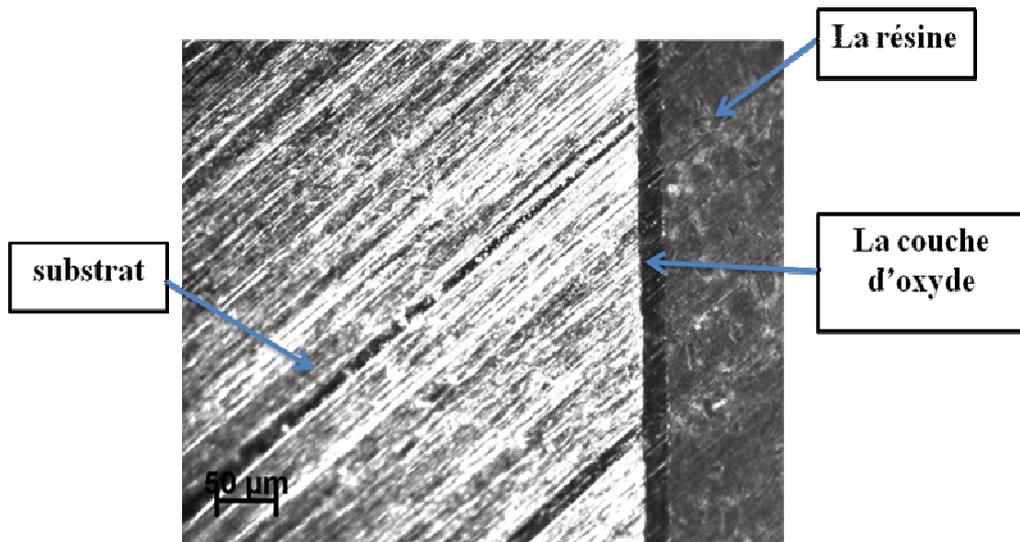
La microdureté des couches d'oxydes est donnée dans le tableau n°3

Alliage	Temps d'anodisation (mn)	Microdureté de métal de base (Hv)	Microdureté de la couche (Hv)
5083	30	110	500
5083	40	110	700

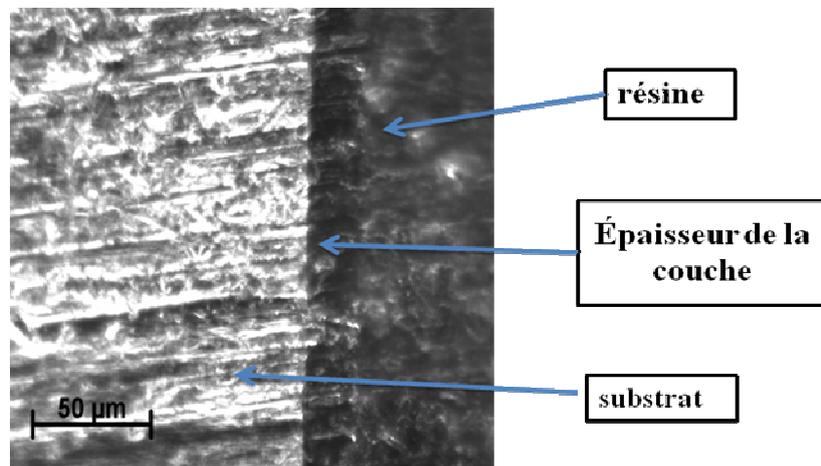
Tableau n°3 : microdureté de la couche d'oxyde de l'alliage 5083



Shéma représentatif de l'interface métal-oxyde



**Photo n°6** Anodisation de l'alliage de l'aluminium 5083 dans le procédé sulfurique pendant 30mn



**Photo n°7** : Anodisation de l'alliage de l'aluminium 5083 dans le procédé sulfurique pendant 40 mn

**Résultats d'essai de décoloration**

Temps	0	15 (mn)	120 (mn)	3 jours
m <sub>ech</sub> sans anodisation	14.3100	14.3093	14.3098	14.3224
m <sub>ech</sub> avec anodisation	13.8816	13.8809	13.8810	13.8832
Aspect de couleur de l'éch sans anodisation				
Aspect de couleur de l'éch avec anodisation				

Tableau n° 4

On observe que la couleur de l'échantillon qui est anodisé ne change pas par contre la couleur de l'échantillon sans anodisation est changée après trois jours de l'immersion dans la solution de l'eau de mer. on observe aussi que la masse des deux échantillons augmente. On peut conclure que cette augmentation à cause des pores sur la couche d'oxyde qui ne sont pas colmaté parfaitement.

### Résultats d'essai de pliage

#### La flexibilité de la couche

On a anodisé des profilés dans le même bain d'anodisation et on les plie, on observe un fendillement de la couche anodique (photo n°8).

On a plié une autre pièce anodisée industriellement, on n'observe aucun fendillement (photo n°9), car la pièce est anodisée dans les conditions idéales de l'anodisation. (Température du bain, tension, densité de courant,...)

Fissure due au pliage



Photo n° 8: profilé anodisé et coloré



Photo n° 9 : pièce mécanique anodisée extrudée industriellement

## Conclusion

Dans notre étude nous concluons d'une part que l'anodisation dans le bain sulfurique a donné des résultats satisfaisants vu la qualité et l'épaisseur des couches obtenues.

Nous avons constaté que la dureté de la couche anodisée pendant 40 minutes est très grande (700 HV). Cette dureté est croissante à mesure qu'on avance vers le cœur de la pièce, ceci permet de mettre en évidence la couche barrière (intérieure) et la couche poreuse (extérieure) .

Nous avons constaté aussi que la décoloration de la pièce n'est pas affectée par l'eau de mer.

Le pliage de la pièce anodisée montre que l'aluminium est un matériau ductile.

Cette étude a montré que pour de petites séries ou prototypes, le montage expérimental réalisé dans ce projet peut très bien répondre aux besoins de coloration des alliages d'aluminium.

## Références bibliographiques

[1] : **JACQUES HALUT**

Protection des métaux.

[2] : **MERCISLAS WIZECIAN**

Pratique de l'oxydation anodique et des traitements annexes sur l'aluminium et ses alliages.

[3] : technique de l'ingénieur M1428

[4] : **Dr W . WIEDERHOLT**

Protection par les couches anodiques sur l'aluminium et ses alliages .

[5] : **JEAN SYLVESTRE SAFRANY**

Anodisation de l'aluminium et de ses alliages. Technique de l'ingénieur M1630.

[6] : **LES INGENIEURE DU GROUPE PECHINE**

L'aluminium mise en œuvre et utilisation

[7] : **GROUPE DE TRAVAIL CETIM**

Les traitements de surface des alliages d'aluminium.

ED CETIM 16 November 2000

[8] : **J.PHY**

A study on the surface and interface of porous anodic oxide film of aluminium

[9] : **S.WERNICK and ROBERT PINNER**

The surface treatment and finishing of aluminium and its alloys .

[10] **J . BENERD**

Oxydation des métaux

[11] : **INTERNET.**

