

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ DE BLIDA 1

Faculté De Technologie

Département De Génie Des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Génies Des Procédés

Option : Technologie Des Matériaux

**Mise au point d'un l'électrobrillantage à base
de soude de Al 6005**

Présenté par :

M^r : BENAÏSSA Yacine

M^{elle}: TOUARI Ibtissam

Encadré par :

M^r : KHELIFA. Abd Allah

Année universitaire 2016/2017

Remerciement

En premier lieu, je remercie Dieu le tout puissant pour m'avoir accordé le courage, la volonté, la force et la patience de bien mener ce modeste travail.

Nous adressons notre profonde gratitude et nos plus vifs remerciements à notre encadreur Monsieur **A. KHELIFA**, Professeur à l'Université Blida1, pour avoir accepté de diriger ce travail et pour ses orientations dont on a bénéficié. Il nous a réservé des moments précieux de discussion et nous a facilité toutes les conditions pour mener à bien ce travail, malgré ses multiples obligations ; qu'il soit assuré de toute notre gratitude.

On remercie vivement les membres de jury d'avoir accepté de juger ce travail.

Nous remercions très sincèrement Mme MOFRADJE Amina et Mr AOUADJ Salah elddine pour leurs aides, leurs conseils et leurs encouragements.

Nous remercions vivement toutes les enseignants de nos département de génie de procédés qui nous ont assurés un enseignement de qualité durant notre cycle et un grand remerciement pour Mme F. ZERMANE Chef d'option de Technologie des pour toutes les informations et leurs efforts, conseils, et leurs patience.

Nous tenons enfin à remercier tous les amis qui nous ont encouragés.

On tient à exprimer nos sincères gratitudes à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

DÉDICACE

Je dédie ce mémoire

A mes **Parents**

Pour tout ce qu'ils ont fait, et pour le soutien qu'ils m'ont apporté durant toutes mes études qui ont toujours été présent lorsque j'en ai eu besoin.

A mes **Frères** et ma **Sœur**

Et

Ma Chère Achour Imane

A toute ma **famille**

Aussi tous mes camarades en TM

MPOI

yacine

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A ma très chère Mère

Tu es l'exemple de dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Puisse dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.

A mon Père

Pour ses encouragements durent toutes mes années d'études.

A ma Sœur Imane et mon petit Frère Mohahed Riadh

A mes beaux Parents

A mon Fiancé

Yousef

A mes beaux Frères

Abd wahid, Abd waheb, Abd elghani

A mes belles Sœurs

Zineb, Khadidja, Assia, Soraya

A mes Amis

A toute ma Famille

IBTISSEM

المحاليل الالكتروكيميائية للألمنيوم و سبائكه تحظى بشعبية كبيرة في هذه الصناعة, نظرا لتطبيقاتها المختلفة. تتوفر عدة محاليل التي تتمثل في معظم معالجة المخاطر, مخاطر مكافحة التلوث, ارتفاع تكلفة التجربة, المراقبة الصعبة في عملنا الذي اخترناه لتطوير الصودا الذي يعمل في درجة حرارة محيطة, سهولة التحكم فيه و اقتصاده جدا. و قد اهتمنا بدراسة العوامل المختلفة و هي (تركيز, درجة الحرارة, كثافة التيار الكهربائي, مسافة بين القطبين, مدة التجربة, تأثير نوعين مختلفين من الصودا و تأثير المضافات الكبريتات الألومينيوم) من خلال تنفيذ الطريقة الأصلية استخدام أدوات الكهروكيميائية (المنحنيات: كثافة التيار الكهربائي – توتر الكهربائي ; توتر الكهربائي- مدة التجربة). و هذه الدراسة ادت إلى نوعية لمعان السطح الملاحظة عن طريق اختيار عوامل التجربة نظرا لنوع الصودا (تركيز الصودا 370 غ/ل درجة الحرارة 24 درجة تركيز المضاف كبريتات الألومنيوم 1 غ/ل كثافة التيار الكهربائي 031 أمبير/سنتيمتر مربع 018 أمبير/سنتيمتر مربع مدة التجربة 21 دقيقة 18 دقيقة), تسمح هذه الأخيرة ليس فقط لتوفير السطوح اللامعة و لكن أيضا لقمع الخطر المتكرر للتحريض .

Résumé

Les bains d'électropolissage de l'aluminium et ses alliages sont très demandés dans l'industrie en raison de leurs différentes applications. Plusieurs bains sont proposés qui présentent néanmoins pour la plupart un risque de manipulation, un risque de pollution, un contrôle difficile, un coût élevé, etc. Dans notre travail nous avons choisi à développer un bain à base de soude qui travaille à température ambiante, facile à gérer et très économique. Nous nous sommes intéressés à étudier l'effet de différents paramètres à savoir : la concentration, la température, la densité de courant, distance entre électrodes, durée de l'opération et deux soudes de natures différents ainsi que l'effet d'un additif tel que le sulfate d'Al, en mettant en œuvre d'une manière originale l'emploi d'outils électrochimiques (courbes : densité de courant-tension et tension-temps). Cette étude a conduit à une qualité de brillantage de surface remarquable par le choix de paramètres opératoires selon le type de soude tel que (concentration en NaOH, 370g/L ; température 24°C ; concentration d'additif 1g/L densité de courant 0,18 et 0,31 A/cm² et durée 18 et 21 min),. Ces conditions ont permis non seulement de donner des surfaces assez brillantes mais également de supprimer le risque fréquent de piqûration.

ABSTRACT

The electro-polishing baths of aluminum and its alloys are in great demand in the industry because of their different applications. Several baths are proposed which nevertheless present for the most part a risk of manipulation, a risk of pollution, a difficult control, a high cost, etc. In our work we chose to develop a soda based bath that works at room temperature, easy to manage and very economical. We studied the effect of various parameters, namely concentration, temperature, current density, distance between electrodes, duration of operation and two different types of solids, as well as the effect of an additive such as Al sulphate, by using in an original way the use of electrochemical tools (curves: current-voltage and voltage-time). This study has led to a remarkable surface brightening quality by the choice of operating parameters according to the type of soda as (concentration of NaOH, 370 g / L, temperature 24 ° C, additive concentration 1 g/L current density 0 , 18 and 0.31 A / cm² and duration 18 and 21 min). These conditions have not only made it possible to give surfaces that are quite bright but also eliminate the risk of pitting.

Liste des figures

Figure 1.1 Utilisation d'aluminium et ses alliages (automobile, aéronautique, immobilier).

Figure 2.1 Schéma d'une cellule d'électropolissage.

Figure 2.2 Représentation schématique de l'interface entre une surface métallique et une solution d'électrolyte lors de l'électropolissage (V_1 et V_2 : vitesses de dissolution).

Figure 2.3 Courbe de densité de courant en fonction du potentiel anodique lors d'électropolissage [19].

Figure 2.4 Présentation schématique de la microrugosité et macrorugosité.

Figure 2.5 Représentation des effets combinés de la rugosité, de l'ondulation et de la forme

Figure 3.1 Pièce d'aluminium utilisé.

Figure 3.2 Pièce utilisée comme cathode.

Figure 3.3 Polisseuse sous jet d'eau.

Figure 3.4 Appareil ultrason.

Figure 3.5 Dispositif expérimental.

Figure 3.6 Dispositif du polissage électrolytique.

Figure 3.7 Microscope optique employé.

Figure 4.1 Observation visuelle avant et après polissage mécanique.

Figure 4.2 Observation au microscope optique (x 5) de la pièce polie et non polie.

Figure 4.3 Courbes i-V de Al 6005/NaOH, à différentes concentrations, $T=24^{\circ}\text{C}$.

Figure 4.4 Courbe i-V de Al 6005/NaOH, à concentration 370g/L, $T=24^{\circ}\text{C}$.

Figure 4.5 Courbe i-V Al 6005/NaOH, à différente température, $C=370\text{ g/L}$.

Figure 4.6 Courbes V-t de Al 6005/NaOH, à 370g/L, $T=24^{\circ}\text{C}$, $i =0,31\text{ A/cm}^2$ en fonction du temps.

Figure 4.7 observation microscope optique (x 5) correspondant à la brillance de pièce pour une densité de courant de $0,31\text{ A/cm}^2$, $T=24^{\circ}\text{C}$, $C=370\text{g/L}$.

Figure 4.8 courbes V-t après l'ajout d'additif a densité de courant $0,31 \text{ A/cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g/L}$, $t=21\text{min}$.

Figure 4.9 Observation microscope optique (x 5) à différents ajout de l'additif, densité de courant de $0,31 \text{ A/cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g/L}$, $t=21\text{min}$.

Figure 4.10 Photo correspond La distance entre les électrodes.

Figure 4.11 Deux courbes i-V à différentes distance entre les électrodes, $d=1\text{cm}$, $i=0,31\text{A/cm}^2$; $d=2\text{cm}$, $i=0,18\text{A/cm}^2$.

Figure 4.12 Deux modèles de soude caustique.

Figure 4.13 Courbes i-V de Al 6005/NaOH, à concentration 370g/L , $T=24^\circ\text{C}$.

Figure 4.14 Courbes V-t de Al 6005/NaOH, à 370g/L , $T=24^\circ\text{C}$, $i =0,18 \text{ A/cm}^2$ en fonction du temps.

Figure 4.15 Photo montrant l'aspect de la surface électropolie à différentes durées.

Figure 4.16 Courbes V-t après l'ajout d'additif a densité de courant $0,18 \text{ A/cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g/L}$, $t=18\text{min}$.

Figure 4.17 Photo montrant l'aspect de la surface avant et après ajout d'additif $t=18 \text{ min}$.

Figure 4.18 Observation microscope optique (x 5) à différents ajout de l'additif, densité de courant de $0,18\text{A/cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g/L}$, $t=18\text{min}$.

Figure 4.19 Image d'une couche visqueuse.

Liste des tableaux

Tableau 1.1 Les différents alliages d'aluminium.

Tableau 2.1 Conditions d'utilisation des principaux bains alcalins de polissage électrolytique [25-27, 28, 32-34].

Tableau 2.2 Conditions d'utilisation des principaux bains acides de polissage électrolytique [25-27, 28-31].

Tableau 3.1 Produits utilisés, leur quantité et marques.

Tableau 3.2 Composition chimique de l'Aluminium 6005.

Tableau 3.3 Caractéristiques mécaniques de l'alliage d'aluminium 6005.

Liste d'abréviations

symboles	noms	unités
C	concentration	g/L
D	distance	cm
E	Potentiel anodique	V
i	Densité de courant	A/cm ²
I	intensité	A
S	surface	Cm ²
t	temps	min
T	temperature	°C
V	volume	mL

Sommaire

Résumé	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste d'abréviation	
Introduction générale	1
Partie fondamentale	3
Chapitre 1 L'Aluminium et ses alliages.....	4
1.1 L'aluminium	4
1.1.1 Historique	4
1.1.2 Définition	5
1.1.3 Propriétés de l'aluminium	5
1.1.4 Les alliages d'aluminium	6
1.1.5 Les alliages d'Aluminium de la série 6000	7
1.2 Traitement de surface des alliages aluminium.....	9
1.2.1 Traitement chimique	9
1.2.2 Brillantage chimique et électrolytique	9
1.2.3 Anodisation	9
1.2.4 Conversion chimique	10
Chapitre 2 Electropolissage de l'Aluminium et ses alliages	11
2.1 Définition	11
2.2 Avantages de l'électropolissage	12
2.3 Principe d'électropolissage	12
2.3.1 Notions de "micro-smoothing" et de "macro-smoothing"	12
2.3.2 Mécanisme d'electropolissage.....	13
2.3.3 Structure et composition de la couche visqueuse	16
2.4 Les bains de polissage électrolytique	16
2.4.1 Bains alcalins	16
2.4.2 Bains acides	17
2.5 Effet du polissage électrolytique sur l'état surface.....	18
2.5.1 Lissage	18

2.5.2 Brillantage.....	19
2.6 Aspect géométrique de l'état de surface	19
2.7 Les techniques de caractérisation	20
2.7.1 Évaluation de la brillance.....	20
2.7.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)	21
2.8 Caractérisation des électrolytes	21
2.8.1 Mesure de la viscosité.....	21
Partie Expérimentale.....	22
Chapitre 3 Matériel et méthodes.....	23
3.1 Matériel et produit.....	23
3.2 Matériau et électrolyte de polissage	23
3.2.1 Composition et propriétés du substrat.....	23
3.3 Préparation de la surface	24
3.3.1 Le polissage mécanique	25
3.3.2 Le dégraissage.....	25
3.4 L'électropolissage	26
3.4.1 Montage expérimental	26
3.5 Technique de la courbe densité de courant-tension $i=f(v)$	27
3.6 Hygiène et sécurité	28
Chapitre 4 Résultats et discussion	29
4.1 Préparation et caractérisation de la surface	29
4.2 Etude de l'électropolissage	31
4.2.1 Choix de la concentration	31
4.2.2 Choix de la température	33
4.2.3 Choix de temps d'électropolissage	33
4.3 Etude de l'effet de l'additif sulfate aluminium sur l'état surface	35
4.4 Effet de la distance entre les électrodes	38
4.5 Effet de la soude de différentes sources.....	39
4.6 Discussion	43
Conclusion Générale.....	44
Références bibliographiques	

Introduction générale

Dans la plupart des applications de la technologie des matériaux, l'état de surface constitue une préoccupation majeure. La fragilité de la surface peut causer des défauts de structure, de composition, de reliefs ou d'aspect. L'état de la surface est considéré comme un critère essentiel dans le choix des matériaux et des applications. L'amélioration de ses propriétés propres, par l'apport d'un certain nombre de traitements spécifiques figure parmi les priorités dans l'étude, le développement et la mise au point de tout matériau nouveau.

Par ailleurs, l'emploi d'alliages légers à bases d'aluminium est de plus en plus répandu et touche un nombre important de domaines et/ou d'applications industrielles dont la décoration, l'électronique, l'aéronautique, l'automobile, le bâtiment, etc. Son avantage tient aux propriétés intéressantes, qu'offre l'aluminium par sa légèreté, ses conductibilités électrique et thermique élevées, son aspect agréable, son pouvoir réflecteur élevé et sa résistance à la corrosion. Toutefois les exigences du marché sont encore plus drastiques, et des propriétés supplémentaires sont recherchées, entre autres le nivellement et la brillance de la surface.

Dans un souci d'amélioration de la qualité de la surface de l'aluminium et de ses alliages nombreuses sont les formules de bains de polissage électrolytique proposées. Ils sont soit des bains dilués acides ou alcalins à base de soude. Ces derniers sont de loin le plus favorisés pour l'obtention de surfaces brillantes. Cependant, ces électrolytes travaillent à des températures ambiantes, autour 24°C, mais elles conduisent aux risques fréquents de piqures.

L'objectif de ce travail est une contribution d'une part à l'étude du comportement anodique de l'aluminium et de ses alliages dans ce bain industriel, hydroxyde de sodium, en travaillant à température ambiante, et d'autre part d'obtenir une qualité de brillantage satisfaisante et éloigner tout risque d'attaque corrosive.

Notre manuscrit comprend deux parties, fondamentale et expérimentale.

Dans la première partie nous abordons tout d'abord des notions de base sur l'aluminium et de ses alliages. Ensuite, le polissage électrolytique et le comportement électrochimique de notre matériau, ainsi que les techniques utilisées pour la caractérisation soit de la surface ou de l'électrolyte.

Dans la partie expérimentale, nous exposons dans un premier temps le matériel et les méthodes utilisés. Dans un deuxième temps la technique de courbes de densité de courant en fonction de tension utilisée pour l'étude du comportement d'un alliage d'aluminium, dans un bain industriel courant à base de soude.

Dans un dernier temps, nous montrons le rôle et l'effet des paramètres opératoires, de l'additif ajouté (sulfate d'aluminium) sur la qualité finale obtenue de la surface.

Enfin nous concluons par une discussion qui situera l'apport de notre travail par rapport aux rares travaux publiés dans ce domaine et nous donnerons quelques perspectives que nous jugeons opportunes.

Partie

fondamentale

Chapitre 1 L'Aluminium et ses alliages

1.1 L'aluminium

1.1.1 Historique

Le nom aluminium vient d'alumine qui vient lui-même d'alun. L'alun est signalé dès la plus haute antiquité où il était employé comme médicament; plus tard, il est également utilisé dans le proche orient pour ses propriétés astringentes et mordantes [1].

En 1807, Humphrey Davy, après avoir découvert que le sodium et le potassium entraient dans la composition de l'alun, suppose qu'il s'y trouve aussi un autre métal, qu'il baptise « aluminium », en latin, « alun ».

En 1821, Pierre Berthier découvre dans une mine près de Baux de Provence un minerai contenant plus de 50% d'oxyde d'aluminium; ce minerai sera appelé bauxite. En même année, le chimiste Danois Oersted a pu préparer de la poudre d'aluminium en réduisant le chlorure d'aluminium par l'amalgame de potassium; l'amalgame d'aluminium obtenu étant ensuite décomposé par la chaleur [1].

En 1827, l'allemand Friedrich Wöhler obtient de l'aluminium à l'état métallique massif en réduisant le chlorure par le potassium [1]. Il fut le premier à mettre en évidence les propriétés physiques et chimiques de l'aluminium dont la plus notable est la légèreté.

En 1854, le chimiste français Henry Sainte Claire Deville et Bunsen avaient décrit la séparation de l'aluminium par électrolyse du chlorure double d'aluminium et de sodium fondu [2]. Et en 1855, les nouveaux métaux sont exposés à l'exposition universelle de Paris. En 1860, On a connu l'usine d'aluminium, l'usine de Salindres dans le Gard en France; elle fut la seule au monde durant environs 30 ans à produire de l'aluminium [3].

En 1886, de manière indépendante, Paul Héroult et Charles Martin Hall découvrent une nouvelle méthode de production de l'aluminium en remarquant qu'il possible de dissoudre l'alumine et de décomposer le mélange par électrolyse (procédé Héroult Hall) pour donner finalement le métal brut en fusion. Ce procédé permet d'obtenir de l'aluminium de manière relativement économique. La méthode mise au point par Héroult et Hall est toujours utilisée jusqu'à nos jours [4].

En 1887, Karl Josef Bayer décrit une méthode connue sous le nom de procédé Bayer pour obtenir de l'alumine à partir de la bauxite. Cette découverte permet de faire entrer l'aluminium dans l'ère de la production de masse [4]. En 1888, les premières sociétés de production d'aluminium sont fondées en Suisse, France et aux États-Unis [4].

En 1893, une des premières statues coulées en aluminium, l'ange de la charité chrétienne, souvent appelé Eros trônant sur le Shaftesbury Mémorial situé à Piccadilly Circus, à Londres.

1.1.2 Définition

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable, il résiste bien à la corrosion atmosphérique grâce à la formation d'une fine couche superficielle d'oxyde amorphe. Trivalent dans ses composés, l'aluminium est un métal amphotère attaqué par les acides (chlorhydrique, perchlorique, sulfurique...) et les bases fortes. Il a une très grande affinité pour l'oxygène et est utilisé comme agent réducteur dans les réactions d'aluminothermie. Il est très répandu dans la nature ; il représente 8% de l'écorce terrestre, il est extrait essentiellement de la bauxite et des latérites [5].

1.1.3 Propriétés de l'aluminium

1.1.3.1 Propriétés physiques

✓ Caractéristiques cristallines et atomique

- numéro atomique : 13.
- masse atomique: 26,974.
- l'aluminium a une structure cubique à face centrée.
- densité : l'aluminium à 99,996% a une densité de 2,699 à 20 °C.

✓ Caractéristiques thermiques

- point de fusion : 660,24 °C pour l'aluminium à 9,996%.
- point d'ébullition : 2056 °C sous 760mmHg.
- coefficient de dilatation : $24 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

✓ **Caractéristiques électriques**

L'aluminium occupe, d'un point de vue conductibilité électrique, une position intermédiaire entre les métaux bons conducteurs tels que l'or, l'argent, le cuivre et les métaux moins conducteurs [1].

1.1.3.2 Propriétés mécaniques

L'aluminium est malléable et ductile. Il se travaille aisément entre 100 °C et 150 °C et peut être broyé à 600 °C, il se lamine aussi facilement que l'or et l'argent et peut donner des feuilles minces. Il est d'autant plus malléable qu'il est plus pur. Par sa ductilité, il se place après l'or, l'argent, le platine, le fer et le cuivre. Le module d'élasticité est de 6700kg/mm², pour un métal coulé, laminé ou écroui à la température ordinaire [1].

1.1.3.3 Propriétés chimiques

En solution, l'aluminium se trouve le plus généralement sous la forme d'ions. Il s'oxyde lentement à froid et rapidement à chaud pour former l'alumine. L'action des acides sur l'aluminium produit l'ion Al³⁺, cité plus haut.

La réaction d'aluminium avec NaOH produit de l'aluminate de sodium et du gaz dihydrogène, suivant l'équation [6] :



Les hydroxydes d'aluminium sont obtenus généralement en précipitant une solution contenant des cations à l'aide d'une base. Cette méthode permet de former selon les conditions de précipitation, différentes phases cristallographiques telles que la bayerite, la boehmite et la gibbsite.

1.1.4 Les alliages d'aluminium

L'aluminium non allié est léger, conducteur, de forte réflectivité, amagnétique, résistant à la corrosion atmosphérique et soudable, il présente néanmoins une faible résistance mécanique. Il n'est utilisé dans cet état que dans les applications pour lesquelles ses propriétés mécaniques ne présentent qu'un intérêt secondaire par rapport à ses autres qualités. Principalement, pour des raisons de résistance mécanique ainsi que pour leurs diverses propriétés, on réalise des alliages d'aluminium d'éléments principaux tels que : cuivre, silicium, magnésium, zinc, etc., ainsi que d'éléments d'addition secondaires (teneur inférieure

à 1%): titane, nickel, zirconium, plomb, etc. [7]. On distingue deux grandes familles d'alliages d'aluminium: les alliages de carroyage à durcissement structural ou non structural et les alliages de fonderie dits aussi de moulage. Tableau 1.1.

Tableau 1.1 les différents alliages d'aluminium.

		Famille	Eléments d'addition
Les alliages de corroyage	Alliages sans durcissement structural (non trempant)	1000	99% aluminium
		3000	manganèse (Al-Mn).
		5000	magnésium (Al-Mg).
	Alliages à durcissement structural (trempant)	2000	cuivre ou cuivre et magnésium (Al-Cu et Al-Cu-Mg).
		6000	magnésium et silicium (Al-Mg-Si).
		7000	zinc, magnésium, ou magnésium et cuivre (Al-Zn-Mg et Al-Mg-Cu).
Les alliages de moulage	4000	Silicium.	

1.1.5 Les alliages d'Aluminium de la série 6000

1.1.5.1 Aluminium allié au magnésium et au silicium

La gamme d'alliages d'aluminium de la série 6000 est disponible dans une grande variété de formes, de tailles et de nuances de matériaux. L'aluminium de la série 6000 contient du magnésium et du silicium ajouté. Cette combinaison d'éléments permet à l'alliage d'être traité thermiquement, ce qui améliore la résistance de l'alliage. Utilisés de manière intensive dans le soudage, les alliages sont fournis en barres, feuilles et profilés. Cette gamme d'alliages d'aluminium est incorporée dans une variété de composants structurels.

1.1.5.2 Caractéristiques

Les alliages d'aluminium commerciaux de la série 6000 contiennent à la fois du silicium et du magnésium qui forment du siliciure de magnésium, cette formation rend l'alliage d'aluminium thermorétractable. Cette gamme d'alliages d'aluminium ne favorise pas les caractéristiques de résistance des alliages de la série 2000 ou 7000. Cependant, la gamme est l'une des plus polyvalentes et offre une bonne résistance à la corrosion et une formabilité et une résistance moyenne, grâce à l'inclusion de magnésium et de silicium.

1.1.5.3 Utilisation d'aluminium et ses alliages

Grâce à ces propriétés, les domaines d'application des alliages d'aluminium sont innombrables et touchent pratiquement à tous les secteurs de l'activité humaine, qu'elle soit industrielle, commerciale, artistique, etc.

- Construction de matériel de transport (chemins de fer, automobiles, aviation...).
- Industrie mécanique (flèches de grues, tabliers de ponts,...).
- Industrie électrique (transport d'énergie ou construction de matériel).
- Industrie chimique ou alimentaire : cuves de stockage, colonnes réfrigérantes, boîtes d'eau).

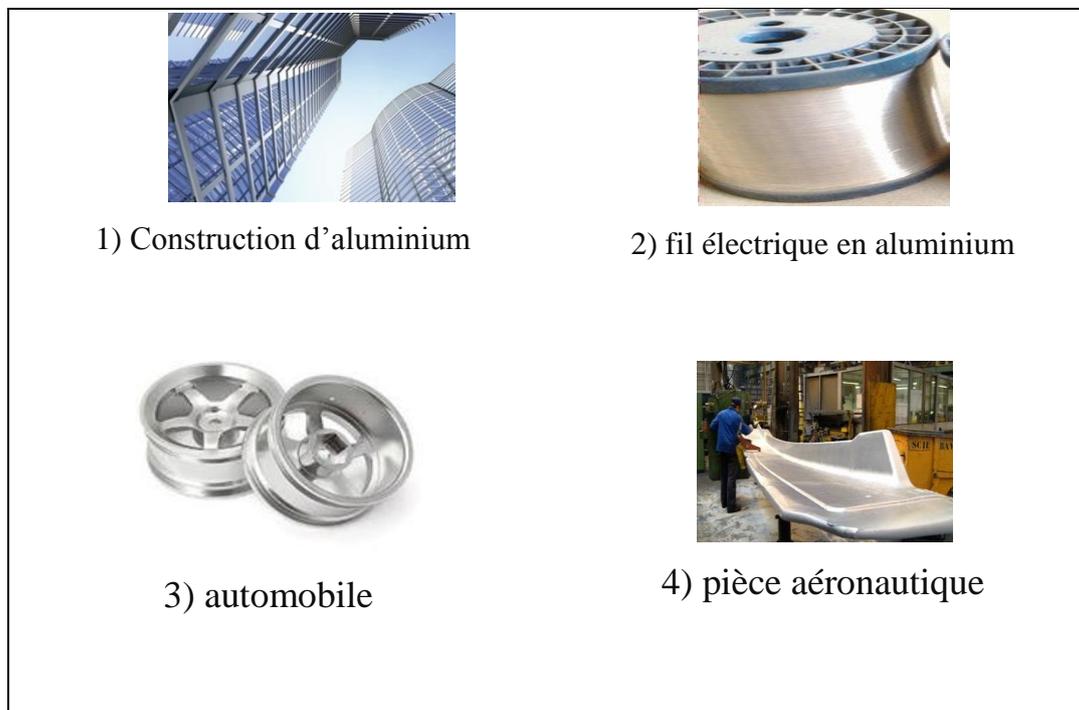


Figure 1.1 Utilisation d'aluminium et ses alliages (automobile, aéronautique, immobilier).

1.2 Traitement de surface des alliages aluminium

Les produits en aluminium présentent à l'état de livraison un aspect convenant à la plupart des applications, il y a différents types de traitements de surface [8] :

1.2.1 Traitement chimique

- **Désoxydation** a pour effet d'éliminer la couche d'oxyde superficielle du métal; le bain phospho-chromique reste la meilleure formule proposée, les autres produits attaquent le métal de base.
- **Décapage chimique**, plus violent que la désoxydation, attaque le métal; il utilise les bains alcalins notamment, le bain de soude est le plus utilisé.

1.2.2 Brillantage chimique et électrolytique

Des formulations des bains constitués de mélanges acides concentrés par exemple : acides phosphorique, sulfurique et nitrique, sont utilisés pour le brillantage chimique de l'aluminium; les conditions optimales du traitement doivent être adaptées en fonction du métal et les mêmes conditions pour les techniques de polissage électrolytique en bain acide ou bain alcalin.

1.2.3 Anodisation

Le traitement d'anodisation, destiné à renforcer l'épaisseur de la couche d'oxyde protégeant le métal, est un procédé spécifique à l'aluminium et ses alliages. De nombreuses techniques ont été mises au point pour améliorer les propriétés du métal ou les adapter à des applications particulières : décoration, pérennité d'aspect, résistance à l'abrasion, etc.

Les alliages d'aluminium ne s'anodisent pas dans les mêmes conditions; suivant la nature des éléments d'addition et leur structure, les couches anodiques obtenues n'auront pas les mêmes propriétés.

- Aluminium non allié** : il présente une couche anodique d'autant plus transparente que la teneur en fer et silicium et la plus basse.
- Alliages au cuivre série 2000** : ils présentent une épaisseur de couche limitée et une porosité accrue en raison de la dissolution du cuivre pendant le traitement d'anodisation. La protection apportée par ce traitement sera donc de ce fait diminuée.

- c) **Alliages au manganèse série 3000** : ils s'anodisent correctement en présentant une couche d'oxyde de teinte plus ou moins grise
- d) **Alliages au silicium série 4000** : ils offrent une couche d'oxyde peu épaisse et colorée en gris noir par incorporation de silicium soluble
- e) **Alliages au magnésium série 5000** : ils s'anodisent convenablement en offrant une couche d'oxyde de teinte laiteuse ou grise suivant les conditions de transformation
- f) **Alliages au magnésium et silicium série 6000** : anodisés, ils sont utilisés dans la menuiserie métallique pour obtenir une bonne reproductibilité d'aspect de la couche anodique
- g) **Alliages au zinc série 7000** : ils s'anodisent convenablement en ajustant les conditions d'anodisation au type de protection recherché.

1.2.4 Conversion chimique

Ces traitements provoquent la formation d'une couche d'oxyde complexe qui constitue une excellente préparation de surface avant laquage et vernissage; les bains utilisés sont constitués de mélange de chromates phosphate ou fluorures qui donnent à la pellicule formée une teinte colorée jaunâtre, grise ou bleu verte [8].

Chapitre 2 Électropolissage de l'Aluminium et ses alliages

2.1 Définition

L'électropolissage (dit aussi polissage électrochimique ou électrolytique) fait partie des procédés d'enlèvement de la matière. Dans le cadre de ce procédé, la couche de métal est enlevée par dissolution anodique dans un bain d'électrolyte approprié, spécialement adapté au matériau. Les objectifs de polissage électrolytique sont multiples : diminution de la rugosité de surface et obtention du lissage et/ou du brillantage de la surface. Les électrolytes utilisés sont réactifs chimiques de différente nature selon les métaux à traiter [9]. Le principe consiste à immerger dans une solution d'électrolyte deux électrodes métalliques (anode et cathode) entre lesquelles un courant électrique est appliqué Fig 2.1. L'échantillon dont la surface est à électropolir est placé comme anode (électrode positive). Une électrode de référence peut être ajoutée aux deux autres afin de mesurer les tensions à leurs bornes.

Les débuts de l'électropolissage se font en 1912, lorsque le gouvernement allemand dépose un brevet sur l'électropolissage de l'argent dans une solution de cyanure. Cependant, l'avancée la plus significative est réalisée en 1935 par le Français Pierre Jacquet [10]. Il électropolit pour la première fois avec succès une surface de cuivre dans une solution d'acide phosphorique. Par la suite, le développement de la technique a permis d'électropolir de nombreux métaux et alliages, comme l'aluminium et le magnésium [10].

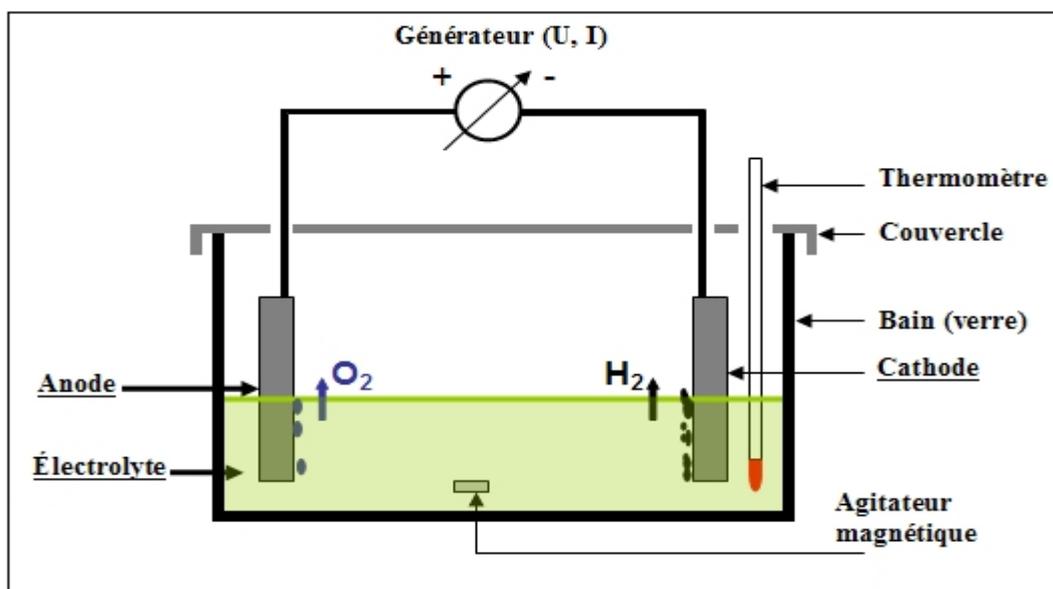


Figure 2.1 Schéma d'une cellule d'électropolissage.

2.2 Avantages de l'électropolissage

- des surfaces de géométrie complexes et des matériaux durs peuvent être traitées.
- l'électropolissage enlève les inclusions métalliques et permet de former une nouvelle couche mince d'oxyde, homogène et uniforme [11.12].
- D'aboutir finalement à des surfaces lisses et brillantes.

La conséquence de ces modifications de surface est l'amélioration de la résistance à la corrosion locale et généralisée, ce qui a été démontré en particulier dans le cas de l'aluminium série 6000. Enfin, l'électropolissage réduit la présence de défauts en surface et diminue la rugosité [13, 14].

Néanmoins le principal inconvénient provient du fait que de nombreux paramètres influencent la qualité de l'électropolissage, comme la densité de courant, la température de l'électrolyte, la durée du traitement.

2.3 Principe d'électropolissage

2.3.1 Notions de "micro-smoothing" et de "macro-smoothing"

Deux effets majeurs sont observés sur une surface électropoliée efficacement : la brillance et l'aplanissement [15,16].

Le phénomène de brillance apparaît lorsque l'électropolissage produit une surface dont la rugosité est inférieure à la longueur d'onde de la lumière. Le "micro-smoothing" permet la dissolution d'aspérités en surface de moins de 0,01 μm de hauteur [16]. Il s'explique par la présence d'un film mince solide qui se forme à l'anode, dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques couches atomiques et dont les caractéristiques sont encore peu connues [17].

Le phénomène d'aplanissement peut s'expliquer par la présence d'une couche épaisse, dite couche visqueuse anodique, présente à l'interface entre l'électrolyte et la surface. Elle est formée des produits de corrosion responsables du "macro-smoothing". Son épaisseur est indépendante de la microstructure de la surface du métal et est maintenue constante au cours du déroulement du procédé de polissage [15-18].

Fig 2.2 représente une surface métallique placée comme anode dans une solution d'électropolissage. Le film mince solide, la couche visqueuse et l'électrolyte y sont représentés, avec les vitesses de dissolution V_1 et V_2 d'une aspérité et d'un creux de surface, respectivement. La résistance créée par la couche visqueuse face aux attaques acides de

l'électrolyte est plus ou moins grande dépendamment de la distance de la surface métallique par rapport à l'électrolyte. Sur les aspérités (de plus de 1 μm de hauteur), l'épaisseur de la couche visqueuse est petite, donc la vitesse d'électro polissage est plus grande qu'au niveau des creux de surface [18]. Il y a donc un phénomène de dissolution préférentielle, entraînant une diminution de la rugosité de la surface.

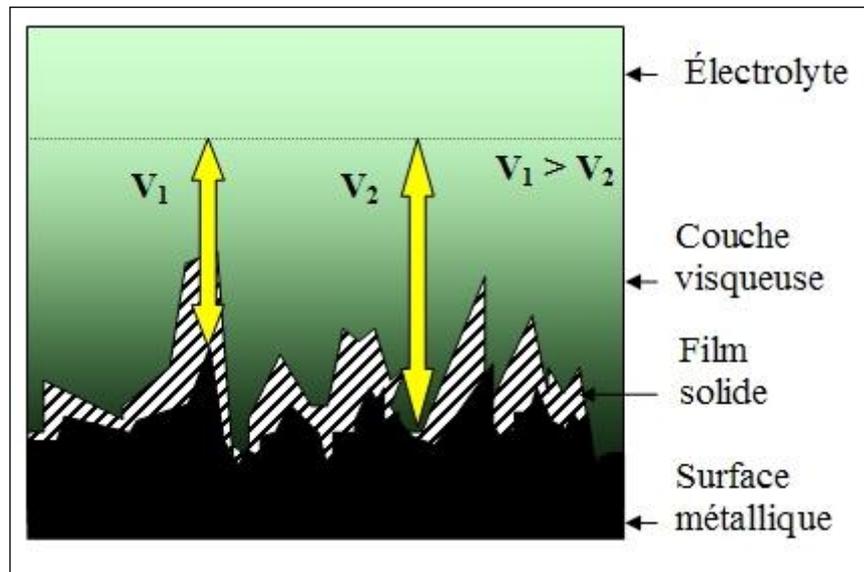


Figure 2.2 Représentation schématique de l'interface entre une surface métallique et une solution d'électrolyte lors de l'électropolissage (V_1 et V_2 : vitesses de dissolution).

Cependant, la vision schématique du processus d'électropolissage qu'offrent les phénomènes de "micro- et macro-smoothing" n'est qu'un premier pas vers sa compréhension. Il est alors nécessaire de définir avec plus de précision les réactions chimiques mises en jeu globalement dans la cellule d'électropolissage, ou celles plus locales aux électrodes.

2.3.2 Mécanisme d'électropolissage

Initialement, lorsqu'aucun courant électrique n'est appliqué entre les électrodes, la solution d'électrolyte acide est en équilibre avec les sels métalliques. Lorsqu'un courant est appliqué, le film de solution en contact avec la surface de l'échantillon à polir (anode) change ses caractéristiques, changements représentés par le diagramme potentiel anodique-densité de courant fig 2.3 [17, 19].

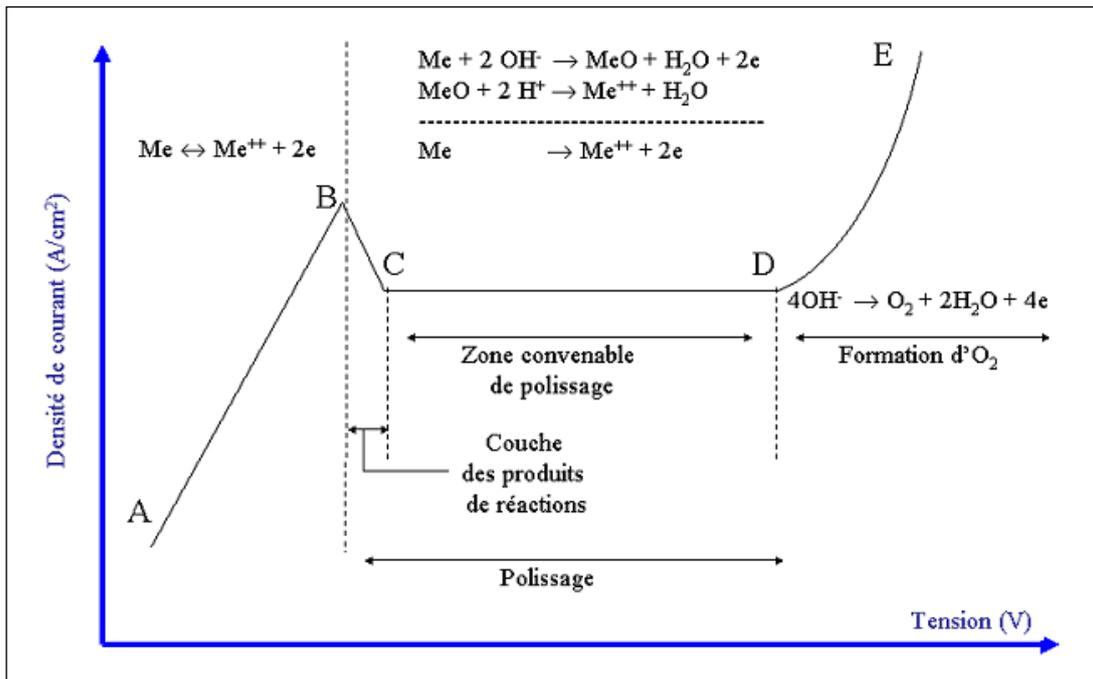


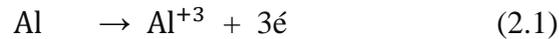
Figure 2.3 Courbe de densité de courant en fonction du potentiel anodique lors d'électropolissage [19].

Sur cette courbe, plusieurs zones sont mises en évidence:

- Zone AB: l'anode est attaquée par l'acide car directement en contact avec l'électrolyte. Une couche liquide se forme en surface de l'anode avec une plus grande concentration d'ions métalliques que dans le reste de la solution. Ce sont des conditions (V, I) favorables à l'attaque de l'anode par piqûres.
- Zone BC: la couche visqueuse des produits de réaction se forme à la surface de l'anode. Le potentiel correspondant au point C est appelé potentiel de Flade [17].
- zone CD: un plateau définit le courant limite d'électropolissage (I_l). C'est dans cette gamme (V- I_l) que le processus d'électropolissage est optimal.
- zone DE: il y a production d'oxygène sous forme de bulles gazeuses, qui restent un certain temps à la surface de l'anode, pouvant occasionner de la corrosion par piqûres [19].

Lorsque les conditions optimales (V- I_l) d'électropolissage sont atteintes, les réactions qui se produisent aux électrodes sont multiples, mais peuvent s'expliquer dans un premier temps par un mécanisme global d'oxydoréduction. Une réduction des ions métalliques est observée à la cathode, tandis que le métal à l'anode est oxydé. Dans le cas où l'aluminium

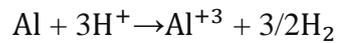
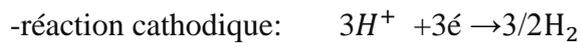
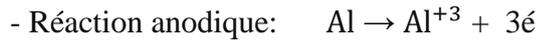
constitue l'anode, il subit une réaction d'oxydation. L'aluminium sous forme de métal, a la valence 0, passe en solution sous forme d'ion trivalent Al^{+3} [20].



En parallèle, sur l'électrode cathode une réaction de réduction se passe, c'est la réduction de proton :



La réaction électrochimique d'oxydoréduction est:



Des dégagements gazeux sont alors observés sur chaque électrode. De l'hydrogène et de l'oxygène sont produits respectivement à la cathode et à l'anode Fig 2.3. L'oxygène est en fait généré à la surface extérieure de la couche visqueuse anodique et non à la surface même de l'anode.

En ne considérant plus les réactions globales qui se produisent dans l'ensemble du bain d'électropolissage, mais plutôt celles mises en jeu à la surface de l'anode, il est généralement admis que deux processus sont en compétition : la dissolution et la reformation du film mince solide, qui se produisent simultanément ou en alternance [18, 21, 22].

Les mécanismes de formation, la nature, la conductivité, les propriétés chimiques et électriques de ce film solide ne sont pas encore totalement élucidées à ce jour. Cependant, il est reconnu que sa dissolution est contrôlée par des phénomènes de transport de masse [21]. Les espèces limitant la vitesse de la réaction globale ne sont pas encore déterminées avec certitude, même si la littérature propose trois espèces différentes, intervenant dans trois mécanismes de dissolution différents (dans le cas de solutions d'acides concentrés). Le premier mécanisme est celui de précipitation des sels métalliques, limité par la vitesse de diffusion des cations provenant du métal de l'anode vers le cœur de l'électrolyte [23]. Dans ce cas, des anions provenant de l'électrolyte vont diffuser vers l'anode. Le second mécanisme est limité par la vitesse de diffusion des accepteurs d'anions, utilisés dans la formation de complexes à l'anode. Le troisième mécanisme est limité par la vitesse de diffusion des molécules d'eau migrant de l'électrolyte vers l'anode. Les molécules d'eau sont alors utilisées dans la formation d'ions métalliques hydratés [24].

2.3.3 Structure et composition de la couche visqueuse

La formation de la couche visqueuse serait issue d'une concentration locale de l'électrolyte ainsi, elle peut être constituée de :

- cations issus de la dissolution de métal.
- anions issus de l'électrolyse.
- eau sous une forme encore inconnue.

Il est difficile de donner une composition exacte de ce film d'interface car les données sur sa structure sont quasiment inexistantes. En effet, la caractérisation de ce film est difficile dans la mesure où il est partiellement détruit lorsque l'échantillon n'est plus polarisé.

2.4 Les bains de polissage électrolytique

On distingue au moins deux types de bains de polissage électrolytique : les bains acides et les bains alcalins.

2.4.1 Bains alcalins

Dans ce qui suit nous allons illustrer les différentes conditions d'utilisation des bains alcalins de polissage électrolytique.

Tableau 2.1 Conditions d'utilisation des principaux bains alcalins de polissage électrolytique [25-27, 28, 32-34].

Bains alcalins		
Bains	Brytal	Soude
Compositions	Na_2CO_3 : 150 à 200 g/L Na_3PO_4 : 25 à 70 g/L	NaOH : 350 à 400 g/L
Températures	75 à 85°C	18 à 24 °C
Tensions	5 à 10 V	12 à 16 V
Durées	10 à 60 min	3 à 10 min

2.4.2 Bains acides

Le tableau ci-dessous indique les formulations utilisées où l'on remarque différentes compositions :

Tableau 2.2 : Conditions d'utilisation des principaux bains acides de polissage électrolytique [25-27, 28-31].

Bains acides				
Bain	Jacquet	Battelle	Bain Phosphorique en présence de glycérine	Bain à faible concentration d'acide phosphorique
Composition	C ₄ H ₆ O ₃ : 655mL HClO ₄ : 345mL	H ₃ PO ₄ : 500 à 800mL H ₂ SO ₄ : 50 à 400mL H ₂ CrO ₄ : 50 à 100 g/L H ₂ O : 100 à 200mL	H ₃ PO ₄ : 600mL H ₂ SO ₄ : 400mL Glycérine : 10mL	H ₃ PO ₄ : 150mL H ₂ SO ₄ : 400mL HNO ₃ : 10mL H ₂ O : 140mL
Températures	20 à 25°C	70 à 95 °C	60°C à 80°C	85 à 100 °C
Tension	25 à 26 V	8 à 16 V	10 à 15 V	15 à 25 V
Durée	10 à 60 min	5 à 15 min	5 à 20 min	12 à 15 min

Le procédé à base de soude est l'un des premiers bains de brillantage de l'aluminium, il est économique et travaille à la température ambiante (sauf qu'il faut contrôler le chauffage et les gaz dangereux dégagés).

Le bain, placé en cuve thermostaté, est composé des produits suivants : soude caustique, NaOH et comme additif, le sulfate d'aluminium. Les conditions de fonctionnement du bain sont : Température, tension électrique, densité de courant.

2.5 Effet du polissage électrolytique sur l'état surface

Tégart [35] distingue deux fonctions dans polissage, la première est le lissage ou le planage qui consiste à supprimer les irrégularités macroscopiques (de l'ordre du micromètre), la deuxième est le brillantage qui consiste à supprimer les irrégularités microscopiques (de l'ordre nanomètre). En effet, il s'agit dans ce dernier de l'élimination des pics de rugosité dont la taille est de même ordre de grandeur que la longueur d'onde de la lumière.

D'après Edwards [36,37], un métal ayant subi une attaque par une dissolution anodique est macroscopiquement aussi poli qu'un métal ayant subi le même traitement mais présente une surface brillante. De plus Jacquet et Elmore [38,39], mettent en valeur l'effet de planage indépendamment du fait que la surface soit brillante ou non.

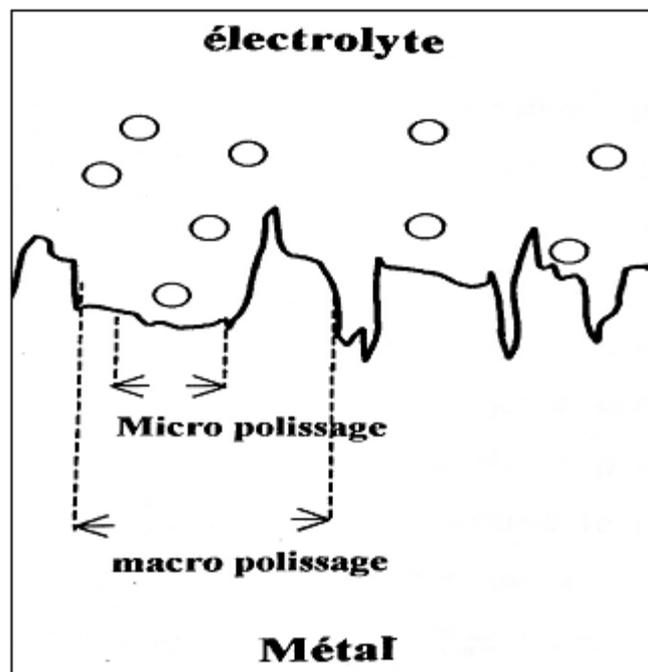


Figure 2.4 Présentation schématique de la microrugosité et macrorugosité.

2.5.1 Lissage

D'après Jacquet [40-42], le lissage ou le planage est lié à la formation d'une couche visqueuse à la surface de l'anode. Celle-ci est composée des produits de dissolution du métal, sa résistivité électrique est supérieure à celle de l'électrolyte. L'épaisseur de ce film est plus importante, selon le profil de surface, dans les vallées que sur les pics.

Pour Elmore [38, 39], le modèle proposé par Jacquet est incomplet : c'est la diffusion qui est responsable du planage. Il explique qualitativement le nivellement de surface par des différences de gradient de concentration dans la couche visqueuse sur les pics, et dans les vallées. Sur les pics, la couche est mince et le gradient de concentration est élevé tandis que dans les vallées, la couche est plus épaisse et le gradient de concentration est plus faible. Il se produit une dissolution préférentielle des pics et la surface est aplanie.

2.5.2 Brillantage

Hoar et Mowat [43] ont suggéré que le brillantage résulte d'une absence d'attaque de la surface. Ils attribuent l'apparition de brillantage à la présence sur l'anode d'une couche superficielle mince et compacte. Le rôle de ce film est de supprimer l'influence des facteurs cristallographiques sur la dissolution anodique de telle façon que les atomes soient enlevés du métal avec la même probabilité indépendamment de leur orientation cristalline. Plusieurs méthodes ont été utilisées pour caractériser cette couche mince superficielle.

Hoar, et Fathing [44] ont effectué des études de mouillabilité à la surface de l'anode avec une goutte de mercure. Pour confirmer la présence d'un film compact, Cole, et Hoar [45] ont comparés des mesures d'impédance électrochimique complexe durant le polissage et l'attaque d'un métal. Ces auteurs ont déduit que l'épaisseur de cette couche était comprise entre 0,6 et 6nm en fonction des conditions de polissage.

2.6 Aspect géométrique de l'état de surface

La surface réelle d'un métal est constituée d'un enchaînement de pics et de vallées dont la hauteur et la fréquence sont caractéristique de l'état géométrique de la pièce. L'analyse de l'état de surface réside dans l'étude topographique dans la description d'une surface, il existe plusieurs types d'irrégularités ou écart géométriques qui est classés éventuellement en quatre ordres en fonction de leur espacement [46] fig 2.5.

- ✓ **1^{er} ordre** écarts de forme : il s'agit d'écarts de rectitude ou de circularité dont l'origine est une déformation de la pièce.
- ✓ **2^e ordre** ondulation : il s'agit de défauts à caractère périodique.
- ✓ **3^e et 4^e ordre** rugosité : elle met en cause la présence de stries, sillons. Ce type d'irrégularité est inhérent au procédé d'usinage de la pièce il s'agit des défauts périodique et/ou non périodique.

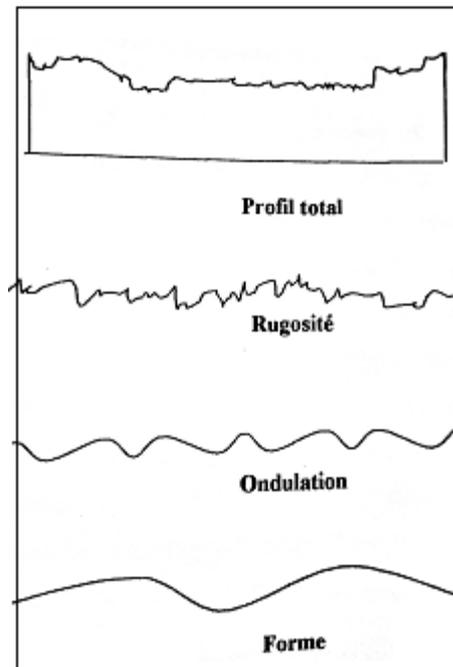


Figure 2.5 Représentation des effets combinés de la rugosité, de l'ondulation et de la forme.

2.7 Les techniques de caractérisation

Il est nécessaire de s'intéresser à l'état géométrique structural et chimique d'une surface avant l'électropolissage, étant donné que la qualité du polissage est jugée essentiellement par son aspect géométrique. Dans les différentes industries la principale fonction de ce traitement de surface est la réduction des risques de contamination, de corrosion, de frottement et d'usure due à l'existence de micro-aspérités et de microfissures sur la surface après usinage.

2.7.1 Évaluation de la brillance

Pour caractériser la brillance des échantillons obtenue, différentes méthode peuvent être utilisées :

a) Observation visuelle L'œil est le système optique le plus sophistiqué pour estimer la brillance d'un échantillon, l'avantage de cette technique est son côté pratique pour effectuer des comparaisons ou même un classement d'échantillons électropolis. Certains auteurs ont corrélé des mesures de brillance à une observation visuelle [47, 48].

b) Microscopie Une surface est brillante lorsqu'elle ne présente pas d'attaque métallographique. Aussi, l'observation au microscope est un moyen approprié pour révéler la microstructure de la surface des échantillons, cependant cette technique présente un inconvénient car elle est utilisable uniquement pour des échantillons de petite taille; ainsi, elle est complémentaire à observation visuelle [49, 50, 51, 54].

c) **Mesure de brillance** une surface brillante réfléchit parfaitement et séculairement la lumière, alors qu'une surface mate diffracte la lumière dans toutes les directions. le réflectomètre est un procédé physique qui permet de quantifier la brillance en effectuant le rapport entre l'intensité lumineuse de la lumière réfléchie séculairement et de la lumière totale. Cependant, cette technique doit être utilisée avec prudence dans le cas où les échantillons présenteraient une surface avec de l'ondulation qui crée des facettes de réflexion pluridimensionnelles. Afin de qualifier le brillantage des surfaces électropolies, nous allons ainsi utiliser essentiellement l'observation visuelle.

2.7.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage, permet de décrire tous les aspects d'un solide : topographie, cristallographie, liaisons chimiques entre atomes, distribution des états électroniques et distances entre atomes voisins. Cette technique est basée sur les interactions électrons-matière qui se traduisent par différentes émissions électroniques et une émission de photons X.

2.8 Caractérisation des électrolytes

2.8.1 Mesure de la viscosité

Il est important de connaître la viscosité de l'électrolyte que nous allons étudier ainsi que l'évolution de ce paramètre lorsque l'électrolyte est enrichi en atomes métalliques, celle-ci jouet un rôle important dans le polissage électrolytique : si la viscosité de l'électrolyte suffisamment élever la formation de la couche visqueuse soit possible.

Partie

Expérimentale

Chapitre 3 Matériel et méthodes

Ce chapitre a pour but de présenter la procédure expérimentale utilisée dans le cadre de cette étude, d'indiquer le dispositif pratique employé et la démarche empruntée afin d'aboutir aux résultats obtenus.

3.1 Matériels et produits

Les produits utilisés dans notre travail sont consignés dans le tableau ci dessous:

Tableau 3.1 Produits utilisés, leur quantité et marques.

Nom commercial	Nom	C (mol/L)	Marque
NaOH	Hydroxyde de sodium	97%	BiOCHEM chemopharma
Al ₂ (SO ₄) ₃	Sulfate d'aluminium	98%	Fluka
C ₃ H ₆ O	Acétone	79%	AnalaR NORMAPUR

Toutefois le matériel utilisé durant le déroulement des essais est le suivant:

- Générateur de courant (marque, 30V, 10 A) (statron).
- Becher 80 mL ou 250 mL.
- Agitateur magnétique.
- Bain thermostaté.
- Ampèremètre et voltmètre.
- Thermomètre.
- Fioles 250 mL et 500 mL.
- Balance.

3.2 Matériau et électrolyte de polissage

3.2.1 Composition et propriétés du substrat

Nous avons fait nos tests avec une nuance d'alliage de composition représentée dans le tableau suivant :

Tableau 3.2 Composition chimique de l'Aluminium 6005.

Eléments	Al	Si	Fe	Mn	Ni	Zn	Pb	Sn	Cu	Ti	Mg
%massique	base	6,5-7,5	≤0,55	≤0,35	≤0,15	≤0,15	≤0,15	≤0,05	≤0,2	0,05-0,25	0,20-0,65

Les caractéristiques mécaniques de l'alliage utilisé sont représentées ci-dessous:

Tableau 3.3 Caractéristiques mécaniques de l'alliage d'aluminium 6005.

Matériau	Traitement thermique	Résistance a la traction	Limite d'élasticité	Allongement A	Dureté brinell
		R_m	$R_{p0.2}$	%	HB
		Mpa	Mpa	%	HB
6005	T6	260	220	1	90

T6 : traitement thermique de mise en solution et vieillissement artificiel.



Figure 3.1 Pièce d'aluminium utilisé.

3.3 Préparation de la surface

Notre travail consiste à traiter la surface des pièces d'abord par un polissage mécanique pour préparer notre surface au polissage électrolytique. Une pièce d'aluminium, avec une aire précise de 1,5 cm² exposée, est utilisée comme anode, la cathode utilisée est de même nature, la distance entre les électrodes a été fixer à 1,5 cm.



Figure 3.2: Pièce utilisée comme cathode.

3.3.1 Le polissage mécanique

Ce polissage a pour but d'égaliser les irrégularités de surface de nos pièces. Le traitement comprend généralement deux étapes :

- La première consiste à polir grossièrement la surface avec des abrasifs (220 jusqu'à 800).
- La deuxième est de finition avec un abrasif fin (1000).

Le but du polissage mécanique est d'éliminer la rugosité à grande échelle afin de réduire le coût de l'électropolissage (économiser la quantité des produits chimiques utilisés et le temps de traitement) ainsi que réduire la pollution due à l'utilisation des acides.

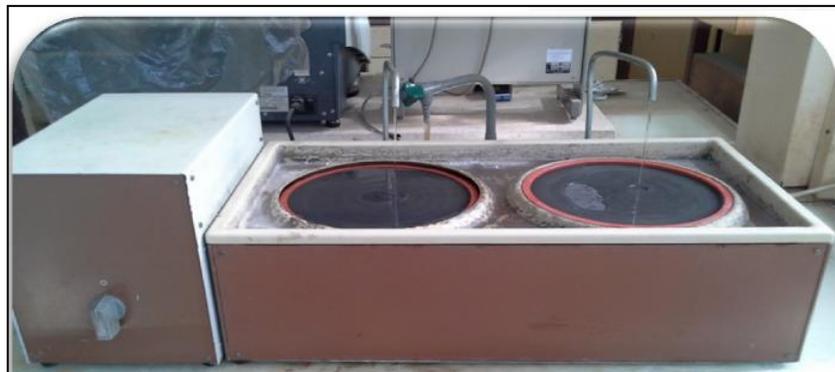


Figure 3.3 Polisseuse sous jet d'eau.

3.3.2 Le dégraissage

L'objectif de cette opération de nettoyage est d'éliminer les traces d'huile et de graisse ainsi que les autres contaminations qui subsistent sur les pièces après leur polissage mécanique. Les contaminants qui resteraient présents à la surface des pièces pendant le polissage mécanique peuvent réduire la qualité de la finition.

Les pièces ont été nettoyées par immersion dans l'acétone pendant 2 min

3.4 L'électropolissage

3.4.1 Montage expérimental

Les électrodes ont été connectées aux pôles du générateur de courant contenu, d'une puissance 30Vx10A. Le pôle positif constitue l'anode (la pièce) et le pôle négatif constitue la cathode, composée de deux pièces de tôle aluminium disposées de part et d'autre de l'anode afin d'assurer une bonne répartition des lignes de courant. Voir fig 3.5 ci-dessous. Dans le circuit extérieur nous avons placé un ampèremètre et un voltmètre dans le but de contrôler parfaitement le courant et la tension aux bornes de la cellule d'électrolyse. Une cellule thermostatée en verre est utilisée, contenant l'électrolyte composé de la solution à base de soude et dans laquelle plongent les électrodes; en assurant une agitation modérée à vitesse constante.

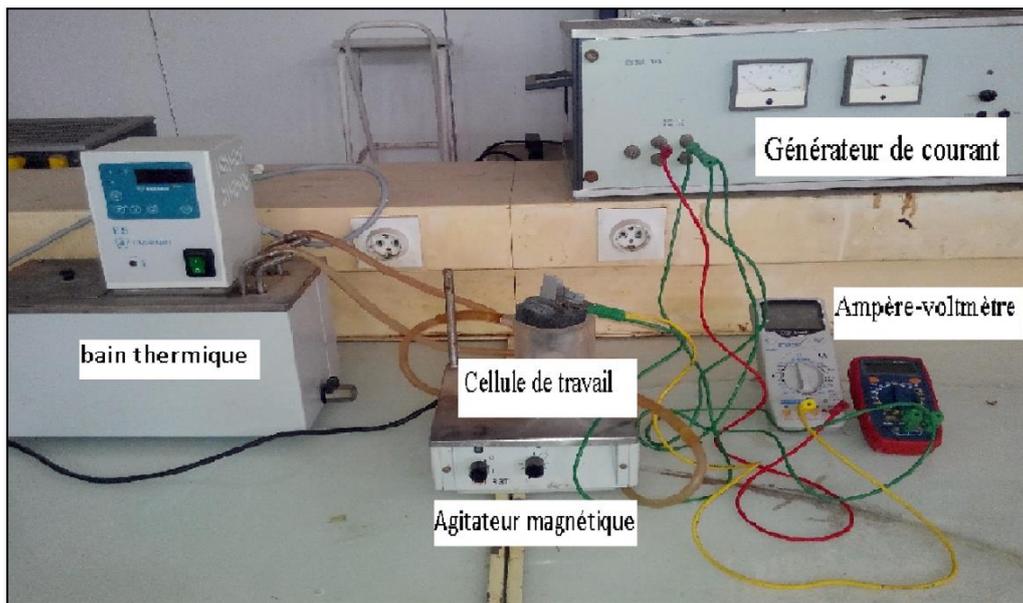


Figure 3.4 Dispositif expérimental.

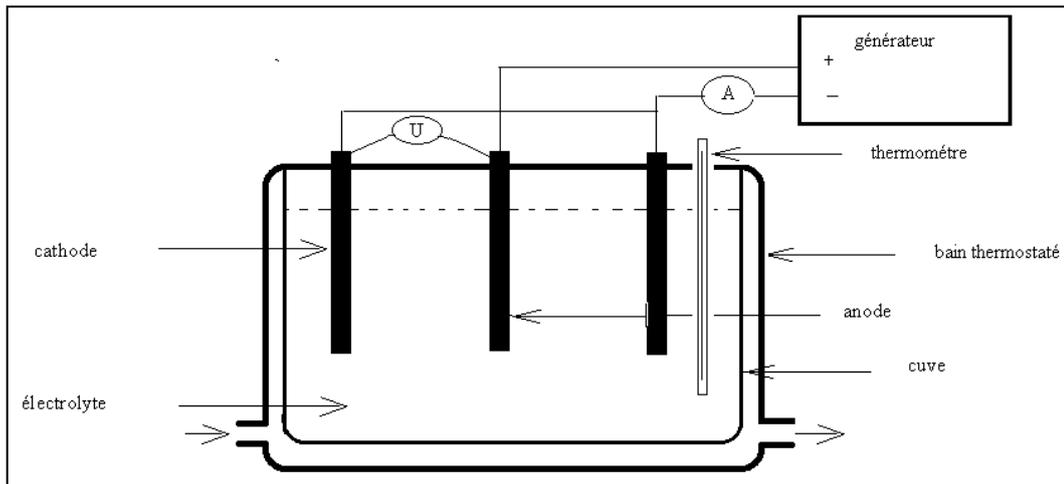


Figure 3.5 Dispositif du polissage électrolytique.

Après l'électropolissage les pièces sont rincées par l'eau distillée et séchées à l'air ambiant pendant quelques secondes.

A la fin on observe visuellement et avec le microscope optique l'état de surface.



Figure 3.6 Microscope optique employé.

3.5 Technique de la courbe densité de courant-tension $i=f(v)$

Les courbes de polarisation sont données par la densité de courant i mesurée en fonction de la tension des électrodes. Elles renseignent sur la cinétique des réactions qui se déroulent au niveau des électrodes. Selon la méthode employée, soit qu'on contrôle le potentiel ou on contrôle le courant, on obtient alors respectivement des courbes de polarisation potentiostatique $i=f(E)$ ou de polarisation galvanostatique $E=f(i)$.

La densité de courant i est égale au courant mesuré I , rapportée à la surface S de l'électrode de travail, $i = \frac{I}{S}$.

Avant chaque type de solution et de conditions opératoires nous avons effectué le tracé de la courbe $i = f(V)$ afin de localiser la zone de polissage et pouvoir ainsi fixer la valeur de courant appropriée au polissage électrolytique.

3.6 Hygiène et sécurité

Pendant nos essais au laboratoire nous avons respecté la réglementation en matière de sécurité puisque nos solutions étaient très concentrées ($\text{pH} \geq 13$). Le travail a été réalisé sous hotte avec des gants de protection chimique, lunettes de protection et un masque respiratoire, pour éviter le contact de la soude avec la peau et les yeux et la respiration des vapeurs de gaz.

Privilégier des systèmes économiques pour l'éclairage (tubes fluorescents haut rendement), une bonne isolation pour le chauffage de l'atelier et des bureaux...

Chapitre 4 Résultats et discussion

Dans ce chapitre nous proposons d'étudier et définir les meilleures conditions opératoires d'électropolissage d'un alliage d'aluminium dans un bain à base de soude. Le choix de ce bain est fixé par des considérations purement économiques et de qualité. Nous nous sommes intéressés à rechercher l'influence des différents paramètres sur la qualité de l'électropolissage et l'état de la surface obtenu. Il s'agit de: la concentration en soude, la température, la durée de l'opération et la densité de courant. L'évaluation de l'état de surface, notamment le brillantage, a été estimée par un examen visuel et au microscope optique. L'outil des courbes de polarisation a été employé en vue de définir les conditions électriques (tension et courant) convenables une fois les paramètres opératoires sus-cités sont fixés.

Nous avons testé nos paramètres dans les domaines de: temps, température et concentration allant respectivement de 12 à 22 min et de 12 à 24°C, entre 200 à 450g/L.

4.1 Préparation de la surface

Le résultat du traitement de polissage mécanique est une diminution de la rugosité de la surface. Cependant, l'action mécanique de frottement par des abrasifs provoque non seulement des phénomènes d'oxydation superficielle, mais aussi des perturbations de la structure cristalline. Il est admis que si l'opération de polissage mécanique est effectuée d'une manière constante et reproductible on aboutirait à un état de surface identique et répétable qui permettrait de dégager les effets des paramètres opératoires d'une manière assez fidèle.

Cette étape est suivie d'un dégraissage solvant dans un bain ultrason.

L'observation de la surface a été effectuée ensuite : la figure ci-dessous présente l'état de surface avant et après le polissage mécanique. Avant le polissage mécanique, sur la surface de l'aluminium il ya présence de plusieurs traits et rayures dispersés aléatoirement dans tous les sens. Cela est dû aux défauts de fabrication des barres d'aluminium, à la manière de stockage ainsi qu'aux forces de frottement avec le milieu extérieur.

Après le polissage mécanique nous avons remarqué la dispersion partielle de ces traits et rayures et l'apparition d'une couleur grise homogène sur toute la surface.

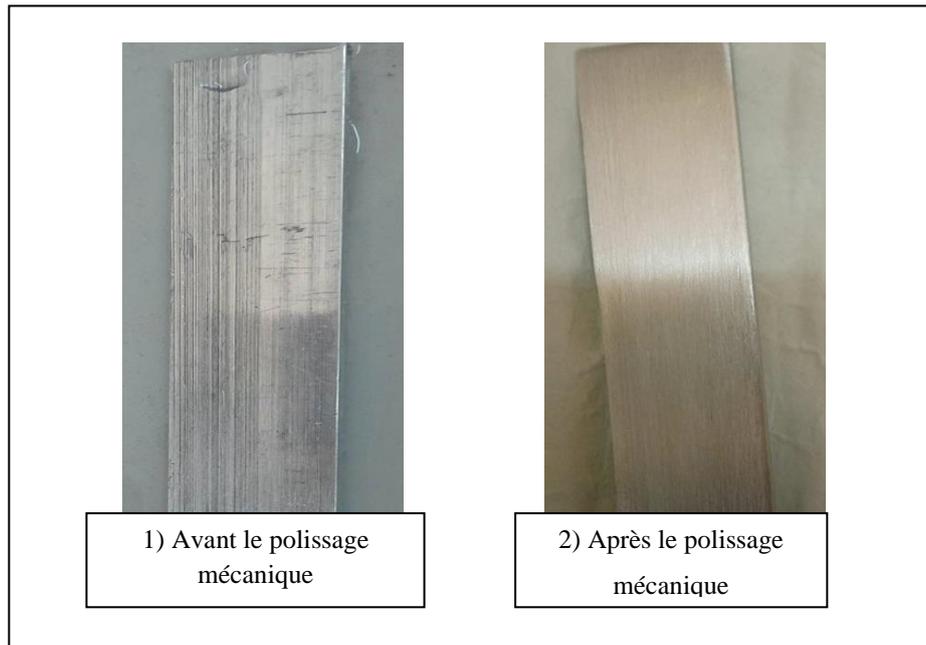


Figure 4.1 observation visuelle avant et après polissage mécanique.

L'observation microscopique a confirmé l'observation visuelle, après le polissage la présence des traits et rayures a diminué, nous avons remarqué aussi qu'il ya encore présence des rayures qui se dirigent dans le même sens sous l'effet de forces de frottement avec les particules de sic de papier abrasif.

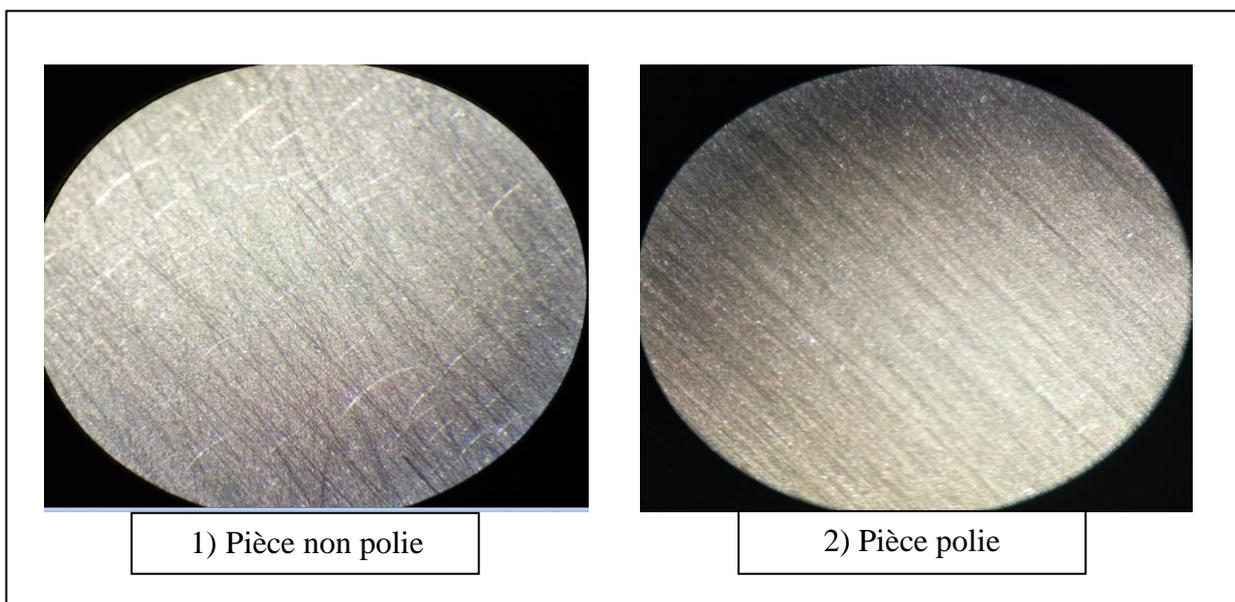


Figure 4.2 Observation au microscope optique (x 5) de la pièce polie et non polie.

Dans notre travail nous avons testé deux bains électropolissage :

- Un bain acide phosphorique en présence de glycérine qui n'a pas donné de résultats assez intéressants. Il est caractérisé surtout par une température élevée, des dégagements de gaz dangereux et un coût de produits élevé.
- Le deuxième bain est à base de soude. Ce bain a été maintenu pour la qualité de ses résultats et son coût compétitif.

4.2 L'étude de l'électropolissage

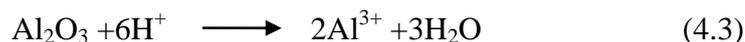
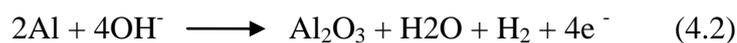
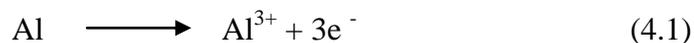
Le choix du bain de soude était pris suite à nos tests préalablement fait au laboratoire ce qui nous a poussé à faire des essais qui nous donneraient les conditions opératoires favorables de ce bain de base.

4.2.1 Choix de la concentration

Nous avons fait notre choix en appliquant la technique des courbes i-V. Il est évident que, à chaque fois que l'on se trouve dans des conditions favorables d'électropolissage, notre courbe i-V est caractérisé par un palier où le courant est constant sur tout un domaine de tension.

Les courbes i-V représentées dans fig 4.3, montrent que parmi les concentrations, 200, 250, 300, 350, 360, 370,380, 400 et 450 g/L, seule 370 g/L donne une qualité satisfaisante, représentée à part sur la fig 4.4. C'est cette concentration qui a été prise en considération comme valeur optimale. Nous pouvons constater sur la courbe les zones suivantes :

- La zone [0,8V- 13V] la dissolution active de l'aluminium selon l'équation (4.1).
- La zone [13,2V-13,5V], blocage du courant et formation de la couche visqueuse produite par les réactions (4.1), (4.2), (4.3).
- La zone [13,5V-16,2V] où apparait le palier qui définit le courant limite d'électropolissage (zone de polissage électrolytique).
- La zone [17V-20V] la formation d'oxygène sur l'anode selon l'équation (4.4).



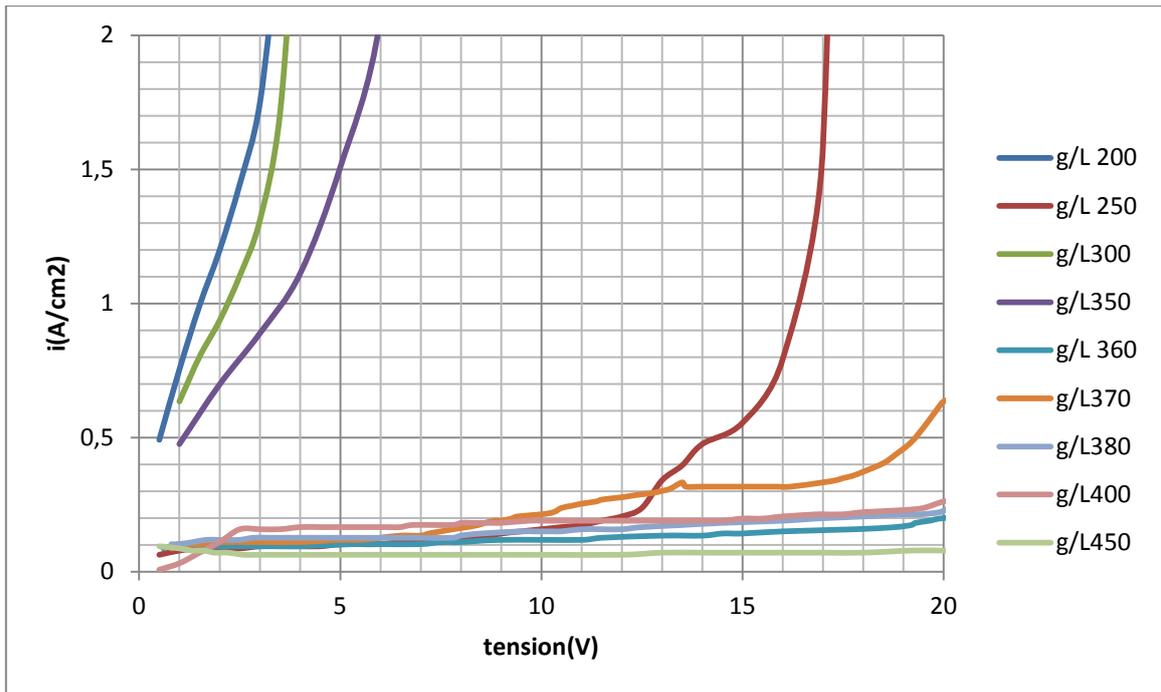


Figure 4.3 Courbes i-V de Al 6005/NaOH, à différentes concentrations, T=24°C.

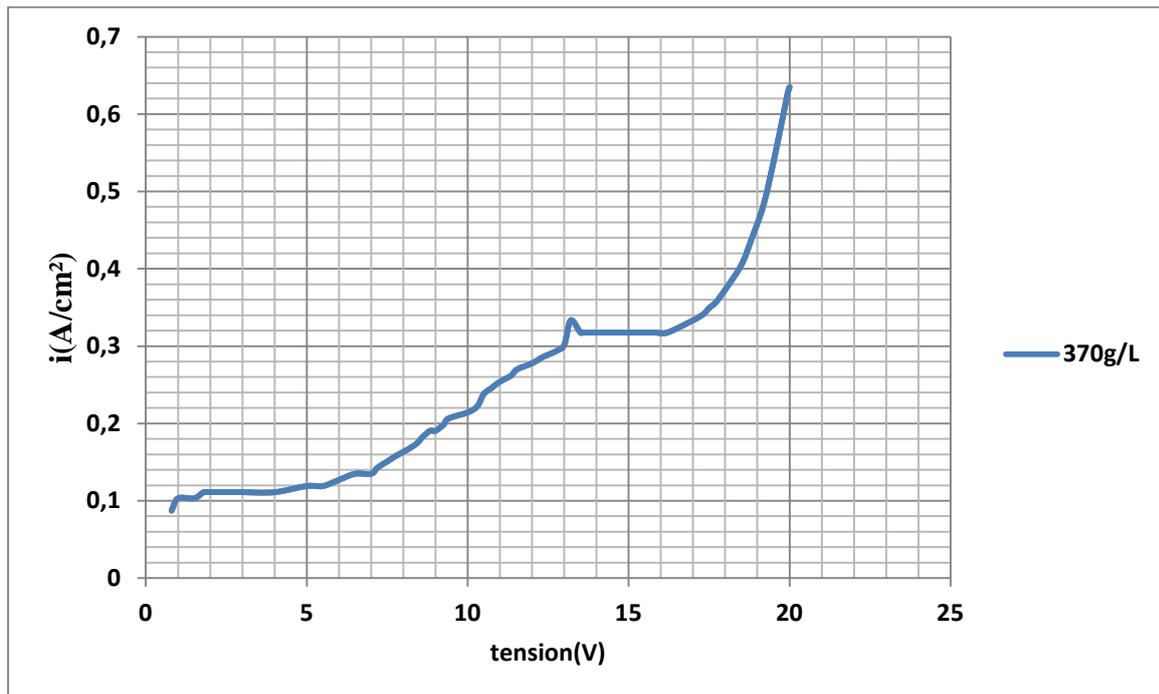


Figure 4.4 Courbe i-V de Al 6005/NaOH, à concentration 370g/L, T=24°C.

4.2.2 Choix de la température

De la même manière, nous constatons d'après les courbes i-V fig 4.5 que la température de 24°C est la plus favorable. l'influence de la température sur le comportement électrochimique de l'aluminium dans le bain de soude se manifeste clairement, nous avons remarqué une présence du palier de la densité du courant limite (courant électropolissage) en fonction de l'augmentation de la température, ceci conduit à une bonne qualité de brillance, par contre dans les zones de température 12, 14, 20, 21 et 22 °C, nous avons remarqué une absence du palier d'électropolissage et donc absence de la brillance.

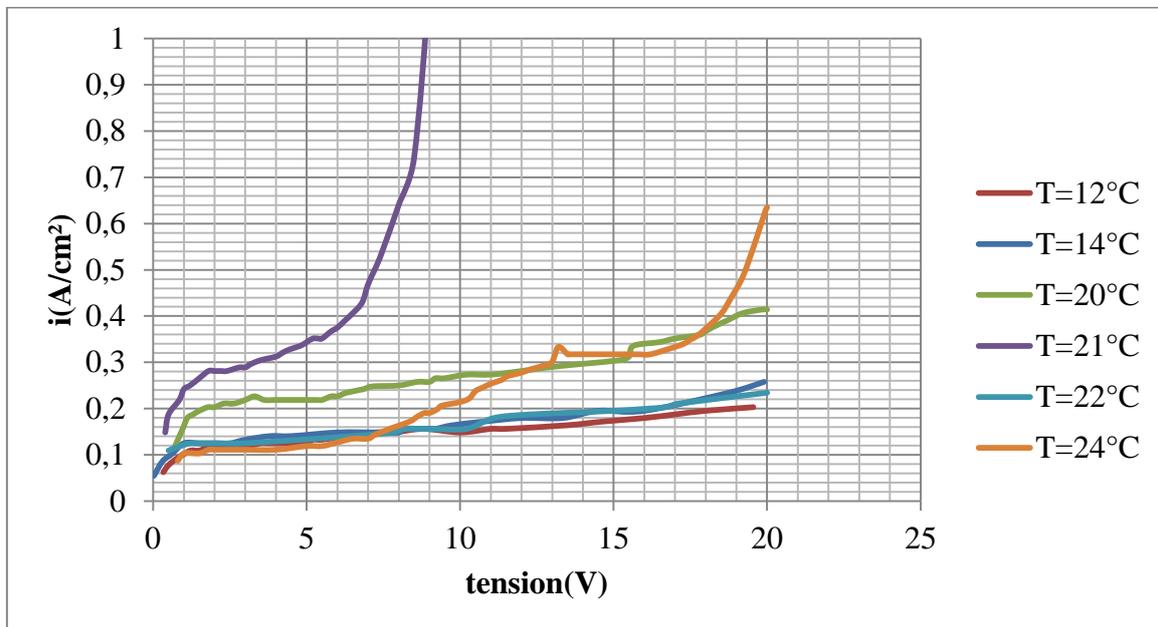


Figure 4.5 Courbe i-V Al 6005/NaOH, à différente température, C=370 g/L.

4.2.3 Choix de temps d'électropolissage

Nous avons choisi la technique des courbes V-t (tension-temps) qui nous permettrait de visualiser le moment d'apparition de la brillance. En effet lorsque l'état de surface devient homogène à tout point de vue, la tension de la cellule à courant constant devient stable. D'après la courbe de l'évolution de la tension de la cellule en fonction du temps fig 4.6, nous avons remarqué :

Une formation d'un pic au début de l'application de la tension qui peut s'expliquer par une forte dissolution du métal. Cette phase est suivie par une précipitation d'hydroxydes d'aluminium et l'apparition de la couche visqueuse. La stabilisation de la tension nécessaire au maintien de cette couche se traduit par un équilibre entre la dissolution et la précipitation qui s'effectuent d'une manière simultanée.

La tension au départ évolue en fonction du temps pour une intensité donnée. Elle se stabilise que lorsque l'état de brillance est atteint, c'est pour cela que nous avons à chaque fois tracé la courbe V-t qui nous permettrait de déterminer avec une bonne précision la durée de l'opération de l'électropolissage nécessaire pour atteindre l'état de brillance recherché.

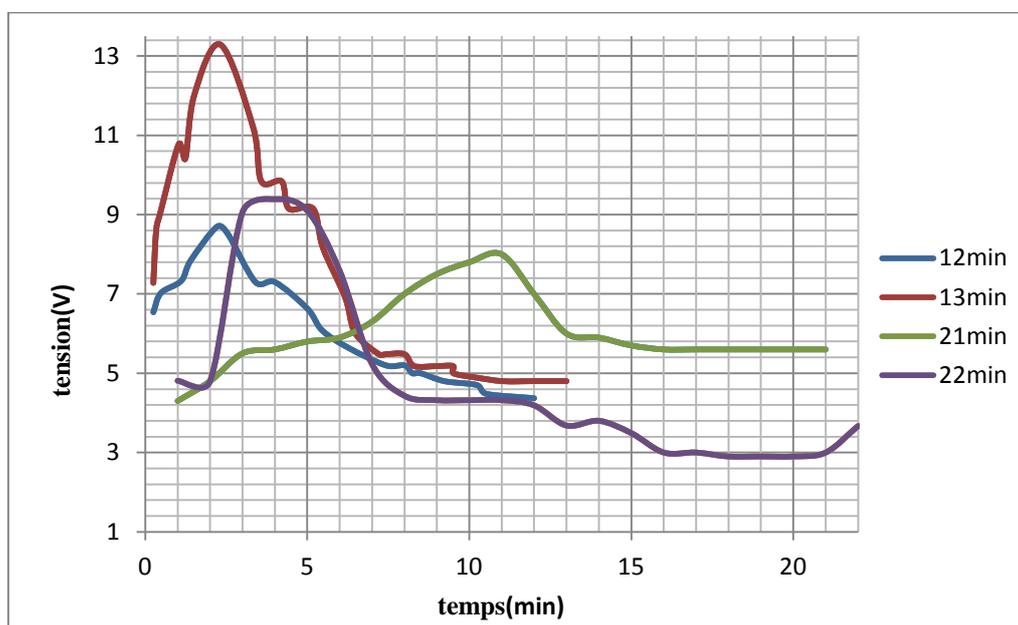


Figure 4.6 Courbes V-t de Al 6005/NaOH, à 370g/L, T=24°C, i =0,31 A/cm² en fonction du temps.

L'observation microscopique de la surface finale, nous a permis de remarquer que la densité de courant limite 0,317 A/cm² ne donne pas une qualité de brillantage satisfaisante pour les temps 12 et 13 min, on constate la présence de rayures et une surface brouillée. Alors qu'avec une durée de 21 min on a une surface brillante. Cela est dû à la stabilité de la couche visqueuse dans le domaine de tension 6V. Au delà de 21 min on remarque en effet la présence de piqures et de petites rayures sur la surface. Les observations au microscope optique de ces résultats sont représentées dans la fig 4.7.

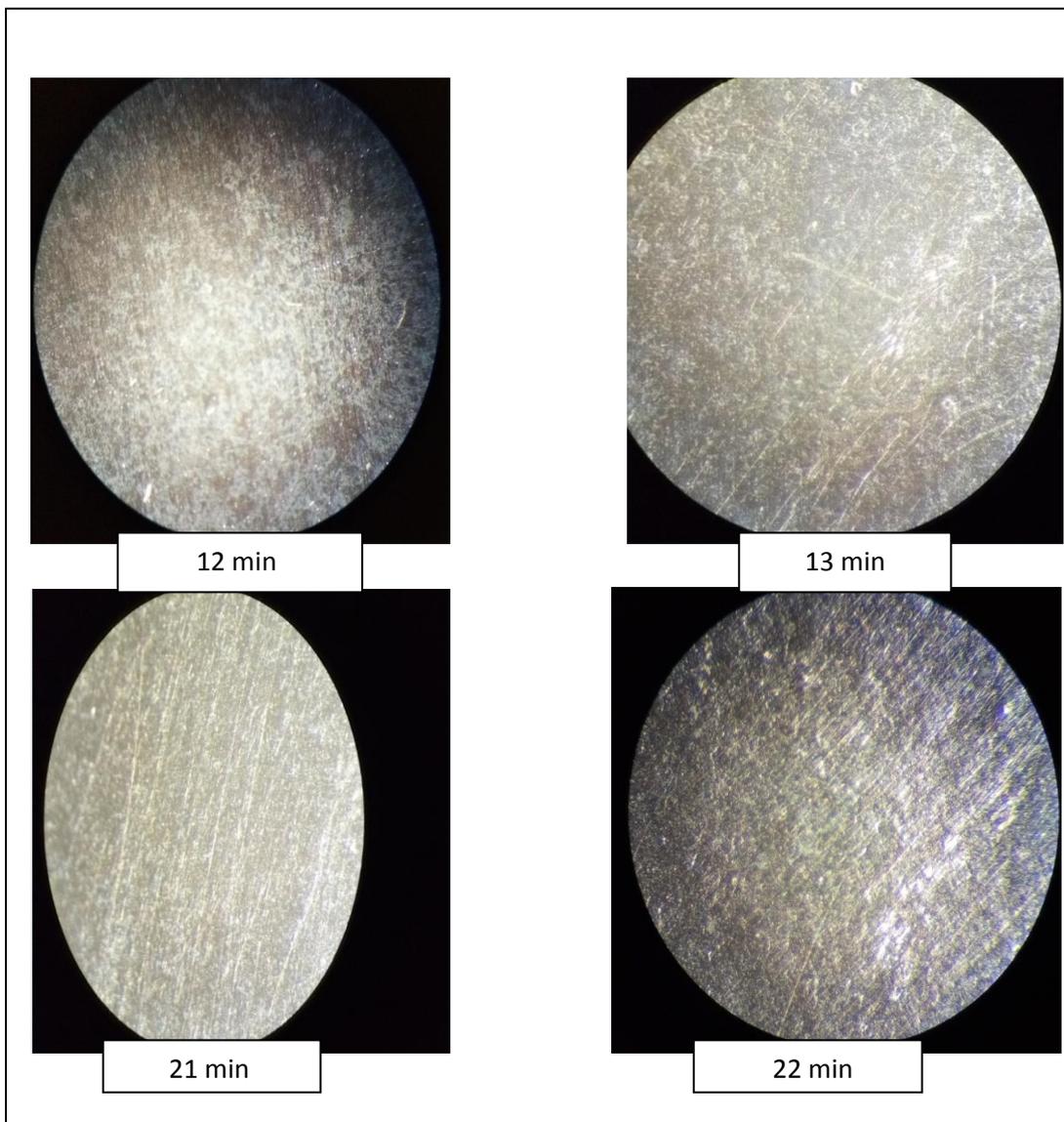


Figure 4.7 observation microscope optique (x 5) correspondant à la brillance de pièce pour une densité de courant de $0,31 \text{ A/cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g/L}$.

4.3 Etude de l'effet de l'additif sulfate aluminium sur l'état surface

Un certain nombre d'additifs sont souvent additionnés au bain de polissage électrolytique afin d'améliorer la qualité finale de la surface obtenue. Il s'avère que la présence des sulfates d'aluminium (et Al^{3+} en particulier) dans le bain à base de soude pourrait jouer un rôle non négligeable dans l'amélioration de la qualité du brillantage. Nous avons alors testé l'effet de la présence de cet additif par ajout de différentes quantités.

La courbe V-t, tension en fonction de temps, est examinée en fonction des concentrations de l'additif ajouté. L'examen de courbe de tension en fonction de temps présente de même test obtenue ainsi que dans électrolyte qui riche en Al^{3+} (l'ajoute de

l'additif) est mieux que dans la solution de base : l'obtention de bonne qualité de la brillance due a la quantité spécifique de Al^{3+} .

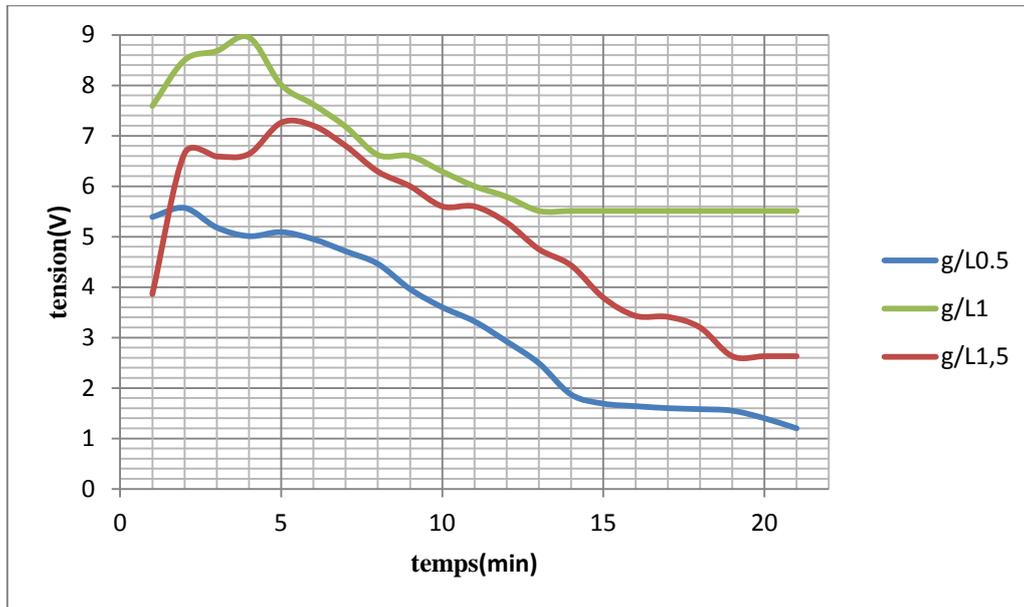


Figure 4.8 courbes V-t après l'ajout d'additif a densité de courant $0,31 \text{ A/cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g/L}$, $t=21\text{min}$.

L'observation au microscope optique nous donne les images suivantes fig 4.9 correspondant a l'effet de l'additif sur l'état finale de la surface. Nous pouvons faire les constatations suivantes :

- bonne brillance pour la concentration 1g/L , par contre les concentrations $0,5$ et $1,5\text{g/L}$ donnent une mauvaise brillance.
- absence des rayures et des traits de la surface, pour la concentration 1g/L .
- Suppression de couleur grise qui apparait au polissage mécanique.

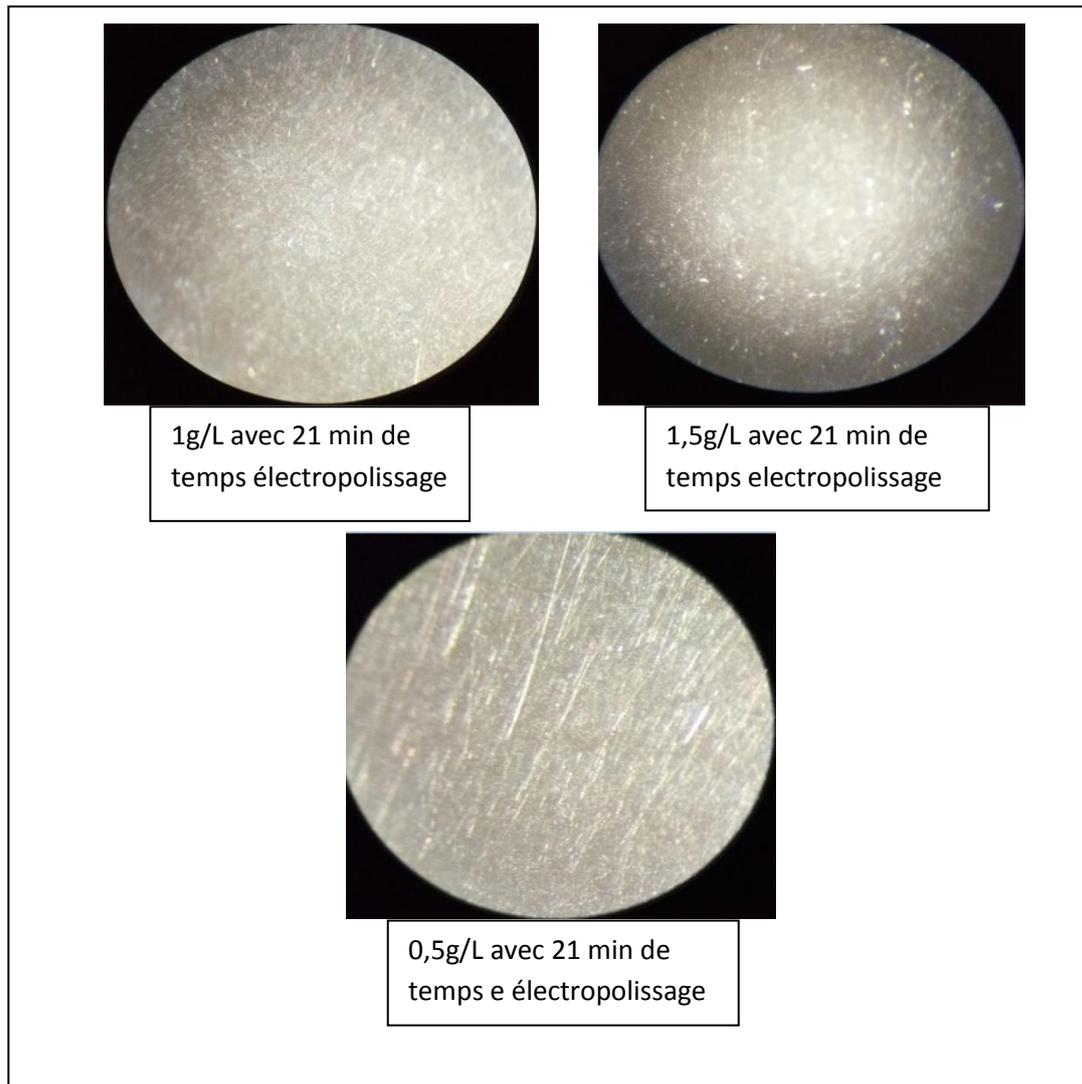


Figure 4.9 observation microscope optique (x 5) à différents ajout de l'additif, densité de courant de $0,31 \text{ A/cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g/L}$, $t=21\text{min}$.

Les échantillons immergés dans les solutions de base qui contiennent l'additif, sulfate d'aluminium, à une concentration 1 g/L conduit à un aspect de brillance parfaite (brillance miroir) et absence de piqures et d'irrégularités. Par contre, pour les quantités d'additif ajoutées, en l'occurrence $1,5$ et $0,5 \text{ g/L}$, nous avons constaté une disparition de l'aspect brillant et la présence de rayures et de traits. Cela est vraisemblablement dû à l'excès en ions Al^{3+} dans la solution de base. Par conséquent il est impératif de maintenir la concentration des ions Al^{3+} constante durant toute l'opération d'électrobrillantage.

4.4 Effet de la distance entre les électrodes

Nous avons dans ce cas testé deux distances entre les électrodes afin de mettre en évidence le rôle de ce paramètre qui est par ailleurs assez important, il s'agit de 1cm et 2cm. Pour cela nous fait appel à la technique de la courbe i - V . D'après les deux courbes fig 4.11 nous observons un changement de palier du courant limite (courant d'électropolissage) : en effet il est à remarquer qu'une augmentation de la distance entre les électrodes diminue la densité de courant, ($i=0,18\text{A/cm}^2$ pour $d=2\text{cm}$; $i=0,31\text{A/cm}^2$ pour $d=1\text{cm}$) ce qui peut donc modifier considérablement les conditions de l'opération. Car la répartition des lignes de courant et la résistance de la solution en dépendent.



Figure 4.10 photo correspond La distance entre les électrodes.

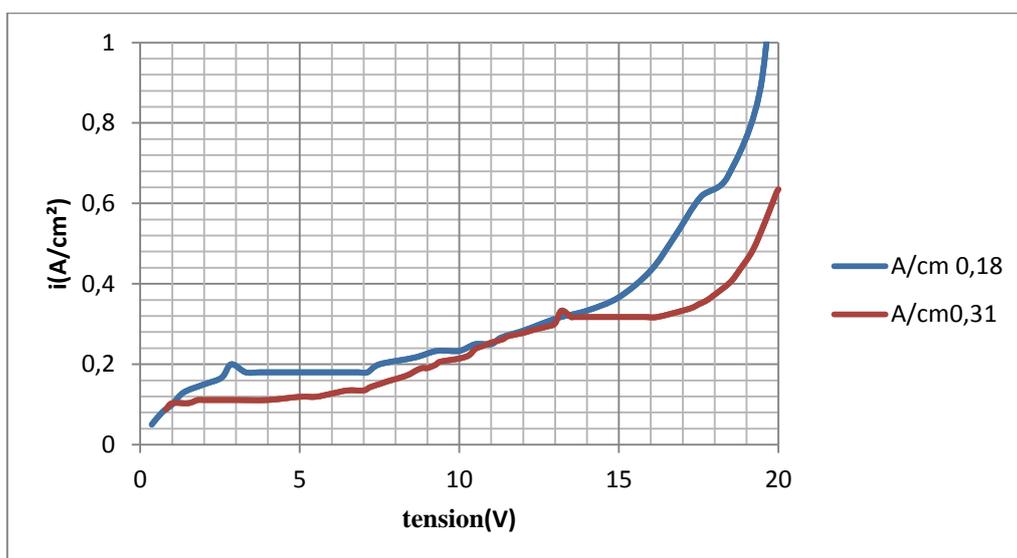


Figure 4.11 Deux courbes i - V à différentes distance entre les électrodes, $d=1\text{cm}$, $i=0,31\text{A/cm}^2$; $d=2\text{cm}$, $i=0,18\text{A/cm}^2$.

4.5 Effet de la soude de différentes sources

Nous avons testé deux produits de soude mais ramenés de différentes sources. La première de laboratoire sous forme des grains, de marque BIOCHEM chimopharma et sa pureté égale à 97%, et la deuxième une soude industrielle généralement utilisée dans les ateliers de traitements de surfaces, disponible sur le marché, sous forme de pastilles de marque SOLVAY sa pureté égale à 99%. Nous avons essayé de trouver les conditions d'électrobrillantage pour les deux sodes, à la même concentration et température.



Figure 4.12 Deux modèles de soude caustique.

Ainsi les résultats du test nous ont permis de déterminer la densité de courant d'électropolissage. D'après la courbe i - V , ce courant est de $0,18 \text{ A/cm}^2$, fig4.13, pour la soude industrielle alors qu'elle était de $0,31 \text{ A/cm}^2$ pour celle du laboratoire. Donc d'un point de vue consommation énergétique, la industrielle est plus économique.

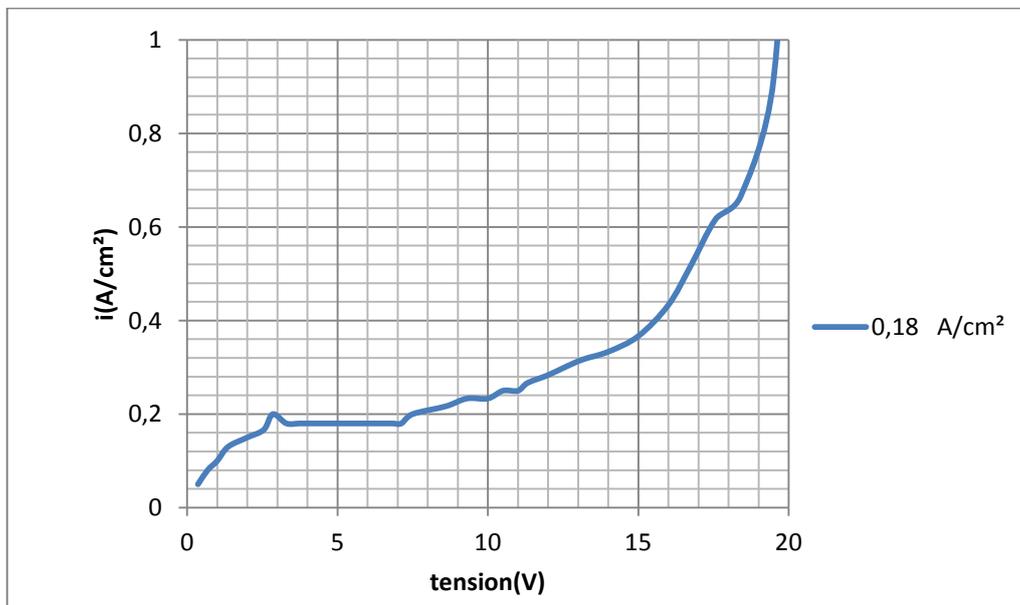


Figure 4.13 Courbes i - V de Al 6005/NaOH, à concentration 370g/L, $T=24^{\circ}\text{C}$.

a) Choix de la durée d'électropolissage

Dans même test nous avons obtenue le temps électro- brillantage d'après la courbe de tension en fonction de temps fig 4.14.

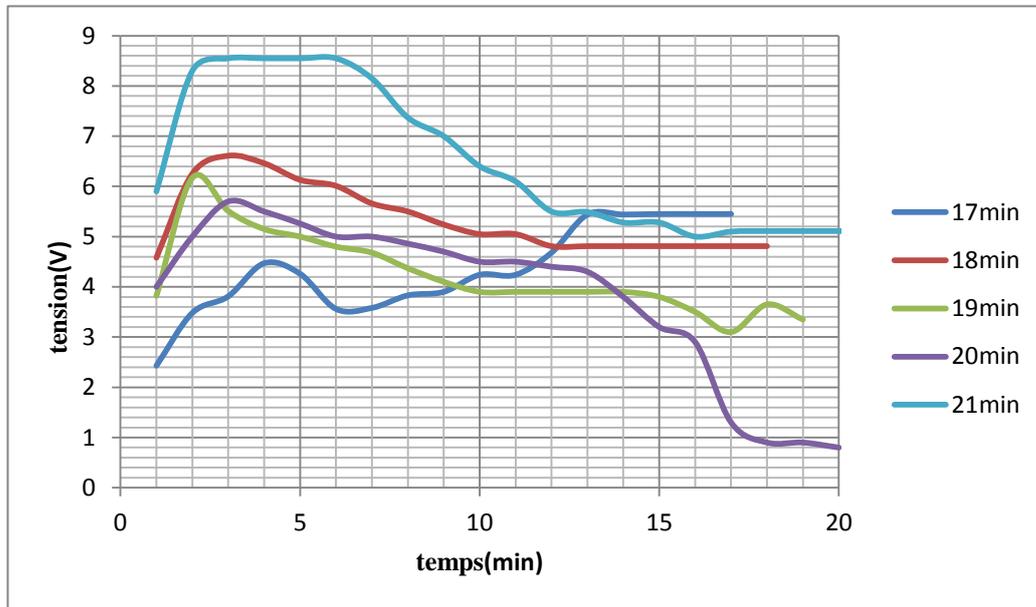


Figure 4.14 Courbes V-t de Al 6005/NaOH, à 370g/L, T=24°C, $i = 0,18 \text{ A/cm}^2$ en fonction du temps.

Ci-dessous fig 4.15 nous présentons l'aspect de la surface électropolissage à différentes durées.

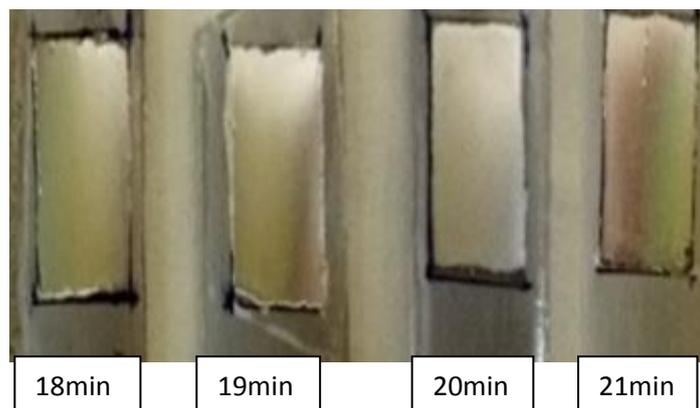


Figure 4.15 photo montrant l'aspect de la surface électropolie à différentes durées.

b) Choix de la concentration d'additif sulfate aluminium dans le de la soude Industrielle.

D'après la fig 4.16 nous n'avons remarqué aucune différence de comportement et la quantité de 1 g/L est maintenue comme valeur optimale.

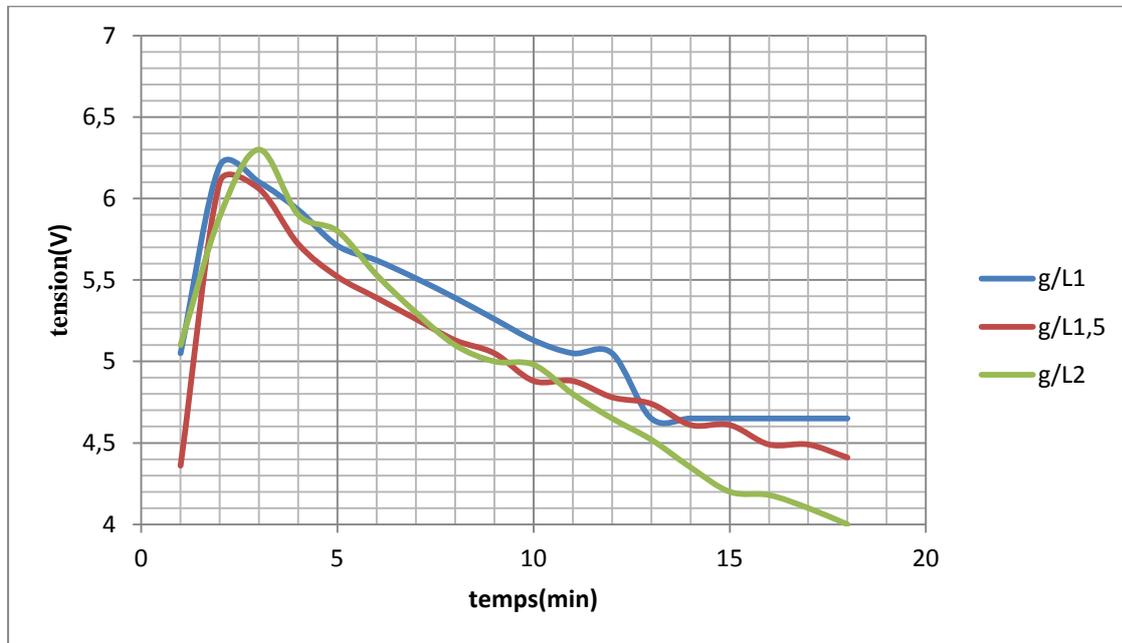


Figure 4.16 courbes V-t après l'ajout d'additif a densité de courant $0,18 \text{ A/cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g/L}$, $t=18\text{min}$.

Ci-dessous fig 4.17 nous présentons l'aspect de la surface électropolissage avant et après ajout d'additif dans même durés.

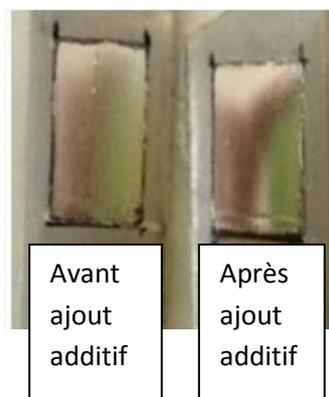


Figure 4.17 photo montrant l'aspect de la surface avant et après ajout d'additif $t=18 \text{ min}$.

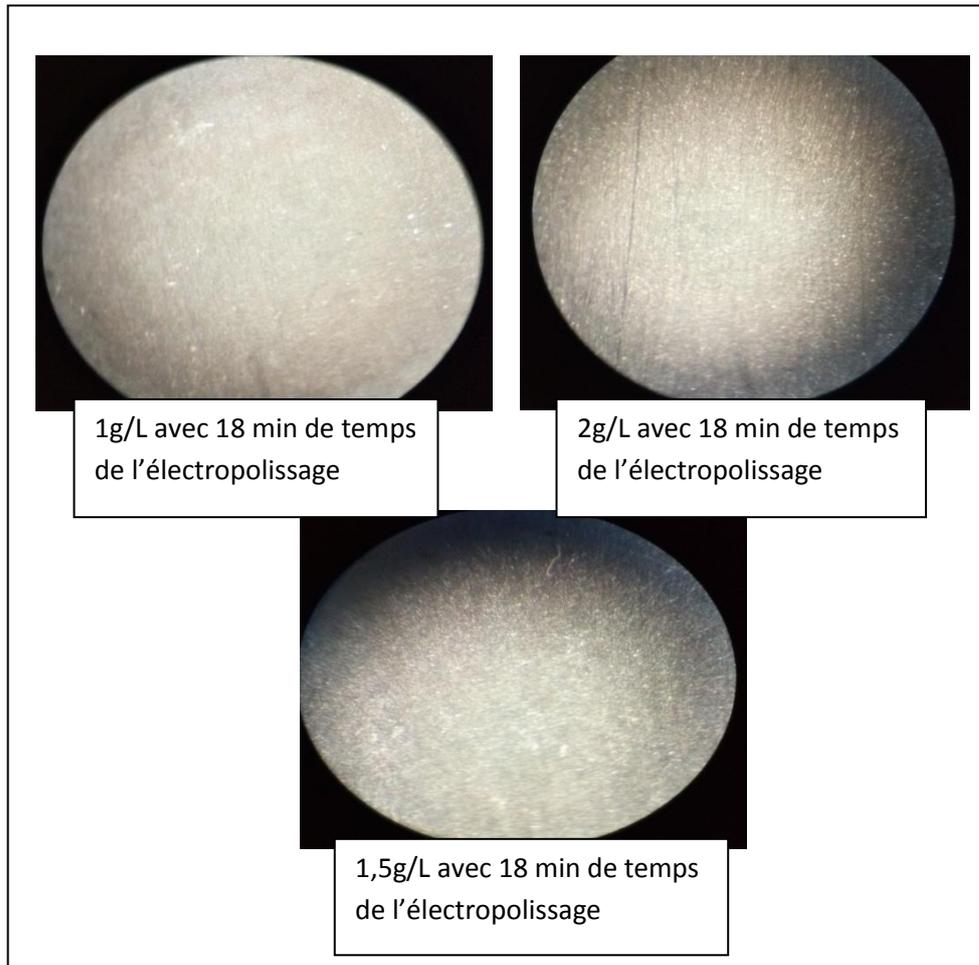


Figure 4.18 observation microscope optique (x 5) à différents ajout de l'additif, densité de courant de $0,18\text{A}/\text{cm}^2$, $T=24^\circ\text{C}$, $C=370\text{g}/\text{L}$, $t=18\text{min}$.

Les images au-dessus correspondent à l'observation microscopique qui donne des remarques uivantes :

- une bonne brillance avec la concentration 1g/L par contre elle est mauvaise avec 1,5 et 2 g/L
- présence de petites rayures sur la surface pour les concentrations 1,5 et 2 g/L.

4.6 Discussion

Le polissage mécanique par abrasion produit des surfaces extrêmement lisses, mais leur structure est déformée, elles sont écrouies, et leur application est restreinte à des surfaces planes. Cependant, l'électropolissage ne provoque pas de perturbations de structure du métal lié au travail mécanique.

L'analyse des courbes de la densité de courant en fonction de la tension et les courbes de tension en fonction du temps nous permettent de mieux gérer l'opération d'électrobrillantage et définir les conditions opératoires de ce procédé d'une manière aisée et rigoureuse. Ainsi l'emploi de ces techniques est assez avantageux afin de conduire nos expériences dans les meilleures conditions qui nous permettent finalement d'aboutir à un brillantage de qualité miroir.

L'étape la plus importante dans le mécanisme du électropolissage est la formation d'une couche visqueuse à la surface de l'anode, cette couche est responsable du lissage et du brillantage de la surface. La viscosité joue un rôle très important dans ce cas, car celle-ci doit être suffisamment élevée pour que la formation de la couche visqueuse soit possible.

L'élaboration de la couche visqueuse est liée à l'accumulation des produits de la dissolution à l'interface métal-électrolyte. Sa composition est proche du point de saturation et sa structure organisée est comparable à celle d'un gel. Dans ce milieu où les espèces sont dissociées, les liaisons hydrogène entre les cations métalliques, l'eau et les anions sont très importantes et assurent la cohésion du film.

Le changement de distance entre électrodes peut modifier considérablement les conditions de l'opération. C'est une des raisons pour lesquelles le bain utilisé dans le procédé industriel est différent de celui utilisé au laboratoire pour le même Aluminium.

Le changement de la qualité du produit de la soude NaOH affecte les conditions opératoires (densité de courant, temps, etc.) ainsi que la qualité de la brillance.

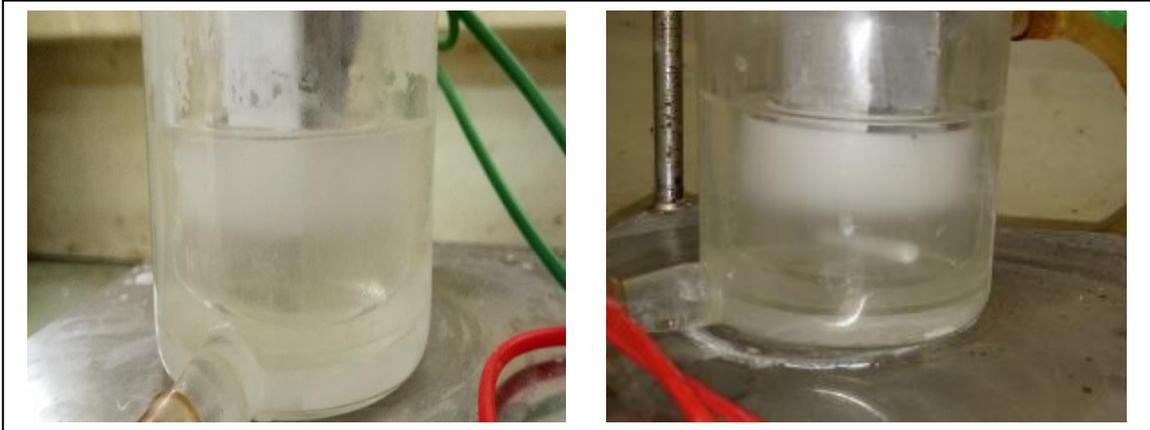


Figure 4.19 Image d'une couche visqueuse.

L'électropolissage de l'Aluminium de série 6000 se pratique dans des conditions favorisant l'obtention de surfaces brillantes mais elles conduisent aux risques fréquents de piqûres, dans ce cas il faut maintenir ces conditions constantes dans la zone de brillantage, et en même temps essayer de mettre au point un électrolyte qui conduit à un meilleur polissage et d'aboutir à une meilleure brillance, en s'éloignant de tout risque d'attaque corrosive

L'augmentation de la viscosité de notre électrolyte dépend de l'enrichissement du bain en aluminium ionique: ajout des ions Al^{3+} favorise l'obtention des conditions de formation de la couche visqueuse, et entraîne ainsi l'obtention d'une surface de très bonne qualité en terme de brillance (brillantage miroir).

Conclusion générale

Dans notre travail, nous avons essayé d'atteindre notre principal objectif à savoir l'amélioration de l'état de brillantage de l'aluminium, pour cela nous avons commencé par étudier et de tester les différentes conditions opératoires d'électropolissage de l'aluminium et cela dans le bain de base proposé à savoir le bain de soude. Et cela afin de trouver les meilleures conditions pour l'amélioration de la qualité du brillantage de l'aluminium et ses alliages.

L'étude de la courbe i - V a prouvé la validité des conditions opératoires de l'électropolissage d'aluminium choisies, par la présence d'un palier de densité de courant constante, le long du domaine de tension correspondant, sur cette courbe. Nous constatons un équilibre entre la formation de la couche visqueuse à la surface du métal et sa dissolution dans l'électrolyte.

Notre étude nous a permis de déduire que la modification de la qualité de l'électropolissage dépend du changement de la distance entre les électrodes (l'augmentation et la diminution influent sur la répartition des lignes de courant) ainsi que les conditions opératoires.

Par ailleurs, l'enrichissement du bain en aluminium (l'ajout de l'additif) conduit à l'augmentation de sa viscosité. Il a été constaté que celle-ci a un effet bénéfique sur l'amélioration du brillantage, car de très bons états de surface ont été obtenus. Le rôle de la viscosité dans ce type de procédé est donc très important. Néanmoins, pour parvenir à briller une surface d'un métal, il est essentiel que la viscosité du bain soit suffisante pour que la formation de la couche visqueuse, responsable du polissage et du brillantage, soit possible. Nous avons noté que les meilleurs résultats ont été obtenus dans l'électrolyte à concentration d'additif égale à 1g/L ce qui a conduit à un brillantage miroir, comparée à celui du bain de base.

En définitif, nous suggérons d'effectuer l'électropolissage de l'aluminium dans un bain à base de soude avec une quantité sulfate d'aluminium de 1g/L et une température de 24°C. C'est le type d'électrolyte qui répond à l'objectif fixé dans notre travail car il donne lieu à des surfaces de très bonne qualité, notamment en termes de brillance.

Sur le plan industriel, il serait en outre important de s'intéresser à l'aspect environnemental car l'exploitation de ce genre de bains qui peut engendrer des rejets assez important qu'il faudrait songer à leur traitement et/ou leur recyclage

Références bibliographiques

- [1] P. Pascal. Nouveaux traités de chimie minérale, TomeVI. Paris : masson, 1962-1964.
- [2] P.Barrand et R.Gadeau. L'aluminium, tome I, paris éditions Eyrolles 1964, cop. 1963.
- [3] K. Berard, V. Rodrigue et M. Senay. 1 novembre 2008, p 150.
- [4] P. Héroult. C. M. Hall. UBE. Industriel LTD, Traitement de surface, 1985, France.
- [5] Agence Bruxelloise pour l'entreprise : mat et procédé, Dossier spécial : protection des alliages d'aluminium contre la corrosion, éd Bruno Watterbergh, septembre 2003.
- [6] www.google.com/article Wikipedia.
- [7] H. Deleiris, Metaux et alliages, tome III, 1971.
- [8] ALMET metal,traitement de surface, informations technique aluminium. 2009 Bordeaux, France p 59, 60, 61.
- [9] D.B. Macdonald, Passivity-the key to our metals-based civilization. Pure appl. Chem. 1999, 71,951-978.
- [10]"le polissage électrolytique des surfaces métalliques et ses applications", P.A. Jacquet, Eds éditions Métaux, Saint-Germain-en-Laye, 1948.
- [11] D. Jenkinson, Stainless steel: The importance of being smooth and passive.corros.mater .2002, 27, 10-13.
- [12] C. L. Faust, Electropolishing of stainless steel. Metal Finishing 1982, 80, 89-93.

- [13] C. Ducrocq, J.C. Pivin, C. Roques-carries, T.G. Mathia, caractérisation chimique et micro géométrique de l'état de surface d'un acier 316L à différents modes de génération de surfaces. *J. Microsc. Spectrosc. Electron.* 1981, 6, 157-167.
- [14] E.-S. Lee, machining characteristics of the electropolishing of stainless steel (STS316L). *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2000, 16, 591-599.
- [15] M. Matlosz, Modeling of impedance mechanisms in electropolishing. *Electrochemical Acta* 1995, 40, 393-401.
- [16] T. Hryniewicz, Concept of microsmoothing in the electropolishing process. *Surf. Coat. Technol.* 1994, 64, 75-80.
- [17] C.C. Irving, Electropolishing stainless steel implants. *ASTM special tech. Publ.* 1985, 859, 136-143.
- [18] D. Landolt, Review article. Fundamental aspects of electropolishing. *Electrochem. Acta* 1987, 32, 1-11.
- [19] G. Petzow, "metallographic Etching", Eds, American society for metals, 1978.
- [20] C. VARCEL. "Corrosion de l'aluminium", édition Dunod», Paris, 1999.
- [21] L. Ponto. M. Datta, D. Landolt, Electropolishing of iron-chromium alloys in phosphoric acid-sulphuric acid electrolytes. *Surf. Coat. Technol.* 1987, 30, 265-276.
- [22] M. Bojinov, I. Betova, G. Fabricius, T. Laitinen, R. Raicheff, Passivation mechanism of iron in concentrated phosphoric acid. *J. Electroanal. Chem.* 1999, 475, 58-65.
- [23] J.P. Caire, E. Chainet, B. Nguyen, P. Valenti, "Study of a new stainless steel electropolishing process", in : AESF Annual Technical Conference, 1993, p.149-156.
- [24] S. Mohan, D. Kanagaraj, R. Sindhuja, S. Vijiyalakshmi, N.G. Renganathan, Electropolishing of stainless steel- A review. *Trans IMF* 2001, 79, 140-142.

- [25] Sté le matériel Téléphonique, "perfectionnements aux traitements électrolytiques des métaux", brevet français 707526, 1930
- [26] S. Wernick, R. Pinner, P.G. Sheasby, "the surface treatment and finishing of aluminium and its alloys", 5th edition, Voll, Finishing publications Ltd., Teddington, Middlesex, England, ISBN 0 904477 09 6, 1987
- [27] D.R. Gabe, "Anodic polarization during electrobrightening and electropolishing of Aluminium", Trans. IMF, Vol. 51, 32-38, 1973
- [28] M. Wwrezecian, "Les traitements des surfaces d'aluminium, de magnésium et du titane", Ed. BPI, Paris, 1980
- [29] H. I. White, US patent 2 424 674, 1947
- [30] H. Turner, US Patent 2 708 655, 1955
- [31] C. L. Faust, US Patent 2, 550,544, 1951
- [32] A. N. D. Pullen, US Patent 2, 096 309, 1937
- [33] A. N. D. Pullen, US Patent 2 ,339 806, 1944
- [34] J. T. Ferguson, US Patent 2, 671,717, 1954
- [35] W. J. Mc TEGART, «polissage électrolytique et chimique des métaux», édition Dunod, Paris, 1960
- [36] J EDWARDS, J. Electrodep. Tech. Soc., 1952, 28, p133.
- [37] J. EDWARDS. J. Electrochem. Soc., 1953, 100, p189-230.
- [38] W.C. ELMORE, J. Appl. Phys., 1939, 10(1), p 724-727.
- [39] W.C. ELMORE, J. Appl. Phys., 1940, 11(12), p 797.
- [40] P. JACQUET, Trans. Electrochem. Soc., 1936, 69, p 629.
- [41] P. JACQUET, C. R. Acad. Sci., 1948, 8, p 227.

[42]P. JACQUET, «le polissage électrolytique des surfaces métalliques et ses applications», édition Métaux, Paris, 1948.

[43]T.P. HOAR, J. A. S. MOWAT, Nature, 1950, 165, p64.

[44]T. P. HOAR, T. W. FARTHING, Nature, 1952, 39, p 208.

[45]M COLE, T. P. HOAR, "Modern aspect of electrochemistry", Butter works Scientific Publication, 1956, p158.

[46]A. MICHEL, Technique de l'ingénieur, R1230

[47]L. MONNEY, C, DUBOI, A, CHAMBAUDET, F. JAFFIOL, surface, 1993, 237, p31-34.

[48]L. POURCELOT, C. DUBOI, A, CHAMBAUDET, F, JAFFIOL, surface, 1994, 248, p26-31.

[49] M. MATLOSZ, S. MAGAINO, D. LANDOLT, J. Electrochem, Soc. 1994. 141(2). P 410-418

[50] M. DATTA, D. LANDOLT, J. Electrochem. Soc. 1975, 122(11), p1466-1472.

[51] L. PONTO. M. DATTA, D. LANDOLT, sur. Tech., 1987, 30, p265-276.

[52] M. MATSLOZ, D.LANDOLT, J.Electrochem. Sos, 1989,136(4),p 919-929

[53] K.KOJIMA, C.W.TOBIAS, J.Electrochem, Sos, 1973, 120 (8), p 1026-1033

[54] M. DATTA, L. F. VEGA, L. T. ROMANKIM, P. DUBY, J. Electrochem. Acta, 1992, 37(13), p2469-2475.