



HAL
open science

Etude multi-échelle de la durabilité d'alliages d'aluminium anodisés

Mohamed Abid

► **To cite this version:**

Mohamed Abid. Etude multi-échelle de la durabilité d'alliages d'aluminium anodisés. Matériaux. Université Paris-Nord - Paris XIII; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2021. Français. NNT : 2021PA131037 . tel-04498677

HAL Id: tel-04498677

<https://theses.hal.science/tel-04498677>

Submitted on 11 Mar 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



N° attribué par la bibliothèque

THESE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L’UNIVERSITE SORBONNE PARIS NORD

Discipline : Sciences des Matériaux

Présentée et soutenue publiquement

Par

MOHAMED ABID

Date de soutenance : le **21 Septembre 2021**

Titre :

**Etude multi-échelle de la durabilité d’alliages d’aluminium
anodisés**

Thèse en cotutelle avec l’Ecole Nationale d’Ingénieurs de Sfax (Université de Sfax)

JURY

Mme. Monique GASPERINI (Professeur, Université Sorbonne Paris Nord),	Présidente
M. Emin BAYRAKTAR (Professeur, SupMéca),	Rapporteur
M. Noamen GUERMAZI (Maître de Conférences - HDR, Université de Kairouan),	Rapporteur
M. Salah MEZLINI (Professeur, Université de Monastir),	Examineur
M. Hédi NOURI (Maître de Conférences - HDR, Université de Sfax)	Examineur
M. Mohamed HABOUSSI (Professeur, Université Sorbonne Paris Nord),	Directeur de thèse (Fr)
M. Mohamed KCHAOU (Maître de Conférences - HDR, Université de Sfax),	Directeur de thèse (Tn)
M. Mohamed BEN HMIDA (Ingénieur, PDG SIAF, Tunisie)	Invité

SOMMAIRE

INTRODUCTION GÉNÉRALE

CHAPITRE I : CONTEXTE INDUSTRIEL ET REVUE DE LA LITTÉRATURE

1. Introduction.....	12
2. Contexte industriel.....	12
3. Contexte scientifique.....	17
4. Conclusion	42

CHAPITRE II : MATÉRIAUX ET MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

1. Introduction.....	53
2. Matériaux d'étude.....	53
3. Elaboration du film anodique	56
4. Caractérisation microscopique de la surface anodisée.....	60
5. Caractérisation tribologique	65
6. Conclusion	68

CHAPITRE III : ETUDE NANO- ET MICRO-STRUCTURALE DE LA SURFACE ANODISÉE

1. Introduction.....	76
2. Analyse microscopique de l'épaisseur de la couche d'oxyde	76
3. Analyse nano- et micro-structurale de la surface de la couche d'oxyde	82
4. Mécanismes de nucléation et croissance de la couche d'oxyde.....	98
5. Conclusion	102

CHAPITRE IV : ETUDE DE LA RÉSISTANCE MÉCANIQUE DE LA SURFACE ANODISÉE

AVEC DES TESTS DE RAYURE

1. Introduction.....	111
2. Caractérisation de la résistance à la rayure de la couche d'oxyde sous l'effet d'une charge fixe	111

3. Analyse micrométrique de la résistance à la rayure de la couche d'oxyde sous l'effet d'une charge progressive	126
4. Conclusion	137

**CHAPITRE V : CARACTÉRISATION DE LA DURABILITÉ DE LA SURFACE ANODISÉE
AVEC DES ESSAIS DE FROTTEMENT CYCLIQUE**

1. Introduction.....	144
2. Durabilité de la couche d'oxyde.....	144
3. Analyse post-mortem et mécanismes d'usure	149
4. Liens comportement-mécanismes.....	162
5. Conclusion	163

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Les travaux de cette thèse ont été réalisés dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire des Systèmes Electromécanique (LASEM), le Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux (LSPM) et la Société des Ingénieurs pour les Affaires (SIAF). Ce projet est issu du concours national MOBIDOC pour la réalisation de travaux de recherches doctorales dans le milieu socio-économique. Sa problématique tourne autour d'une expertise industrielle des pièces mécaniques en aluminium anodisées qui sont sollicitées en frottement. En effet, la durée de vie des moules de drapage des fibres de carbone pour la fabrication des portes d'avions Airbus A360 demeure mal optimisée au regard du caractère multi-échelle des propriétés des surfaces (microstructure, cavité, couche d'anodisation, ...) et de la nature des phénomènes qui règnent dans le contact (rayure, cyclage de frottement, usure, ...). Néanmoins, les caractéristiques tribologiques de l'alliage d'aluminium anodisé dépendent des paramètres de traitement, de la série de l'alliage, et des conditions de service. Comprendre l'évolution de ces phénomènes dans une quête d'amélioration de la durabilité de ce matériau est un enjeu fondamental aussi bien scientifique qu'industriel.

Du point de vue usage, les alliages d'aluminium ont connu en effet un intérêt particulier par les industriels, traduit par une demande croissante des fabricants et des concepteurs, particulièrement pour la réalisation des pièces aéronautiques [1]. Ceci a motivé les chercheurs à élargir leurs connaissances sur les propriétés et les procédés de fabrication/traitement et à étudier leur tenue en service à fin d'optimiser ces matériaux et améliorer leur durabilité. Pour répondre aux applications industrielles, telles que l'amélioration de la durabilité et la résistance aux rayures des moules de drapage des fibres de carbone, certaines propriétés de l'aluminium doivent être améliorées. Au stade de la coulée, des éléments chimiques tels que le cuivre (Cu), le magnésium (Mg) et le silicium (Si) sont ajoutés au matériau pour modifier ses propriétés globales. Une autre façon d'améliorer les propriétés de l'aluminium est l'anodisation, en particulier la dureté, la résistance à la corrosion, la résistance à l'abrasion, l'isolation thermique et électrique et la réduction du coefficient de frottement lors d'un contact sec ou lubrifié. La maîtrise des paramètres d'anodisation des alliages d'aluminium et leur influence sur la durabilité et l'usure de la couche d'oxyde nécessite une meilleure compréhension du comportement tribologique et des mécanismes d'usure.

Ainsi, l'objectif de la thèse est d'étudier la tenue en service de deux alliages d'aluminium anodisés sollicités en frottement statique et cyclique au regard de la variabilité des propriétés microstructurales induites par les paramètres d'anodisation les plus influents. De ce fait, deux alliages d'aluminium 2017A et 5083 sont étudiés. Différentes techniques et méthodes d'analyse multi-échelle sont exploitées. De plus, plusieurs essais de caractérisation tribologique sont investigués.

Ce manuscrit est organisé en cinq chapitres :

- Le premier chapitre présente le contexte industriel, en particulier le procédé d'anodisation industriel et les indicateurs de fin de vie des moules de drapage. Une deuxième partie de ce chapitre est consacrée à une revue de la littérature sur les alliages d'aluminium, le caractère multi-échelle de la morphologie de la couche anodisée et le comportement tribologique de l'aluminium anodisé issu de différentes conditions d'élaboration.
- Le deuxième chapitre détaille les matériaux d'étude, l'élaboration du film anodique et les paramètres d'anodisation à contrôler. Les outils et les moyens de caractérisation microscopique de la surface anodisée (microstructure et épaisseur) et des pistes d'usure (mécanismes d'usure) sont présentés. Les techniques de caractérisation tribologique de la couche d'oxyde y sont également décrites.
- Le troisième chapitre concerne l'étude nano- et microstructurale de la surface anodisée. Dans ce chapitre, une étude multi-échelle de l'influence de la durée et du courant d'anodisation sur l'épaisseur et la microstructure de la couche d'oxyde est détaillée. Les mécanismes de nucléation et de croissance de la couche d'oxyde sont décrits par la suite.
- Le quatrième chapitre porte sur l'étude de la résistance mécanique de la surface anodisée par le test de rayure. En premier lieu, le test de macro rayure sous l'effet d'une charge fixe est utilisé pour étudier la résistance à la rayure de la couche d'oxyde. En second lieu, le test de micro rayure est exploité pour analyser la profondeur de pénétration, l'émission acoustique et le coefficient de frottement avec l'augmentation de la charge appliquée.
- Le dernier chapitre présente la caractérisation de la durabilité de la surface anodisée par des essais de frottement cyclique. L'analyse post-mortem des surfaces frottées et des mécanismes d'usures est détaillée. Elle permet d'établir le lien entre l'évolution du comportement des surfaces anodisées et les mécanismes de frottement-usure.

Enfin, une conclusion générale clôture ce manuscrit en faisant sortir les résultats de la thèse les plus pertinents tout en corrélant microstructure, résistance aux rayures et

comportement en frottement de la couche d'oxyde. Enfin, des propositions de perspectives sont présentées pour élargir la présente étude sur la durabilité de l'aluminium anodisé.

Références

[1] P. Mukhopadhyay, Alloy Designation, '*Processing, and Use of AA6XXX Series Aluminium Alloys*', ISRN Metallurgy, 2012, pp. 15

CHAPITRE I :
CONTEXTE INDUSTRIEL ET REVUE DE LA
LITTÉRATURE

SOMMAIRE

1. Introduction.....	10
2. Contexte industriel.....	10
2.1. Application industrielle	10
2.2. Procédé industriel d'anodisation	11
2.2.1. Préparation de la pièce à anodiser	12
2.2.2. Décapage de la pièce à anodiser.....	12
2.2.3. Création de la couche d'oxyde	12
2.2.4. Coloration électrolytique.....	13
2.2.5. Colmatage.....	14
3. Contexte scientifique.....	14
3.1. Alliages d'aluminium	14
3.1.1. Classification des alliages d'aluminium.....	15
3.1.2. Spécificité des alliages d'aluminium à durcissement structural.....	15
3.2. Notion de Surface Élémentaire Représentative (SER)	17
3.3. Caractère multi-échelle de la morphologie de la couche anodisée.....	18
3.3.1. Formation de la couche d'oxyde	18
3.3.2. Couche d'oxyde : effet des paramètres d'anodisation.....	20
3.4. Comportement tribologique : résistance, durabilité et mécanismes d'usure de l'aluminium anodisé	28
3.4.1. Tribologie à trois corps	28
3.4.1.1. <i>Triplet tribologique</i>	28
3.4.1.2. <i>Mécanismes d'usure</i>	29
3.4.2. Tests de caractérisation tribologique.....	32
3.4.2.1. <i>Résistance aux rayures de la couche d'oxyde</i>	32
3.4.2.2. <i>Durabilité de la couche d'oxyde</i>	35
4. Conclusion	37
Références	37

LISTE DES FIGURES

Fig. I.1. Moule de drapage de fibres de carbone pour une porte d'avion [1].....	10
Fig. I.2. Schéma descriptif du principe de l'anodisation des alliages d'aluminium.....	12
Fig. I.3. Procédé d'anodisation industrielle à l'échelle laboratoire.....	13
Fig. I.4. Schéma descriptif en coupe d'une couche d'oxyde poreuse [2].....	14
Fig. I.5. Schéma représentatif du traitement thermique de durcissement structural [16].....	17
Fig. I.6. Schéma représentatif pour une division de la surface d'origine.....	17
Fig. I.7. Représentation schématique des stades précoces de la formation des pores [26, 27]	20
Fig. I.8. Observations MEB de la surface de films d'oxydes poreux formés à des températures d'électrolyte de (a) Basse température(5°C), (b) Température moyenne (35°C) et (c) Haute température (55°C) [29]	21
Fig. I.9. Evolution de la porosité, déterminée à la surface de l'oxyde, en fonction de la température de l'électrolyte [29].....	22
Fig. I.10. Influence de la tension d'anodisation sur le taux de porosité [32]	23
Fig. I.11. Observations MEB de la couche d'oxyde obtenue à : (a) 10 V, (b) 20 V et (c) 30 V. (d), (e) et (f) sont des images à plus fort grossissement de (a), (b) et (c) respectivement [33]	24
Fig. I.12. Observations MEB en coupe de films d'oxyde d'aluminium nano-poreux obtenus par oxydation pendant 45 minutes : (a) 15 V, (b) 18 V et (c) 21 V [38].....	25
Fig. I.13. Influence du type d'électrolyte sur (a) le diamètre moyen des cellules et (b) le diamètre moyen des pores [32]	26
Fig. I.14. Les différents modes d'usure [44]	29
Fig. I.15. Observations MEB de la surface d'usure sur l'aluminium anodisé [47]	30
Fig. I.16. Les mécanismes d'usure microscopique	30
Fig. I.17. Les différents mécanismes de l'usure abrasive microscopique [44].....	31
Fig. I.18. Observations MEB des rayures de l'alliage d'aluminium : (a) anodisé, (b) non anodisé [48]	32
Fig. I.19. Principe du test de rayure	33
Fig. I.20. Géométrie et angle des pénétrateurs de test de rayure.....	34
Fig. I.21. Variation du coefficient de frottement en fonction de la longueur de la rayure de (a) l'aluminium non anodisé et (b) l'aluminium anodisé [48].....	34
Fig. I.22. Principe de test de frottement cyclique.....	35

Fig. I.23. a) Effet de l'épaisseur de la couche d'oxyde, b) Effet de la charge normale, c) Effet de la vitesse de glissement sur la réponse du coefficient de frottement [50]..... 36

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1. Les paramètres d'anodisation industriels de formation de la couche d'oxyde	13
Tableau I.2. Séries d'alliages d'aluminium [8].	15
Tableau I.3. Symbole de différent traitements thermiques [13, 14].	16
Tableau I.4. Variation de la tension générée, l'épaisseur de film et diamètre de pore en fonction de la température.	22
Tableau I.5. Influence de variation de la tension sur l'épaisseur, la rugosité, la dureté et la résistance électrique de la couche d'oxyde.	25
Tableau I.6. Variation de diamètre des pores et la tension formée en fonction de la concentration de l'électrolyte [30].	27
Tableau I.7. Influence de l'agitation sur la densité de courant et l'épaisseur de la couche d'oxyde [43].	28
Tableau I.8. Spécifications du dispositif de rayage [47].	33

1. Introduction

Ce chapitre présente dans une première partie le contexte industriel de notre étude : il s'agit de l'amélioration de la durée de vie des moules, en alliage d'aluminium, de drapage des fibres de carbone pour la fabrication de portes d'avions AIRBUS A360, soumis à des chargements de frottement et de l'usure. Une étude bibliographique de l'aluminium, ses alliages et ses propriétés est présentée dans une seconde partie. Les différents traitements de surface permettant d'augmenter les caractéristiques mécaniques et tribologiques de l'aluminium sont rappelés, en particulier la technique d'anodisation. Un aperçu global est donné sur les différents procédés et le principe d'anodisation, le prétraitement de surface, les caractéristiques multi échelle de la couche anodisée et les facteurs influents sur les performances de l'anodisation. On s'intéresse entre autres à l'évolution de la microstructure de la couche d'oxyde à l'échelle nano et micrométrique et les propriétés tribologiques des alliages d'aluminium anodisé en fonction de divers paramètres d'anodisation. Dans la dernière partie de ce chapitre, une revue bibliographique sur le comportement tribologique de la couche d'alumine est présentée.

2. Contexte industriel

2.1. Application industrielle

La problématique industrielle de notre étude concerne l'impact de la non-maitrise des paramètres d'anodisation des moules en alliages d'aluminium sur les propriétés et la tenue à l'usure lors du drapage d'une porte d'avion en fibres de carbone (**Fig. I.1.**).



Fig. I.1. Moule de drapage de fibres de carbone pour une porte d'avion [1]

En effet, dans le domaine aéronautique, les moules, en alliages d'aluminium anodisés, de drapage de fibres de carbone doivent avoir une bonne durabilité et résistance aux rayures sous sollicitations sévères. Ces sollicitations sont induites par le montage-démontage du produit lors du contact porte-moule. En effet, après le drapage, la pièce finie nécessite un état de surface propre sans traces d'empreinte d'usure. Pour le démoulage de la pièce, le moule est sollicité par de chargements et des frottements qui peuvent induire des rayures et des traces d'usure sur celui-ci. Ces empreintes affectent l'état de surface de la pièce moulée et engendre des défauts surfacique, source de non-conformité du produit fini. Des fiches techniques fournies par notre partenaire industriel ont montré que la fluctuation des paramètres d'anodisation est la source majeure de ces défauts de fabrication. De plus la maintenance et le changement du moule de drapage engendrent des coûts supplémentaires, en plus de freiner la production et affecter la productivité.

Les indications de fin de durée de vie des moules utilisés sont :

- Augmentation de la rugosité « tolérée » de la surface du moule de drapage qui donne un mauvais état de surface de la porte d'avion.
- Difficulté d'éjection des pièces par diminution des dépouilles suite à une accumulation d'oxydes sur les surfaces.
- Présence de fissures et cavités micrométriques sur la surface.

Néanmoins, ces indications industrielles sont variables suivant les applications utilisées avec des tolérances permises et des moyens de mesure et de contrôle différents.

2.2. Procédé industriel d'anodisation

L'anodisation est un procédé électrochimique qui permet la formation de revêtement transparent surfacique par dépôt d'oxyde micrométrique. Elle est considérée comme l'une des grandes familles de traitement de surface pour l'aluminium. Elle permet d'améliorer ses propriétés chimiques (résistance à la corrosion), physiques (résistivité, pouvoir réfléchissant), mécaniques (dureté, résistance à l'usure, ...) et même ses caractéristiques esthétiques. La **Fig. I.2.** présente un schéma descriptif du principe d'anodisation des alliages d'aluminium. Il repose sur plusieurs étapes mécanique et électrochimique qui doivent être respectées. La partie à anodiser doit passer obligatoirement par des étapes de traitement avant et après anodisation pour garantir un bon accrochage de la couche.

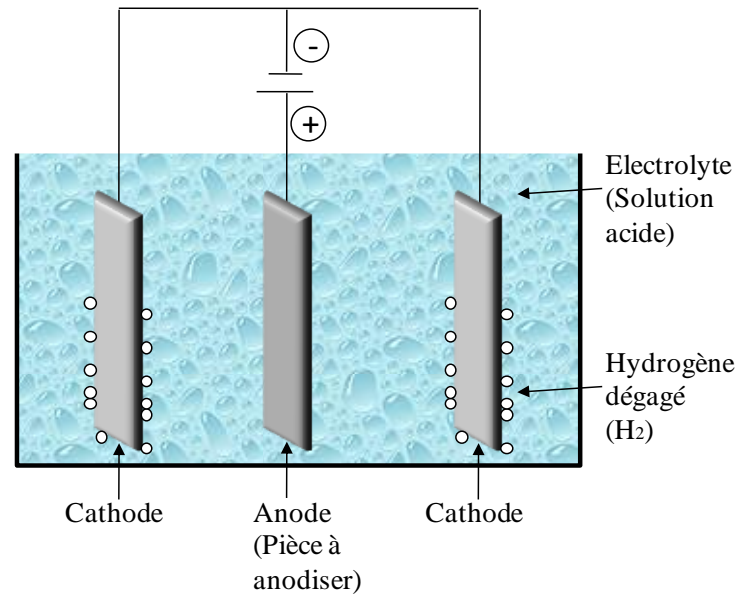


Fig. I.2. Schéma descriptif du principe de l'anodisation des alliages d'aluminium

2.2.1. Préparation de la pièce à anodiser

Avant le nettoyage, la pièce doit avoir un bon état de surface. Quand la surface est suffisamment lisse, il faut la nettoyer pour éliminer toute trace de corps gras. Cette étape nécessite un nettoyage de la pièce à anodiser avec du savon alcalin pour la débarrasser des huiles et des graisses. Au besoin, un ponçage avec une toile émeri à grain fin pourra faire disparaître des traces d'usinage ou des rugosités diverses.

2.2.2. Décapage de la pièce à anodiser

Le décapage par trempe se fait dans une solution caustique. Il entraîne la dissolution de l'aluminium dans le but d'atténuer les imperfections de surface et obtenir une surface uniforme et satinée. Le bain de décapage contient de la soude caustique anhydre dissoute dans l'eau. Dès que la couche d'alumine est dissoute, la soude commence à attaquer l'aluminium. Cette réaction provoque l'apparition de bulles de dihydrogène gazeux. A ce stade, la pièce est retenue de ce bain en la rinçant avec de l'eau du robinet.

2.2.3. Création de la couche d'oxyde

Cette étape est le résultat du passage d'un courant dans un électrolyte. Le bain d'anodisation contient une solution d'acide sulfurique dans laquelle est placée l'armature (la pièce) (**Fig. I.3.**). Un courant continu est appliqué pour une durée déterminée afin de créer la couche anodique. La couche d'oxyde est créée à ce stade. A la sortie de la pièce de l'acide, un

rinçage immédiat à l'eau est nécessaire. Le **tableau I.1.** présente les paramètres retenus par notre partenaire industriel pour la création de la couche d'oxyde.

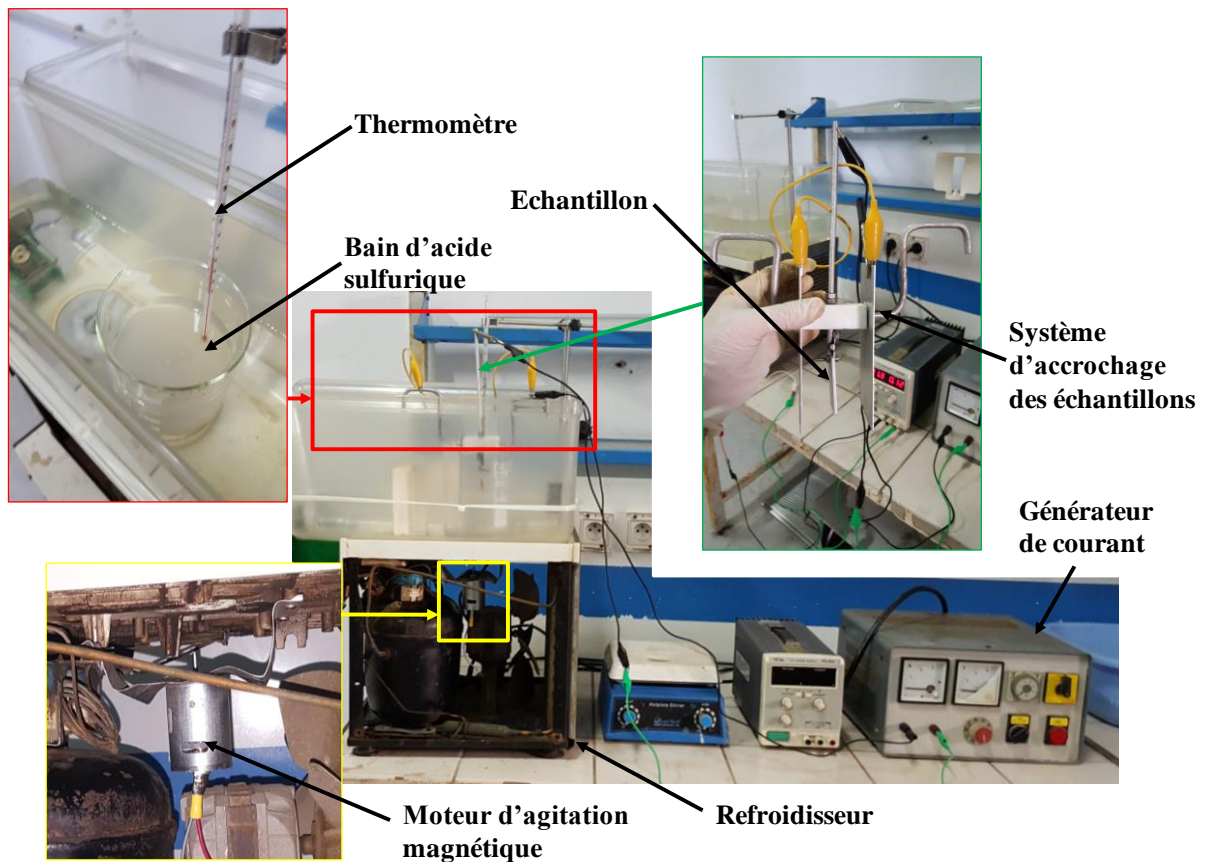


Fig. I.3. Procédé d'anodisation industrielle à l'échelle laboratoire

Tableau I.1. Les paramètres d'anodisation industriels de formation de la couche d'oxyde

Durée d'anodisation (min)	Concentration d'électrolyte (g/l)	Courant d'anodisation (A/dm ²)	Température d'électrolyte (°C)
30	100	1	15

2.2.4. Coloration électrolytique

Profitant de la porosité de la surface obtenue (**Fig. I.4.**), la coloration électrolytique consiste à déposer un sel métallique au fond des pores de la couche d'oxyde. Ceci est obtenu en immergeant l'armature dans une solution contenant le sel métallique en suspension et en appliquant un courant alternatif. Les différentes teintes sont obtenues selon la quantité du métal déposé : plus la durée d'exposition est longue, plus la couleur obtenue est foncée, pouvant aller jusqu'au noir. Après cette coloration, la pièce est immergée directement dans le bain de colmatage après un rinçage rapide à l'eau déminéralisée. Cependant, la phase de coloration est considérée facultative.

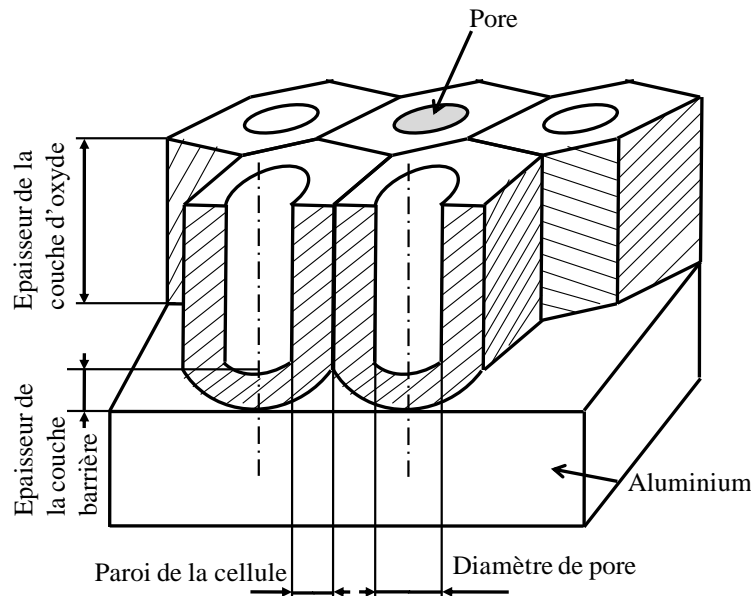


Fig. I.4. Schéma descriptif en coupe d'une couche d'oxyde poreuse [2]

2.2.5. Colmatage

L'étape de colmatage (ou descellement) est simple mais très importante pour la préservation de l'état final. Après les étapes d'anodisation et/ou de coloration, la surface anodisée étant encore poreuse, il est alors possible pour la saleté de s'incruster et à l'étain (métal) de sortir des cellules d'oxydes. Le scellement se fait par hydratation de la couche d'oxyde qui a pour résultat de faire gonfler les parois des cellules et en obstruer les pores. La structure de la couche obtenue dépend de plusieurs facteurs liés à la nature de l'alliage, à l'électrolyte (nature, concentration, température) et aux conditions électriques. En particulier, selon le pH de la solution, des couches d'oxydes à caractère barrière ou à caractère poreux peuvent être obtenues. Cette variation influe sur la morphologie de la couche d'oxyde suivant la distribution des pores et la variation de taille des cellules.

3. Contexte scientifique

3.1. Alliages d'aluminium

L'aluminium est utilisé dans l'industrie pour sa légèreté (le plus léger après le magnésium [3]), son excellente conductivité thermique et électrique [4] et sa malléabilité [5], etc. Il possède une couche fine protectrice d'alumine [6], ce qu'il lui permet d'être inaltérable à l'air, l'eau distillée, l'eau de la pluie et la vapeur d'eau. L'aluminium commercialement pur possède, à l'état recuit, des propriétés mécaniques faibles. Ces propriétés peuvent être

notablement améliorées par l'addition d'autres éléments définissant les familles d'alliages d'aluminium [7], mais aussi dans certains cas en effectuant des traitements thermiques [8].

3.1.1. Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont formés de façon précise en ajoutant des éléments d'addition. Le **tableau I.2.** présente les séries d'alliages d'aluminium les plus commercialisées.

Tableau I.2. Séries d'alliages d'aluminium [8].

Série	Aluminium ou alliage	Principaux éléments d'alliages	Teneur massique (%)
1000	Aluminium pur	-	-
2000	Alliages d'aluminium	Cuivre	2 à 6
3000	Alliages d'aluminium	Manganèse	0,5 à 1,5
4000	Alliages d'aluminium	Silicium	0,8 à 1,7
5000	Alliages d'aluminium	Magnésium	0,5 à 5
6000	Alliages d'aluminium	Magnésium + Silicium	Mg : 0,5 à 1,5 Si : 0,5 à 1,5
7000	Alliages d'aluminium	Zinc + Magnésium	Zn : 5 à 7 Mg : 1 à 2
8000	Alliages d'aluminium	Fer + Silicium	Fe : 0,6 à 2 Si : 0,3 à 1

La présence d'impuretés dans ces alliages permet d'augmenter la dureté et améliorer les qualités mécaniques [9]. De plus, les alliages d'aluminium possèdent des bonnes propriétés en termes de formabilité, usinabilité, usure et résistance à la corrosion [10]. Ainsi, la présence des impuretés dans la composition de l'alliage (comme le cuivre qui s'oxyde en formant des précipités et mène à un phénomène local de brulure) induit des couches d'oxydes moins résistantes que l'alumine. D'autres parts, ces impuretés créent des défauts en surface plus importants qu'en profondeur, à savoir une variabilité dans la rugosité et une distribution aléatoire des contraintes résiduelles, affectant ainsi leur résistance à l'usure [11, 12].

3.1.2. Spécificité des alliages d'aluminium à durcissement structural

Les alliages d'aluminium à durcissement structural sont appelés des alliages trempés. Ces alliages subissent une succession de traitements thermiques durcissant ou adoucissant. Parmi les huit classes, les séries 2000 et 7000 sont les plus utilisées pour les constructions

aéronautiques et spatiales. Les principaux critères de choix pour ce domaine d'application sont : les caractéristiques mécaniques, l'usinabilité et la légèreté. Selon le domaine d'utilisation, le matériau passe par plusieurs étapes de traitement thermique afin d'obtenir les caractéristiques mécaniques requises. La lettre « T » désigne l'état métallurgique de l'alliage d'aluminium (de T1 à T8) (**Tableau I.3.**).

Tableau I.3. Symbole de différent traitements thermiques [13, 14].

Désignation	Traitement thermique
T1	Trempe sur chaleur de transformation – Trempe Muri
T3	Mise en solution séparée – Trempe Ecroui Muri
T4	Mise en solution séparée – Trempe Muri
T5	Trempe sur chaleur de transformation – Trempe Revenu
T6	Mise en solution séparée – Trempe Revenu
T7	Mise en solution séparée – Trempe Sur-Revenu
T8	Mise en solution séparée – Trempe Ecroui Revenu
T9	Mise en solution séparée – Trempe Revenu Ecroui
T10	Trempe sur chaleur de transformation – Trempe Revenu Ecroui

Les principales étapes de traitement thermique pour le durcissement structural de l'alliage d'aluminium sont les suivantes (**Fig. I.5.**) [13, 14, 15] :

- **La mise en solution** : consiste à mettre en solution le maximum d'éléments d'alliage à une température supérieure à la température de solubilité.
- **La trempe** : consiste à un refroidissement rapide à l'eau pour conserver la température ambiante et obtenir une solution solide sursaturée.
- **La maturation** : consiste à maintenir la température de l'alliage à une température ambiante pour former des précipités.
- **Le revenu** : consiste à chauffer le matériau à une température inférieure à la température de mise en solution pour durcir le matériau.

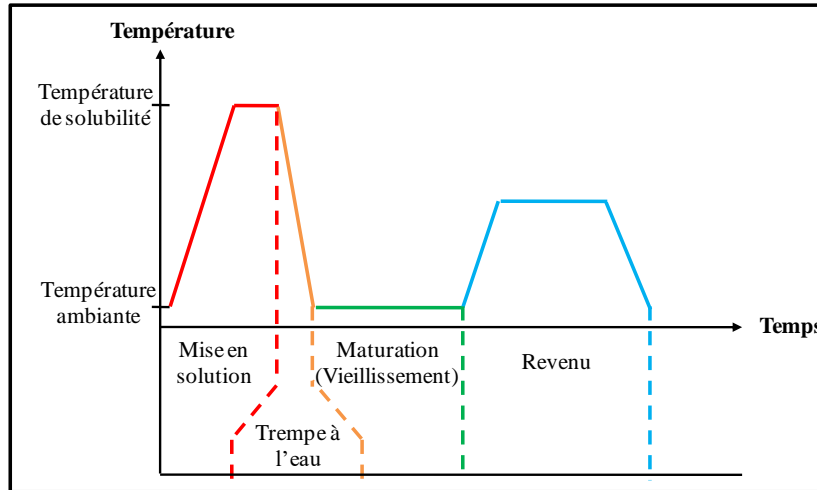


Fig. I.5. Schéma représentatif du traitement thermique de durcissement structural [16]

3.2. Notion de Surface Élémentaire Représentative (SER)

Une Surface Élémentaire Représentative (SER) est la plus petite surface de matière qui permet a priori de reconstituer l'intégralité de la structure surfacique par répétition dans deux directions tangentes à la surface. Elle est usuellement considérée comme une surface de structure hétérogène, c'est-à-dire être en mesure de représenter toutes les hétérogénéités structurales de la surface.

Afin de réaliser une étude multi-échelle, il est important de varier la taille de la surface étudiée. Cependant, afin de pouvoir corrélérer entre l'échelle macro et l'échelle nano, la surface de la couche d'oxyde à étudier doit être représentative de la surface réelle. De plus, le choix de la zone « zoomée », chaque fois, se fait suivant l'objectif de l'analyse et d'observation. La **Fig. I.6.** montre un schéma représentatif d'une subdivision de la surface d'origine. Une surface représentative d'une couche poreuse se répète n fois depuis de l'échelle macro jusqu'à l'échelle nano.

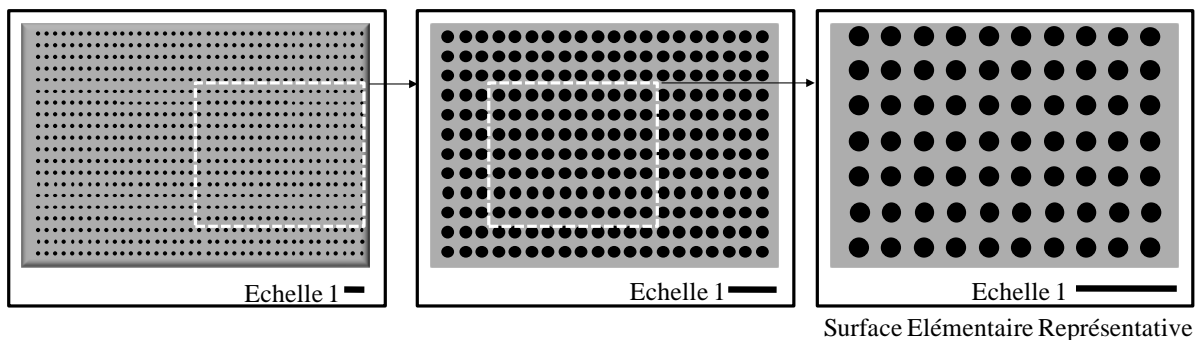
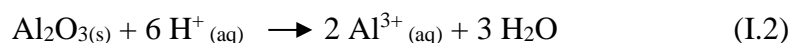
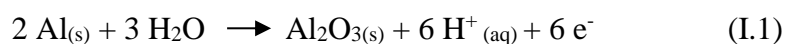


Fig. I.6. Schéma représentatif pour une division de la surface d'origine

3.3. Caractère multi-échelle de la morphologie de la couche anodisée

3.3.1. Formation de la couche d'oxyde

La croissance de la couche d'oxyde poreuse est le résultat de la concurrence continue entre deux processus antagonistes, qui sont la dissolution de la couche anodique par la migration des ions Al_3^+ dans l'acide sulfurique, et la création de la couche d'oxyde en raison de l'interaction chimique entre l'aluminium et l'eau [17-19]. Les deux équations chimiques (I.1) et (I.2) montrent l'équilibre dynamique entre la formation et la dissolution de la couche d'oxyde poreuse. Les pores de surface ont été obtenus lors de la croissance de la couche d'oxyde [20 - 23]. La réaction (1) correspond à la croissance de la couche d'alumine tandis que la réaction (2) montre la dissolution de la couche d'oxyde par l'électrolyte [24, 25]. Le courant électrique imposé génère un champ électrique qui favorise la migration des cations Al_3^+ de la couche d'oxyde vers l'électrolyte et la migration des anions OH^- et O_2^- du substrat vers la couche d'oxyde. Au cours de ce processus, la chaleur est générée [25].



D'après la **fig. I.7.**, quatre étapes typiques en termes de morphologies de l'aluminium anodisé sont impliquées :

- i. Au début de l'anodisation (**fig. I.7a.**), un film d'alumine mince et compact se forme rapidement le long de la surface de l'aluminium, ce qui entraîne un blocage de la conductivité de l'Al et une forte diminution du courant vers une valeur minimale. Trois interfaces apparaissent dans le film d'oxyde (avec l'air, avec le métal de base, et entre couches). Ce processus peut ne prendre que quelques secondes. Une certaine rugosité ou concavité du film d'alumine existe toujours en raison de l'homogénéité de la surface de l'aluminium, qui peut donner lieu à des taux de formation d'oxyde différents.
- ii. Ensuite, (**fig. I.7b.**), une grande quantité de petits pores sont initiés à partir des concavités du film mince d'alumine rugueuse. La chute de potentiel électrique est concentrée dans une région concave. Par conséquent, une intensité beaucoup plus élevée du champ électrique existe dans une concavité par rapport à une région plate. Cela donne lieu à une vitesse de croissance d'oxyde plus rapide, à savoir, une petite concavité continue de pénétrer dans le substrat en aluminium et se développe en un canal de pores. Ces petits pores, **fig. I.7b.**, sont répartis de façon aléatoire ; ils n'ont aucune relation géométrique avec la tension d'anodisation. Cependant, ils ont souvent leur croissance

terminée juste au niveau de la surface de la couche d'oxyde. Pendant l'inflammation des pores, le transport des ions a lieu à travers le film d'alumine, en se concentrant principalement dans la région du fond des pores dans laquelle le champ électrique est suffisamment élevé pour faciliter la migration des ions.

- iii. A fur et à mesure de l'anodisation, **fig. I.7c.**, la plupart des bulles d'oxygène sont reliées aux électrolytes externes par le fond de la fosse de dissolution. Certains pores initiaux, qui ont des profondeurs plus importantes dans le substrat en aluminium, se développent plus rapidement (pore 3) que leurs pores voisins (pores 1 et 2). En même temps, ils se dilatent dans le sens horizontal et dans le plan. En conséquence, des canaux de pores en forme de goutte d'eau sont développés, qui ont des lèvres de pores plus petites et des fonds de pores plus grands, comme le montre le pore 4 (**Fig. I.7c.**). Dans cette étape, le développement de la structure poreuse est entraîné par le champ électrique, qui ajuste en continu l'épaisseur de la couche barrière afin d'atteindre une certaine distribution du champ électrique. Ce champ assure la migration ionique à travers les barrières potentielles, afin de réaliser la migration ionique au sein de l'oxyde et les réactions électrochimiques aux interfaces.
- iv. Finalement, des parois des pores allongés le long de la direction de croissance sont formées et celles-ci ont une intensité de champ électrique très réduite à l'intérieur en raison de leur longueur dans la direction de croissance. Ainsi, la croissance des pores est principalement concentrée au fond des pores vers le substrat, et en conséquence, la géométrie des pores est développée en forme de U. Ensuite, la géométrie du fond des pores a tendance de devenir stable, en conséquence le courant atteint une valeur maximale en régime permanent. L'auto-origine des pores a lieu en continu en termes de combinaison de pores, de division et de terminaison. Le processus d'auto-origine se produit d'abord au fond des pores et se manifeste ensuite par les canaux des pores de fuite.

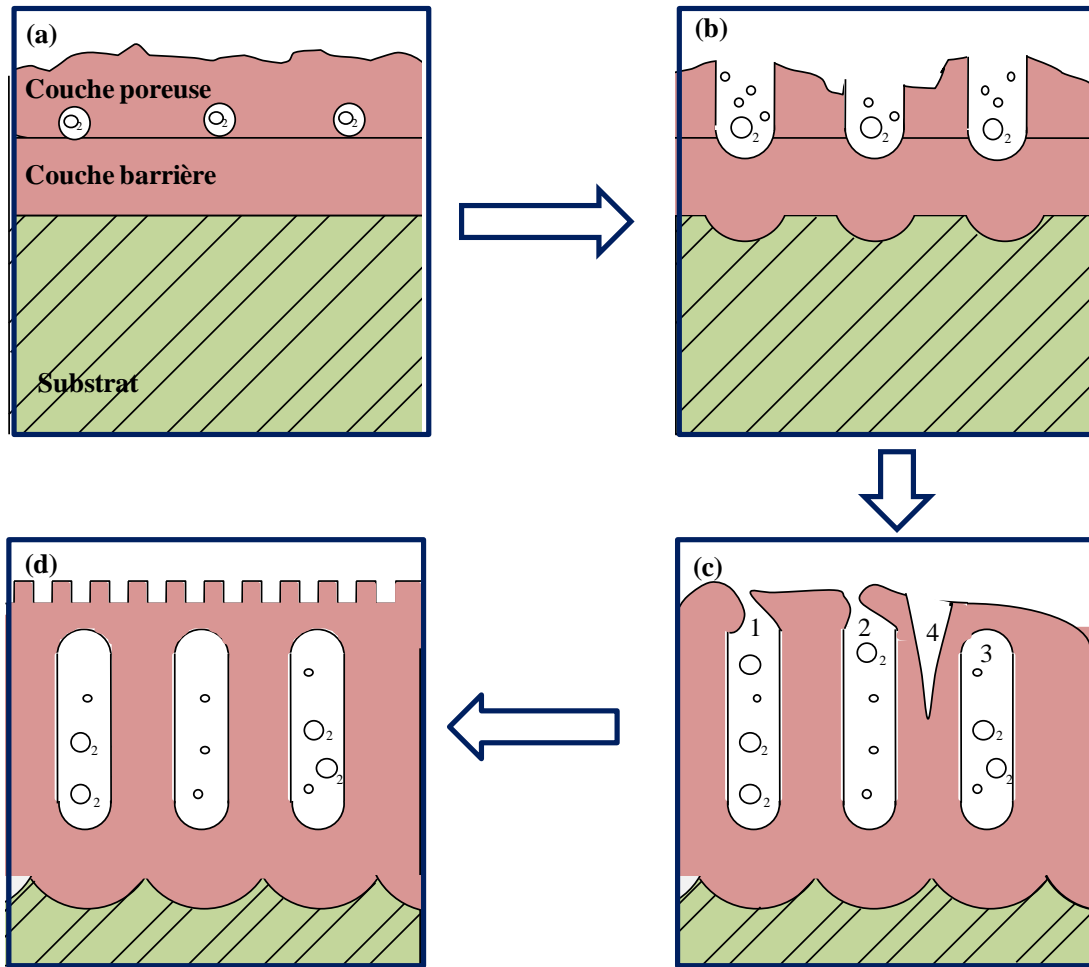


Fig. I.7. Représentation schématique des stades précoces de la formation des pores [26, 27]

3.3.2. Couche d'oxyde : effet des paramètres d'anodisation

La formation et la croissance de la couche d'oxyde sont influencées par plusieurs facteurs comme la tension d'anodisation, la température, la concentration et l'activité des acides. Ces principaux paramètres influent sur l'oxydation de l'aluminium conduisant à un changement du champ électrique, du nombre d'ions et de la conductivité électrique.

- Température de l'électrolyte

Pour l'anodisation dure, la température d'anodisation est généralement inférieure à 5°C ce qui favorise une dureté élevée de la couche d'oxyde. Une augmentation de la température peut mener à une attaque trop importante de la couche d'oxyde, ce qui amincit les parois de la cellule, la fragilise et réduit sa dureté [28]. En plus, Aerts et al. [29] ont étudié l'influence de la température sur la forme et la taille des pores dans la couche d'oxyde. La surface de l'oxyde

formé à basse température possède une structure dense avec de petits pores séparés par des parois de pores épaisses (**Fig. I.8a.**). Avec l'augmentation de la température de l'électrolyte, la structure devenait plus ouverte avec des diamètres de pores croissants et des épaisseurs de paroi décroissantes (**Fig. I.8b.**). D'après la **fig. I.8c.**, à une forte température, les parois d'oxyde entre les pores voisins sont complètement dissoutes à certains endroits, induisant une fusion des parois de nanopores. De ce fait, l'augmentation de température génère l'augmentation de la taille des nanopores et diminue l'épaisseur de leurs parois. La porosité de la couche d'oxyde augmente de 4% à 32% lorsque la température de l'électrolyte croît de 5 à 55°C. La température influe sur la croissance de la couche d'oxyde.

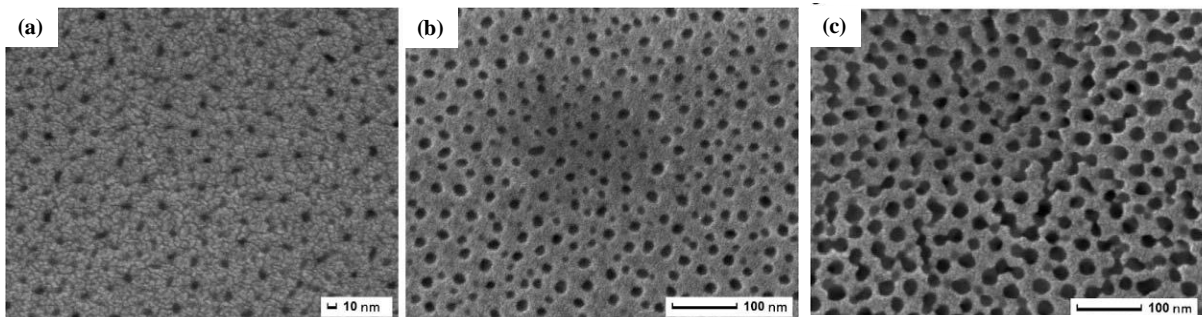


Fig. I.8. Observations MEB de la surface de films d'oxydes poreux formés à des températures d'électrolyte de (a) Basse température (5°C), (b) Température moyenne (35°C) et (c) Haute température (55°C) [29]

La **fig. I.9.** illustre l'évolution de la porosité avec la température de l'électrolyte durant l'anodisation. Les tensions générées et les épaisseurs de la couche d'oxyde, obtenues en appliquant un courant 25mA/cm² à l'échantillon plongé dans le bain d'acide sulfurique (1,5 M) pendant 57 min à diverses températures, sont présentées dans le **tableau I.4.**, d'après G. C. WOOD [30]. On y observe que l'épaisseur de la couche d'oxyde est de l'ordre de 50 µm pour une température d'électrolyte de 20°C. Clairement, l'augmentation de la température réduit l'épaisseur du film, ainsi que l'épaisseur de la couche barrière, en raison de la chute de tension de la cellule. En plus, cette augmentation entraîne l'augmentation du diamètre moyen des pores.

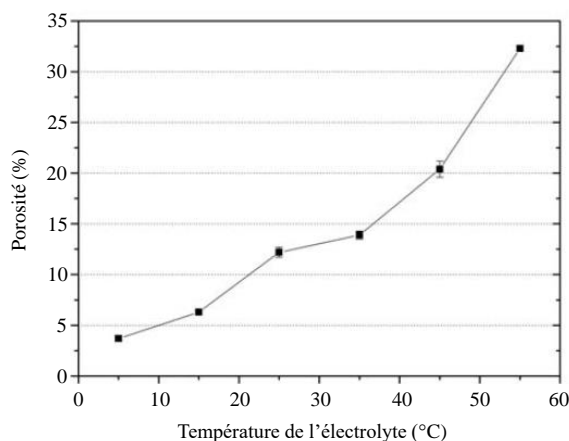


Fig. I.9. Evolution de la porosité, déterminée à la surface de l'oxyde, en fonction de la température de l'électrolyte [29]

Tableau I.4. Variation de la tension générée, l'épaisseur de film et diamètre de pore en fonction de la température.

Température (°C)	Tension (V)	Épaisseur du film (μm)	Diamètre du pore (\AA)
0	23	53.6	170
20	18	50.1	245
27	15	45.0	300
31	14	39.2	-
37	13	26.6	-

- Densité/ tension de formation

Selon l'étude de Sheasby [31], la densité de courant influe sur le taux de croissance de la couche d'oxyde. En effet, plus cette densité est élevée plus le taux de croissance de la couche d'oxyde augmente. Au cours de l'anodisation, l'augmentation de la tension est nécessaire afin de maintenir une densité de courant constante, voir référence [32]. Dans cette même référence, les auteurs ont étudié l'influence de la variation de tension d'anodisation sur la porosité. Cette influence est représentée sur la **Fig. I.10**. En effet, l'augmentation de la tension entraîne une augmentation de la température, ce qui permet d'améliorer la dureté de la couche d'oxyde. Cette augmentation est provoquée par la circulation de courant depuis le fond des pores qui crée un échauffement par effet de Joule entraînant une dissolution de l'oxyde. Pour diminuer cette température, l'agitation du bain d'anodisation est nécessaire pour assurer l'évacuation de chaleur de la surface anodisée.

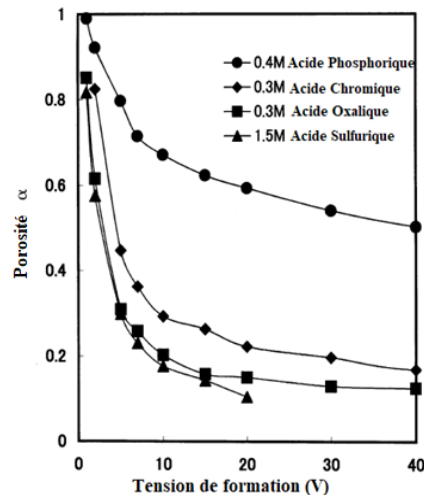


Fig. I.10. Influence de la tension d'anodisation sur le taux de porosité [32]

- *Tension/courant d'anodisation*

Au travers d'observations microscopiques, plusieurs travaux ont étudié l'effet de la tension d'anodisation. Choudhary R.K et al. [33] ont étudié l'influence de la tension d'anodisation sur la microstructure de la couche d'oxyde de l'aluminium pure. Les images microscopiques de l'aluminium anodisé sont présentées sur la **Fig. I.11**. Elles indiquent la formation d'une microstructure cellulaire. Il a été montré par ces auteurs [33] que l'augmentation de la tension d'anodisation permet la formation des pores de taille plus grande. Ainsi, la surface anodisée a des pores relativement plus petits (**Fig. I.11a.** et **11b.**) même si une microstructure relativement inégale avec des pores plus grands peut être observée avec une anodisation effectuée à une tension plus importante (**Fig. I.11c.**). Le potentiel d'anodisation élevé entraîne une dissolution plus rapide de l'aluminium anodisé conduisant à la formation d'une surface avec de grands pores, et donc la formation de revêtements d'oxyde d'aluminium d'oxyde poreux, rugueux et plus dur. La rugosité moyenne et la porosité ont un effet marquant sur l'adhérence du revêtement d'oxyde d'aluminium.

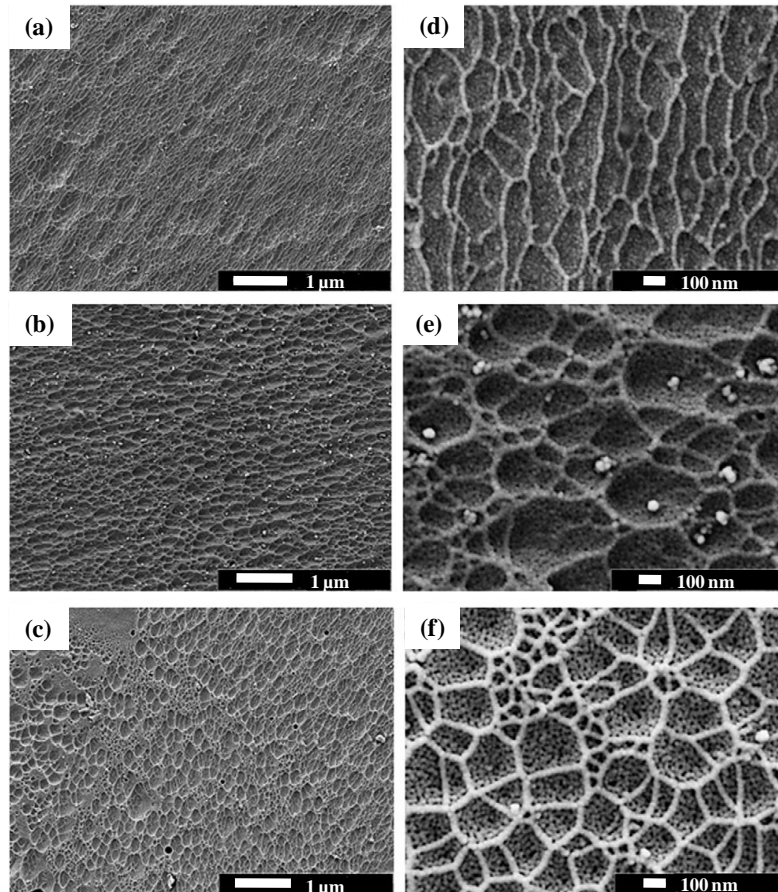


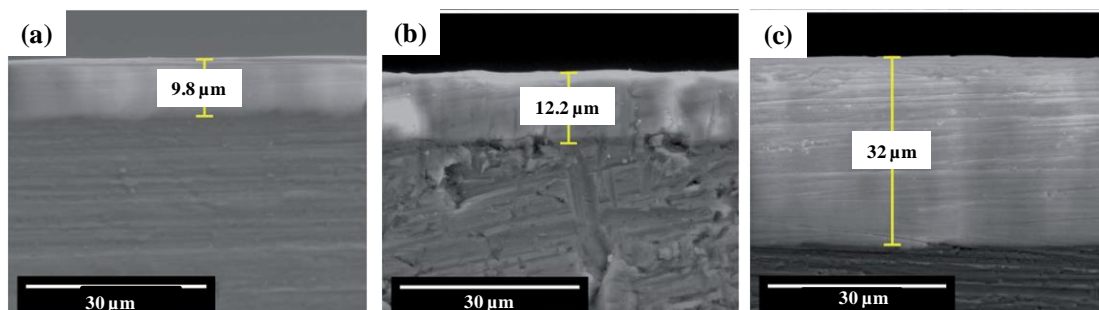
Fig. I.11. Observations MEB de la couche d'oxyde obtenue à : (a) 10 V, (b) 20 V et (c) 30 V. (d), (e) et (f) sont des images à plus fort grossissement de (a), (b) et (c) respectivement [33]

En outre, la variation de la tension d'anodisation affecte directement la microstructure de la couche d'oxyde, ce qui va par la suite affecter les propriétés mécaniques [34]. Le **tableau I.5.** présente la variation de l'épaisseur de la couche d'oxyde, la rugosité, la dureté et la résistance électrique par la variation du potentiel électrique [33]. De plus, d'après le **tableau I.5.**, il est clair qu'un potentiel d'anodisation plus élevé conduit à la formation d'un revêtement plus dur. Ce fait est bien soutenu par la taille réduite des diagonales des empreintes créées dans les échantillons, pendant la mesure de dureté. L'augmentation de la dureté de surface du revêtement d'oxyde d'aluminium, conséquence de l'augmentation du potentiel d'anodisation, est due à la diminution de la densité des pores et à l'augmentation du niveau de contraintes dans le revêtement. L'aluminium anodisé peut être considéré comme équivalent à un revêtement d'oxyde dur formé sur le substrat d'aluminium doux.

Tableau I.5. Influence de variation de la tension sur l'épaisseur, la rugosité, la dureté et la résistance électrique de la couche d'oxyde.

Tension (V)	Epaisseur moyenne (μm)	Rugosité (μm)	Résistance électrique ($\Omega\cdot\text{cm}$)	Dureté (HV)
10	2.7	0.231	-	-
15	6.2	0.291	-	-
20	12.9	0.349	$8.4 \times 10^6 \pm 10\%$	448
25	15.2	0.361	$9.5 \times 10^7 \pm 10\%$	519
30	19.7	0.593	$1.7 \times 10^9 \pm 10\%$	683

Chung et al. [35] ont étudié l'effet de la densité de courant sur la microstructure de la couche d'oxyde obtenue dans l'acide sulfurique de l'alliage Al 6061. Le courant d'anodisation appliqué variait de $0,3 \text{ A} / \text{dm}^2$ à $3 \text{ A} / \text{dm}^2$. Il a été constaté que le courant appliqué, pendant la réaction d'anodisation, a une influence directe sur l'épaisseur de la couche d'oxyde ; plus le courant est élevé, plus la couche d'oxyde est épaisse. Seung-Jun et al. [36] ont étudié l'effet du courant appliqué dans la réaction anodisée sur la morphologie de la couche d'oxyde. Ils ont constaté que l'augmentation de la densité de courant appliquée conduit à l'augmentation du diamètre des pores formés. Tzung-Ta et al. [37] ont étudié l'effet des paramètres d'anodisation sur la couche d'oxyde obtenue avec un bain d'anodisation mixte d'acide phosphorique et oxalique. Ils ont montré que l'augmentation du courant appliqué influe positivement sur l'épaisseur de la couche d'oxyde. La tension d'anodisation influe sur la microstructure des couches et particulièrement sur la taille des pores dans la cellule, le diamètre de la cellule et la porosité. Benea L. et al. [38] ont étudié l'effet de la tension d'anodisation sur l'épaisseur de la couche d'oxyde (**Fig. I.12.**). Ils ont trouvé que l'épaisseur augmente de $9,8 \mu\text{m}$ jusqu'à $32 \mu\text{m}$ avec l'augmentation de la tension d'anodisation de 15 à 21V.

**Fig. I.12.** Observations MEB en coupe de films d'oxyde d'aluminium nano-poreux obtenus par oxydation pendant 45 minutes : (a) 15 V, (b) 18 V et (c) 21 V [38]

Parmi les caractéristiques de la couche d'oxyde, le revêtement d'oxyde est électriquement isolant. D'après des études antérieures, les revêtements d'oxyde obtenus à des potentiels inférieurs à 20 V sont très fins en raison du courant de fuite plus élevé. La résistivité électrique augmente proportionnellement au potentiel d'anodisation. Ceci est dû à une porosité plus élevée des revêtements formés à des potentiels d'anodisation plus importants. Cependant, la résistivité de l'aluminium anodisé est significativement plus faible que celle de l'alumine pure. La raison de cette résistivité est attribuée à la présence d'impuretés dans l'aluminium comme les éléments Fe et Cu [33].

- Type d'électrolyte

L'utilisation de différents acides dans l'électrolyte a une influence sur le type de structure obtenue. Les différents acides possibles sont :

- Acide Sulfurique.
- Acide Phosphorique.
- Acide Oxalique.
- Acide Chromique.

La **Fig. I.13.** présente l'influence du type d'électrolyte sur les diamètres moyens des cellules et des pores, issue de la référence [32]. Les auteurs de cette référence ont constaté que l'influence de la tension de formation sur le diamètre moyen des pores (**Fig. I.13b.**) est plus importante dans le cas de l'acide phosphorique et est faible pour l'acide sulfurique. De plus, ils ont constaté que l'électrolyte a une faible influence sur la modification des diamètres des cellules (**Fig. I.13a.**).

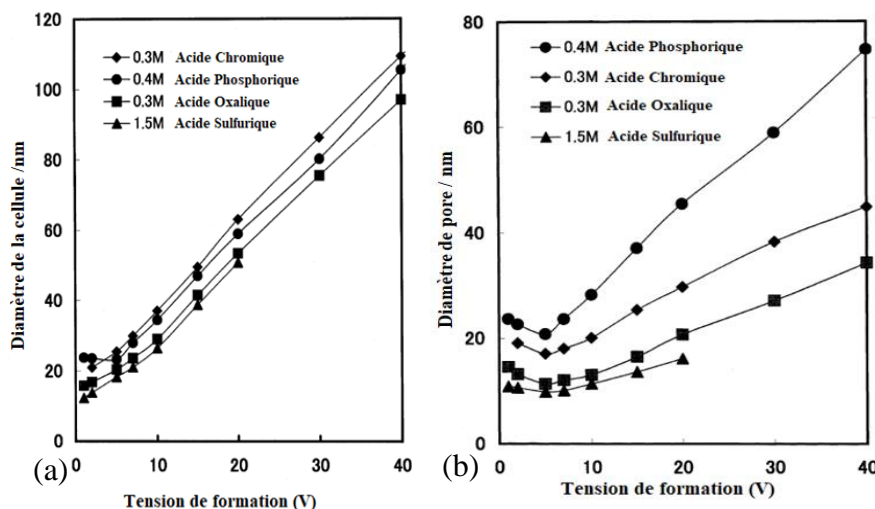


Fig. I.13. Influence du type d'électrolyte sur (a) le diamètre moyen des cellules et (b) le diamètre moyen des pores [32]

De plus, le type d'électrolyte influence les caractéristiques de la couche d'oxyde. J.S. Safrany [39] a constaté que la couche formée avec de l'acide sulfurique représente une résistance à l'abrasion plus importante par rapport à celle formée avec l'oxyde chromique.

- **Concentration d'électrolyte**

Pour assurer l'anodisation des alliages d'aluminium, l'acide assure la conductivité dans le bain. La concentration influe fortement sur les propriétés mécaniques de la couche d'oxyde. En effet, une concentration importante assure la dissolution de la couche par l'électrolyte. Cependant, la faible conductivité réduit l'efficacité de la réaction d'oxyde [28].

Tableau I.6. Variation de diamètre des pores et la tension formée en fonction de la concentration de l'électrolyte [30].

Concentration de l'électrolyte [M]	Solution (pH)	La tension formée (V)	Diamètre des pores (Å)
0.5	0.3	23.5	230
1.0	0.06	19.0	180
1.5	-0.15	14.3	145

Les résultats du **tableau I.6.** illustre l'influence de la concentration de l'électrolyte sur le diamètre des pores. La couche d'oxyde est obtenue après 45s à 10 mA/cm² dans de l'acide sulfurique de concentration variante de 0.5 à 1.5 M. Cependant, une augmentation de la concentration de l'acide réduit l'épaisseur de la couche barrière, en raison de la chute de la tension de formation. La taille des pores a également diminué. Par conséquent, le diamètre des pores est proportionnel à la tension de formation.

- **Durée d'anodisation**

SevgiAteşa et al. [40] ont étudié l'influence de la durée d'anodisation sur la couche d'alumine nano-poreuse formée par un processus d'anodisation en deux étapes utilisant de l'acide oxalique. Ils ont constaté que la variation du temps d'anodisation entraîne une variation linéaire positive de l'épaisseur de la couche d'oxyde et des diamètres de pores moyens. D'autres auteurs ont étudié l'influence du temps d'anodisation sur l'arrangement d'alumine nano-poreuse. Ils ont constaté que l'augmentation de la durée de réaction, par anodisation à l'acide oxalique, permet d'avoir une taille de pores homogène [41]. Dans une étude antérieure, Sepúlveda et al. [42] ont étudié l'influence de la durée d'anodisation sur la morphologie et la fabrication

d'alumine poreuse auto-ordonnée. Ils ont constaté que le temps d'anodisation a une forte influence sur la nanostructure de la couche d'oxyde.

- **Agitation de l'électrolyte dans la cellule**

Au cours de l'anodisation, l'électrolyte doit être instantanément agité pour diminuer la chaleur produite par le courant qui circule dans le bain et disperser les solutés dans l'électrolyte [31]. Le **tableau I.7.** présente l'influence de l'agitation sur la densité de courant et l'épaisseur de la couche d'oxyde. On y observe que l'augmentation de l'agitation permet d'augmenter l'épaisseur de la couche d'oxydation mais diminue la densité de courant.

Tableau I.7. Influence de l'agitation sur la densité de courant et l'épaisseur de la couche d'oxyde [43].

Agitation	Débit d'air ($m^3/min/l$)	Densité de courant (A/m^2)	Epaisseur du revêtement (μm)
Aucune	0	2.15	16.2
Faible	0.65	1.82	17.5
Modérée	1.30	1.30	18.2
Vigoureuse	1.78	1.30	-

3.4. Comportement tribologique : résistance, durabilité et mécanismes d'usure de l'aluminium anodisé

3.4.1. Tribologie à trois corps

La tribologie est la science qui étudie les phénomènes, tels que le frottement et l'usure, se produisant au contact entre deux solides ou plus, animés ou pas d'un mouvement relatif. Le degré de frottement est exprimé par un coefficient de frottement μ qui est donné par le rapport entre l'effort tangentiel F_t (la force qui s'oppose au mouvement de glissement) et l'effort normal F_n (la force appliquée), donné par la loi de Coulomb [44] :

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (\text{I. 1})$$

3.4.1.1. Triplet tribologique

Lors du frottement de deux corps, un troisième corps peut prendre naissance entre eux et génère un mécanisme (accommodation de la vitesse, glissement, roulement, ...) qui agit sur les

premiers corps [45, 46]. En effet, les premiers corps influent sur les mécanismes selon leurs propriétés mécaniques, thermiques, physicochimiques et leurs géométries. Le troisième corps est l'endroit qui sépare les deux premiers et possède des propriétés différentes de ces derniers. Il est obtenu dans le contact soit [45, 46] :

- Artificiellement : par entraînement cinématique (lubrifiants solides ou liquides),
- Naturellement : par formation in situ, issu de l'un ou des deux 1^{ers} corps par détachement des particules d'usure.

3.4.1.2. Mécanismes d'usure

L'usure est obtenue par plusieurs mécanismes chimiques et mécaniques. Lors de l'essai de caractérisation tribologique, on peut distinguer différents mécanismes d'usure aux échelles nanométrique et micrométrique qui dépendent des propriétés de la surface. Les mécanismes d'usure peuvent être classés en deux catégories : l'usure mécanique telles que l'usure abrasive, adhésive et par fatigue et l'usure chimique telle que l'usure corrosive. La **Fig. I.14.** présente les différents modes d'usure possibles.

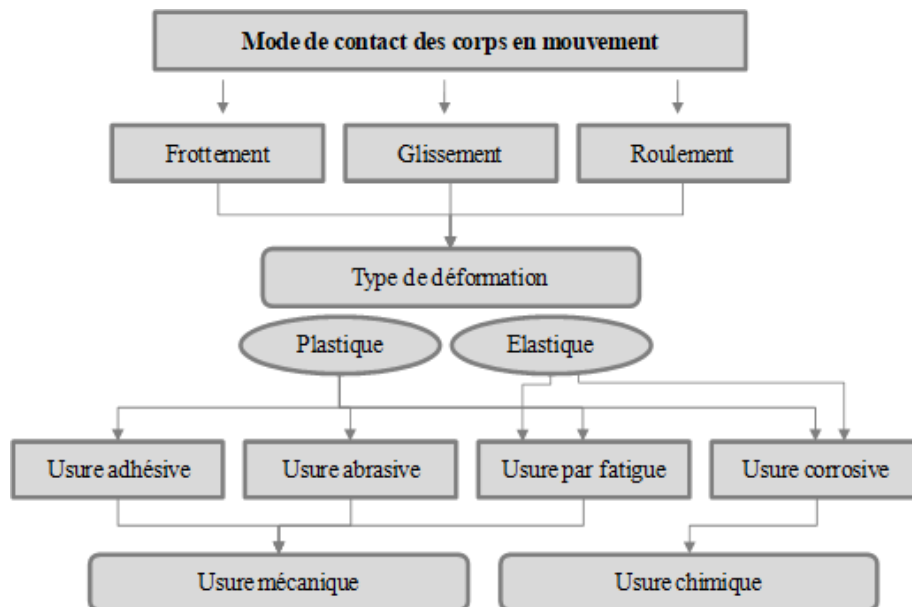


Fig. I.14. Les différents modes d'usure [44]

G.S. Lee et al. [47] ont étudié l'effet des différentes tailles de nanopores sur les propriétés mécaniques et les caractéristiques tribologiques. Les observations microscopiques ont montré l'usure mécanique de la couche d'oxyde lors du test de frottement. En effet, la couche d'oxyde formée recouvre les pores. Après 600 s, la propagation des fissures, la rupture et la ré-adhésion de la couche d'oxyde se répètent (**Fig. I.15.**) étant donné que la couche d'oxyde

est fragile. La différence est causée par la différence de taille des pores, de la distance entre les pores. Les caractéristiques de l'usure mécanique peuvent être clairement observées dans la **Fig. I.15b**. En effet, la formation d'une couche d'oxyde couvrant les pores est nettement identifiée. Un phénomène d'écaillage de la couche formée est également observé.

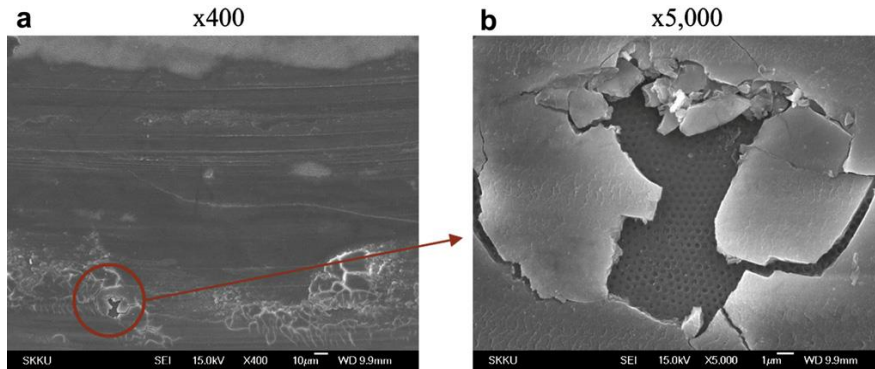


Fig. I.15. Observations MEB de la surface d'usure sur l'aluminium anodisé [47]

- a) **Usure abrasive** : Le glissement d'un corps avec une surface rugueuse et plus dure sur une surface plus souple entraîne la formation de rayures avec une déformation plastique (**Fig. I.16a.**).

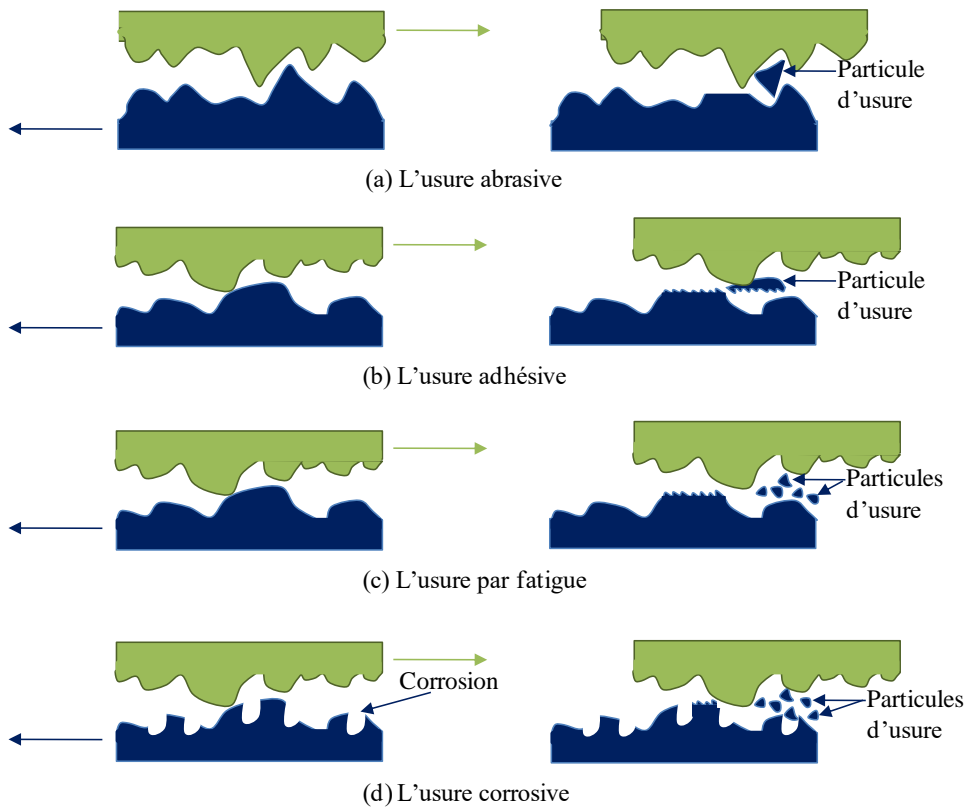


Fig. I.16. Les mécanismes d'usure microscopique

Les mécanismes de l'usure abrasive microscopique ont été classés en trois modes (**Fig. I.17.**) : le labourage, la formation des bourrelets et la coupe. Lors du labourage, il y a écoulement de la matière latéralement au bord du sillon avec formation des bourrelets latéraux sans enlèvement de matière. Pour la coupe, un enlèvement de matière sous forme de copeaux est enregistré. L'action du grain abrasif est similaire à celle d'un outil de coupe. La formation des arrêtes (bourrelets) est associée à la transition entre le labourage et la coupe.

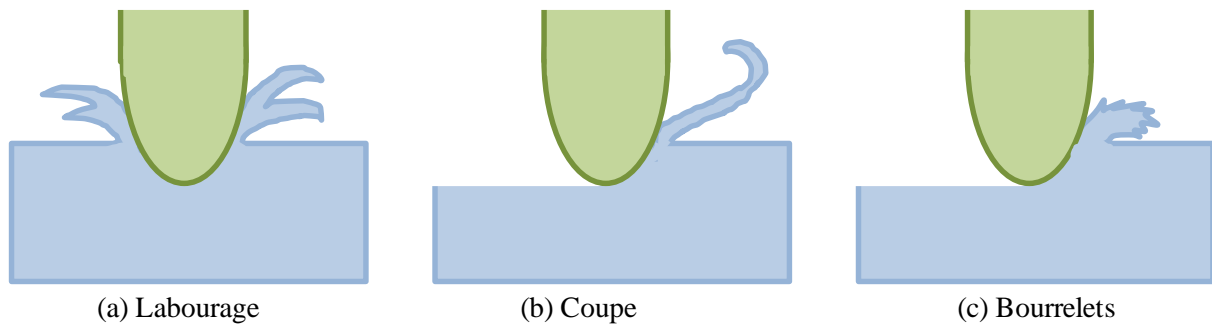


Fig. I.17. Les différents mécanismes de l'usure abrasive microscopique [44]

Pour mieux comprendre l'effet du traitement d'anodisation sulfurique, S. Mezlini et al. [48] ont analysé les mécanismes d'usure par le test de rayure de l'aluminium anodisé et le substrat. La **Fig. I.18.** présente des observations au MEB des mécanismes d'usure avant et après le traitement. Avant l'anodisation, les principaux mécanismes d'usure sont le labourage, apparaissant comme des cales sur le côté et l'avant de l'éraflure. Cependant, après le traitement sulfurique, une transition des mécanismes d'usure a été observée. Une formation de particules d'usure après fracture a également été observées. Ainsi, le traitement par anodisation sulfurique induit la transition du mécanisme d'usure d'un endommagement ductile à une rupture fragile et diminue donc la résistance à l'abrasion.

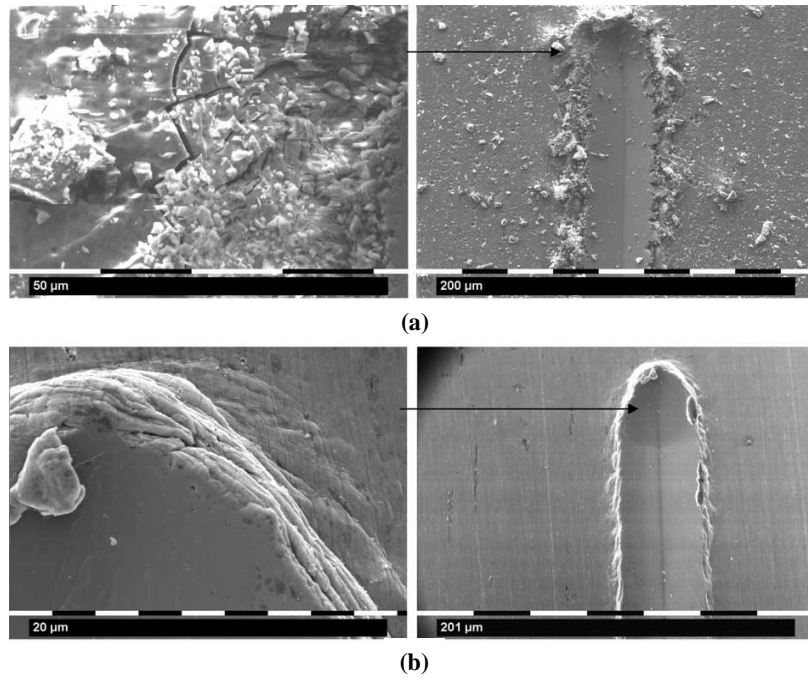


Fig. I.18. Observations MEB des rayures de l'alliage d'aluminium : (a) anodisé, (b) non anodisé [48]

- b) **Usure adhésive** : une déformation plastique, entre deux corps en contact adhésif, est introduite dans la région de contact qui est sollicitée en compression et en cisaillement (**Fig. I. 16b**).
- c) **Usure par fatigue** : Ce processus d'usure est dominé par le frottement de roulement avec ou sans glissement sous fortes charges répétées (obtention lente). Il se produit suite à un chargement cyclique et se termine par un arrachement de matière (**Fig. I.16c**).
- d) **Usure corrosive** : Cette usure est générée par une réaction chimique ou électrochimique et non par frottement (**Fig. I.16d**).

3.4.2. Tests de caractérisation tribologique

Pour étudier la résistance de la couche d'oxyde aux rayures et aux frottements, il existe plusieurs tests de caractérisation tribologique à savoir le test de rayure et les essais de frottement cyclique.

3.4.2.1. Résistance aux rayures de la couche d'oxyde

Le test de rayure est utilisé ici pour étudier l'adhérence de la couche d'oxyde obtenue avec différents paramètres d'anodisation (durée d'anodisation, courant appliquée, concentration, type d'électrolyte...). Le principe de ce test consiste à appliquer un déplacement

d'un pénétrateur, de forme spécifique et de matériau dur, avec une vitesse constante sur la surface de l'échantillon en appliquant une force normale constante durant l'essai. La **fig. I.19.** présente le principe du test de rayure. Le dispositif de test de rayure assure le rayage des surfaces planes ou quasi-planes tout en permettant d'avoir une gamme de sollicitations variées. La variation des paramètres tribologiques tels que la géométrie du pénétrateur, la vitesse de glissement, la charge appliquée et la distance de glissement a une influence sur les mécanismes d'usure obtenus.

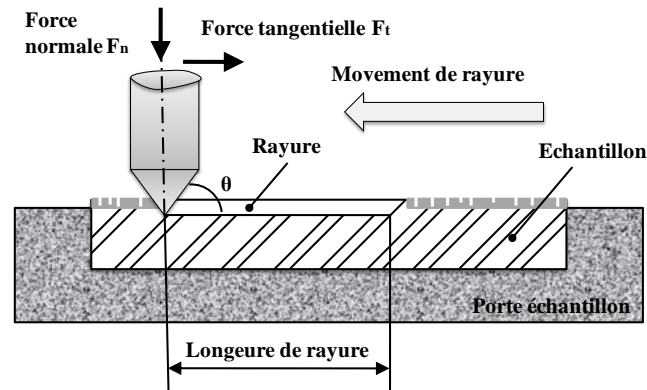


Fig. I.19. Principe du test de rayure

Certains auteurs [48] ont étudié l'effet de l'angle d'attaque sur les mécanismes d'usure avec un essai de rayage sur l'alliage d'aluminium anodisé et des pénétrateurs coniques rigides. Les résultats de l'étude prouvent que l'augmentation de l'angle d'attaque de 30° jusqu'à 60° entraîne une transition des mécanismes d'usure du labourage à la coupe. Ce phénomène est accompagné par la formation de copeau devant le pénétrateur [48]. La **Fig. I.20.** montre la forme et l'angle d'inclinaison du pénétrateur. Le **tableau I.8.** présente des paramètres types du test de rayure.

Tableau I.8. Spécifications du dispositif de rayage [47].

Paramètres	Gamme d'utilisation	Ordre de précision
Effort de rayage	1 – 50 N	0.001N
Vitesse de rayage	0 – 210 mm/min	
Dimensions des échantillons	50 mm x 50 mm	

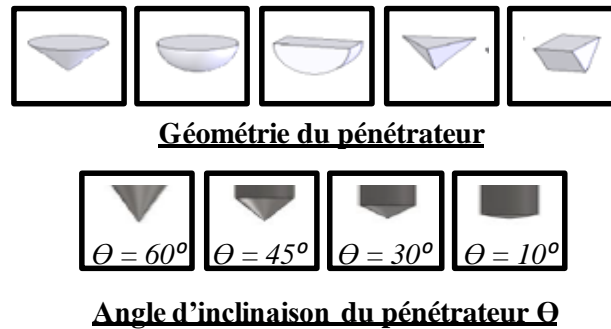


Fig. I.20. Géométrie et angle des pénétrateurs de test de rayure

M. Guezmil et al. [49] ont étudié l'effet des paramètres d'anodisation sur le coefficient de frottement. Ils ont montré que celui-ci augmente avec l'augmentation de la température et diminue avec l'augmentation de la densité de courant. Les coefficients de frottement mesurés sur les couches d'oxyde formées sur l'aluminium pur sont plus élevés que ceux obtenus avec les couches d'oxydes formées sur l'alliage d'aluminium. Les éléments d'alliage semblent agir négativement sur la performance de la couche. Les couches d'oxydes formées dans un bain d'acide sulfurique-oxalique présentent le meilleur coefficient de frottement. Selon plusieurs chercheurs [52], le coefficient de frottement augmente avec la charge et la vitesse de glissement [52]. L'augmentation de ces deux paramètres favorise le phénomène d'échauffement entraînant une augmentation de la température dans la zone de contact. La chaleur générée accélère les phénomènes d'oxydation. L'écaillage assisté par microfissuration est le principal mécanisme d'usure de la couche d'oxyde dans ce cas [50]. S. Mezlini et al. [48] ont comparé le coefficient de frottement de l'aluminium anodisé avec celui du substrat. Ils ont montré que, pour le traitement sulfurique, le coefficient de frottement présente une certaine fluctuation. La **Fig. I.21.** présente la variation du coefficient de frottement en fonction de la longueur de rayure.

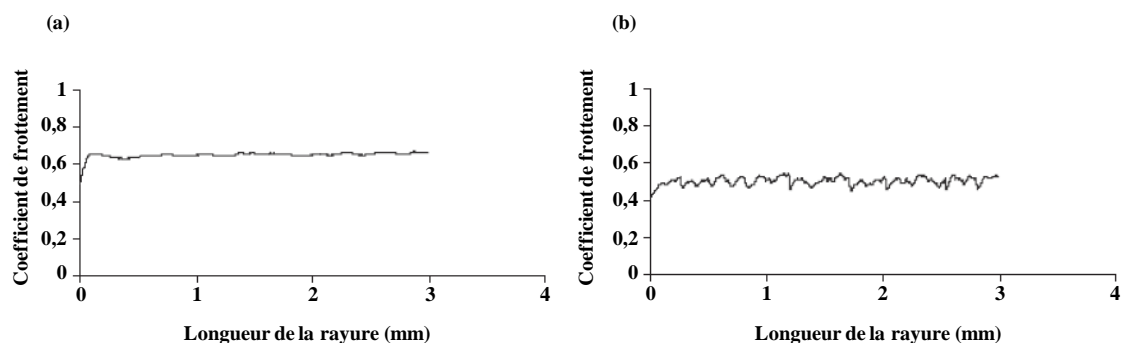


Fig. I.21. Variation du coefficient de frottement en fonction de la longueur de la rayure de (a) l'aluminium non anodisé et (b) l'aluminium anodisé [48]

3.4.2.2. *Durabilité de la couche d'oxyde*

Le test de frottement cyclique est employé ici pour étudier la durabilité de la couche d'oxyde obtenue avec différents paramètres d'anodisation (durée d'anodisation, courant appliqué, concentration, type d'électrolyte...), le coefficient de frottement apparent et les mécanismes d'usure. Le test de frottement cyclique peut être mené en variant plusieurs paramètres d'essai en particulier le matériau testé (les surfaces en contact : la bille et l'échantillon), l'effort normal, la vitesse de frottement cyclique, le nombre de cycles et l'environnement de test de caractérisation. Le principe de ce test de caractérisation consiste à mettre en contact, sous une force normale, une bille en acier avec la surface de l'échantillon anodisé animé d'un mouvement cyclique répété grâce à un moteur (**Fig. I.22.**). A la fin de l'essai, une courbe de frottement est obtenue en fonction du nombre de cycles. L'évaluation de l'usure est effectuée par un profilomètre mécanique et/ou sous microscope électronique à balayage.

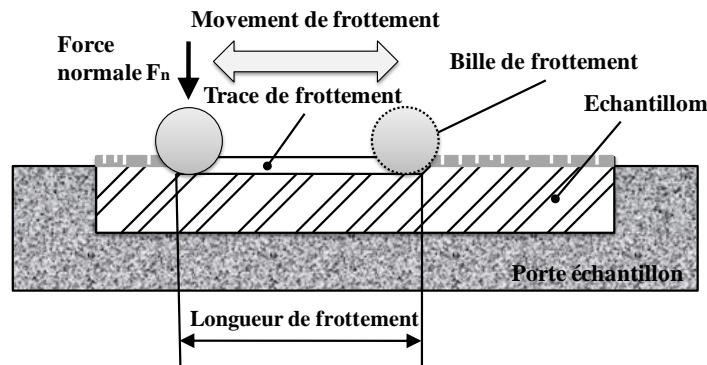


Fig. I.22. Principe de test de frottement cyclique

Quelques travaux de la littérature cités ici ont étudié la durabilité et les mécanismes d'usure de la couche d'oxyde obtenue dans différents environnements. Aerts et al. [29] ont étudié la résistance à l'usure des films d'oxyde avec la variation de la température d'anodisation. Ils ont observé que la couche d'oxyde s'est dégradée avec l'augmentation de la température de l'électrolyte. Par conséquent, la variation observée de la résistance à l'usure avec la température de l'électrolyte a été liée à la porosité (taille et distribution) de l'oxyde. D'autres auteurs [51] ont trouvé que l'oxyde d'aluminium présente un coefficient de frottement très élevé lors du glissement alternatif contre une bille. Le test de caractérisation provoque la formation d'une couche de débris épaisse, compacte et peu répartie. Cette couche supérieure s'étale sur la piste d'usure et induit une forte adhérence entre l'oxyde d'aluminium et la bille. Les pores sont partiellement remplis de débris au début des essais de glissement. De plus, l'augmentation de la taille des pores favorise le piégeage des débris fins. Après le test, la structure poreuse est

conservée sur tous les échantillons sous la couche de débris compactés. Yerokhin et al. [52] ont étudié l'effet de l'épaisseur de la couche d'oxyde sur la réponse au frottement. Les recherches récentes [50] ont porté sur l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps par un test de frottement bille sur disque pour deux couches d'oxyde de différentes épaisseurs (**Fig. I.23a.**). Pendant les 10 premières minutes de l'essai, le coefficient de frottement montre une augmentation pour l'épaisseur de 60 μm . Puis, les deux couches atteignent une valeur similaire. En effet, les revêtements épais induisent des pores longs et profonds avec des structures plus ouvertes en raison de la longue durée d'anodisation. Ces revêtements sont plus soumis à un effondrement majeur sous la pression de contact. Aussi, l'influence de la charge normale sur le coefficient de frottement a été étudié (**Fig. I.23b.**). Le coefficient de frottement augmente avec la charge. L'augmentation de ce paramètre permet l'établissement rapide de phénomènes de transfert par augmentation de la température au contact avec frottement. La chaleur générée accélère les phénomènes d'oxydation. La vitesse de glissement a aussi une influence sur coefficient de frottement de la couche d'oxyde (**Fig. I.23c.**). En effet, le coefficient de frottement semble augmenter avec la vitesse de glissement : une vitesse élevée génère plus de chaleur au contact, facilitant ainsi les phénomènes d'oxydation.

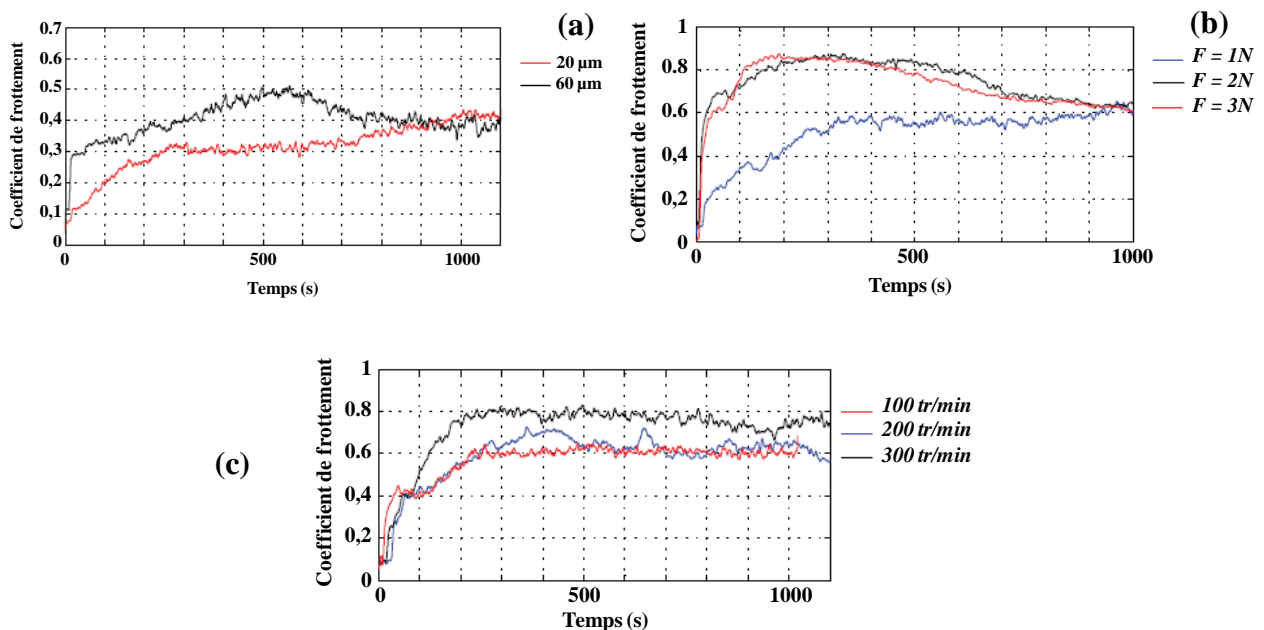


Fig. I.23. a) Effet de l'épaisseur de la couche d'oxyde, b) Effet de la charge normale, c) Effet de la vitesse de glissement sur la réponse du coefficient de frottement [50]

4. Conclusion

Ce premier chapitre donne une revue de la littérature sur l'anodisation de l'aluminium et l'influence des paramètres d'anodisation sur le comportement tribologique de la couche. À travers cette étude bibliographique, l'interaction paramètres-morphologie-tribologie a été montrée. Alors que le procédé d'oxydation reste encore un vaste domaine d'investigation, de nombreuses études ont été menées pour mieux comprendre et cerner l'influence des paramètres d'anodisation sur les caractéristiques de la couche d'oxyde. En effet, les paramètres d'anodisation conduisant à la formation de différentes morphologies de la couche d'oxyde sont encore mal compris et de nombreux points, concernant notamment leur influence aux échelles réduites, restent à éclaircir. Au regard de la complexité de la morphologie de la couche et le savoir limité sur son évolution microstructurale, la caractérisation multi échelle de la couche d'oxyde couplée avec la modification des paramètres d'anodisation constitue une voie d'investigation pertinente. Dans le chapitre suivant, les matériaux d'études et la méthodologie expérimentale sont présentés.

Références

- [1] Sloan J. *'Integrated, optimized aircraft door'*, Composites World, (2012) <http://www.compositesworld.com/articles/integrated-optimized-aircraft-door>.
- [2] Zhiyuan L. and Yi L., *'Mechanisms of Nanoporous Alumina Formation and Self-organized Growth'*, Nanoporous Alumina Fabrication, Structure, Properties Applications, 219, (2015).
- [3] Swarnava G. Kaushik B., *'Influence of thermomechanical loads on the energetics of precipitation in magnesium aluminum alloys'*, Acta-Materialia, 193, (2020), 28-39.
- [4] Chunliang Y., Chuansong W., Lei S., *'Modeling the dissimilar material flow and mixing in friction stir welding of aluminum to magnesium alloys'*, Journal of Alloys and Compounds, 843, (2020), 156021.
- [5] Wanwu D., Xiaoyan Z., Taili C., Haixia Z., Xiaoxiong L., Yan C., DongKai L., *'Effect of rare earth Y and AlTiB master alloy on the microstructure and mechanical properties of 6063 aluminum alloy'*, Journal of alloys and Compounds, 830, (2020), 154685.
- [6] Kai Z., Sirong Y., *'Preparation of wear and corrosion resistant micro-arc oxidation coating on 7N01 aluminum alloy'*, Surface and coatings technology, 388, (2020), 125453.

- [7] Cornette P., Zanna S., Seyeux A., Costa D., Marcus P., *'The native oxide film on a model aluminum-copper alloy studied by XPS and ToF-SIMS'*, Corrosion Science, 174, (2020), 108837.
- [8] Aditya K. P., Aditya P. Y., Praveen K., Narendra K., *'Effect of aging heat treatment and uniaxial compression on thermal behavior of 7075 aluminum alloy'*, Materials Today: Proceedings, (2020), 2214-7853.
- [9] Fouad G., *'Science des matériaux de construction'*, Université Aboubaker Belkaid, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Département de Génie Civil, (2007).
- [10] Graziela D. S. S., Maria G. G. C., Leticia O. R., Miguel J. R. B., Gislene V. M., Danieli A. P. R., *'Study of the influence of the RRA thermal treatment and plasma nitriding on corrosion behavior of 7075-T6 aluminum alloy'*, Surface and coatings technology, 374, (2019), 736-744.
- [11] Yu L., Le M., Shu-yong L., Wei Z., Zhi-qiang J., Min D., *'Effect of Cu element addition on the interfacial behavior and mechanical properties of Sn₉Zn-1Al₂O₃ soldering 6061 aluminum alloys: First-principle calculations and experimental research'*, Journal of alloys and compounds, 765, (2018), 128-139.
- [12] Tillous K. E., *'Contribution à l'étude de l'aluminium et ses alliages 2214-T6 et 7075-T74 transformés par oxydation micro-arcs (OMA)'*, Université Aix-Marseille, Vandœuvre-lès-Nancy, INPL, Thèse de doctorat, (2006).
- [13] Bellon N., *'Effets d'un vieillissement longue durée sur deux alliages d'aluminium de la série 2000'*, Université de Toulouse 3 Paul Sabatier, Thèse de doctorat, (2018).
- [14] Maisonnette D., *'Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6'*, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon – Université de Lyon, Thèse de doctorat, (2010).
- [15] Jemal N., *'Contribution à la caractérisation thermique et mécanique de la zone soudée en FSW'*, Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux, Thèse de doctorat, (2011).
- [16] Bardel D., *'Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique'*, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon – Université de Lyon, Thèse de doctorat, (2014).

- [17] Thibault S., *'Modifications des propriétés physico-chimiques et de la microstructure de l'aluminium après nitruration par implantation d'ions multichargés'*, Université de CAEN, Thèse de doctorat, (2006).
- [18] Maryam M., Mansour S., Ali R. E., *'Investigation of anodizing time and pulse voltage modes on the corrosion behavior of nanostructured anodic layer in commercial pure aluminum'*, Surface and Coating Technology, 358, (2019) 741-752.
- [19] Chung C. K., Zhou R. X., Liu T. Y., Chang W. T., *'Hybrid pulse anodization for the fabrication of porous anodic alumina films from commercial purity (99%) aluminum at room temperature'*, Nano-technology, 20, (2009), 4 - 20.
- [20] Kim S. J., Okido M., *'The electrochemical properties and mechanism of formation of anodic oxide films on Mg-Al alloys'*, Bull. Koran. Chem. Soc., 24 (8), (2003), 975 – 980.
- [21] Tatsuya K., Kaito K., Hiroki I., Daiki N., Ryosuke O. S., Shungo N., *'Fabrication of anodic porous alumina via galvanostatic anodizing in alkaline sodium tetraborate solution and their morphology'*, Journal of Electro-analytical Chemistry, 846, (2019), 113 – 152.
- [22] Bouchama L., Azzouz N., Boukmouche N., Chopart J. P., Daltin A. L., Bouznit Y., *'Enhancing aluminum corrosion resistance by two-step anodizing process'*, Surface and Coating Technology, 235, (2013), 676 – 684.
- [23] Nazari A., Saedodin S., *'Porous anodic alumina coating for optimization of pool-boiling performance'*, Surface Engineering, (2016), 1743 – 2944.
- [24] Theohari S., Kontogeorgou C., *'Effect of temperature on the anodizing process of aluminum alloy AA 5052'*, Appl. Surf. Science, 284, (2013), 611 – 618.
- [25] Wei X. W., Chen C. Y., *'Influence of oxidation heat on hard anodic film of aluminum alloy'*, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 22, (2012), 2707 – 2712.
- [26] Zhu X., *'Oxygen Bubble Mold Effect: Serrated Nanopore Formation and Porous Alumina Growth'*, Mona Shefte fur Chemie, 139, (2008), 999 – 1003.
- [27] Chuan C., Ngan A. H. W., *'Theoretical Pore Growth Models for Nanoporous Alumina'*, Nanoporous Alumina Fabrication, Structure, Properties and Applications, 219, (2019), 31 – 60.

- [28] Gilbert F., *'Influence des conditions d'anodisation dure de l'aluminium (AA6061-T6) sur la couche d'oxyde formée'*, Université Laval, Mastère de recherche, (2011).
- [29] Aerts T., *'Influence of the Anodizing Temperature on the Porosity and the Mechanical Properties of the Porous Anodic Oxide Film'*, Surface and Coating Technology, 201, (2007) 7310 – 7317.
- [30] Wood G. C., O'Sullivan J. P., *'The anodizing of aluminum in sulphate solutions'*, Electrcabi-Acta., 15, (1970), 1865 – 1876.
- [31] Sheasby P. G., Pinner R., *'The Surface Treatment and Finishing of Aluminum and its Alloys'*, ASM International, 985, (2001), 327 – 400, 405 – 410, 744 – 818.
- [32] Ono S., Masuko N., *'Evaluation of pore diameter of anodic porous films formed on aluminum'*, Surface and Coating Technology, 170, (2003), 139 – 142.
- [33] Choudhary R. K., Mishra P., Kain V., Singh K., Kumar S., Chakravartty J. K., *'Scratch behavior of aluminum anodized in oxalic acid: Effect of anodizing potential'*, Surface and Coating Technology, 283, (2015), 135 – 147.
- [34] Michaela R., Serhii T., Daniel K., Ivana R., Bernhard G., Melita M., Ladislav C., Jozef K., *'Effect of anodizing conditions and the addition of Al₂O₃/PTFE particles on the microstructure and the mechanical properties of porous anodic coating on the AA1050 aluminum alloy'*, Applied Surface Science, 513, (2020), 145780.
- [35] Chung I. C., Chung C. K., Su Y. K., *'Effect of current density and concentration on microstructure and corrosion behavior of 6061 Al alloy in sulfuric acid'*, Surface and Coatings Technology, 313, (2017) 299 – 306.
- [36] Seung-Jun L., Seong-Jong K., *'Essential anti-corrosive behavior of anodized Al alloy by applied current density'*, Applied Surface Science, 481, (2019), 637 – 641.
- [37] Tzung-Ta K., Yao-Chung C., *'Influence of anodization parameters on the volume expansion of anodic aluminum oxide formed in mixed solution of phosphoric and oxalic acids'*, Applied Surface Science, 288, (2014), 654 – 659.
- [38] Benea L., Dumitrascu V., *'Enhancement in sustained friction and wear resistance of nanoporous aluminum oxide films obtained by controlled electrochemical oxidation process'*, The Royal Society of Chemistry, 9, (2019), 25056 – 25063.

- [39] Safrany J. S., *'Anodisation de l'aluminium et de ses alliages'*, Techniques de l'ingénieur, L'expertise technique et scientifique de référence, M1630, (2001).
- [40] Sevgi A., Evrim B., Birgül Y., *'The nanoporous anodic alumina oxide formed by two-step anodization'*, Thin Solid Films, 648, (2018), 94 – 102.
- [41] Wojciech J. S., Agata N. S., Adam P., Tomasz C., Robert A. V., *'The effects of time and temperature on the arrangement of anodic aluminum oxide nanopores'*, Materials characterization, 91, (2014), 1 – 9.
- [42] Sepulveda M., Castano J. G., Echeverria F., *'Influence of temperature and time on the fabrication of self-ordering porous alumina by anodizing in ecteronic acid'*, Applied Surface Science, 454, (2018), 210 – 217.
- [43] Spooner R. C., *'Metal Industries'*, 81 (13), (1950), 284 - 500.
- [44] Mzali S., *'Etude du comportement à l'abrasion du matériau composite unidirectionnel fibre de verre E/polyester'*, Université de Monastir, Thèse de doctorat, (2005).
- [45] Berthier Y., *'Mécanismes et tribologie'*, INSA de Lyon, Thèse de doctorat, (1988).
- [46] Berthier Y., *'Experimental evidence for friction and wear modelling'*, 139, (1990), 77 - 92
- [47] Lee G. S., Choi J. H., Choi Y. C., Bu S. D., Lee Y. Z., *'Tribological effects of pores on an anodized Al alloy Surface as lubricant reservoir'*, Current Applied Physics, 11, (2011), 182 – 186.
- [48] Mezlini S., Elleuch K., *'Effect of sulfuric anodization of aluminum alloys on contact problems'*, Surface and Coating Technology, 200, (2006), 2852 – 2856.
- [49] Guezmil M., Ben Salah W., Khalladi A., Elleuch K., Depetris W. M., Ayedi H. F., *'Friction coefficient and microhardness of anodized aluminum alloys under different elaboration conditions'*, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 25, (2015), 1950 – 1960.
- [50] Guezmil M., Ben Salah W., *'Effect of Test Parameters on the Friction Behavior of Anodized Aluminum Alloy'*, Hindawi Publishing Corporation International Scholarly Research Notices, 9, (2014), 795745.
- [51] Tsyntsaru N., Kavas B., Sort J., Urgan M., Celis J.-P., *'Mechanical and frictional behavior of nano-porous anodized aluminum'*, Materials Chemistry and Physics, 148, (2014), 887 – 895.

[52] Yerokhin A. L., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dowey S. J., '*Plasma electrolysis for surface engineering*', *Surface and Coating Technology*, 122 (2-3), (1999), 73 – 93.

CHAPITRE II :
MATÉRIAUX ET MÉTHODOLOGIE
EXPÉRIMENTALE

SOMMAIRE

1. Introduction.....	47
2. Matériaux d'étude.....	47
2.1. Alliage d'aluminium 2017A.....	47
2.2. Alliage d'aluminium 5083.....	48
3. Elaboration du film anodique.....	49
3.1. Préparation de la surface de l'alliage d'aluminium à anodiser.....	49
3.2. Etapes, équipement et choix des paramètres d'élaboration.....	51
4. Caractérisation microscopique de la surface anodisée.....	53
4.1. Analyse de l'épaisseur de la couche d'oxyde.....	53
4.2. Analyse de porosité avec le logiciel ImageJ.....	55
4.3. Analyse de la morphologie de la couche d'oxyde, de la composition chimique et des mécanismes d'usure.....	56
4.4. Analyse profilométrique des pistes de frottement.....	57
5. Caractérisation tribologique.....	57
5.1. Essai de macro-rayure à charge fixe.....	57
5.2. Essai de micro-rayure à charge progressive.....	58
5.3. Test de frottement cyclique.....	59
6. Conclusion.....	60
Références.....	61

LISTE DES FIGURES

Fig. II.1. Schéma illustratif de l'évolution de la couche d'oxyde en présence d'une seconde phase lors de l'anodisation des alliages de la série 5000 [3].....	48
Fig. II.2. Les étapes de prétraitement des échantillons	51
Fig. II.3. Montage du porte échantillon et bain d'anodisation	52
Fig. II.4. Dispositif d'anodisation	52
Fig. II.5. Schéma de préparation des échantillons pour la mesure d'épaisseur de la couche d'oxyde.....	55
Fig. II.6. Schéma expliquant les étapes d'analyse avec le logiciel ImageJ	56
Fig. II.7. Schéma du profilomètre à contact	57
Fig. II.8. Trace du pénétrateur (test de rayure sous l'effet d'une charge fixe).....	58
Fig. II.9. Trace du pénétrateur (test de rayure sous l'effet d'une charge progressive).....	59
Fig. II.10. Schéma du tribomètre (frottement cyclique).....	60

LISTE DES TABLEAUX

Tableau II.1. Désignation de l'alliage d'aluminium 2017A selon les normes européennes. ...	47
Tableau II.2. Composition chimique de l'alliage d'aluminium 2017A.	47
Tableau II.3. Les propriétés mécaniques, chimiques, thermiques et diélectriques de l'alliage 2017A	48
Tableau II.4. Désignation de l'alliage d'aluminium 5083 selon les normes européennes.....	49
Tableau II.5. Composition chimique de l'alliage d'aluminium 5083	49
Tableau II.6. Les propriétés mécaniques, chimiques, thermiques et diélectriques de l'alliage 5083	49
Tableau II.7. Paramètres des expériences d'anodisation.....	53

1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériaux d'étude, leurs caractéristiques, la méthodologie de travail ainsi que les outils d'analyse multi-échelle de surface et les techniques et moyens de caractérisation tribologique.

2. Matériaux d'étude

Nous nous intéressons à l'étude de deux alliages d'aluminium, le 2017A et le 5083. Le choix de ces matériaux s'en fait en accord avec notre partenaire industriel (SIAF, Tunisie).

2.1. Alliage d'aluminium 2017A

Les alliages d'aluminium série 2000 sont couramment employés dans l'industrie aéronautique en raison leurs bonnes caractéristiques mécaniques (particulièrement la résistance à la fatigue) induites par le durcissement structural. Par contre, à cause de leur forte teneur en cuivre, ils sont sensibles à la corrosion.

L'alliage 2017A et ses différentes désignations sont donnés par le **tableau II.1**. Il est livré sous forme de plaques traitées thermiquement et vieilles naturellement dans des conditions sensiblement stables (mise en solution séparée, trempe et maturation). Nous avons choisi des plaques d'épaisseur 3 mm pour notre étude expérimentale. Le **tableau II.2** présente la composition chimique de cet alliage fournie par l'industriel. Il se distingue des autres nuances par la présence d'éléments d'addition tels que le manganèse, le cuivre, le silicium, le zinc et le fer.

Tableau II.1. Désignation de l'alliage d'aluminium 2017A selon les normes européennes.

Norme Européenne	EN	DIN	AFNOR
EN AW-2017A	AW-Al Cu4 Mg Si	Al Cu Mg1	AU4G

Tableau II.2. Composition chimique de l'alliage d'aluminium 2017A.

Elément	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Ti+Zr	Al
Poids (%)	0,66	0,40	4,3	0,6	0,74	0,04	0,19	0,05	0,06	Reste

Le **tableau II.3.** présente les propriétés mécaniques, chimiques, thermiques et diélectriques de l'alliage 2017A [1, 2]. Nous notons qu'en raison des éléments d'addition, la masse volumique varie de 2700 pour l'aluminium pure à 2790 kg/m³ pour l'alliage 2017A. En revanche, la résistivité électrique augmente de 2.92 10⁻⁸ Ω.m vers 5.1 10⁻⁸ Ω.m.

Tableau II.3. Les propriétés mécaniques, chimiques, thermiques et diélectriques de l'alliage 2017A

Masse volumique [kg/m ³]	Température de fusion [°C]	Résistivité électrique [Ω.m]	Module d'élasticité [GPa]	Module de cisaillement [GPa]	Dureté Brinell [HBW]
2790	Entre 560 et 640	5.1 10 ⁻⁸	Entre 69 et 72	Entre 23 et 26	111

2.2. Alliage d'aluminium 5083

L'alliages d'aluminium 5083 dont la désignation est donnée dans le **tableau II.4.**, est livré sous forme de plaque, fraisées sur leurs surfaces principales, de rugosité (Ra) 0,4 µm. L'épaisseur choisie est de 3 mm. Il contient une forte teneur en magnésium (**tableau II.5.**). Lorsque la concentration massique de magnésium ne dépasse pas 3%, il est plus facile à anodiser. Par contre lorsqu'il contient de hautes concentrations en magnésium, la formation de particules de seconde phase limite l'oxydation (**Fig. II.1.**) [3].

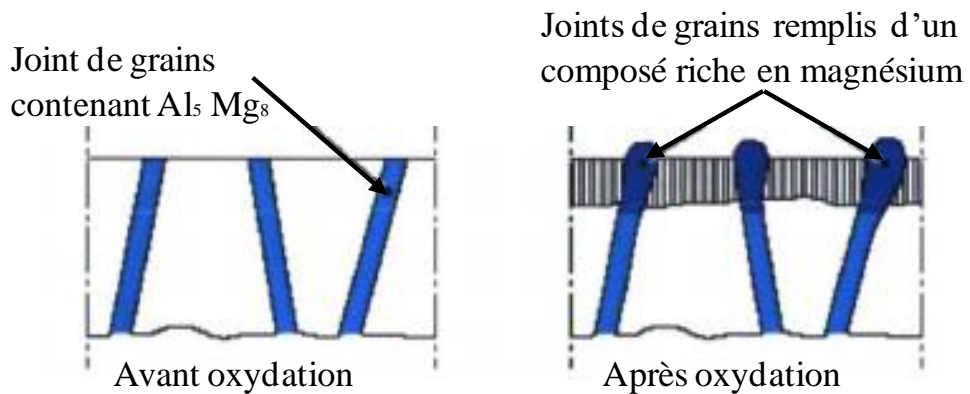


Fig. II.1. Schéma illustratif de l'évolution de la couche d'oxyde en présence d'une seconde phase lors de l'anodisation des alliages de la série 5000 [3]

Tableau II.4. Désignation de l'alliage d'aluminium 5083 selon les normes européennes

Norme Européenne	EN	DIN	AFNOR
EN AW-5083	AW-Al Mg 4,5 Mn 0,7	Al Mg 4,5 Mn	5083

Tableau II.5. Composition chimique de l'alliage d'aluminium 5083

Elément	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
Poids (%)	0,25	0,28	0,05	0,51	4,70	0,07	0,04	0,04	Reste

De plus, le **tableau II.6.** présente les propriétés mécaniques de l'alliage 5083, ainsi que ses caractéristiques de traitement thermique et chimique [4]. Nous notons que le magnésium améliore les caractéristiques de l'alliage d'aluminium 5083 telle que la résistivité électrique et la température de fusion.

Tableau II.6. Les propriétés mécaniques, chimiques, thermiques et diélectriques de l'alliage 5083

Masse volumique [kg/m ³]	Température de fusion [°C]	Résistivité électrique [Ω.m]	Module d'élasticité [GPa]	Résistance de cisaillement [MPa]	Dureté Vickers [HV]
2650	670	5.8 10 ⁻⁸	72	175	75

3. Elaboration du film anodique

Le principe d'anodisation désigne une modification structurale superficielle de l'aluminium. Le procédé permet de créer une couche micrométrique d'alumine. Avant de procéder au traitement d'anodisation, nous avons exposé les échantillons à plusieurs traitements préparatoires.

3.1. Préparation de la surface de l'alliage d'aluminium à anodiser

Les alliages d'aluminium s'oxydent spontanément avec l'air en créant une couche d'oxyde nanométrique. Le but de la phase de préparation de surface est d'éliminer les souillures sur la surface de l'alliage (les graisses, les bavures, le lubrifiant, les huiles, les oxydes...) afin d'avoir une surface prête à recevoir des traitements et des revêtements sans défauts superficiels. Le prétraitement est une succession de processus mécanique, électrochimique et chimique. Pour respecter les dimensions conventionnelles des outils de

caractérisation et d'analyse, des échantillons de forme prismatique 50x30 mm² avec une épaisseur de 3 mm seront préparés. Lors de cette étape, les échantillons subissent des opérations de prétraitement comme le montre la **Fig. II.2**.

- a-** Polissage mécanique de grade P120 jusqu'à P1500. L'objectif est d'avoir une surface lisse avec une faible rugosité (inférieure à 0.1 µm) afin de garantir une meilleure qualité surfacique.
- b-** Rinçage à l'eau de robinet dans le but d'éliminer les particules adhérentes sur la surface provenant du polissage mécanique.
- c-** Dégraissage pour nettoyer les échantillons de lubrifiant, les graisses, les grains abrasifs et les bavures résiduels. Le dégraissage fournit une surface hydrophobe et souille. Le bain de dégraissage est en alcool ou en savon liquide.
- d-** Décapage pour éliminer la couche d'oxyde obtenue spontanément sur la surface et les points de corrosion surfacique. Le bain de décapage contient de la soude « NaOH » avec une concentration 60 g/l. L'échantillon est plongé dans le bain de NaOH pendant une minute à une température de 60°C. L'aluminate de sodium se décompose et précipite sous forme d'hydroxyde d'aluminium sur la surface d'alliage d'aluminium.
- e-** Blanchiment pour éliminer le noircissement de l'aluminium par l'hydroxyde d'aluminium. L'échantillon est immergé dans une solution d'acide nitrique HNO₃ avec une concentration de 200 g/l et à température ambiante pendant 2 minutes.
- f-** Polissage électrochimique afin d'éliminer les micros rayures et la rugosité submicroscopique de la surface de l'alliage. Le bain d'électro-polissage contient de l'acide acétique ((CH₃COOH) 100% concentré) et l'acide perchlorique ((HClO₄) 60% concentré) à une température de 20°C. Le bain de polissage électrochimique contient 34,5% d'acide perchlorique et 65.5% d'acide acétique. La durée de traitement est deux minutes en appliquant une tension de courant de 10 V et une agitation à vitesse constante de 180 tr/min.

Après chaque étape, l'échantillon est rincé dans l'eau distillé pendant 2 minutes.

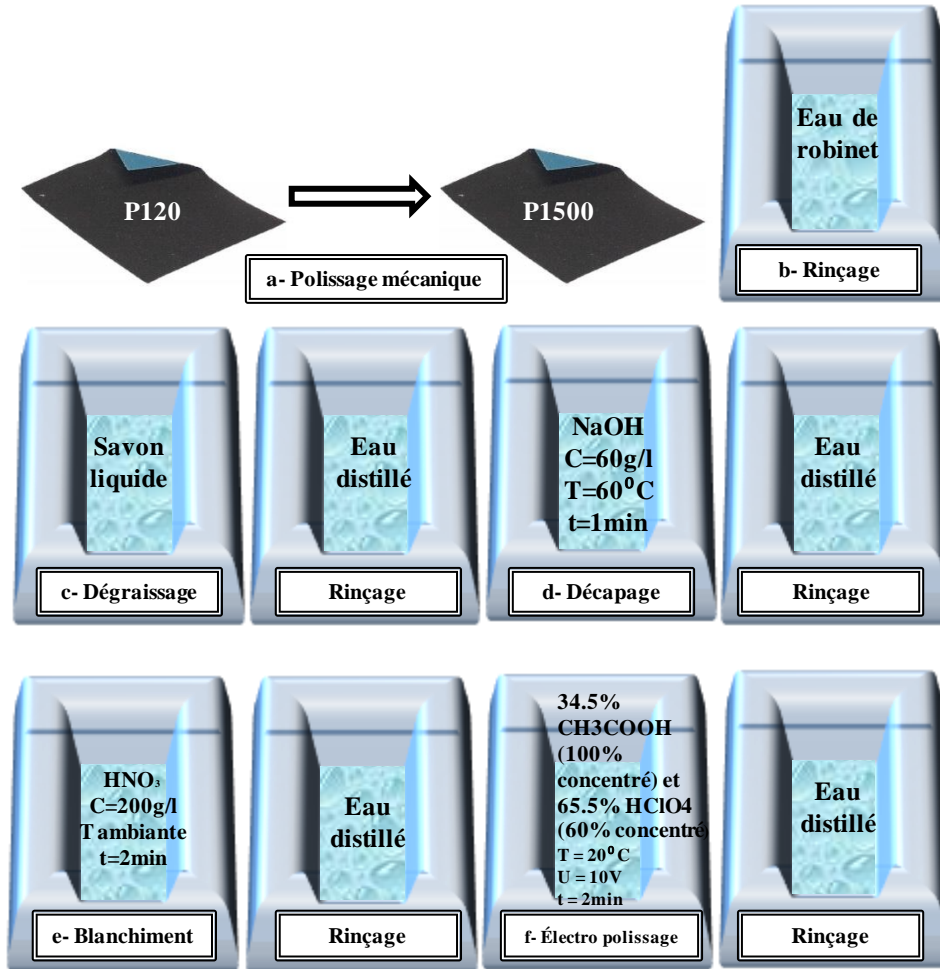


Fig. II.2. Les étapes de prétraitement des échantillons

3.2. Etapes, équipement et choix des paramètres d'élaboration

Pour élaborer la couche d'anodisation, l'échantillon est immergé dans un b cher en verre contenant de l'acide sulfurique avec une agitation de 180 tr/min. L'objectif de l'agitation est d'assurer l'homog n it  de l' lectrolyte. La fixation de l' prouvette est assur e par une vis- crou sur le porte  chantillon. Deux autres plaques en aluminium pur jouent le r le de cathodes (Fig. II.3.). L'utilisation de deux plaques permet de couvrir l' chantillon par les deux surfaces et d'assurer l'homog n it  de la couche d'oxyde. La distance entre les deux cathodes est de 8 cm.

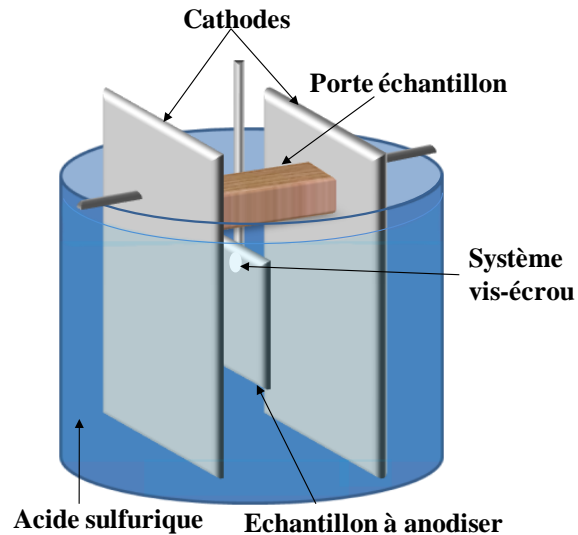


Fig. II.3. Montage du porte échantillon et bain d'anodisation

Le dispositif d'anodisation contient plusieurs équipements à savoir (**Fig. II.4.**) :

- Générateur stabilisateur à courant continu pour fournir le courant d'anodisation.
- Agitateur magnétique et barreau pour assurer l'agitation de l'acide et l'homogénéité de la température dans le bain.
- Refroidisseur à température stable pour assurer le refroidissement de l'électrolyte.
- Thermomètre à liquide rouge pour contrôler la température.
- Chronomètre pour contrôler la durée d'anodisation.

Après anodisation, les échantillons subissent deux rinçages successifs à l'eau distillée pour une durée de deux minutes chacun.

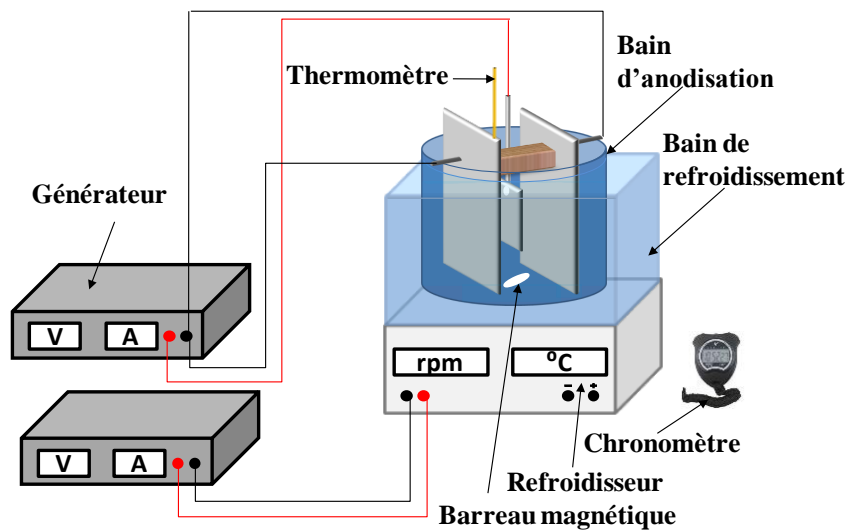


Fig. II.4. Dispositif d'anodisation

Une étude préliminaire sur l'influence de la concentration de l'électrolyte, la durée et le courant d'anodisation a d'abord été menée avant de se focaliser sur les deux derniers paramètres et leurs influences sur le comportement tribologique. Afin d'étudier l'influence de la durée et du courant d'anodisation de l'alliage d'aluminium anodisé, quatre conditions d'élaboration sont choisies tout en maintenant la température et la concentration égales à 15°C et 100 g/l, respectivement (**Tableau II.7.**). La démarche consiste à faire varier la durée pour les trois premiers échantillons de 30-60-90 min et pour la quatrième faire varier le courant à 2A/dm² par rapport à l'échantillon de référence 1. Trois échantillons sont anodisés à chaque fois avec les mêmes conditions opératoires (12 en totalité).

Tableau II.7. Paramètres des expériences d'anodisation

Numéro d'expérience	Durée d'anodisation (min)	Concentration d'électrolyte (g/l)	Courant d'anodisation (A/dm ²)	Température d'électrolyte (°C)
1 (référence)	30	100	1	15
2	60	100	1	15
3	90	100	1	15
4	30	100	2	15

Etant donné qu'à la fin de l'anodisation les pores de la couche d'oxyde sont maintenus ouverts [5], une étape de colmatage demeure nécessaire afin d'assurer la fermeture des pores de la couche d'oxyde par le gonflement des parois des cellules. Cette étape est primordiale car elle améliore la résistance à la corrosion et à l'abrasion de la couche d'oxyde [6, 7]. Les échantillons sont colmatés dans l'eau bouillante pendant 60 min à 96°C puis séchés dans un courant d'air ambiant.

4. Caractérisation microscopique de la surface anodisée

Différents moyens d'analyse et des techniques de caractérisation sont nécessaires pour étudier l'effet des paramètres d'anodisation sur les propriétés de la couche d'oxyde.

4.1. Analyse de l'épaisseur de la couche d'oxyde

Le contrôle de l'épaisseur de la couche d'oxyde a été mesuré par deux méthodes différentes pour avoir la valeur exacte de l'épaisseur :

- 1- La première mesure est obtenue par la méthode des courants de Foucault en utilisant une jauge d'épaisseur de revêtement de la marque LPTOSKOP 2042. Le principe est d'appliquer une sonde sur une surface propre, plane et à faible rugosité. La plage de valeurs de l'épaisseur est de quelques micromètres. Avant chaque analyse d'un échantillon, la valeur mesurée de la sonde sera vérifiée par un étalon standard livré avec l'appareil. L'épaisseur de la couche d'oxyde, sur chaque surface de l'échantillon, sera mesurée à neuf points différents. La mesure d'épaisseur sera effectuée sur les deux surfaces de l'échantillon et la moyenne sera évaluée. Certains auteurs ont marqué une différence dans la valeur d'épaisseur de la couche d'oxyde mesurée par la méthode de contrôle par courant de Foucault ; cela est dû à la rugosité de la surface, à sa courbure parfois et à la pression qui affectent la mesure par la méthode des courants de Foucault.
- 2- Pour avoir une valeur plus sûre de l'épaisseur de la couche d'oxyde, une autre méthode de mesure est employée, basée sur l'utilisation du microscope électronique à balayage (MEB) sur une coupe transversale de l'échantillon. Une succession d'opérations est à réaliser afin de préparer l'échantillon. La **Fig. II.5.** montre une schématisation des différentes étapes de préparation des échantillons, à savoir:
 - a- Découpage des échantillons transversalement avec une scie à fils pour avoir le minimum de rayure sur la surface et conserver au maximum la couche d'oxyde.
 - b- Rinçage des échantillons à l'eau distillée pour éliminer les bavures et les particules d'usure.
 - c- Enrobage des échantillons dans le but de faciliter le maintien des échantillons dans le microscope électronique à balayage. Cette opération est réalisée à l'aide d'une enrobeuse à chaud, avec une pression et une température bien contrôlée. Une résine conductrice thermodurcissable chargée en noir de carbone est utilisée. La durée de l'enrobage est 12 minutes pour chaque échantillon avec 6 min de chauffage et fusion de la résine jusqu'à 180°C et 6 min de refroidissement en appliquant une pression de 20 kN.
 - d- Polissage des échantillons à l'aide d'une polisseuse semi-automatique. L'objectif est d'éliminer les micro-rayures obtenues lors du découpage. Le polissage est réalisé avec différents papiers abrasifs avec des grades successifs (de P120 au P4000). Finalement, un polissage diamant de haute qualité à l'aide des suspensions et pâtes diamantées avec des particules de taille 1 µm sera

effectué. La durée du polissage par échantillon est de 5 min pour chaque grade de papier abrasif et 10 min pour la pâte diamantée. Après le polissage, un contrôle de surface avec le microscope optique est fait pour s'assurer de la qualité surfacique des échantillons. Un mauvais état de surface entraîne un polissage complémentaire avec la pâte diamantée pendant 10 min.

- e- Examen au microscope électronique à balayage (MEB) pour quantifier l'épaisseur de la couche d'oxyde en fonction des différents paramètres d'anodisation. L'épaisseur sera mesurée à différents endroits pour contrôler l'uniformité de la couche d'oxyde.

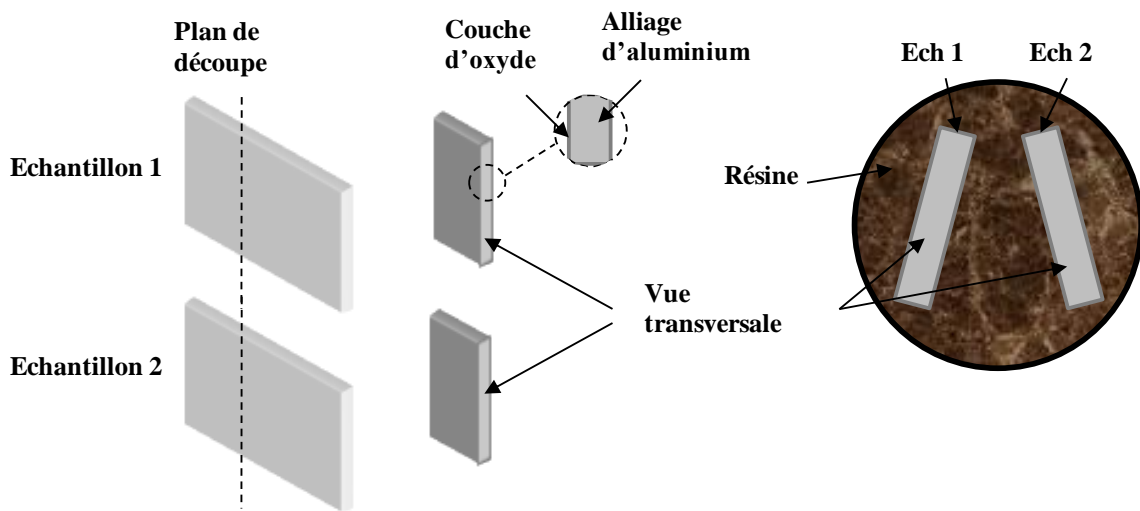


Fig. II.5. Schéma de préparation des échantillons pour la mesure d'épaisseur de la couche d'oxyde

4.2. Analyse de porosité avec le logiciel ImageJ

Pour étudier les propriétés des surfaces anodisées, différentes techniques peuvent être utilisées, notamment le logiciel ImageJ [8– 10]. Ce logiciel a été exploité pour caractériser la structure poreuse des échantillons [11], la distribution des pores et leurs tailles [12], la rondeur des pores et la distance interpores [13-15], et la largeur des traces d'usure [14]. Des tentatives d'analyse quantitative de la taille des pores et de leur distribution surfacique corrélée à la durée d'anodisation et le courant appliqué sont encore limitées en utilisant cette technique. Dans notre cas, seules la taille et l'aire des pores seront analysées avec le logiciel ImageJ. Pour appliquer cette technique, les étapes suivantes sont effectuées :

- Les observations au MEB de la surface anodisée seront converties en images de type 8 bits (**Fig. II.6a.**)
- L'échelle est réglée pour obtenir des valeurs précises de la taille des pores (**Fig. II.6b.**)
- L'image est recadrée pour supprimer la partie inférieure de la figure (les écritures) (**Fig. II.6c.**)
- Un traitement (seuillage, filtrage, les trous de remplissage, l'érosion et la dilatation) est réalisé pour filtrer les particules d'oxyde des autres éléments en surface, (**Fig. II.6d.**)
- Enfin, la taille des pores et des particules en surfaces est analysée (**Fig. II.6e.**).

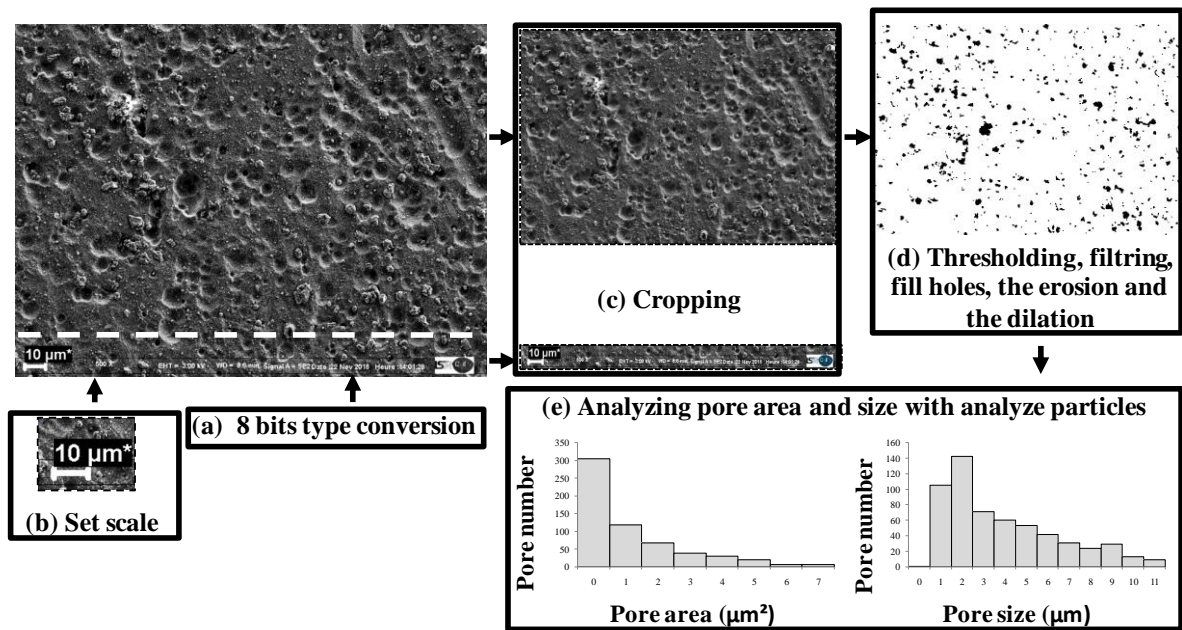


Fig. II.6. Schéma expliquant les étapes d'analyse avec le logiciel ImageJ

4.3. Analyse de la morphologie de la couche d'oxyde, de la composition chimique et des mécanismes d'usure

Le MEB permet de faire des observations de la topographie des surfaces et de la morphologie du revêtement avec des agrandissements et une résolution meilleure que ceux d'un microscope optique. Il est exploité ici pour mener des analyses de la microstructure, de l'épaisseur de la couche d'oxyde et des traces d'usure des alliages d'aluminium anodisé. Un MEB de marque Zeiss SUPRA VP40 sera utilisé, permettant une résolution maximale de 1 nm avec une plage de grossissement allant jusqu'à 900 000X et une tension d'accélération maximale 30 kV. Le logiciel d'acquisition du MEB est SmartSEM. Des analyses chimiques des surfaces avant et après frottement seront menées avec le mode EDX spectrométrie de

rayons X par dispersion d'énergie (X Energy Dispersive Spectroscopy), permettant de détecter les éléments chimiques présents sur la surface observée.

4.4. Analyse profilométrique des pistes de frottement

L'analyse des pistes de frottement (profondeurs des traces d'usure et rugosité de la couche d'oxyde) sera réalisée par un profilomètre surfacique d'une précision de 1 μm (**Fig. II.7.**). Un palpeur très fin avec une force appliquée négligeable se déplace perpendiculairement à la trace de frottement. Le déplacement du palpeur suivant 'Z' permet de mesurer la profondeur d'usure par rapport à la surface de référence. La surface à caractériser est de longueur 2,2 mm et de largeur 2 mm.

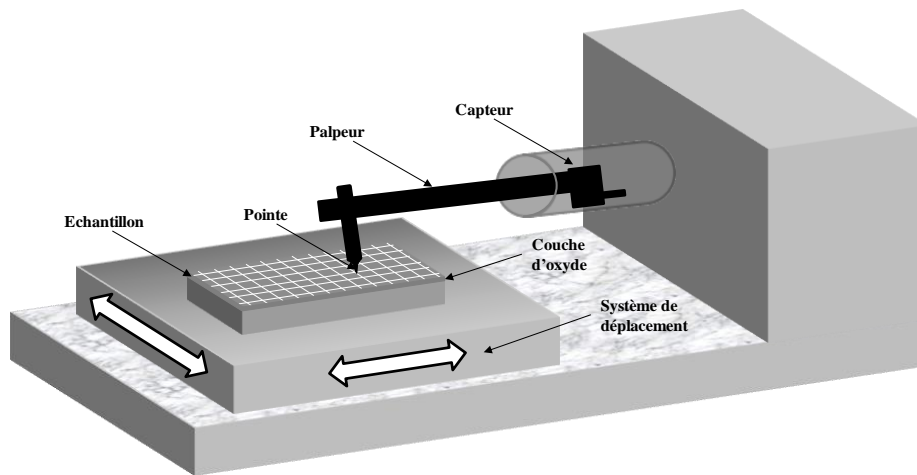


Fig. II.7. Schéma du profilomètre à contact

5. Caractérisation tribologique

Pour étudier le comportement en frottement-usure de la couche anodisée et qualifier l'impact de la morphologie des pores (tailles, formes, profondeurs et distribution) sur le circuit tribologique et les mécanismes d'usure associés, différents essais tribologiques seront menés (test de macro-rayure à charge fixe, test de micro-rayure à charge progressive, et test de frottement cyclique). Les paramètres de caractérisation tribologique ont été choisis pour se rapprocher des conditions sévères de l'application industrielle (moule de drapage de fibres de carbone).

5.1. Essai de macro-rayure à charge fixe

Afin de caractériser la résistance aux rayures de la couche d'oxyde, les échantillons sont soumis aux tests de rayure (Scratch test). Pendant l'essai, un pénétrateur de forme

spécifique (**fig. II.8.**) et de matériau dur se déplace avec une vitesse constante à l'aide d'un moteur pas à pas sur la surface de l'échantillon en appliquant une force normale constante. Un système de réglage permet de modifier la surface de l'échantillon parallèle à la direction de rayage. Un capteur de force piézo-électrique mesure instantanément la force tangentielle lors de l'essai de rayure pour avoir le coefficient de frottement de la couche d'oxyde.

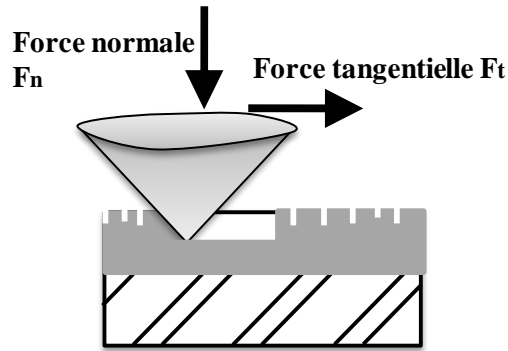


Fig. II.8. Trace du pénétrateur (test de rayure sous l'effet d'une charge fixe)

Dans notre cas, le test de rayure sera effectué à sec sur tous nos échantillons en appliquant une charge de 6,5 N pour une longueur de rayure de 20 mm avec une vitesse constante de 105 mm/min. La forme du pénétrateur choisi est conique avec un angle d'attaque égal à 60° , en acier rapide HSS-M2 (de dureté 64 HRC et 241 HB). Tous les tests seront répétés trois fois pour vérifier la reproductibilité des mesures.

5.2. Essai de micro-rayure à charge progressive

L'objectif du test de rayure à charge progressive est d'étudier la résistance aux rayures de la couche d'oxyde, en particulier l'adhérence de la couche mince de revêtement, au regard de l'augmentation de la force de frottement. Le test de micro-rayure sera réalisé par un testeur Anton Paar MST³, pour une longueur de rayure de 5 mm avec une vitesse constante de 5 mm/min. La forme du pénétrateur est conique (Rockwell) avec un angle d'attaque égal à 60° en acier 100Cr6 (de dureté 66 HRC et 195 HB). Une charge progressive allant de 0,03 N jusqu'au 15 N est appliquée. Chaque test implique deux passages du pénétrateur (scan) sur la même piste de frottement, défini comme suit :

- **Pré-scan** : c'est le premier scan de la surface initiale qui permet de mesurer la topographie du revêtement (rugosité/profile). Une faible charge de balayage constante (0,03 N) est appliquée.

- **La rayure réelle** : le pénétrateur est tiré à une vitesse constante avec une charge progressivement croissante de 0,03 à 15 N. La profondeur de pénétration (P_d) est mesurée au cours de ce balayage.

Le test de micro-rayure permet de mesurer la rugosité, la profondeur de pénétration, l'émission acoustique et le coefficient de frottement. En plus, à la fin du test, l'échantillon passera par un microscope intégré pour scanner la rayure obtenue. L'augmentation de la charge appliquée permet d'avoir une profondeur de pénétration différente sur la longueur de la rayure. La **fig. II.9.** montre la forme de pénétration de test de rayure à charge progressive.

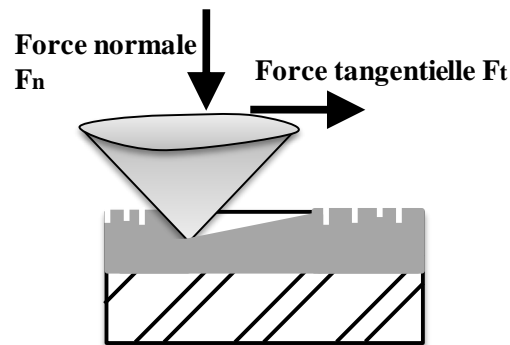


Fig. II.9. Trace du pénétrateur (test de rayure sous l'effet d'une charge progressive)

5.3. Test de frottement cyclique

Pour étudier la durabilité de la couche d'oxyde, un test de frottement cyclique sera réalisé sur un tribomètre spécifique (**Fig. II.10.**). Le tribomètre est constitué d'un capteur piézoélectrique pour mesurer la force tangentielle, d'un système de déplacement par un moteur pas à pas et d'un système d'acquisition relié à un ordinateur doté d'un logiciel d'analyse de données. Les valeurs mesurées s'affichent en temps réel sur l'écran de l'ordinateur. Le principe du test de frottement cyclique est d'appliquer une charge normale sur l'échantillon, en utilisant une bille en acier dur 100Cr6 pour 100 cycles. Pendant ce test, le coefficient de frottement instantané du contact bille/couche d'oxyde est déterminé à l'aide d'un capteur de force tangentielle. Les essais de frottement cyclique seront effectués avec une charge appliquée de 6,5 N, dans des conditions sèches, à une température ambiante (25-27°C) et une humidité relative (HR) de 63 à 67%. Des mouvements de glissement stables seront appliqués à une vitesse de 10 mm/s avec une course de 15 mm pour 100 cycles.

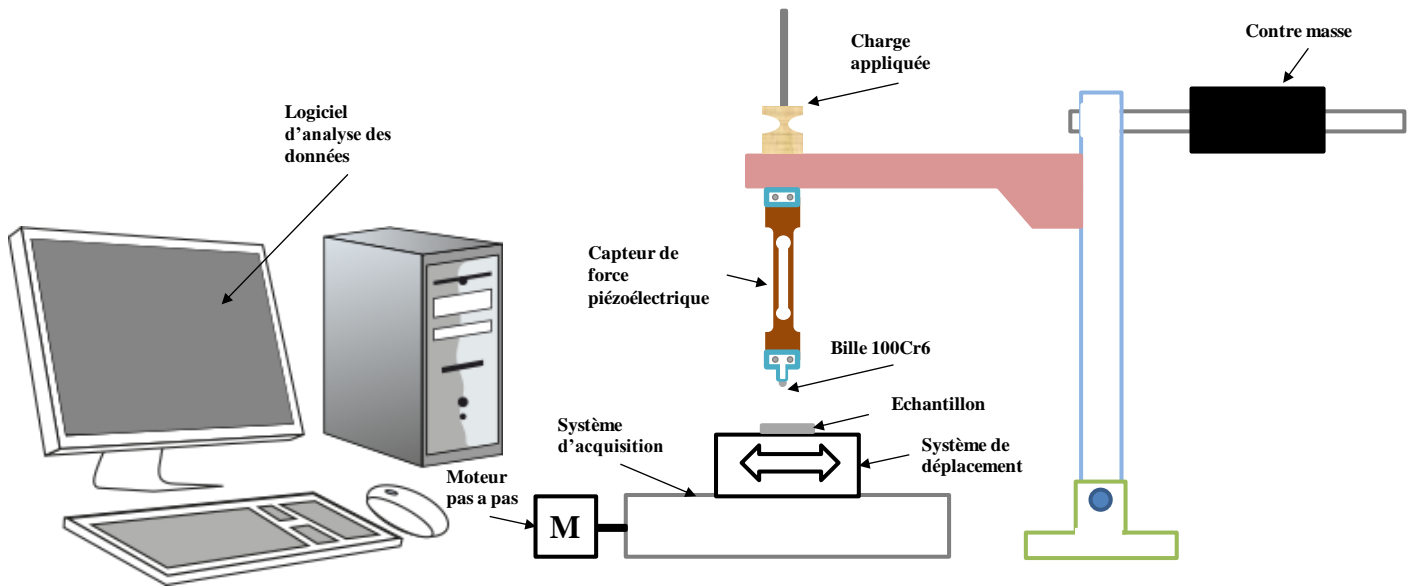


Fig. II.10. Schéma du tribomètre (frottement cyclique)

6. Conclusion

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériaux d'étude, des techniques de préparation des échantillons ainsi que des techniques de caractérisation microstructurale et tribologique. Deux alliages d'aluminium sont présentés (Al 2017A et Al 5083) ainsi que leurs compositions chimiques. Les préparations des échantillons et les traitements de surface par anodisation sulfurique, en utilisant différents paramètres, sont détaillés. Avant l'anodisation, les échantillons subissent un polissage mécanique, un dégraissage, un décapage, un blanchiment, un polissage électrochimique et après l'anodisation un colmatage. La mesure de la taille des pores et leur distribution est effectuée avec le logiciel ImageJ. Les analyses des surfaces d'oxyde et les traces de frottement sont faites à l'aide d'un microscope électronique à balayage, et avec un profilomètre. Le comportement tribologique sera caractérisé par des tests de rayure et de frottement cyclique. L'étude de l'effet des paramètres d'anodisation sur la microstructure et l'épaisseur de la couche d'oxyde sera présentée dans le prochain chapitre. Ainsi, la cinétique de croissance de la couche d'alumine sera expliquée.

Références

- [1] Abdelghani M., *‘Etude du comportement cyclique et de l'endommagement par fatigue d'un alliage d'aluminium anisotrope de type 2017A’*, INSA de Rouen, Thèse de doctorat, (2013).
- [2] May A., *‘Contribution à la régénération des propriétés initiales après endommagement par fatigue des alliages d'aluminium’*, EMP, Mémoire de Mastère de recherche, (2009),.
- [3] Safran J. S., *‘Anodisation de l'aluminium et de ses alliages’*, Techniques de l'ingénieur, L'expertise technique et scientifique de référence, M1630, (2008).
- [4] Airod A., *‘Fundamental analysis of the deformation behavior of 5083 and 6082 aluminum alloys’*, Université de Ghent, Thèse de doctorat, (2006).
- [5] Pernot – Gehin A., *‘Etude des procédés de colmatage d'alliages d'aluminium anodisé’*, Université Henri Poincaré Nancy-I, Thèse de doctorat, (2007).
- [6] Choudhary R. K., Mishra P., Kain V., Singh K., Kumar S., Chakravarty J. K., *‘Scratch behavior of aluminum anodized in oxalic acid: Effect of anodizing potential’*, Surface and Coating Technology, 283, (2015), 135 – 147.
- [7] Elena L. D.- S., *‘Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage’*, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Thèse de doctorat, (2005).
- [8] Caroline A. S., Wayne S. R., Kevin W. E., *‘NIH Image to ImageJ: 25 years of image analyses’*, Nature Methods, 9, (2012), 7.
- [9] Rasband W. S., *‘ImageJ Software’*, National Institutes of Health. Bethesda, Maryland, USA, 2012, (1997 – 2015).
- [10] Maeve M., Dermot G., Sean C., *‘Evaluation of software programs, ImageJ and IQworks, for MTF, NPS and DQE analysis’*, Abstract / Physical- Medica, 42, (2017), 353 -363.
- [11] Maryam M., Mansour S., Ali R. E., *‘Investigation of anodizing time and pulse voltage modes on the corrosion behavior of nanostructured anodic layer in commercial pure aluminum’*, Surface and Coatings Technology, 358, (2019), 741 – 752.
- [12] Rodrigues S. P., Almeida Alves C. F., Cavaleiro A., Carvalho S., *‘Water and oil wettability of anodized 6016 aluminum alloy surface’*, Applied Surface Science, 422, (2017), 430 – 442.
- [13] Sepulveda M., Castano J. G., Echeveria F., *‘Influence of temperature and time on the fabrication of self-ordering porous alumina by anodizing in ecteronic acid’*, Applied Surface Science, 454, (2018), 210 – 217.

[14] Lidia B., Valentin D., '*Enhancement in sustained friction and wear resistance of nanoporous aluminum oxide films obtained by controlled electrochemical oxidation process*', The Royal Society of Chemistry, 9, (2019), 25056 -25063.

[15] Zhang P., Zuo Y., '*Effect of pore parameters on performance of anodic film on 2024 aluminum alloy*', Materials Chemistry and Physics, 231, (2019), 9 – 20.

CHAPITRE III :

ETUDE NANO- ET MICRO-STRUCTURALE

DE LA SURFACE ANODISÉE

SOMMAIRE

1. Introduction.....	69
2. Analyse microscopique de l'épaisseur de la couche d'oxyde	69
2.1. Influence de la durée d'anodisation.....	69
2.2. Influence du courant d'anodisation	73
3. Analyse nano- et micro-structurale de la surface de la couche d'oxyde	75
3.1. Effet de la durée d'anodisation	75
3.2. Effet du courant d'anodisation	85
4. Mécanismes de nucléation et croissance de la couche d'oxyde.....	90
5. Conclusion	95
Références	96

LISTE DES FIGURES

Fig. III.1. Observations MEB en coupes transversales de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'Al 2017A. (a) D1 = 30 min, (b) D2 = 60 min et (c) D3 = 90 min. (a'), (b') et (c') correspondent aux régions localisées sur (a), (b) et (c) respectivement.	70
Fig. III.2. Observations MEB en coupes transversales de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'Al 5083. (a) D1 = 30 min (b) D2 = 60 min et (c) D3 = 90 min. (a'), (b') et (c') correspondent aux régions localisées sur (a), (b) et (c) respectivement.	72
Fig. III.3. Observations MEB en coupes transversales de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 avec un courant appliqué de 2 A/dm ²	74
Fig. III.4. Observations au MEB de la microstructure de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'Al 2017A : (a) 30min, (b) 60min et (c) 90min. (d), (e) et (f) les images converties par l'application ImageJ de celles de (a), (b) et (c) respectivement (Courant d'anodisation 1A/dm ²).....	76
Fig. III.5. Nombre et distribution de microcavités pour différentes durées d'anodisation de l'Al 2017A en fonction de la : (a), (c) et (e) Surface des microcavités. (b), (d) et (f) Tailles des microcavités. (a) et (b) D1 = 30 min. (c) et (d) D2= 60 min. (e) et (f) D3= 90 min.	78
Fig. III.6. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A après 30min d'anodisation (zone A de la Fig. III.4a.) avec un courant appliqué de 1 A/dm ² . 79	
Fig. III.7. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A (Durée 60 min) (zone B de la Fig. III.4b.) avec un courant d'anodisation de 1 A/dm ²	79
Fig. III.8. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A (Durée 90min) (zone C de la Fig. III.4c.) avec un courant d'anodisation de 1 A/dm ² . b) Agrandissement locale.	80
Fig. III.9. Observations au MEB de la microstructure de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'Al 5083 : (a) 30min, (b) 60min et (c) 90min. (d), (e) et (f) les images converties par l'application ImageJ de celles de (a), (b) et (c) respectivement (Courant d'anodisation 1A/dm ²).....	81
Fig. III.10. Nombre et distribution de microcavités pour différentes durées d'anodisation de l'Al 5083 en fonction de la : (a), (c) et (e) Surface des microcavités. (b), (d) et (f) Tailles des microcavités. (a) et (b) D1 = 30 min. (c) et (d) D2 = 60 min. (e) et (f) D3= 90 min.	83

Fig. III.11. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 après 30min d'anodisation (zone D de la Fig. III.9a.) avec un courant appliqué de 1 A/dm ² et b) Agrandissement locale.	84
Fig. III.12. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 après 60 min d'anodisation (zone E de la Fig. III.9b.) avec un courant d'anodisation de 1 A/dm ² et b) Agrandissement local.	84
Fig. III.13. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 (Durée 90 min) (zone F de la Fig. III.9c.) avec un courant d'anodisation de 1 A/dm ² . b) Agrandissement local.	85
Fig. III.14. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A (courant d'anodisation de 2 A/dm ² et une durée 30 min) et (b) Correspond à l'image convertie par le logiciel ImageJ.	86
Fig. III.15. Nombre et distribution de microcavités dans une surface d'aire 55 x 10 ⁻⁴ mm ² pour une durée d'anodisation 30 min de l'alliage 2017A en fonction de la : (a) Surface des microcavités et (b) Taille des microcavités.	87
Fig. III.16. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A en appliquant un courant de 2 A/dm ² pendant 30 min.	88
Fig. III.17. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 (courant d'anodisation 2 A/dm ² pendant 30 min) et (b) Correspond à l'image convertie par le logiciel ImageJ.	89
Fig. III.18. Nombre et distribution de microcavités dans une surface d'aire 55 x 10 ⁻⁴ mm ² pour une durée d'anodisation 30 min de l'alliage 5083 en fonction de la : (a) Surface et (b) Taille de microcavités.	90
Fig. III.19. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 en appliquant un courant de 2 A/dm ² pendant 30 min.	90
Fig. III.20. (a) Observation MEB de la coupe transversale de la couche d'oxyde pour une durée d'anodisation 30 min (Alliage 2017A). (b) et (c) Analyse EDX des points notés 001 et 002 respectivement de la zone intérieure de la couche d'oxyde et du substrat.	92
Fig. III.21. a) Observation MEB de la surface de la couche d'oxyde obtenue après 30 min sur l'alliage 2017A. (b) Microanalyse à énergie dispersive par rayons X de deux zones localisées sur la surface de la couche d'oxyde.	92
Fig. III.22. Représentation schématique des différentes zones de la couche d'oxyde.	93

Fig. III.23. Stages de germination et de croissance des oxydes, (a) surface en forme de flocons, b) Lettes d'oxyde, c) Nano particule individualisée d) Croissance des oxydes de formes sphériques, e) Formation des amas d'oxyde. 94

Fig. III.24. Représentation schématique des étapes de formation de la couche d'oxyde. 95

LISTE DES TABLEAUX

Tableau III.1. Mesures de l'épaisseur de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A	71
Tableau III.2. Mesures de l'épaisseur de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083	73
Tableau III.3. Epaisseur de la couche d'oxyde pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A	74
Tableau III.4. Caractéristiques de la taille des microcavités pour les trois durées d'anodisation (Alliage 2017A).....	77
Tableau III.5. Caractéristiques de la taille des microcavités pour les trois durées d'anodisation (Alliage 5083)	82
Tableau III.6. Taille moyenne et surface occupée par les microcavités pour les deux courants d'anodisation (Alliage 2017A).....	86
Tableau III.7. Tailles des microcavités et surfaces occupées par celles-ci pour les deux courants d'anodisation (Alliage 5083)	88

1. Introduction

La couche anodique obtenue par revêtement de l'aluminium est influencée par plusieurs facteurs à savoir les paramètres d'anodisation et la nature de l'alliage d'aluminium, en particulier les propriétés du film d'oxyde d'aluminium anodique [1- 4]. Ce chapitre est consacré à la caractérisation des couches anodiques résultantes de l'anodisation sulfurique de deux alliages d'aluminium 2017A et 5083. Dans un premier temps, nous nous attacherons à étudier la composition des couches avec une analyse multi-échelle de la morphologie corrélée aux paramètres de l'anodisation sulfurique, à savoir le temps de réaction (RT) et la densité du courant appliqué (AC). Dans un deuxième temps, nous passerons à l'identification et l'analyse des mécanismes de nucléation et croissance de la couche d'oxyde.

2. Analyse microscopique de l'épaisseur de la couche d'oxyde

L'épaisseur de revêtement anodique est caractérisée pour différentes durées d'anodisation et différents courants appliqué, pour les deux alliages étudiés.

2.1. Influence de la durée d'anodisation

Pour étudier l'influence de la durée d'anodisation sur l'épaisseur de la couche d'oxydes, trois durées d'anodisation ont été étudiées (30, 60 et 90 min). Des observations MEB des échantillons en coupe transversale ont été effectuées. Dans la suite, nous présentons les résultats pour les deux alliages 2017A et 5083.

- Alliage d'aluminium 2017A

La **fig. III.1.** présente des observations MEB de la couche d'oxyde des trois éprouvettes en coupe transversale. Un revêtement amorphe et non régulier est observé. Ce revêtement présente sous forme de deux couches : une couche intérieure uniforme et plus dense qu'une couche extérieure pour les trois échantillons (**Figs. III.1a', b', c'**). Quelle que soit la durée d'anodisation, des microcavités latérales sont notées. De plus, des microfissures, en forme de réseau, multidirectionnelles, dont la longueur ne dépasse pas quelques micromètres, sont observées. Cependant, avec l'augmentation de la durée d'anodisation, la taille des microcavités latérales a été réduite de 2,6 μm jusqu'à 1,3 μm (**Fig. III.1c'**). Ceci peut être considéré comme une couche d'oxyde plus dense, homogène et uniforme. En effet, en se dissolvant, les particules intermétalliques riches en cuivre génèrent de microcavités dans la couche anodique. De plus, comme reporté dans [5], l'anodisation de l'aluminium 2017A

modifie la densité de l'alumine, ce qui génère des microfissures dans les couches anodisées. Zhang et Zuo [6] définissent deux parties de la couche anodisée (observée en profondeur) : la partie poreuse et la partie barrière. Cette dernière correspond à un film d'alumine mince et compact qui se forme rapidement le long de la surface de l'aluminium. Enfin, la couche poreuse est complétée par une couche d'alumine avec la formation de microcavités. Cette qualification a été également rapportée dans les travaux de Chuan et al. [7].

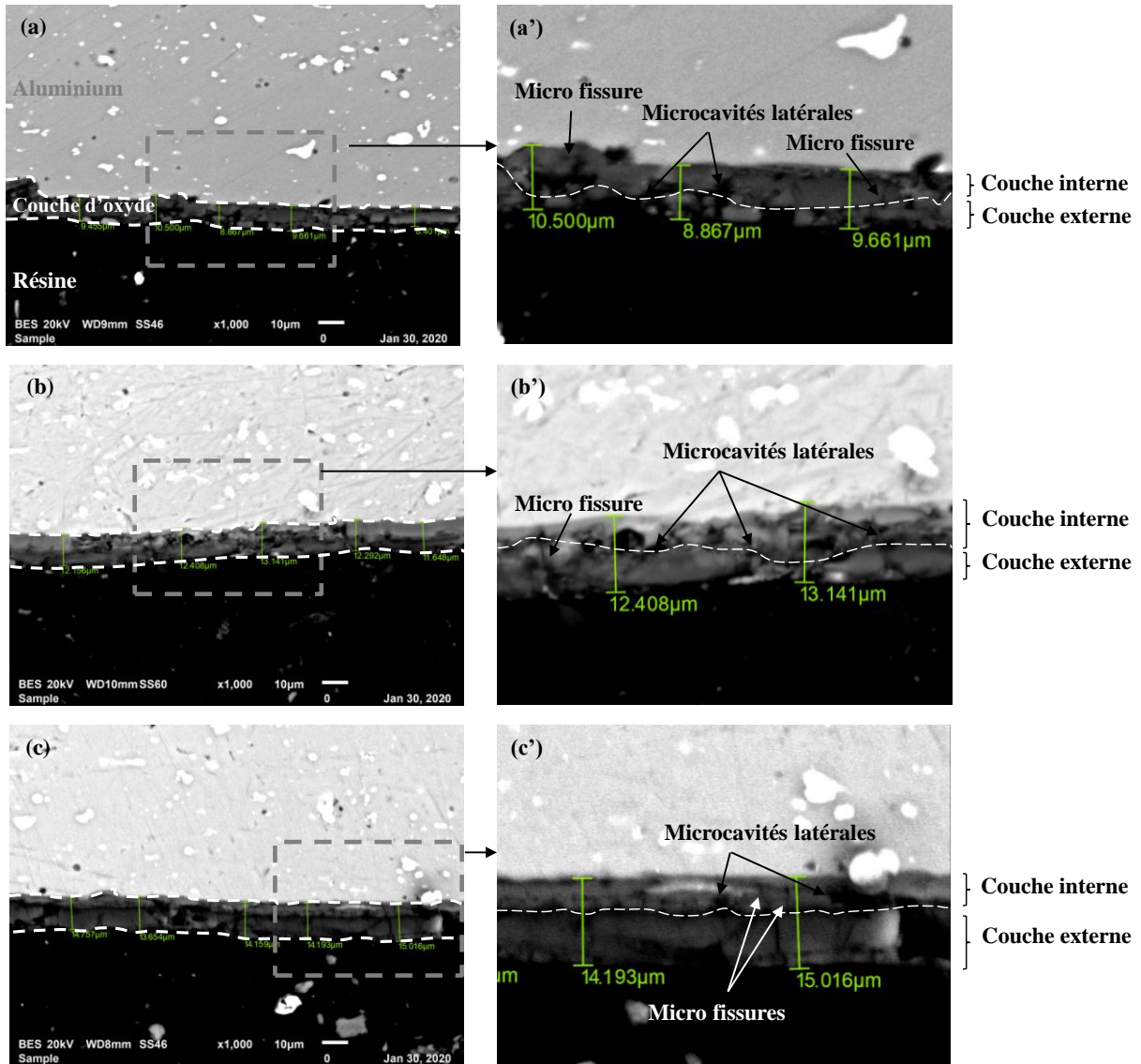


Fig. III.1. Observations MEB en coupes transversales de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'Al 2017A. (a) D1 = 30 min, (b) D2 = 60 min et (c) D3 = 90 min. (a'), (b') et (c') correspondent aux régions localisées sur (a), (b) et (c) respectivement.

Pour quantifier l'épaisseur moyenne de la couche anodisée, cinq mesures ont été effectuées pour chaque échantillon (**Tableau III.1.**). Pour 30 min d'anodisation, l'épaisseur de

la couche d'oxyde varie entre 8,4 μm et 10,5 μm . Pour 60 et 90 min d'anodisation, l'épaisseur de la couche d'oxyde varie entre 11,6 μm et 13,1 μm , entre 13,6 μm et 15,0 μm respectivement, avec donc moins de dispersion pour une durée de 30 min. Il résulte de ces mesures que l'amplitude de variation de l'épaisseur de la couche d'oxyde diminue avec l'augmentation du temps d'anodisation, d'environ 2,1 μm pour 30 min à 1,3 μm pour 90 min. De plus, l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde est passée de $\sim 9,3$ à $\sim 14,3$ μm lorsque le temps de réaction passe de 30 à 90 min. En effet, une durée de réaction plus importante implique une interaction plus longue avec l'oxygène disponible et donc une couche d'oxyde formée plus épaisse. Par conséquent, l'augmentation de la durée de réaction conduit à une couche d'oxyde plus régulière et uniforme (en termes d'épaisseur).

Tableau III.1. Mesures de l'épaisseur de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A

“Thickness Measurement” ‘TM’ (μm)	Exp. 1 (30 min)	Exp. 2 (60 min)	Exp. 3 (90 min)
TM1	9,4	12,1	14,7
TM2	10,5	12,4	13,6
TM3	8,8	13,1	14,1
TM4	9,6	12,2	14,1
TM5	8,4	11,6	15,0
Variation maximale de l'épaisseur ‘Δ’ (μm)	2,1	1,4	1,3
Valeur moyenne de l'épaisseur (μm)	9,3^{+1,1}_{-0,9}	12,3^{+0,8}_{-0,6}	14,3^{+0,6}_{-0,7}

- *Alliage d'aluminium 5083*

Les observations MEB des échantillons de l'alliage 5083 en coupe transversale montrent des microcavités latérales et des microfissures, pour les trois durées d'anodisation. Cependant, pour une durée de 30 min, le revêtement d'oxyde est plus dense et uniforme. Alors qu'en augmentant la durée, des microcavités sont formées sur la surface de la couche d'oxyde, de profondeur ~ 4.6 μm (**Fig.III.2b'**). De plus, les microfissures, les défauts surfaciques et les microcavités latérales, apparaissent plus fréquemment, sur une épaisseur plus importante après une durée d'anodisation de 90 min, ce qui affecte l'homogénéité du revêtement.

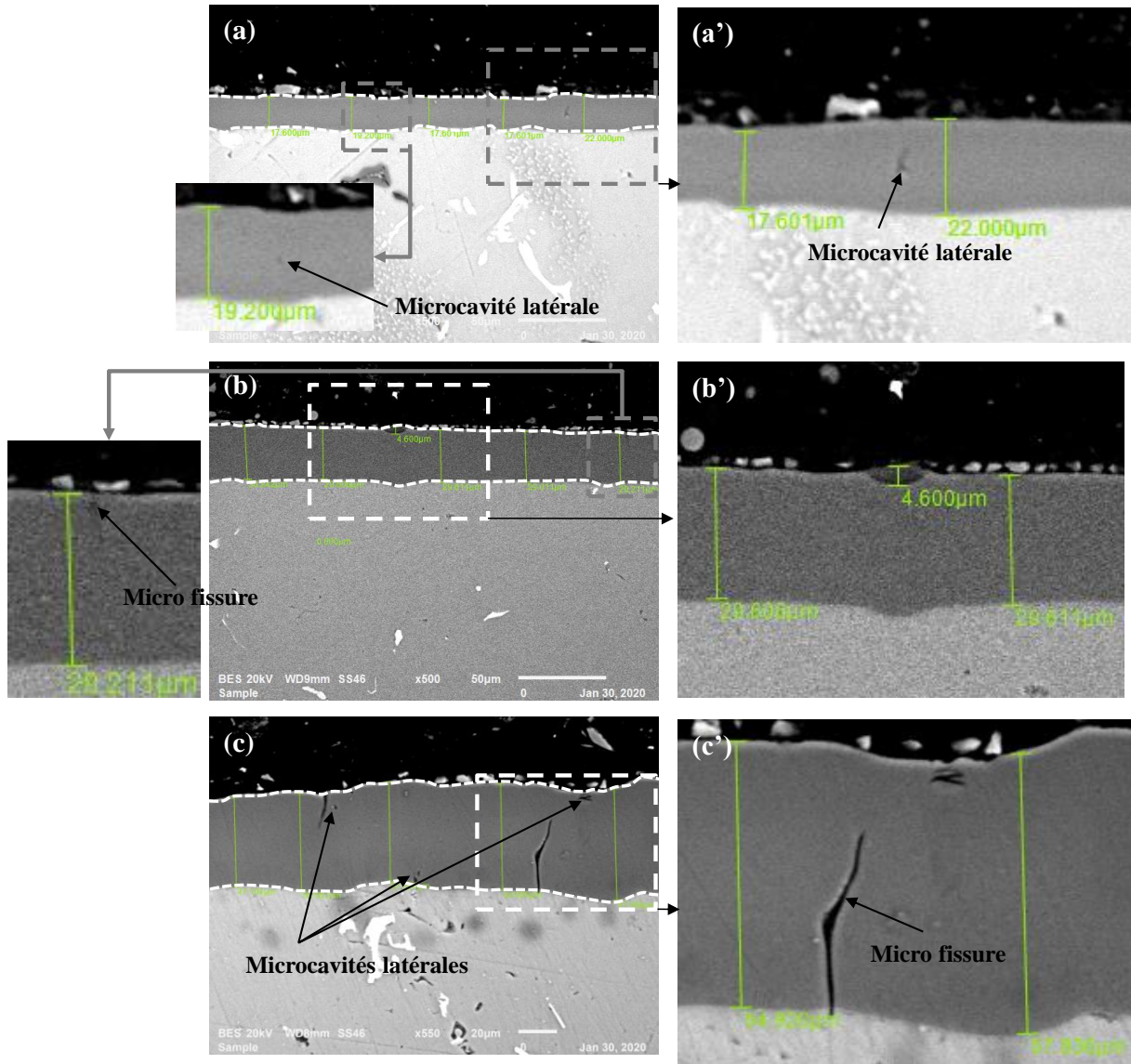


Fig. III.2. Observations MEB en coupes transversales de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'Al 5083. (a) D1 = 30 min (b) D2 = 60 min et (c) D3 = 90 min. (a'), (b') et (c') correspondent aux régions localisées sur (a), (b) et (c) respectivement.

Le **tableau III.2.** synthétise les valeurs mesurées de l'épaisseur de la couche d'oxyde pour les trois durées d'anodisation. L'épaisseur varie entre 17,6 μm et 22,0 μm pour la durée d'anodisation 30 min, entre 29,0 μm et 30,2 μm pour 60 min et entre 47,1 μm et 57,8 μm pour 90 min. Il résulte également de ces mesures que la variation maximale de l'épaisseur de la couche d'oxyde ' Δ ' augmente avec l'augmentation du temps d'anodisation, de 4,4 μm pour 30 min à 10,7 μm pour 90 min. Il est à noter que pour 60 min de durée d'anodisation, on mesure l'amplitude de variation qui est la plus faible $\sim 1,2 \mu\text{m}$. Par conséquent, l'augmentation de la durée de réaction conduit à une couche d'oxyde relativement moins régulière et non uniforme (en termes d'épaisseur). De plus, l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde passe de $\sim 18,8$

μm à $\sim 52,3 \mu\text{m}$ lorsque le temps de réaction passe de 30 à 90 min. Ceci confirme qu'une durée d'anodisation plus importante implique une couche d'oxyde formée plus épaisse.

Tableau III.2. Mesures de l'épaisseur de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083

« Thickness measurement » 'TM' (μm)	Exp. 1 (30 min)	Exp. 2 (60 min)	Exp. 3 (90 min)
TM1	22,0	29,2	57,8
TM2	17,6	29,0	54,9
TM3	17,6	29,6	51,2
TM4	19,2	29,6	50,5
TM5	17,6	30,2	47,1
Variation maximale de l'épaisseur 'Δ' (μm)	4,4	1.2	10,7
Valeur moyenne de l'épaisseur (μm)	18,8^{+3,2}_{-1,2}	29,5^{+0,7}_{-0,5}	52,3^{+5,4}_{-5,2}

2.2. Influence du courant d'anodisation

Pour étudier l'influence du courant d'anodisation sur l'épaisseur de la couche d'oxyde, deux densités de courant alternatif ont été testées, à savoir 1 et 2 A/dm², avec une durée fixe d'anodisation de 30 min, pour les deux nuances de matériau.

- Alliage d'aluminium 2017A

L'épaisseur de la couche d'oxyde est mesurée par la technique de courant de Foucault. À partir du **tableau III.3.**, nous constatons qu'une duplication de la valeur du courant d'anodisation a induit une augmentation de l'épaisseur de la couche d'oxyde, de 9,5 μm à 11,5 μm . Ceci s'explique par le rôle du courant appliqué lors du procédé l'anodisation, qui consiste principalement à augmenter la vitesse de la réaction et donc à assurer le mouvement des cations et des anions entre l'anode et la cathode dans le bain d'électrolyte. En fait, la couche anodisée provient de l'interaction des anions O_2^- et des cations Al_3^+ produits par la décomposition de la molécule d'eau à l'interface couche anodisée/électrolyte, et l'oxydation de l'alliage d'aluminium à l'interface couche anodisée/substrat, respectivement [8]. Ainsi, une densité de courant plus élevée conduit à une mobilité des éléments O_2^- et Al_3^+ plus élevée, et par conséquent à une épaisseur plus élevée de la couche en oxyde anodique [8, 9]. Dans le cas de l'alliage 2017A, la formation de la couche anodique est plus lente. Ceci est dû à l'effet des éléments d'addition présents dans la composition chimique du matériau. En effet, la présence

des particules riches en cuivre catalyse l'oxydation de l'eau (induisant le dégagement d'oxygène) en concurrence avec l'oxydation de l'aluminium. De plus, la grande surface occupée par les éléments d'addition, tels que le cuivre et le silicium, induit une densité de courant d'anodisation plus faible et contribue ainsi à un taux de croissance plus faible de la couche d'oxyde [10]. Tous ces phénomènes peuvent engendrer une diminution de l'efficacité du procédé d'anodisation.

Tableau III.3. Epaisseur de la couche d'oxyde pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A

No Exp.	Courant d'anodisation (A/dm ²)	Valeur moyenne de l'épaisseur (µm)
Exp. 1	1	9,5 ^{+1,0} _{-1,0}
Exp. 4	2	11,0 ^{+0,6} _{-0,6}

- Alliage d'aluminium 5083

L'épaisseur de la couche d'oxyde est déterminée par le courant de Foucault (**Tableau III.4.**) et vérifiée par des mesures issues d'observations au MEB des coupes transversales (**Fig. III.3.**).

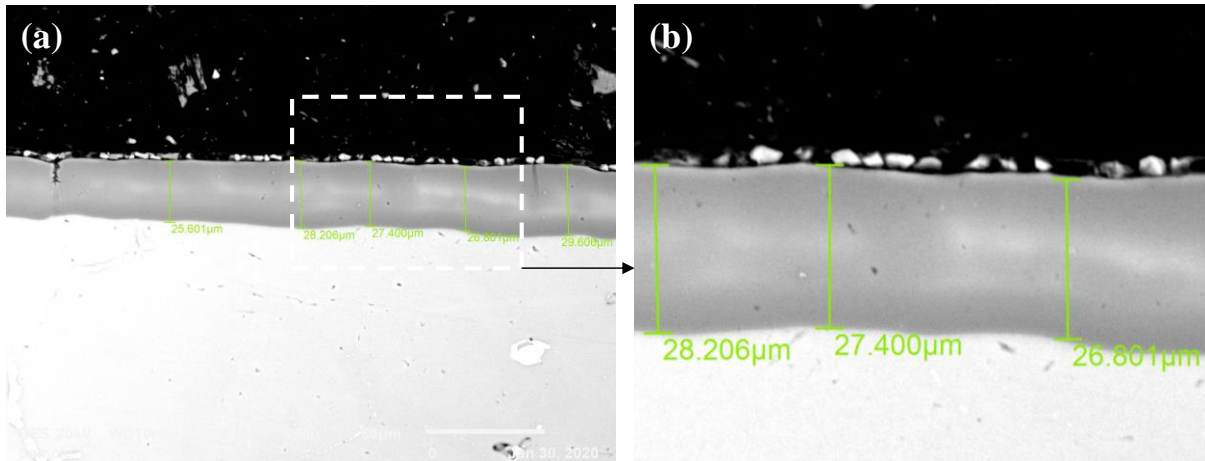


Fig. III.3. Observations MEB en coupes transversales de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 avec un courant appliqué de 2 A/dm².

Pour une densité de 2 A/dm², une couche d'oxyde de 27,5 µm d'épaisseur est observée (**Fig. III.3.**), alors qu'elle ne dépasse pas 18,8 µm si l'on réduit de moitié cette densité (**Tableau III.2.**). Par conséquent, comme pour la nuance 2017A, le revêtement d'alumine sur

l'alliage 5083 est plus épais pour une densité de courant plus élevée. La différence la plus significative entre les deux alliages réside dans le taux de croissance de la couche anodique. En effet, les propriétés d'écoulement de l'alumine anodique à l'intérieur de la couche d'oxyde sont liées au taux de migration des ions magnésium Mg^{2+} qui se déplacent plus rapidement que les ions Al^{3+} lors du processus d'anodisation de l'alliage 5083 [11]. Cette migration est 2 à 3 fois plus accélérée que celle des ions Al^{3+} .

3. Analyse nano- et micro-structurale de la surface de la couche d'oxyde

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'étude de l'effet de la durée d'anodisation et du courant appliqué sur la morphologie et la microstructure de la couche d'oxyde pour les deux alliages d'aluminium 2017A et 5083.

3.1. Effet de la durée d'anodisation

- Alliage d'aluminium 2017A

Les observations au MEB de la surface des trois échantillons avec un fort grossissement montrent des surfaces non homogènes, avec des microcavités et des particules individualisées mais également agglomérées et réparties aléatoirement (**Figs. III.4a., b. et c.**). Pour 90 minutes d'anodisation, la surface semble relativement plus homogène étant donné que les microcavités sont plus régulières avec moins de variation de taille et une distance inter-pores plus uniforme (**Fig. III.4f.**). En passant de 30 à 90 min, les microcavités de taille submicronique augmentent légèrement en dimension (**Figs III.4d., 4e. et 4f.**). Leur homogénéité s'améliore en augmentant la durée d'anodisation. Le diamètre moyen des microcavités passe de 3,9 μm à 5,3 μm lorsque la durée d'anodisation varie de 30 min à 90 min (**tableau III.4.**). Un phénomène de coalescence de ces microcavités est ainsi suspecté pour 90 min (**Fig. III.4f.**).

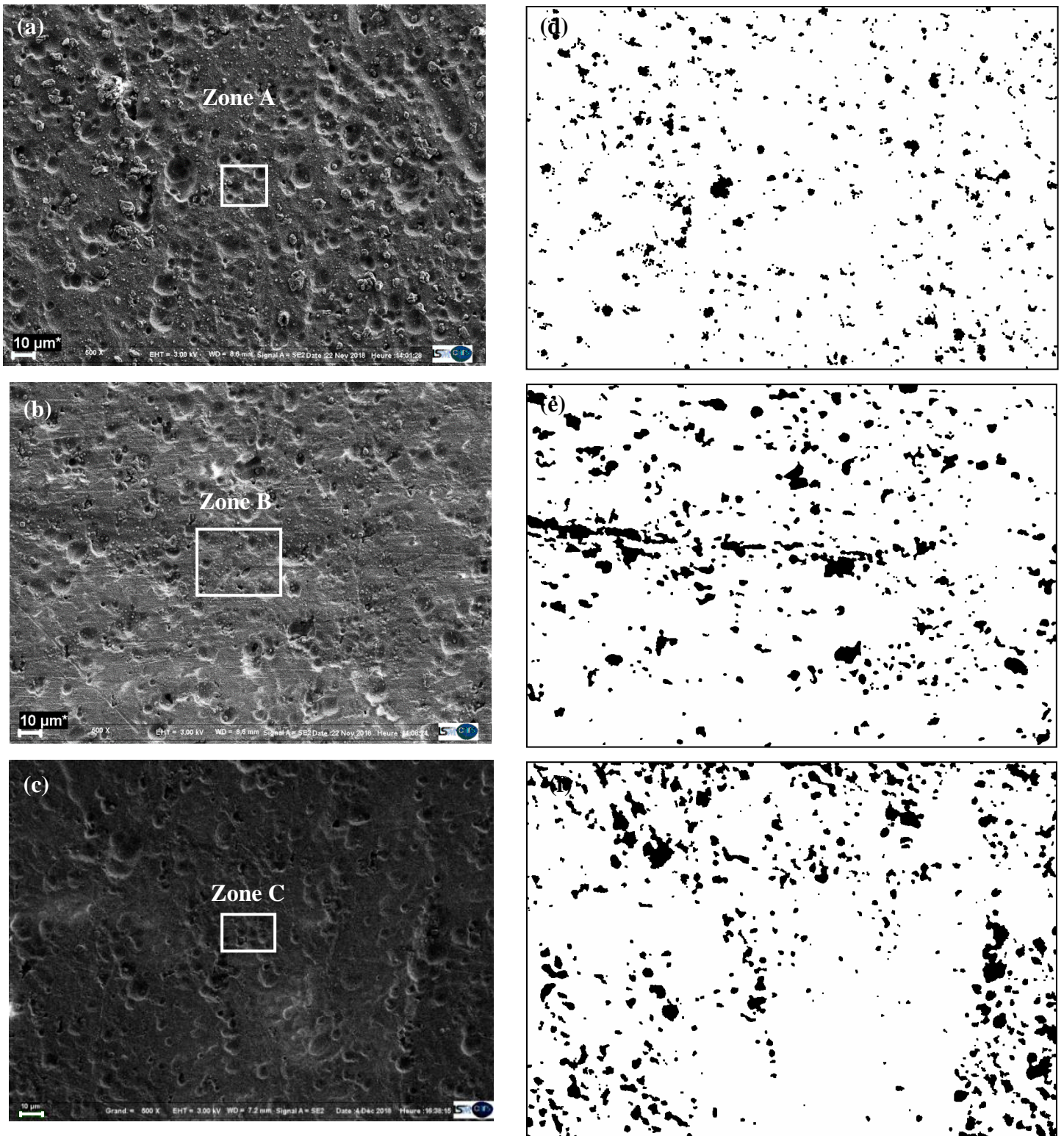


Fig. III.4. Observations au MEB de la microstructure de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'Al 2017A : (a) 30min, (b) 60min et (c) 90min. (d), (e) et (f) les images converties par l'application ImageJ de celles de (a), (b) et (c) respectivement (Courant d'anodisation 1A/dm²).

Tableau III.4. Caractéristiques de la taille des microcavités pour les trois durées d'anodisation (Alliage 2017A)

No Exp.	Exp. 1 (30 min)	Exp. 2 (60 min)	Exp. 3 (90 min)
Taille de microcavité moyenne (μm)	3,9	4,6	5,3
Pourcentage de surface couverte par des microcavités (%)	5,41	9,68	11,35

Ces résultats sont confirmés par les données rapportées sur la **fig. III.5.**, résultant d'une analyse statistique effectuée sur une zone de $55 \times 10^{-4} \text{ mm}^2$ (**Figures III.4a., b. et c.**) et traitée à l'aide du logiciel ImageJ. Ainsi, le nombre de microcavités en fonction des paramètres de taille et de surface est déterminé. Il ressort des diagrammes que l'aire des microcavités de taille submicronique est prédominante par rapport à celle micrométrique. En effet, pour les trois durées d'anodisation, le grand nombre de microcavités est situé dans l'intervalle de surface $[0,3 - 10 \mu\text{m}^2]$, avec des valeurs d'environ 300 et 80 cavités pour des durées d'anodisation de 30 et 90 min respectivement. En passant de 1 à $8 \mu\text{m}^2$, le nombre de microcavités diminue progressivement. Cependant, à 30 min, la dispersion du nombre de microcavités est beaucoup plus nette, particulièrement pour les petites surfaces. De plus, le pourcentage de la surface couverte par les microcavités augmente de 5,41 à 11,35% lorsque la durée augmente de 30 min à 90 min (**tableau III.4.**). Il ressort des **figures III.5b., d. et f.**, que toutes les tailles de microcavités sont supérieures à $1 \mu\text{m}$ pour 30 et 60 min, et sont au-delà de $2 \mu\text{m}$ pour la durée de 90 min. Pour une durée d'anodisation de 30 min, l'allure de la distribution du nombre des microcavités en fonction de leurs tailles suit une loi inverse-gaussienne avec un pic de 140 microcavités centré entre 2 et $2,9 \mu\text{m}$ (**Fig. III.5b.**). La taille de microcavité la plus dominante pour une durée de 60 min est comprise entre 3 et $4 \mu\text{m}$ pour une quantité de ~ 80 microcavités. En ce qui concerne 90 minutes d'anodisation, la taille dominante des microcavités est bornée entre 2 et $7 \mu\text{m}$, avec un nombre aux alentours de 80% des microcavités détectées dans la zone étudiée. De plus, selon la **fig. III.4.**, le fond des microcavités apparaît moins sombre lors de l'augmentation de la durée d'anodisation. Cela signifie que la profondeur des microcavités diminue tout en augmentant le temps de réaction, ce qui entraîne une couche barrière plus compacte et plus épaisse. Cette observation a déjà été rapportée dans des travaux précédents [12, 13]. En effet, l'augmentation de la durée d'anodisation permet d'avoir des revêtements poreux plus épais avec des microcavités plus grosses.

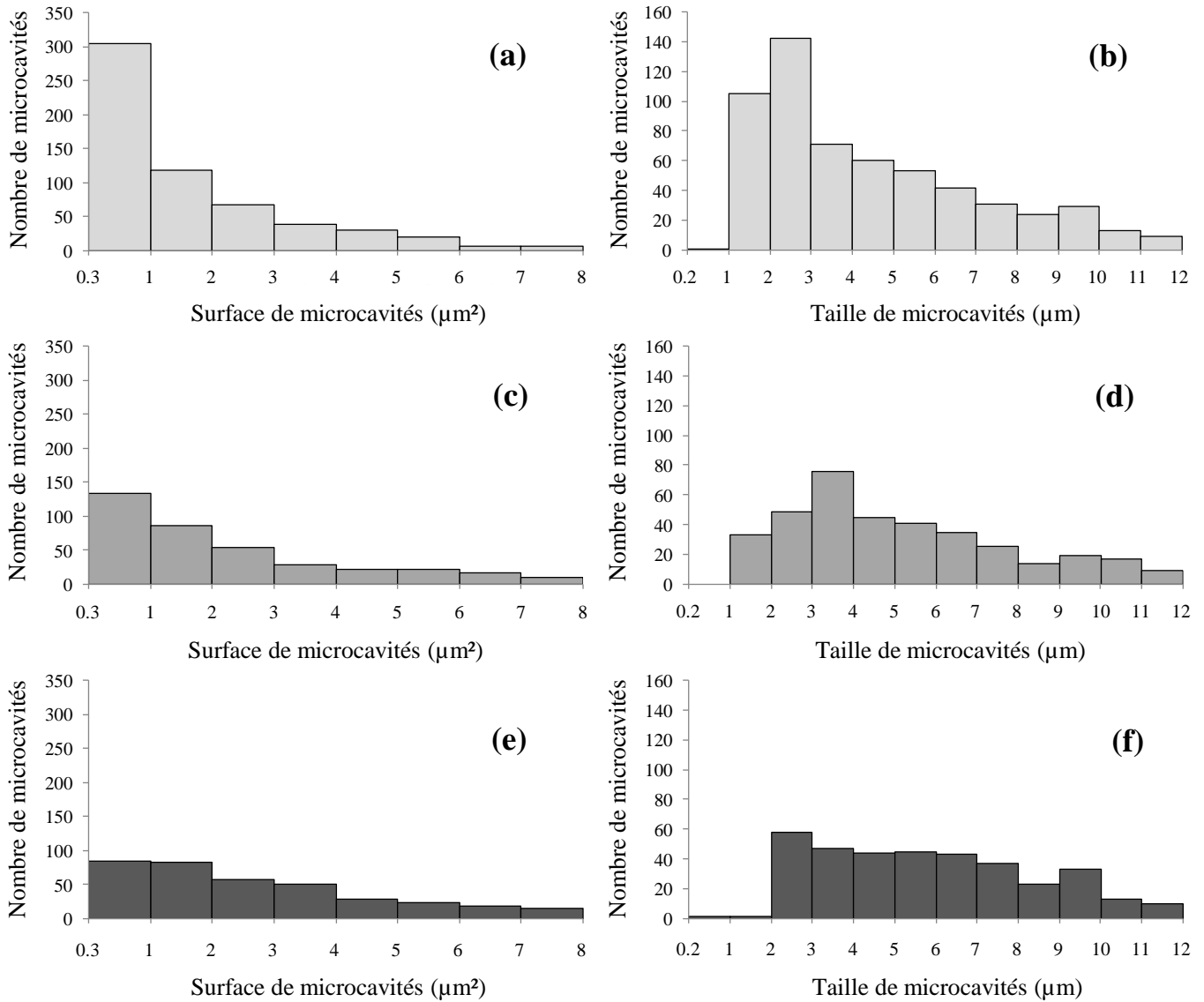


Fig. III.5. Nombre et distribution de microcavités pour différentes durées d’anodisation de l’Al 2017A en fonction de la : **(a)**, **(c)** et **(e)** Surface des microcavités. **(b)**, **(d)** et **(f)** Tailles des microcavités. **(a)** et **(b)** D1 = 30 min. **(c)** et **(d)** D2= 60 min. **(e)** et **(f)** D3= 90 min.

Des agrandissements plus importants de différentes zones sélectionnées (A, B et C) de la **fig. III.4.** sont effectués pour obtenir des informations sur l'évolution de la morphologie de la couche d'oxyde. La **Fig. III.6.** montre le grossissement de la surface de revêtement pour une durée d'anodisation de 30 min et un courant d'anodisation de 1 A/dm^2 . Elle montre que la surface du revêtement est recouverte de microcavités de formes coniques et hémisphériques et de différents diamètres, dont la taille dominante est $\sim 3 \mu\text{m}$. Les microcavités agissent comme des sites de nucléation d'une structure auto-ordonnée à la surface du substrat. À cette échelle, un phénomène de germination des microparticules a été identifié : la plus grosse particule (en

taille) semble être détachée d'une microcavité. Par conséquent, la microstructure de la couche d'oxyde présente un aspect alvéolaire avec des microcavités en forme de cône [14].

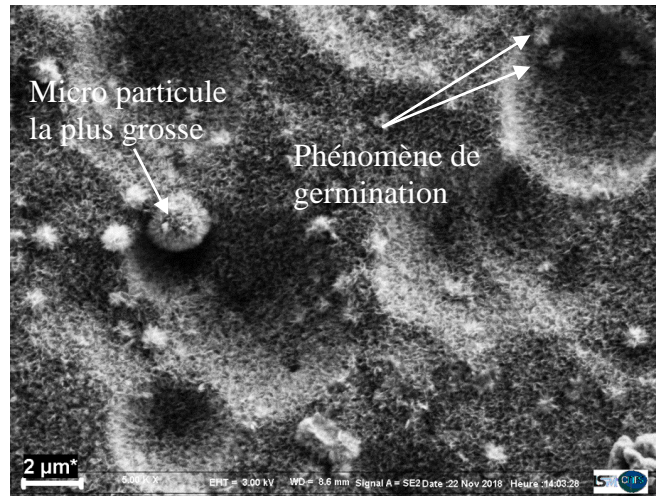


Fig. III.6. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A après 30min d'anodisation (zone A de la **Fig. III.4a.**) avec un courant appliqué de 1 A/dm^2 .

Par comparaison avec la couche d'oxyde à 30 min, la morphologie des oxydes à 60 min présente certaines différences (**Fig. III.7.**). En effet, pour 60 min, la microstructure du revêtement est caractérisée par des microcavités plus grandes (en taille). L'aspect alvéolaire est moins clair, les microcavités sont dispersées, des petites particules sphériques d'oxydes de taille homogène sont nettement visibles : la totalité de la surface observée est couverte d'oxydes friables de taille submicrométrique.

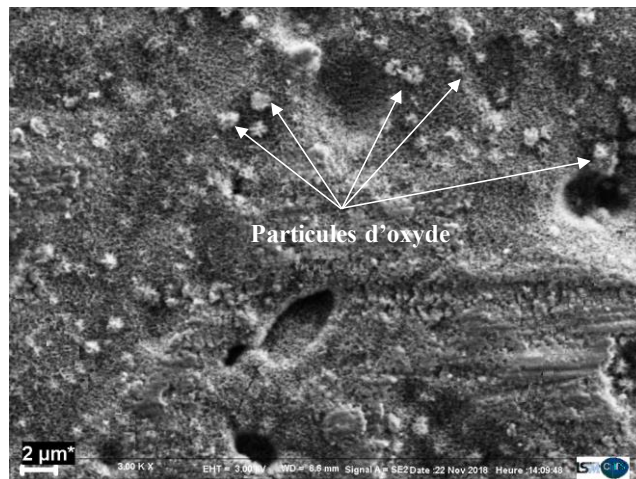


Fig. III.7. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A (Durée 60 min) (zone B de la **Fig. III.4b.**) avec un courant d'anodisation de 1 A/dm^2 .

Le grossissement de la zone C sur la **fig. III.4c.** montre une surface moins perturbée lorsque la durée d'anodisation est de 90 min (**fig. III.8.**). En effet, la surface est couverte d'oxydes friables de taille plus petite que celles détectées à 30 et 60 min. Une particule agglomérée est la preuve d'une nucléation avancée des petites particules sphériques : son diamètre atteint les deux micromètres. En outre, le diamètre moyen des microcavités est relativement plus grand. Ainsi, une évolution notable de la microstructure de la couche d'oxyde est observée par rapport aux autres durées d'anodisation. En se focalisant sur le contraste des nuances de gris, le ton à l'intérieur des microcavités est plus clair et la teinte sombre disparaît relativement aux microcavités sur les surfaces à 30 et 60 de durée d'anodisation. Par ailleurs, la profondeur des microcavités diminue tandis que l'épaisseur de la couche barrière augmente pour cette durée (90 min). Ainsi, l'augmentation de la durée d'anodisation conduit à des microcavités de taille plus importante et moins profonde, ce qui implique par conséquent une barrière plus épaisse de la couche de revêtement [15].

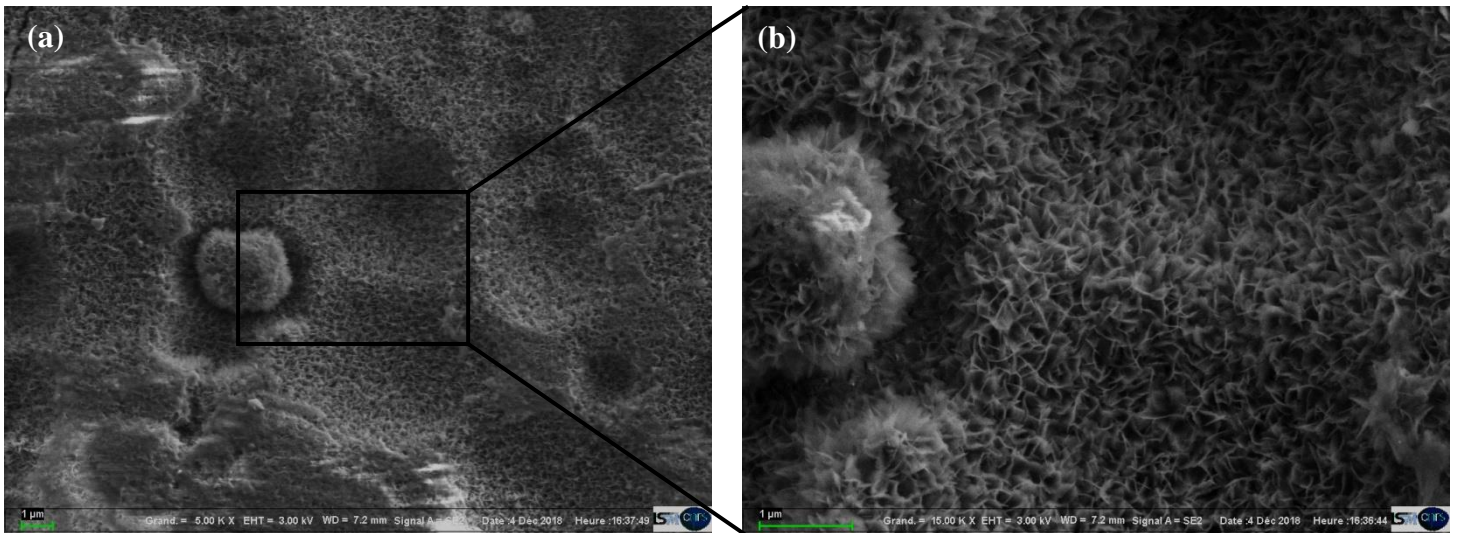


Fig. III.8. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A (Durée 90min) (zone C de la **Fig. III.4c.**) avec un courant d'anodisation de 1 A/dm². **b)** Agrandissement locale.

- **Alliage d'aluminium 5083**

La **Fig. III.9.** montre des observations microscopiques des surfaces anodisées de l'alliage 5083 à différentes durées d'anodisation et les images converties par le logiciel ImageJ. Les observations microscopiques montrent que les surfaces des trois échantillons sont couvertes par des microcavités de tailles variables avec une distribution aléatoire à la surface des revêtements (**Figs. III.9a., b. et c.**). Pour 30 minutes d'anodisation, la surface semble plus

poreuse. Après 90 min de réaction, la surface de la couche montre que les microcavités sont distribuées de manière homogène avec une faible variation de taille. La distance inter-pores est plus uniforme lorsque la durée d'anodisation augmente. De plus, la taille des microcavités augmente légèrement lorsque la durée varie de 30 à 90 min (**Fig. III.9d., 9e. et 9f.**). Le diamètre moyen des microcavités évolue de $27,4 \mu\text{m}$ à $38,7 \mu\text{m}$ lorsque la durée d'anodisation passe de 30 min à 90 min (**tableau III.5.**).

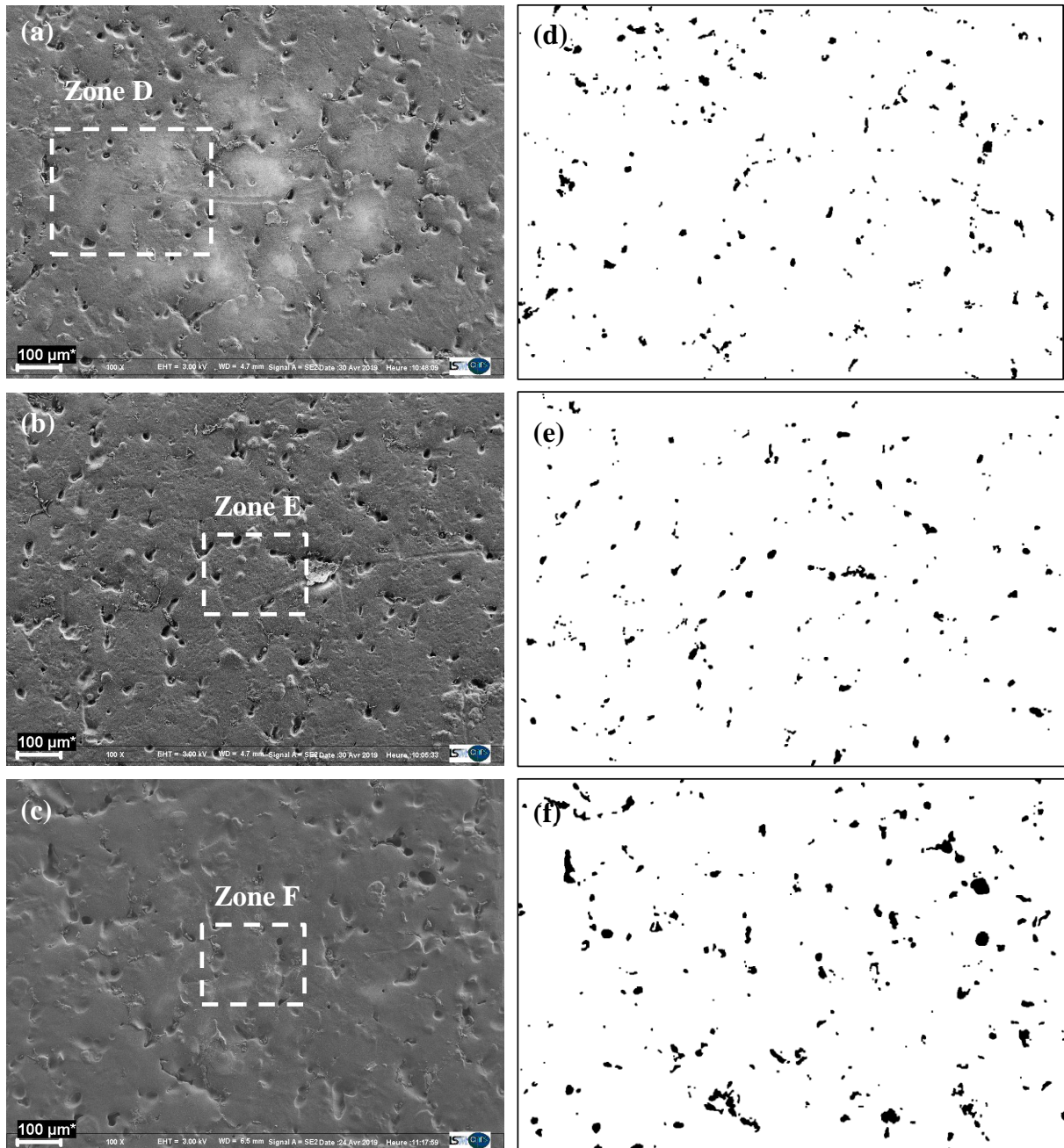


Fig. III.9. Observations au MEB de la microstructure de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'Al 5083 : (a) 30min, (b) 60min et (c) 90min. (d), (e) et (f) les images converties par l'application ImageJ de celles de (a), (b) et (c) respectivement (Courant d'anodisation $1\text{A}/\text{dm}^2$).

L'analyse statistique effectuée sur des images de la surface de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 (**Fig. III.9a., b. et c.**), traitées à l'aide du logiciel ImageJ, confirme les résultats précédents rapportés sur la **Fig. III.10**. Cette figure illustre le nombre de microcavités en fonction de leur taille et surface. Il ressort de ces diagrammes que l'aire des microcavités est de l'ordre d'une dizaine de micromètres carrés. En effet, pour les trois durées d'anodisation, le grand nombre de microcavités est situé dans l'intervalle $[10 - 20 \mu\text{m}^2]$, avec des valeurs d'environ 45, 38 et 32 de cavités pour des durées d'anodisation entre 30 et 90 min. En passant de 20 à $119 \mu\text{m}^2$, le nombre de microcavités diminue progressivement, Cependant, à 30 min, la dispersion du nombre de microcavités est beaucoup plus nette, particulièrement pour les petites surfaces. De plus, le pourcentage de surface couverte par les microcavités augmente de 2,20 à 3,56% lorsque la durée augmente de 30 min à 90 min (**tableau III.5.**). Il provient des **figures III.10b., d. et f.**, que toutes les tailles de microcavités sont supérieures à $10 \mu\text{m}$ pour 30 et 60 min, et sont au-delà de $11 \mu\text{m}$ pour la durée de 90 min. De même, pour une durée d'anodisation de 30 min, l'allure de la distribution du nombre de microcavités en fonction de leurs tailles suit une loi exponentielle avec un pic de 118 microcavités centré entre 10 et $19 \mu\text{m}$ (**Fig. III.10b.**). La taille de microcavité la plus dominante pour une durée de 60 min est comprise entre 10 et $19 \mu\text{m}$ pour une quantité de ~ 95 microcavités. En ce qui concerne la durée 90 minutes, la taille dominante des microcavités est bornée entre 20 et $59 \mu\text{m}$, avec un nombre aux alentours de 65% des microcavités détectées sur la zone étudiée. Ainsi, l'augmentation de la durée d'anodisation permet d'avoir des revêtements poreux plus épais avec des microcavités plus grosses.

Tableau III.5. Caractéristiques de la taille des microcavités pour les trois durées d'anodisation (Alliage 5083)

No Exp.	Exp. 1 (30 min)	Exp. 2 (60 min)	Exp. 3 (90 min)
Taille de microcavité moyenne (μm)	27.4	28.5	38.7
Pourcentage de surface couverte par des microcavités (%)	2.20	1.77	3.56

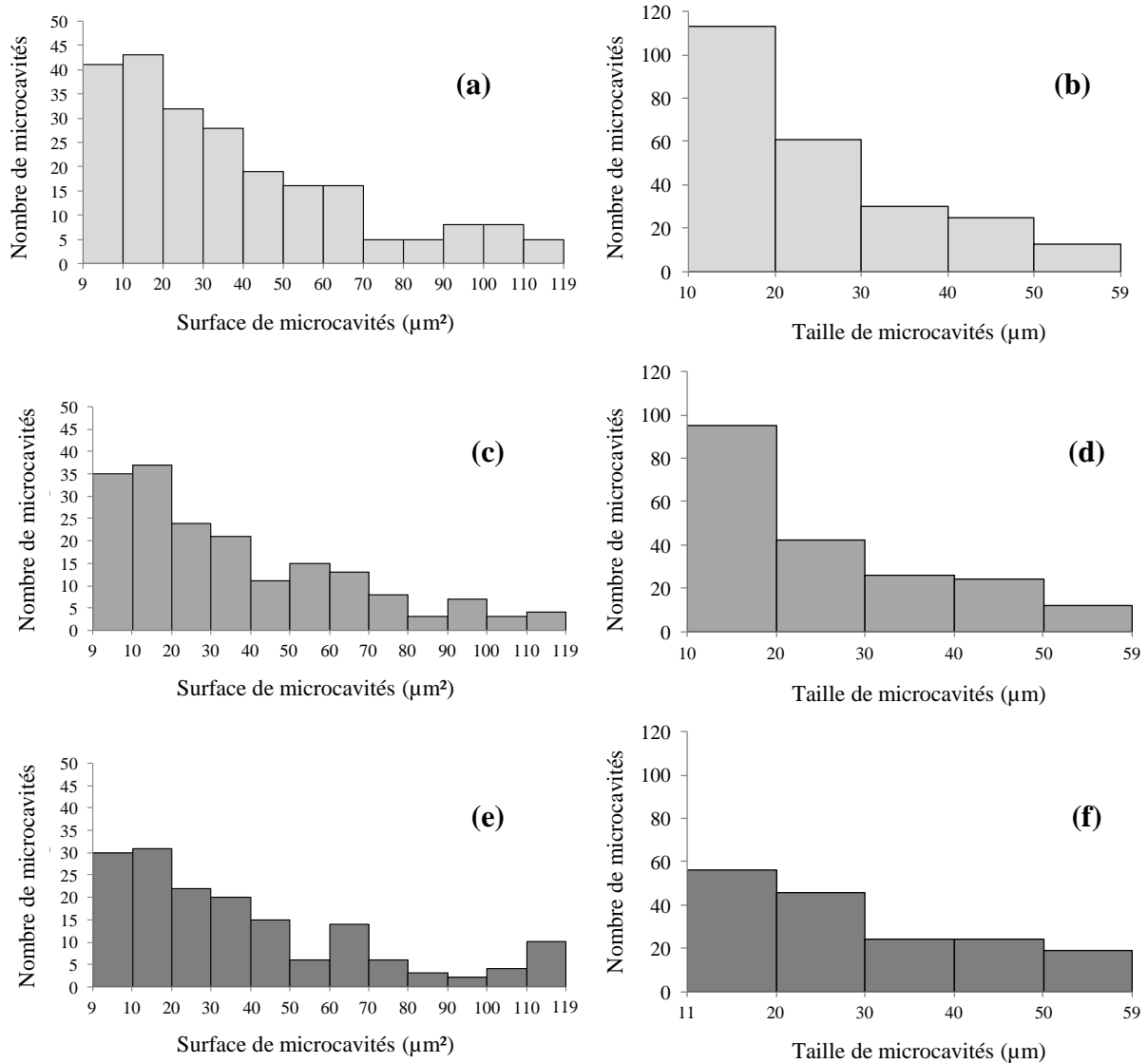


Fig. III.10. Nombre et distribution de microcavités pour différentes durées d’anodisation de l’Al 5083 en fonction de la : (a), (c) et (e) Surface des microcavités. (b), (d) et (f) Tailles des microcavités. (a) et (b) D1 = 30 min. (c) et (d) D2 = 60 min. (e) et (f) D3= 90 min.

Pour étudier l'évolution de la morphologie de la couche d'oxyde de l'alliage d'aluminium 5083, des agrandissements plus importants de différentes zones marquées sur la Fig. III.9. (D, E et F) ont été effectués. La Fig. III.11. présente le grossissement de la zone D de la surface de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 pour une durée d'anodisation 30 min et un courant d'anodisation de 1 A/dm^2 . Elle montre que la surface du revêtement est recouverte de microcavités de différents diamètres. La taille dominante est aux alentours de $\sim 15 \mu\text{m}$ (Fig. III.11a.). À plus fort agrandissement, un phénomène de germination des microparticules a été identifié à l'intérieur de microcavités (Fig. III.11b.).

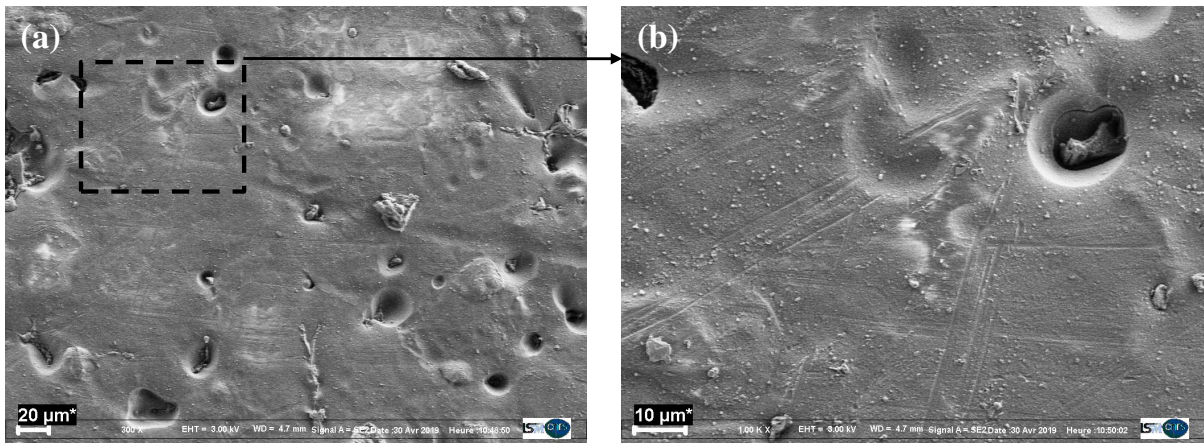


Fig. III.11. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 après 30min d'anodisation (zone D de la **Fig. III.9a.**) avec un courant appliqué de 1 A/dm² et b) Agrandissement locale.

Le grossissement de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 obtenue après 60 min d'anodisation (Zone E) est présenté sur la **Fig. III.12.** Par comparaison avec la couche d'oxyde à 30 min, la morphologie des oxydes présente certaines différences (**Fig. III.12.**). En effet, la microstructure de la couche d'oxyde (à 60 min) montre une augmentation de la taille des microcavités. De plus, les oxydes friables sont plus nettement visibles, de taille variable ne dépassant pas 1 µm en diamètre (**Fig. III.12b.**).

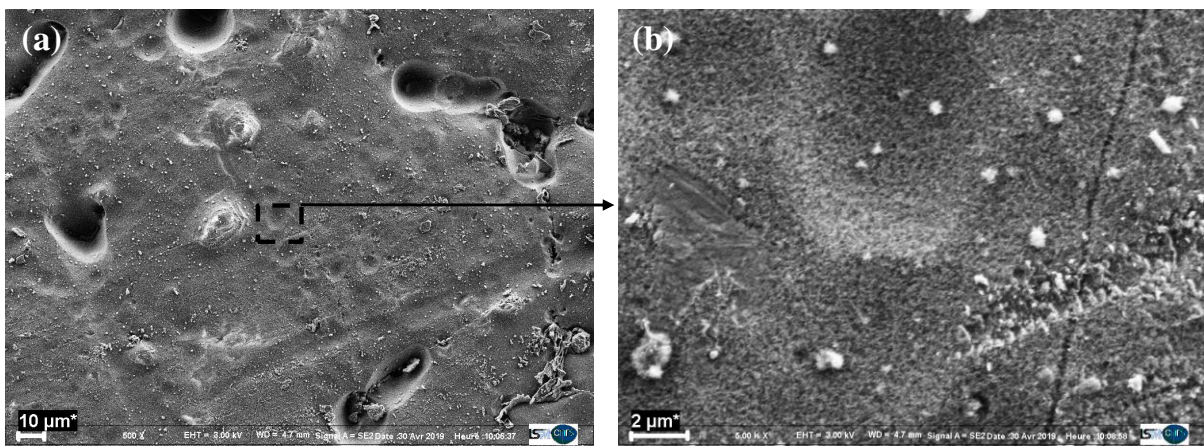


Fig. III.12. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 après 60 min d'anodisation (zone E de la **Fig. III.9b.**) avec un courant d'anodisation de 1 A/dm² et b) Agrandissement local.

Le grossissement de la zone F sur la **Fig. III.9c.** montre une surface moins perturbée lorsque la durée d'anodisation est à 90 min (**Fig. III.13.**). En effet, la surface est couverte d'oxydes friables de taille plus petite que celles mesurées à 30 et 60 min. Par ailleurs, une augmentation plus remarquable de la taille des microcavités est observée. En outre, le diamètre moyen des microcavités est relativement plus grand. La **Fig. III.13a.** montre également l'augmentation de la dispersion des microparticules. Ainsi, une évolution notable de la microstructure de la couche d'oxyde est notée par rapport aux autres durées d'anodisation. En se basant sur le contraste des nuances de gris à l'intérieur des microcavités, la profondeur des microcavités semble diminuer tandis que l'épaisseur de la couche barrière semble augmenter à cette durée (90 min). On peut déduire que l'augmentation de la durée d'anodisation conduit à des microcavités de tailles plus grandes et moins profondes.

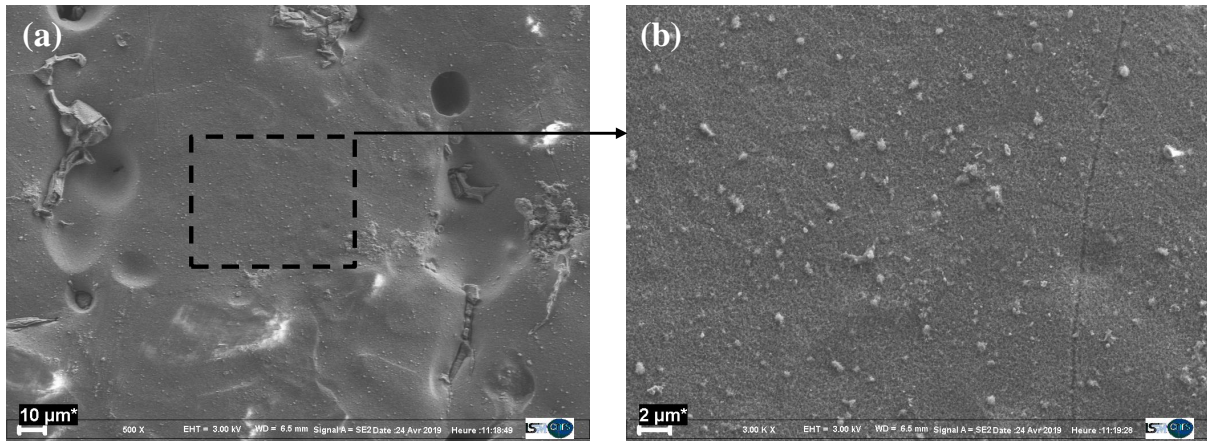


Fig. III.13. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 (Durée 90 min) (zone F de la **Fig. III.9c.**) avec un courant d'anodisation de 1 A/dm². b) Agrandissement local.

3.2. Effet du courant d'anodisation

- Alliage d'aluminium 2017A

Le courant d'anodisation a une influence sur la couche d'oxyde. Les tailles moyennes des microcavités dans les couches anodisées des échantillons 1 et 4 sont reportées dans le **tableau III.6.** Selon ces résultats, il apparaît que l'augmentation du courant appliqué conduit à des microcavités de plus grande taille. En revanche, le pourcentage de surface couverte par les microcavités passe de 5,41 à 3,34% lorsque le courant d'anodisation passe de 1 A/dm² à 2 A/dm². En effet, l'augmentation du courant d'anodisation appliqué conduit à une génération de

chaleur de réaction plus importante, autour de l'échantillon, dans le bain d'anodisation. L'augmentation de chaleur est due à une accélération de la dissolution par oxydation [16]. L'application d'une agitation dans le bain d'anodisation au cours de la réaction assure l'homogénéité de la concentration et de la température de l'acide sulfurique [17].

Tableau III.6. Taille moyenne et surface occupée par les microcavités pour les deux courants d'anodisation (Alliage 2017A)

No Exp.	Exp. 1 (1 A/dm ²)	Exp. 4 (2 A/dm ²)
Taille moyenne des microcavités (µm)	3.9	4.1
La surface totale couverte par des microcavités (%)	5.41	3.34

La **Fig. III.14b.** montre l'image MEB de la microstructure de la couche d'oxyde obtenue, pour un courant d'anodisation égale à 2A/dm² et une durée de 30 min (**Fig. III.14a.**), et sa contrepartie post-traitée avec le logiciel ImageJ.

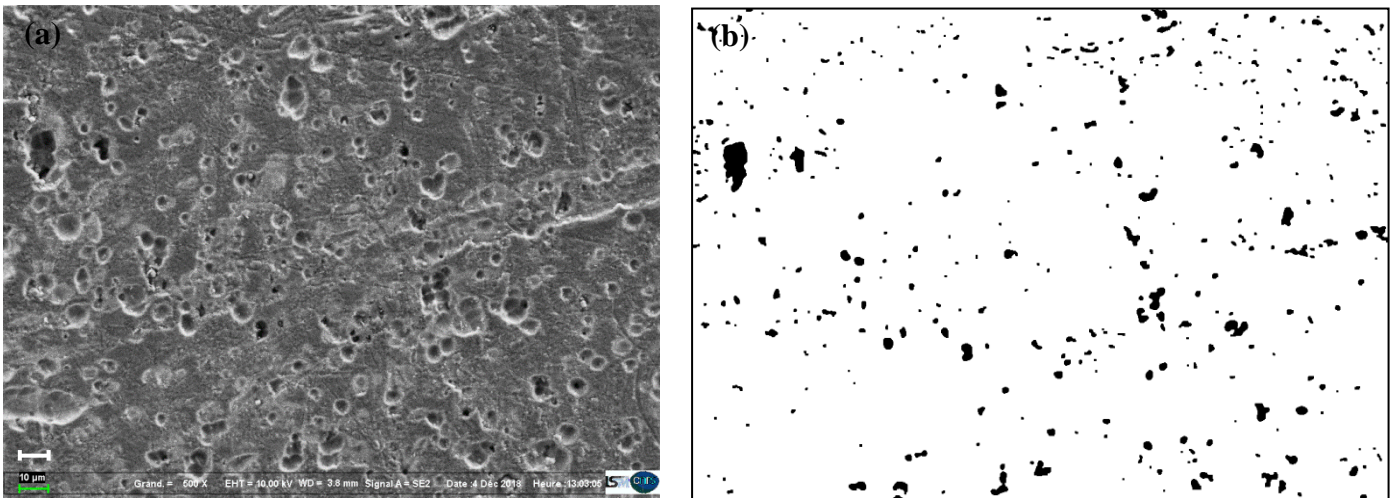


Fig. III.14. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A (courant d'anodisation de 2 A/dm² et une durée 30 min) et **(b)** Correspond à l'image convertie par le logiciel ImageJ.

Les résultats du post-traitement avec ImageJ de l'image MEB de la microstructure sont présentés sur la **Fig. III.15.** On y voit le nombre de microcavités en fonction de la taille des microcavités et de leurs aires estimées sur une partie du revêtement d'aire 55 × 10⁻⁴ mm². Les images analysées par ImageJ sont celles des expériences 1 et 4, c'est-à-dire avec une durée d'anodisation de 30 min et un courant appliqué de 1 et 2 A/dm². Les analyses montrent

que pour 2 A/m^2 de courant appliqué, plus de 150 microcavités de $0,3$ à $0,9 \mu\text{m}^2$ de d'aire ont été identifiées. De plus, la taille la plus dominante des microcavités est comprise entre 2 et $2,9 \mu\text{m}$ pour une quantité de plus de 100 microcavités : les microcavités de taille entre $0,2$ à $1,9 \mu\text{m}$ sont quasiment non détectées pour un courant d'anodisation 2 A/dm^2 . Ainsi, une augmentation du courant appliqué (de 1 A/dm^2 à 2 A/dm^2) conduit à une augmentation de la taille des microcavités de la couche d'oxyde. Par conséquent, plus la vitesse de dissolution d' Al_2O_3 est élevée, plus la taille des microcavités est grande.

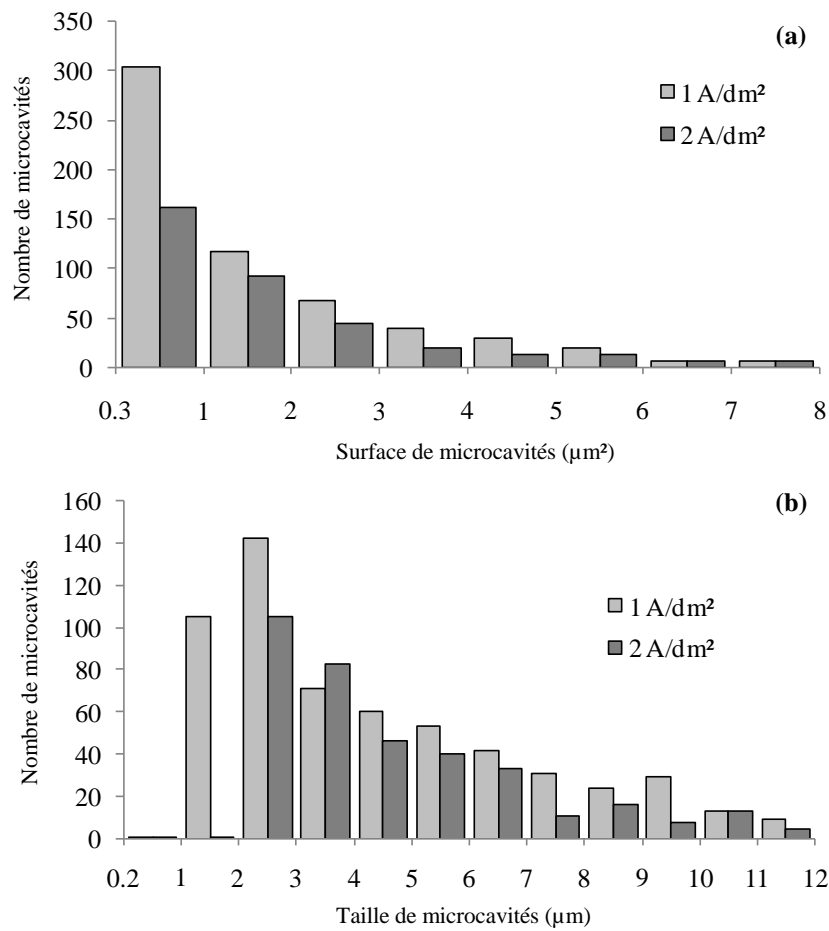


Fig. III.15. Nombre et distribution de microcavités dans une surface d'aire $55 \times 10^{-4} \text{ mm}^2$ pour une durée d'anodisation 30 min de l'alliage 2017A en fonction de la : **(a)** Surface des microcavités et **(b)** Taille des microcavités.

Pour caractériser la microstructure de la couche d'oxyde suite à une augmentation du courant appliqué, des observations MEB sont réalisées de la surface du matériau anodisé pendant 30 min avec un courant de 2 A/dm^2 (**Fig. III.16.**). Une couche d'oxyde plus dense et plus compacte est observée. L'aspect alvéolaire des microcavités est absent. Une structure plus stable prédomine à la surface. Cette évolution microstructurale peut être attribuée à la

vitesse de densification de la couche d'oxyde qui devient supérieure à la vitesse de dissolution, ce qui permet la formation d'une couche plus dense [15]. Par ailleurs, il convient de noter la disparition des nanoparticules d'oxyde friables qui sont plutôt compactées au sein de la couche d'oxyde par un phénomène de germination et de compactage de la couche. En effet, l'augmentation du courant d'anodisation crée une chaleur excessive pendant la réaction, ce qui influence la formation de la couche d'oxyde et sa condensation [18].

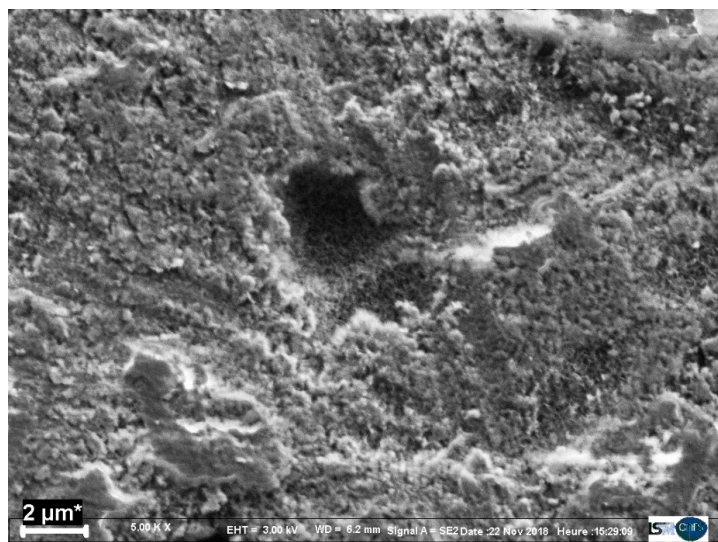


Fig. III.16. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A en appliquant un courant de 2 A/dm^2 pendant 30 min.

- **Alliage d'aluminium 5083**

Dans le **tableau III.7.** sont reportées les tailles moyennes des microcavités ainsi que l'aire totale de la surface couverte par celles-ci dans le cas d'une couche d'oxyde obtenue avec des densités de courant de 1 A/dm^2 (échantillon 1) et 2 A/dm^2 (échantillon 4) pour l'alliage 5083. Ces résultats montrent que l'augmentation du courant appliqué conduit à une faible augmentation de la taille des microcavités. En revanche, le pourcentage de surface couverte par les microcavités passe de 2,20 à 1,91% lorsque le courant d'anodisation passe de 1 A/dm^2 à 2 A/dm^2 .

Tableau III.7. Tailles des microcavités et surfaces occupées par celles-ci pour les deux courants d'anodisation (Alliage 5083)

No Exp.	Exp. 1 (1 A/dm^2)	Exp. 4 (2 A/dm^2)
Taille moyenne des microcavités (μm)	27,4	29,8
La surface totale couverte par des microcavités (%)	2,20	1,91

Une image MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083, obtenue avec un courant d'anodisation égale à 2 A/dm^2 pendant 30 min, et sa contrepartie convertie avec ImageJ sont données dans les **Figs. III.17a. et III.17b.** Le post-traitement avec ImageJ nous a permis de tracer les diagrammes du nombre de microcavités en fonction de l'aire de la surface occupée par celles-ci et de leurs tailles pour deux densités de courant appliqué, à savoir 1 A/dm^2 (échantillon 1) et 2 A/dm^2 (échantillon 4) pendant 30 min. Nous constatons que la taille de microcavités la plus dominante est comprise entre 10 et $19\ \mu\text{m}$ pour plus de 50 microcavités avec un courant d'anodisation de 2 A/dm^2 . Les microcavités qui ont une surface entre 10 et $19\ \mu\text{m}^2$ sont aux alentours de 30 microcavités. Ainsi, la taille de microcavités est plus homogène pour l'échantillon anodisé avec 2 A/dm^2 . Par conséquent, l'augmentation du courant appliqué (de 1 A/dm^2 à 2 A/dm^2) permet d'avoir de microcavités plus grandes. L'observations au MEB à fort grossissement révèle une couche d'oxyde poreuse de taille variable (**Fig. III.19.**) et des microparticules distribuées sur la surface d'une façon aléatoire.

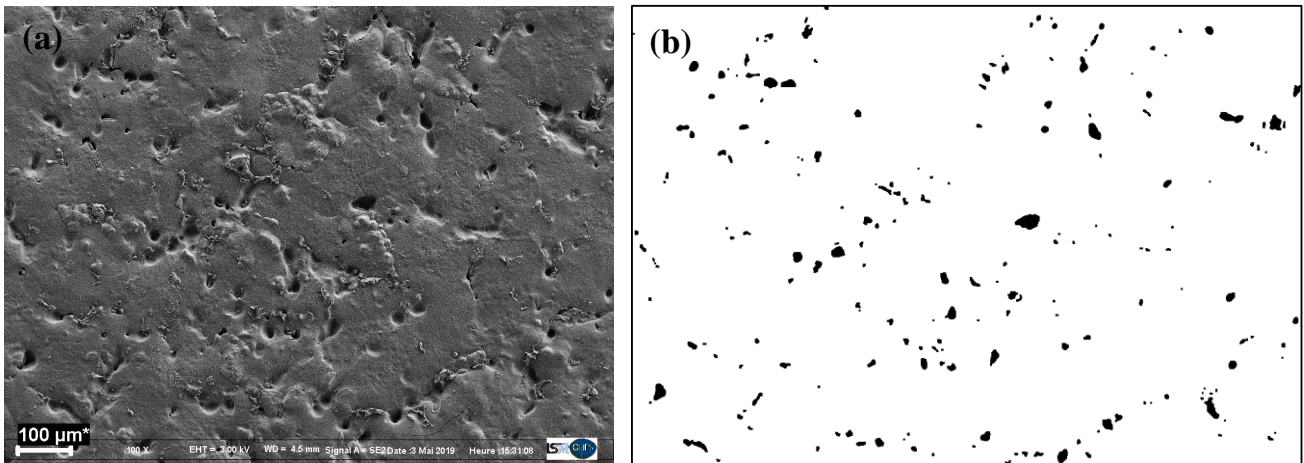


Fig. III.17. a) Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 (courant d'anodisation 2 A/dm^2 pendant 30 min) et (b) Correspond à l'image convertie par le logiciel ImageJ.

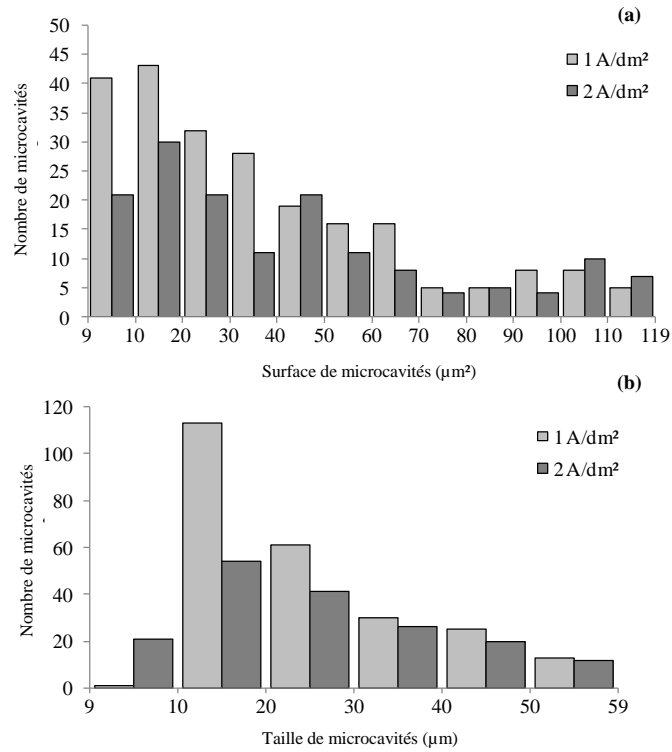


Fig. III.18. Nombre et distribution de microcavités dans une surface d'aire $55 \times 10^{-4} \text{ mm}^2$ pour une durée d'anodisation 30 min de l'alliage 5083 en fonction de la : **(a)** Surface et **(b)** Taille de microcavités.

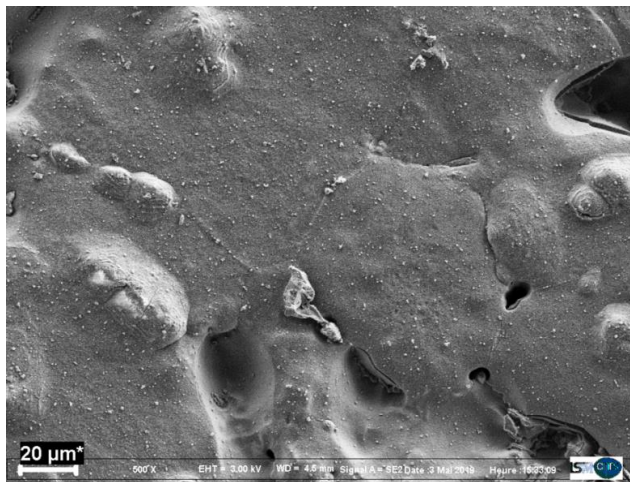


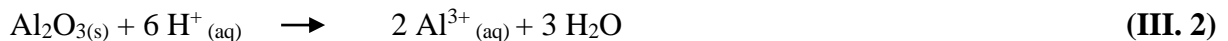
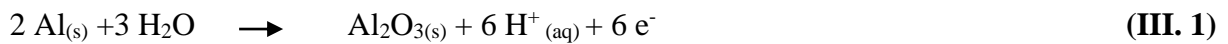
Fig. III.19. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 en appliquant un courant de 2 A/dm^2 pendant 30 min.

4. Mécanismes de nucléation et croissance de la couche d'oxyde

L'anodisation est un traitement électrolytique dans un bain acide sulfurique qui permet de créer une couche d'alumine sur l'alliage d'aluminium. Pour cela, l'alliage d'aluminium est

plongé dans l'acide sulfurique comme une anode avec une distance spécifique avec la cathode en appliquant une densité de courant. Le courant électrique imposé permet de créer un champ électrique, entraînant la migration des cations Al_3^+ entre la couche d'oxyde et l'électrolyte et la diffusion des anions OH^- et O_2^- entre le substrat et la couche d'oxyde, avec génération d'une chaleur d'oxydation.

La couche d'oxyde se décompose en deux parties lors de sa formation. La première partie est la couche inférieure (Aluminium/oxyde) : c'est une couche compacte, nommée couche barrière [19 - 21]. Cette couche prend naissance dès les premières secondes de la formation du film d'alumine. La deuxième partie est la couche supérieure (Oxyde/électrolyte). Elle est plutôt poreuse et se crée après la formation de la couche barrière par dissolution de l'alumine. La croissance de la couche anodique poreuse se poursuit par une compétition entre la vitesse de dissolution du film anodique et la vitesse de création de la couche d'oxyde par la migration des ions Al_3^+ vers l'acide sulfurique dans notre cas [22, 23]. Les deux équations chimiques (III. 1) et (III. 2) décrivent le passage à l'équilibre dynamique de formation de la couche anodique poreuse [24- 26] : la première réaction est relative à la croissance de la couche d'alumine entre le substrat et la couche barrière, la deuxième présente le mécanisme chimique de dissolution de la couche d'oxyde par l'électrolyte.



Nous avons choisi l'alliage 2017A anodisé pendant 30 min pour caractériser la formation et la croissance de la couche d'oxyde. Des analyses EDX sont réalisées sur la section de la couche d'oxyde (point 001) et du substrat (point 002), figure III. 20. L'analyse des spectres montre que le revêtement est constitué exclusivement des éléments Al et O et quelques traces des éléments Si, Mg, S et Ca, provenant de la composition de l'alliage d'aluminium (**Fig. III.20b.**), alors qu'un pic assez large et plus important de l'élément Al est détecté sur le substrat avec quelques traces des éléments Cu, Mn, et Fe (**Fig. III.20c.**).

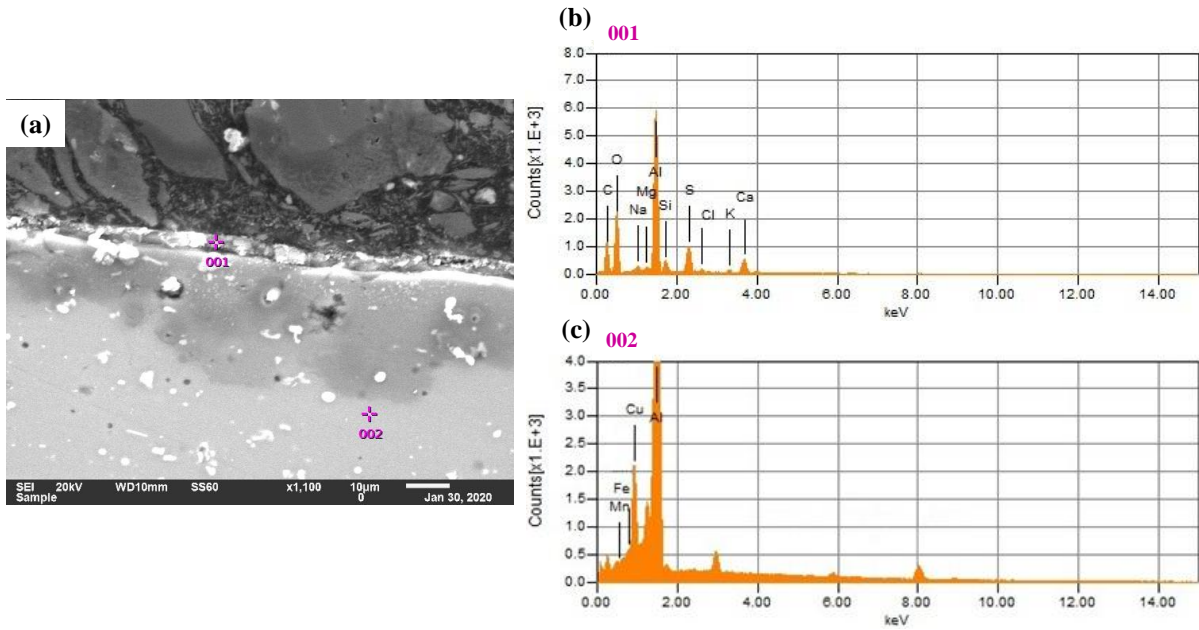


Fig. III.20. (a) Observation MEB de la coupe transversale de la couche d'oxyde pour une durée d'anodisation 30 min (Alliage 2017A). (b) et (c) Analyse EDX des points notés 001 et 002 respectivement de la zone intérieure de la couche d'oxyde et du substrat.

Le revêtement est principalement composé de deux phases : une phase métastable riche en oxydes friables et une autre stable résultante de l'évolution de ces oxydes en couche compacte et plus régulière. Une étude comparative par analyse EDX de la composition chimique des deux phases (**Fig. III.21.**) montre que la particule d'oxyde friable est constituée d'oxygène, d'aluminium et de silicium (point 1, phase métastable) tandis que la couche d'oxyde (point 2, phase stable) est principalement composée de l'élément Si, provenant du substrat d'aluminium Al2017, et d'une quantité très légère d'oxygène et d'aluminium.

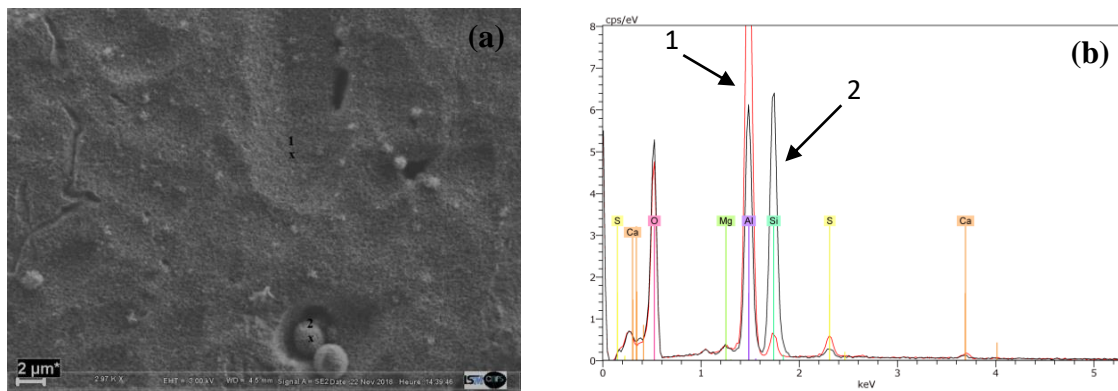


Fig. III.21. a) Observation MEB de la surface de la couche d'oxyde obtenue après 30 min sur l'alliage 2017A. (b) Microanalyse à énergie dispersive par rayons X de deux zones localisées sur la surface de la couche d'oxyde.

Les mécanismes de croissance de la couche de revêtement sont corrélés à l'évolution de la profondeur et la morphologie de la surface du matériau anodisé. Au regard de nos analyses microstructurales et en se basant sur la littérature, nous avons illustré la morphologie de la couche anodisée (**Fig. III.22.**). En profondeur, la croissance de la couche d'oxyde conduit à la formation de deux parties. La partie inférieure, connue sous le nom de couche barrière, correspond à un film d'alumine mince et compact qui se forme rapidement tout au long de la surface de l'aluminium. Chowdhury et al. [27] ont reporté dans leur étude que la forme alvéolaire en surface cache des canaux de forme « U » en profondeur. Cette caractéristique est également observée par Zhiyuan Ling et al. [28], et Woo Lee [29]. Pour établir les mécanismes de germination et de croissance des oxydes en surface de l'aluminium anodisé, nous avons suivi l'évolution des oxydes par balayage de différentes observations et à différentes échelles (**Fig. III.23.**). Une illustration des mécanismes est présentée sans la **Fig. III.24.** Nous distinguons, à fort grossissement, deux morphologies d'oxyde aux échelles nano et micro ; celles d'oxyde friable (**Fig. III.23b.**) et des nanoparticules d'oxyde individualisées (**Fig. III.23c.**). En effet, l'alumine ne se forme pas d'une façon uniforme (**Fig. III.23a.**). Les nanoparticules d'oxyde friable se développent sous une forme globulaire qui s'élève en couche "continue" selon trois étapes. La première étape correspond à la germination de particules nanométriques friables (**Fig. III.23a.** et **Fig. III.24a.**). Au cours de la deuxième étape, les oxydes germés se développent en particules sphériques de quelques microns de diamètre (**Fig. III.23d.**). Il convient de noter que chaque nanoparticule se développe individuellement sans détection de pailles entre les particules (**Fig. III.23d.** et **Fig. III.24b.**). La troisième étape correspond à la coalescence des particules sphériques en amas d'oxyde (**Fig. III.23e.**). Ces amas forment des « tâches » volumineuses plus étroites (**Fig. III.24c.**) avant de s'étaler sous forme de couche (**Fig. III.24d.**). Ainsi, cette analyse met en évidence l'évolution de la taille et de la morphologie des oxydes au cours du traitement surfacique d'anodisation.

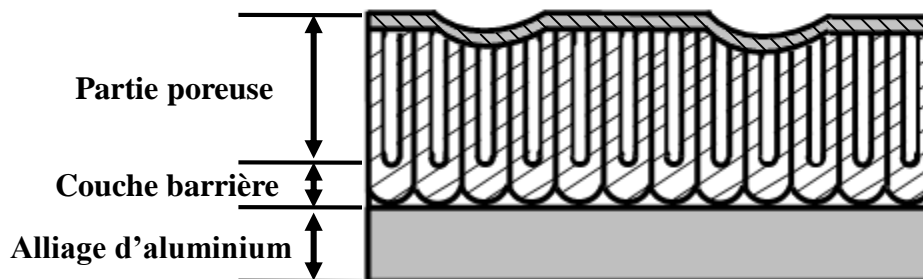


Fig. III.22. Représentation schématique des différentes zones de la couche d'oxyde.

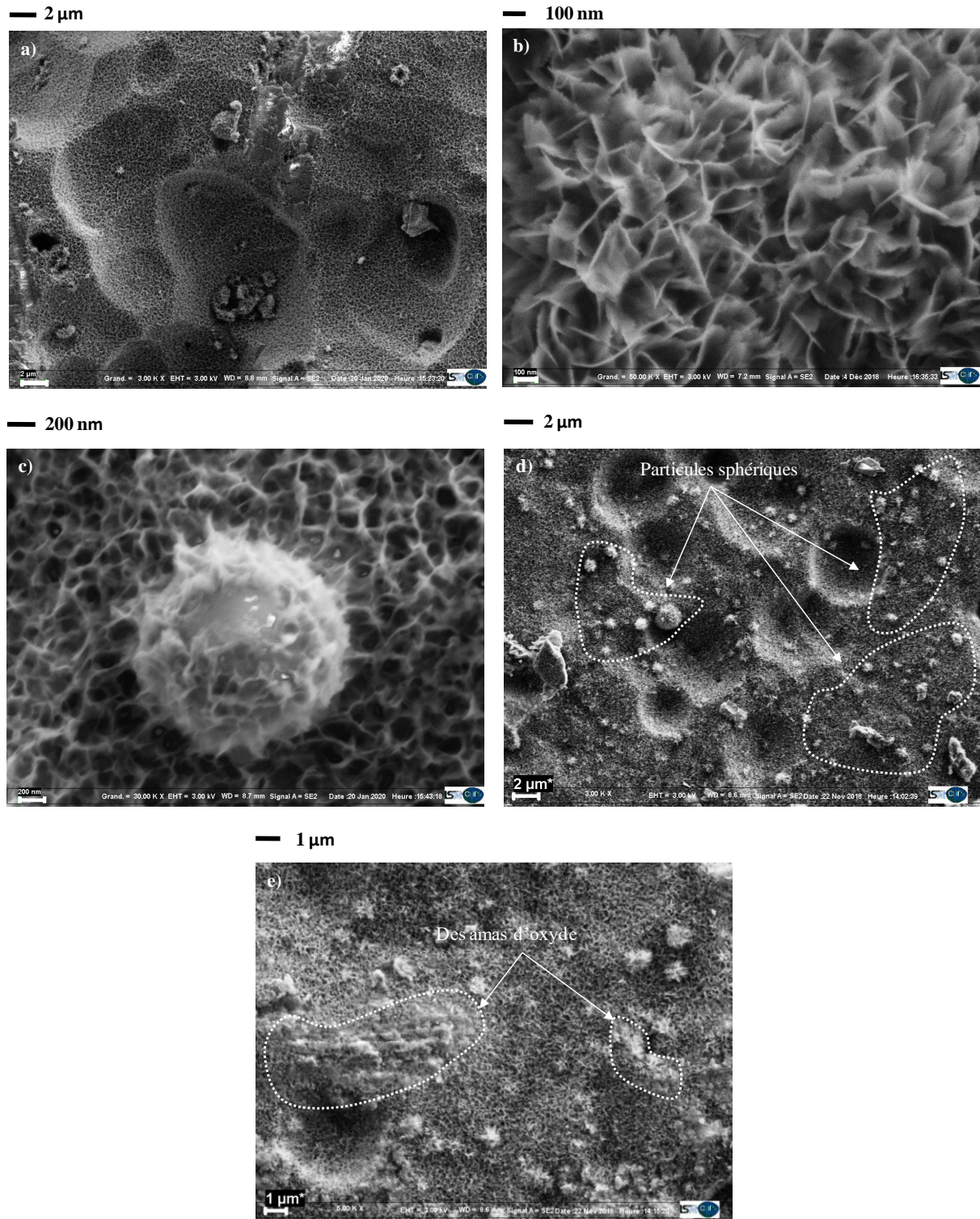


Fig. III.23. Stages de germination et de croissance des oxydes, **(a)** surface en forme de flocons, **(b)** Lettes d'oxyde, **(c)** Nano particule individualisée **(d)** Croissance des oxydes de formes sphériques, **(e)** Formation des amas d'oxyde.

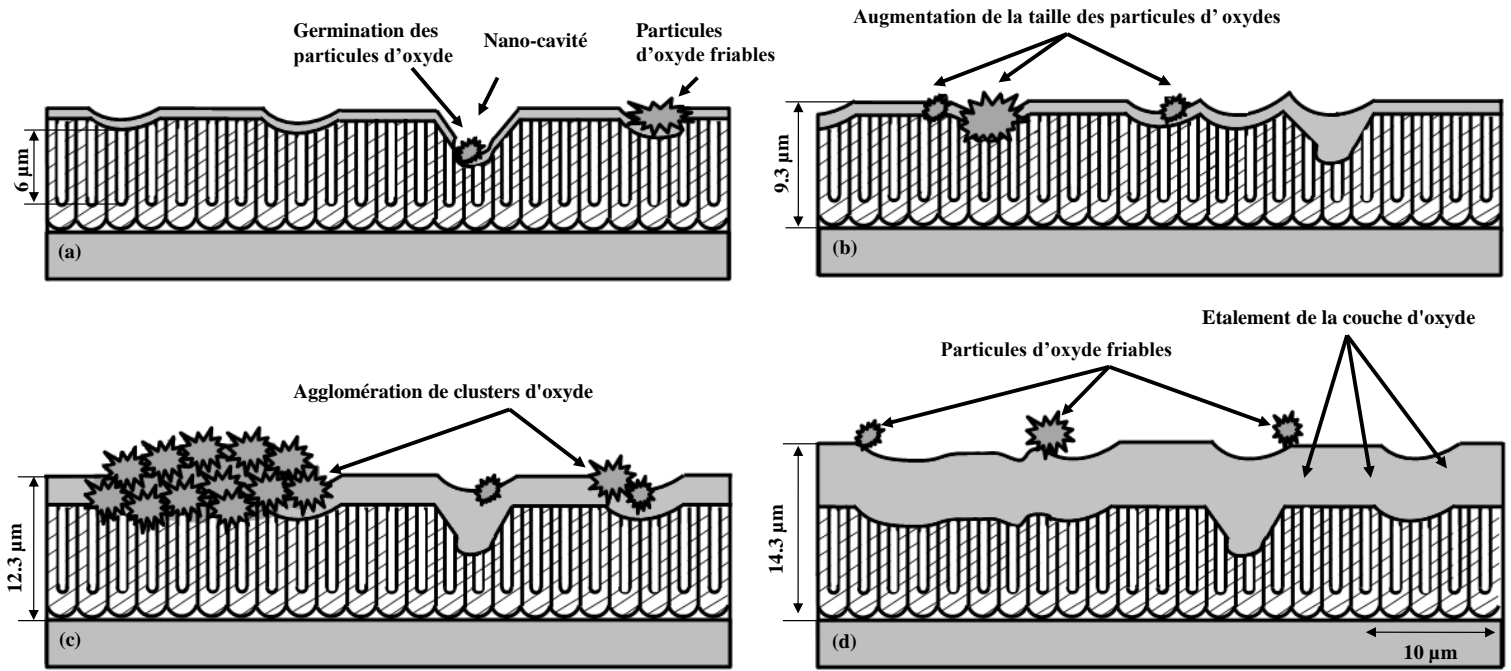


Fig. III.24. Représentation schématique des étapes de formation de la couche d'oxyde.

5. Conclusion

Dans ce chapitre, l'effet de la durée et de la densité du courant d'anodisation sur l'épaisseur et la microstructure de la couche d'oxyde a été étudié, pour les alliages 2017A et 5083. Plusieurs techniques de caractérisation ont été employées. Pour l'analyse de l'épaisseur de la couche d'oxyde, des observations MEB en coupes transversales ont été réalisées. La microstructure et les mécanismes de croissance de la couche d'oxyde ont été analysés par des observations MEB et mesures EDX. La taille et l'aire des microcavités ont été quantifiées avec le logiciel d'analyse d'images ImageJ.

Il est à retenir que l'augmentation de la durée d'anodisation permet d'avoir une épaisseur de la couche d'oxyde et des tailles de microcavités plus importantes. Par contre, le courant d'anodisation a une faible influence sur l'épaisseur de la couche d'alumine. Le magnésium, l'élément d'addition le plus important de l'alliage 5083, facilite la formation de la couche d'oxyde et permet d'avoir des microcavités de grande taille. Le cuivre et le silicium, les éléments d'addition de l'alliage 2017A, assurent la dissolution de la couche et augmentent la porosité.

Ce chapitre a permis également de clarifier et d'étudier les paramètres microstructuraux de la couche d'oxyde, tels que la taille de microcavités, la porosité et

l'épaisseur. Les mécanismes de formation et d'évolution des nanoparticules ont été établis. L'impact de ces caractéristiques sur le comportement tribologique des deux alliages sera étudié dans le chapitre suivant.

Références

- [1] A. Belwalkar, E. Grasing, W. Van Geertruyden, Z. Huang, W. Misiolek, '*Effect of processing parameters on pore structure and thickness of anodic aluminum oxide (AAO) tubular membranes*', J. Membr. Sci. 319 (1) (2008) 192e198.
- [2] Y. Choi, J. Hyeon, S. Bu, T. Bae, '*Effects of anodizing voltages and corresponding current densities on self-ordering process of nanopores in porous anodic aluminas anodized in oxalic and sulfuric acids*', J. Korean Phys. Soc. 55 (2) (2009) 835e840.
- [3] S. Liu, S. Tang, H. Zhou, C. Fu, Z. Huang, H. Liu, Y. Kuang, '*Fabrication of AAO films with controllable nanopore size by changing electrolytes and electrolytic parameters*', J. Solid State Electrochem. 17 (7) (2013) 1931e1938.
- [4] W.J. Stepiñowski, A. Nowak-Stepiñowska, A. Presz, T. Czujko, R.A. Varin, '*The effects of time and temperature on the arrangement of anodic aluminum oxide nanopores*', Mater. Charact. 91 (2014) 1e9.
- [5] Delphine V.-R., Najat C., Emmanuel R., '*Anodizing of multiphase aluminium alloys in sulfuric acid: in-situ electrochemical behaviour and oxide properties*', Electrochimica Acta 211 (2016) 1056–1065.
- [6] Pei Zhang, Yu Zuo, '*Effects of pore parameters on performance of anodic film on 2024 aluminum Alloy*' Materials Chemistry and Physics 231 (2019) 9–20.
- [7] Chuan C., Ngan A.H.W., '*Theoretical Pore Growth Models for Nanoporous Alumina*', Nanoporous Alumina Fabrication, Structure, Properties and Applications, Volume: 219, (2015), 31-60.
- [8] Chung I.C., Chung C.K., Su Y.K., '*Effect of current density and concentration on microstructure and corrosion behavior of 6061 Al alloy in sulfuric acid*', Surface & Coatings Technology, Volume: 313, (2017), 299–306.

- [9] Tzung-Ta K., Yao-Chung C., *'Influence of anodization parameters on the volume expansion of anodic aluminum oxide formed in mixed solution of phosphoric and oxalic acids'*, Applied Surface Science Volume: 288, (2014), 654– 659.
- [10] Delphine V.-R., Najat C., Emmanuel R., *'Anodizing of multiphase aluminum alloys in sulfuric acid: in-situ electrochemical behavior and oxide properties'* Electrochemical Acta, Volume: 211, (2016), 1056–1065.
- [11] S. Theohari, Ch. Kontogeorgou, *'Effect of temperature on the anodizing process of aluminum alloy AA 5052'*, Applied Surface Science 284 (2013) 611– 618.
- [12] Guezmil M., Bensalah W., Khalladi A., Elleuch K., De-Petris Wery M., Ayedi H. F., *'Effect of Test Parameters on the Friction Behaviour of Anodized Aluminium Alloy'* Hindawi Publishing Corporation International Scholarly Research Notices, Volume: 2014, (2014), 1-9.
- [13] Guezmil M., Bensalah W., Khalladi A., Elleuch K., Depetris-wery M., Ayedi H. F., *'Friction coefficient and microhardness of anodized aluminum alloys under different elaboration conditions'* Trans. Nonferrous Met. Soc. China, Volume: 25, (2015), 1950–1960.
- [14] Bao S., Juan L., Xin J., Chuanqiang Z., Qingli H., Xuefeng G., *'Self-ordered hard anodization in malonic acid and its application in tailoring alumina taper-nanopores with continuously tunable periods in the range of 290–490 nm'*, Electrochimica Acta, Volume: 112, (2013), 327– 332.
- [15] Sepúlveda M., Castaño J.G., Echeverría F., *'Influence of temperature and time on the fabrication of self-ordering porous alumina by anodizing in etidronic acid'*, Applied Surface Science, Volume: 454, (2018), 210–217.
- [16] Seung-Jun L., Seong-Jong K., *'Essential anti-corrosive behavior of anodized Al alloy by applied current density'* Applied Surface Science, Volume: 481, (2019), 637–641.
- [17] Chung C.K., Liao M.W., Chang H.C., Lee C.T., *'Effects of temperature and voltage mode on nanoporous anodic aluminum oxide films by one-step anodization'*, Thin Solid Films, Volume: 520, (2011), 1554–1558.
- [18] Sachiko O., Noboru M., *'Evaluation of pore diameter of anodic porous films formed on aluminum'*, Surface and Coatings Technology, Volume: 169 –170, (2003), 139–142.
- [19] W.J. Stepienowski, Z. Bojar, *'Synthesis of anodic aluminum oxide (AAO) at relatively high temperatures. Study of the influence of anodization conditions on the alumina structural features'*, Surf. Coat. Technol. 206 (2) (2011) 265e272.

- [20] N. Tas, altın, S. €Oztürk, N. Kılınç, H. Yüzer, Z.Z. €Oztürk, 'Simple fabrication of hexagonally well-ordered AAO template on silicon substrate in two dimensions', Appl. Phys.A 95 (3) (2009) 781e787.
- [21] L. Zaraska, G.D. Sulka, M. Jaskuła, 'Porous anodic alumina membranes formed by anodization of AA1050 alloy as templates for fabrication of metallic nanowire arrays', Surf. Coat.Technol., 205 (7), (2010), 2432e2437.
- [22] Maryam Mehdizade, Mansour Soltanieh, Ali Reza Eivan, 'Investigation of anodizing time and pulse voltage modes on the corrosion behavior of nanostructured anodic layer in commercial pure aluminum' Surface & Coatings Technology 358 (2019) 741–752
- [23] C.K. Chung, R.X. Zhou, T.Y. Liu, W.T. Chang, Hybrid pulse anodization for the fabrication of porous anodic alumina films from commercial purity (99%) aluminum at room temperature, Nanotechnology 20 (2009)
- [24] F. Li, L. Zhang, R. Metzger, On the growth of highly ordered pores in anodized aluminum oxide, Chem. Mater. 10 (1998) 2470–2480
- [25] S. Theohari, C. Kontogeorgou, Effect of temperature on the anodizing process of aluminum alloy AA 5052, Appl. Surf. Sci. 284 (2013) 611–618
- [26] WEI Xiao-wei, CHEN Chao-yin, 'Influence of oxidation heat on hard anodic film of aluminum alloy', Trans. Nonferrous Met. Soc. China 22 (2012) 2707–2712.
- [27] P. Chowdhury, K. Raghuvaran, M. Krishnan, H.C. Barshilia, K. Rajam, 'Effect of process parameters on growth rate and diameter of nano-porous alumina templates', Bull. Mater.Sci. 34 (3) (2011) 423e427.
- [28] Zhiyuan Ling and Yi Li, 'Mechanisms of Nanoporous Alumina Formation and Self-organized Growth', Nanoporous Alumina Fabrication, Structure, Properties and Applications (2019).
- [29] Woo Lee, 'Structural Engineering of Porous Anodic Aluminum Oxide (AAO) and Applications', Nanoporous Alumina Fabrication, Structure, Properties and Applications (2019).

CHAPITRE IV :

ETUDE DE LA RÉSISTANCE MÉCANIQUE
DE LA SURFACE ANODISÉE AVEC DES
TESTS DE RAYURE

SOMMAIRE

1. Introduction.....	104
2. Caractérisation de la résistance à la rayure de la couche d'oxyde sous l'effet d'une charge fixe	104
2.1. Influence de la durée d'anodisation.....	104
2.2. Influence du courant d'anodisation	114
3. Analyse micrométrique de la résistance à la rayure de la couche d'oxyde sous l'effet d'une charge progressive	120
3.1. Evolution du coefficient de frottement.....	120
3.2. Analyse de la profondeur de pénétration	123
4. Conclusion	130
Références	131

LISTE DES FIGURES

Fig. IV.1. Coefficient de frottement (test de rayure) des échantillons en alliage 2017A anodisés avec un courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$, pendant : (a) $D1 = 30$ min, (b) $D2 = 60$ min, (c) $D3 = 90$ min.....	105
Fig. IV.2. Coefficient de frottement moyen pour les 3 durées d'anodisation	105
Fig. IV.3. Observations MEB de la largeur de la trace de rayure (h) pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) $D1=30$ min (b) $D2 = 60$ min (c) $D3= 90$ min.....	107
Fig. IV.4. Observations MEB des mécanismes d'usure des trois échantillons issus des différentes durées d'anodisation (fort agrandissement) (a) $D1=30$ min (b) $D2 = 60$ min et (c) $D3 = 90$ min.....	107
Fig. IV.5. Courbes de diffraction des rayons X sur la trace d'usure obtenue par le test de rayure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) $D1=30$ min (b) $D2 = 60$ min (c) $D3= 90$ min.....	108
Fig. IV.6. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A avec la variation de la durée d'anodisation : (a) 30 min et (b) 90 min.....	109
Fig. IV.7. Coefficient de frottement issu du test de rayure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083 et avec un courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$. (a) $D1 = 30$ min, (b) $D2 = 60$ min, (c) $D3 = 90$ min.....	110
Fig. IV.8. Coefficient de frottement moyen pour les 3 durées d'anodisation de l'alliage 5083	111
Fig. IV.9. Observations MEB de la trace de rayure (H1) de l'alliage 5083 pour la durée d'anodisation : $D1=30$ min et avec un courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$ (b) Observation de la trace de rayure à fort agrandissement.....	112
Fig. IV.10. Observations MEB de la trace de rayure (H2) de l'alliage 5083 pour la durée d'anodisation $D2= 60$ min et avec un courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$ (b) Observation de la trace de rayure à fort agrandissement.....	112
Fig. IV.11. Observations MEB de la trace de rayure (h3) de l'alliage 5083 pour la durée d'anodisation : $D3= 90$ min et avec un courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$ (b) Observation de la trace de rayure à fort agrandissement	113
Fig. IV.12. Courbes de diffraction des rayons X sur la trace d'usure obtenue avec le test de rayure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083 et le courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$. (a) $D1=30$ min (b) $D3= 90$ min	114

Fig. IV.13. Coefficient de frottement par le test de rayure de l'alliage 2017A anodisé avec un courant $AC = 2 \text{ A/dm}^2$	115
Fig. IV.14. Coefficient de frottement de la couche d'oxyde par le test de rayure pour différents courant d'anodisation de l'alliage 2017A	115
Fig. IV.15. Observations MEB de la largeur de la trace de rayure (h) pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) $AC=1 \text{ A/dm}^2$ et (b) $AC = 2 \text{ A/dm}^2$	116
Fig. IV.16. Observations MEB à fort agrandissement des mécanismes d'usure et courbes de diffraction des rayons X sur la trace d'usure obtenue avec le test de rayure de l'alliage 2017A. (a) $AC = 1 \text{ A/dm}^2$ et (b) $AC = 2 \text{ A/dm}^2$	117
Fig. IV.17. Coefficient de frottement par test de rayure de l'alliage 5083 anodisé avec un courant $AC = 2 \text{ A/dm}^2$	118
Fig. IV.18. Coefficient de frottement de la couche d'oxyde par le test de rayure pour différents courants d'anodisation de l'alliage 5083	118
Fig. IV.19. Observations MEB de la trace de rayure (H4) de l'alliage 5083 pour un courant d'anodisation $AC = 2 \text{ A/dm}^2$ (b) Observation de la trace de rayure à fort agrandissement...	119
Fig. IV.20. Courbes de diffraction des rayons X sur la trace d'usure obtenue par le test de rayure pour différents AC de l'alliage 5083 et avec une durée d'anodisation $D = 30 \text{ min}$. (a) $AC = 1 \text{ A/dm}^2$ (b) $AC = 2 \text{ A/dm}^2$	119
Fig. IV.21. Evolution de la charge normale au cours du test de micro-rayure.....	120
Fig. IV.22. Coefficient de frottement mesuré pendant le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive de l'alliage 2017A pour différentes durées d'anodisation	121
Fig. IV.23. Coefficients de frottement mesurés pendant le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive de l'alliage 2017A pour différents courants d'anodisation.....	121
Fig. IV.24. Coefficient de frottement mesuré pendant le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive de l'alliage 5083 pour différentes durées d'anodisation	122
Fig. IV.25. Coefficients de frottement mesurés pendant le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive de l'alliage 5083 pour différents courants d'anodisation	123
Fig. IV.26. Analyse de profil de la couche d'oxyde de l'Al 2017A pour différentes durées d'anodisation	123
Fig. IV.27. Observations microscopiques des traces d'usure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A avec $AC = 1 \text{ A/dm}^2$. (a) 30 min, (b) 60 min et (c) 90 min.	124
Fig. IV.28. Caractérisations tribologiques par le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive : (a) Profondeur de pénétration et (b) Emission acoustique.....	125

Fig. IV.29. Analyse de profil de la couche de l'Al 2017A pour différents courants d'anodisation	126
Fig. IV.30. Observation microscopique de la trace d'usure de l'alliage 2017A : D = 30 min / AC=2A/dm ²	126
Fig. IV.31. Caractérisations tribologiques par le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive : (a) Profondeur de pénétration et (b) Emission acoustique.....	127
Fig. IV.32. Analyse de profil de la couche anodisée de l'alliage 5083 pour différentes durées d'anodisation	128
Fig. IV.33. Observations microscopiques des traces d'usure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083 avec AC = 1A/dm ² . (a) 30 min, (b) 60 min et (c) 90 min....	128
Fig. IV.34. Caractérisations tribologiques par le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive : (a) Profondeur de pénétration et (b) Emission acoustique.....	129
Fig. IV.35. Analyse du profil de la couche anodisée de l'alliage 5083 pour différents courants d'anodisation	129
Fig. IV.36. Observation microscopique de la trace d'usure de l'alliage 5083 : D = 30 min / AC=2A/dm ²	130
Fig. IV.37. Caractérisations tribologiques par le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive : (a) Profondeur de pénétration et (b) Emission acoustique.....	130

1. Introduction

Ce chapitre présente une étude approfondie pour caractériser la résistance aux rayures de la couche d'oxyde pour différentes durées et différents courants d'anodisation. La relation entre la microstructure de la couche et son comportement tribologique sera traitée selon une approche multi-échelle. Deux types de chargement seront employés : charge fixe et charge progressive.

2. Caractérisation de la résistance à la rayure de la couche d'oxyde sous l'effet d'une charge fixe

La résistance aux rayures des deux alliages d'aluminium anodisés est caractérisée par un test de rayure sous l'effet d'une charge fixe, en fonction de deux paramètres de contrôle : la durée et le courant d'anodisation.

2.1. Influence de la durée d'anodisation

a- Alliage 2017A

L'évolution du coefficient de frottement de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A pour différentes durées d'anodisation est donnée par la **Fig. IV.1**. Pour l'échantillon anodisé pendant $D1=30$ min (**Fig. IV.1a.**), le coefficient de frottement atteint au début du test une valeur maximale égale à 0,45 qui diminue rapidement pour flotter entre 0,25 et 0,35. Concernant la durée $D2=60$ min (**Fig. IV.1b.**), le coefficient de frottement de la couche d'oxyde est plus stable. En effet, la valeur maximale au début de l'essai est à l'ordre de 0,6 puis se stabilise entre 0,4 et 0,5 avec moins de fluctuation. Cependant, pour $D3=90$ min (**Fig. IV.1c.**), le coefficient de frottement de la couche d'oxyde est encore plus stable mais avec une valeur maximale 0,7 qui se stabilise rapidement entre 0,45 et 0,55.

La **Fig. IV.2.** présente le coefficient de frottement moyen pour 30, 60 et 90 min. Nous remarquons que l'augmentation de la durée induit une augmentation du coefficient de frottement moyen de 0,32 à 0,51 pour les mêmes conditions de sollicitation.

Par conséquent, nous pouvons constater que le matériau anodisé avec une durée d'anodisation plus importante se caractérise par un coefficient de frottement plus haut, qui se stabilise plus rapidement.

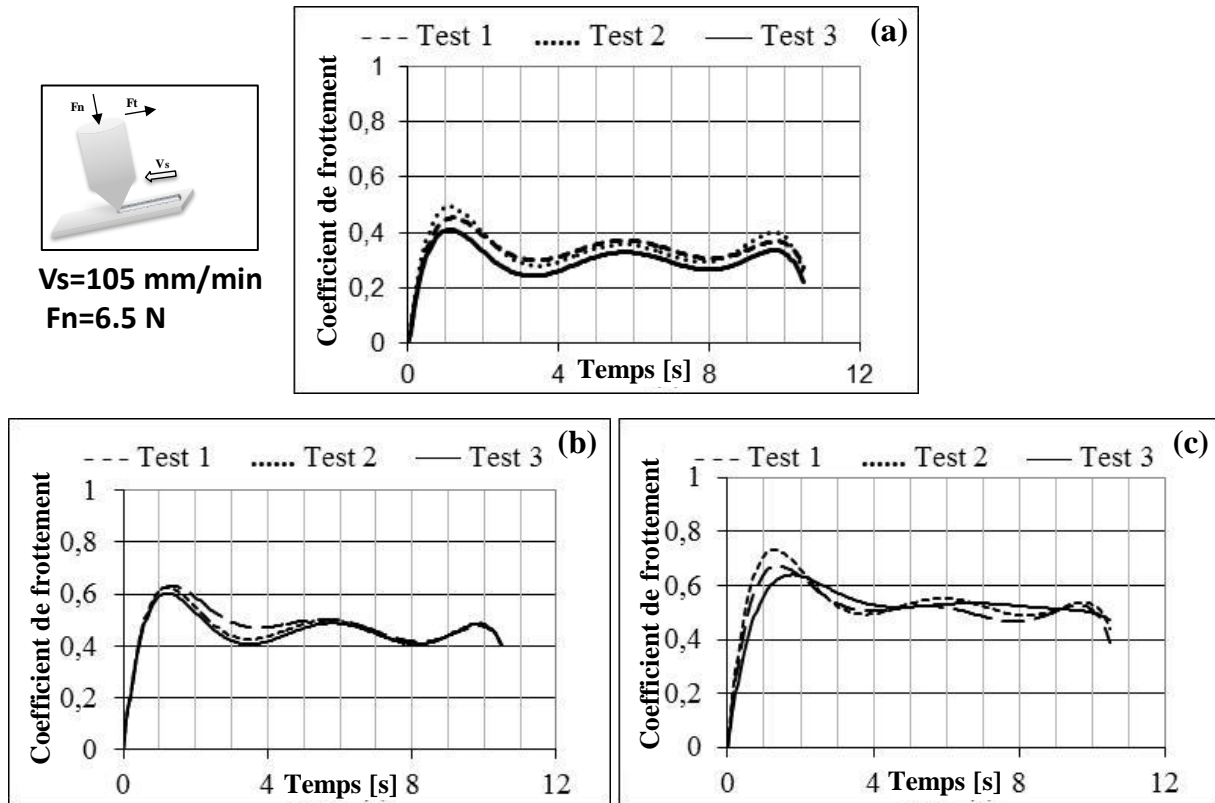


Fig. IV.1. Coefficient de frottement (test de rayure) des échantillons en alliage 2017A anodisés avec un courant d'anodisation AC = 1A/dm², pendant : (a) D1 = 30 min, (b) D2 = 60 min, (c) D3 = 90 min

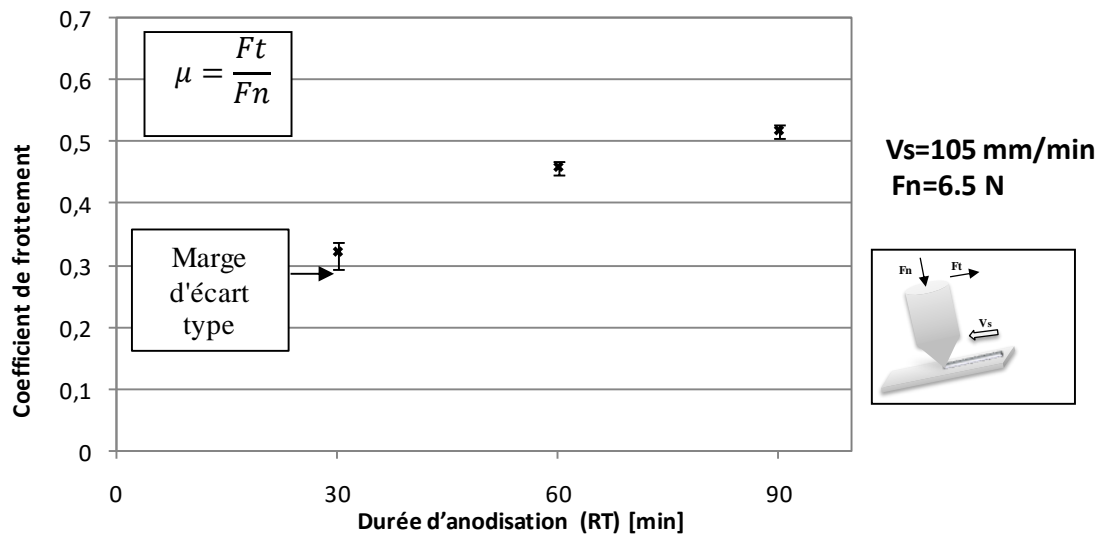


Fig. IV.2. Coefficient de frottement moyen pour les 3 durées d'anodisation

Pour essayer de trouver des explications à cette évolution, des analyses post-mortem des surfaces rayées sont réalisées. En comparant les trois échantillons, avec une évolution croissante de la durée d'anodisation, la largeur de la trace d'usure (H) augmente avec l'augmentation de la durée ; $H_1 = 27 \pm 1 \mu\text{m}$, $H_2 = 67 \pm 1 \mu\text{m}$ et $H_3 = 92 \pm 1 \mu\text{m}$ (**Fig. IV.3.**).

De nombreuses fissures perpendiculaires à la direction de la rayure sont situées sur les bords de la trace pour l'échantillon anodisé pendant 30 min, avec la présence de fines particules d'usure (**Fig. IV.4a.**). Pour l'échantillon anodisé pendant 60 min, une augmentation de la taille des particules d'usure est notée (**Fig. IV.4b.**). La surface est cependant lisse sans fissures, avec des micro-rayures plus longues (**Fig. IV.4b.**). Pour le dernier échantillon, la taille des particules est plus grande. De plus, une aspérité brisée sur la surface de la rayure a été observée (**Fig. IV.4c.**). Shatsov A. A. et al. [1] montrent que, pour les matériaux poreux, la distance entre les microcavités est inversement proportionnelle à la contrainte de mouvement des fissures, ce qui explique la présence des fissures sur la surface frottée de l'éprouvette anodisée pendant 30 min. En effet, la croissance de la taille des microcavités et l'allongement de la distance entre les microcavités relaxant les contraintes dans la zone active. Ceci conduit à la croissance de la portion de contact plastiquement déformée avec une plus grande largeur de rayure, une fragmentation des aspérités et une augmentation du niveau de frottement. Il a été noté à partir de la micrographie de l'échantillon 1 que le mécanisme d'usure abrasif. Il présente des déformations et dommages importants dans la rayure. Les dommages s'accumulent et des fissures se forment et nucléent dans la limite de rayures (**Fig. IV.4a.**). En effet, lors de rayure, une fracture de la couche d'oxyde peut se produire. Le mécanisme d'usure de l'échantillon 2 est clair sur la **Fig. IV.4b.** Avec le caractère fragile de l'oxyde anodique, un détachement des particules d'oxyde se produit. La **Fig. IV.4c.** montre des particules d' Al_2O_3 dans la rayure. Une usure abrasive avec une déformation sévère a été notée pour l'échantillon 3. De toute évidence, l'usure abrasive dominante est la micro-découpe caractérisée par la surface rugueuse rayée (**Fig. IV.4c.**).

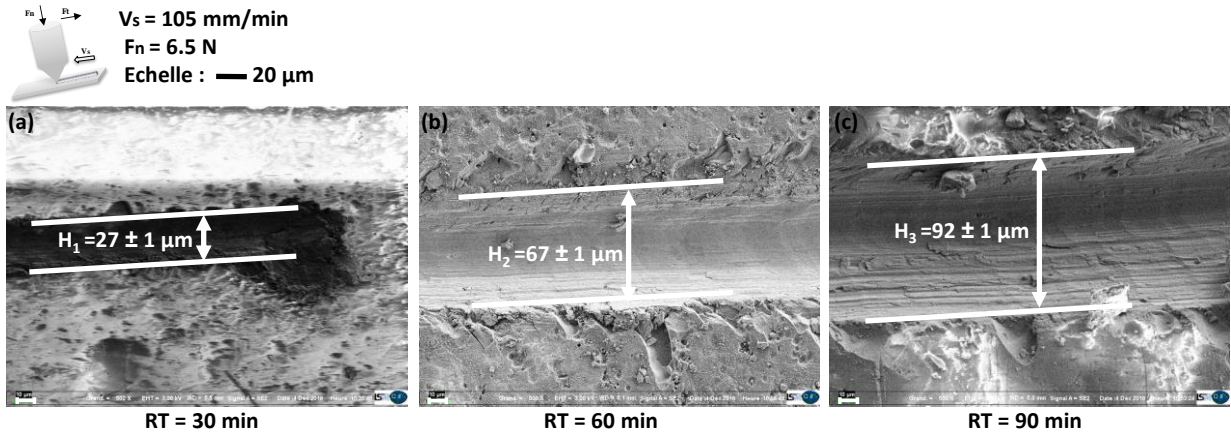


Fig. IV.3. Observations MEB de la largeur de la trace de rayure (h) pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) D1=30 min (b) D2 = 60 min (c) D3= 90 min

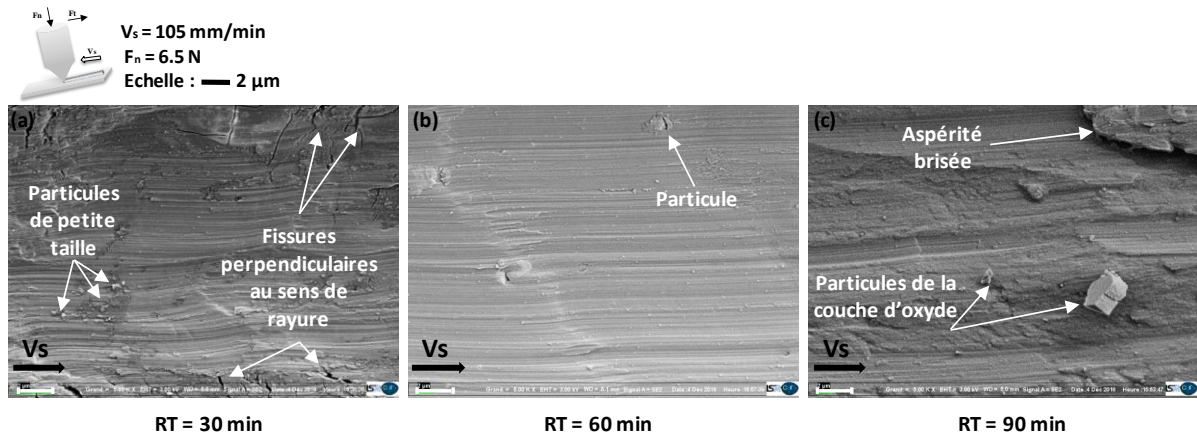


Fig. IV.4. Observations MEB des mécanismes d'usure des trois échantillons issus des différentes durées d'anodisation (fort agrandissement) (a) D1=30 min (b) D2 = 60 min et (c) D3 = 90 min

La **Fig. IV.5a.** présente l'analyse des éléments chimiques des traces d'usure de l'échantillon anodisé pendant 30 minutes. Les résultats EDX montrent la présence des éléments d'aluminium, de silicium, de magnésium et de cuivre qui sont issus de l'alliage d'aluminium. Une quantité d'oxygène (élément de la couche d' Al_2O_3) et des traces de soufre provenant de l'acide sulfurique H_2SO_4 sont également détectées. Ces éléments prouvent qu'il y a un phénomène d'usure sans enlèvement total du revêtement. Pour 90 minutes de durée d'anodisation, la **Fig. IV.5c.** montre une nette croissance du pourcentage massique d'oxygène appartenant aux éléments de la couche d'alumine, ce qui prouve l'existence d'une plus grande quantité de particules d'oxyde usées sur la surface. L'augmentation proportionnelle du pourcentage massique d'oxygène avec la durée d'anodisation prouve que, plus ce paramètre

est important, plus la taille des microcavités et la distance inter-pores sont grandes, et plus la taille de la particule d'oxyde est importante.

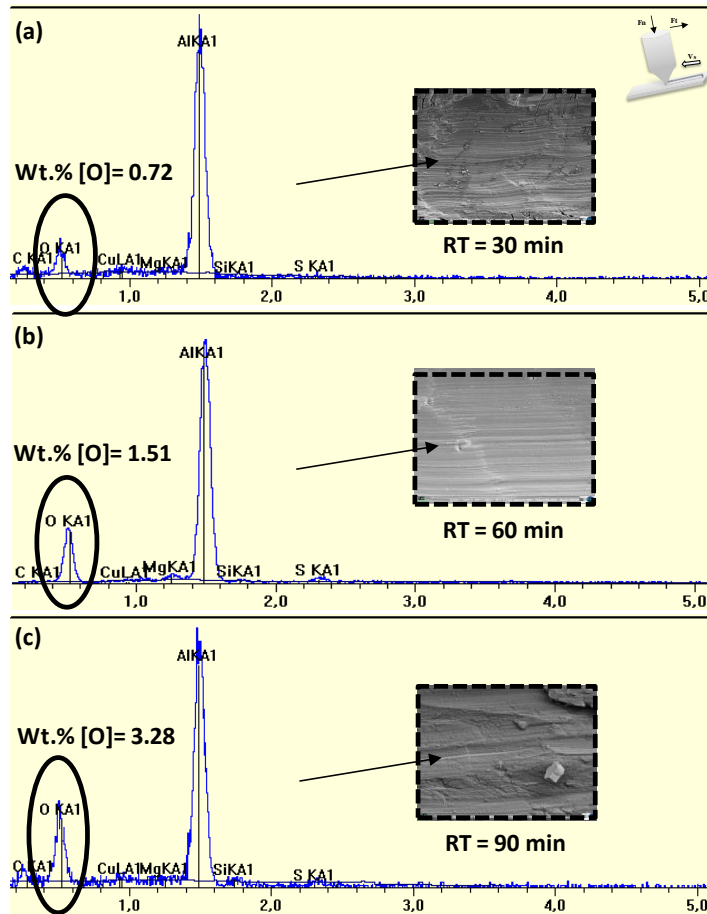


Fig. IV.5. Courbes EDX sur la trace d'usure obtenue par le test de rayure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) D1=30 min (b) D2 = 60 min (c) D3= 90 min

La **Fig. IV.6.** montre la microstructure de la couche d'oxyde pour 30 et 90 min. La **Fig. IV.6b.** montre la diminution de porosité de la couche d'oxyde. De plus, la taille des pores augmente avec l'augmentation de la durée d'anodisation. Ainsi, la diminution de la taille des particules d'oxyde de la phase métastable est remarquable. L'augmentation de la durée de réaction entraîne la dissolution de la couche d'oxyde. Par conséquent, le diamètre des microcavités est plus grand avec moins de porosités.

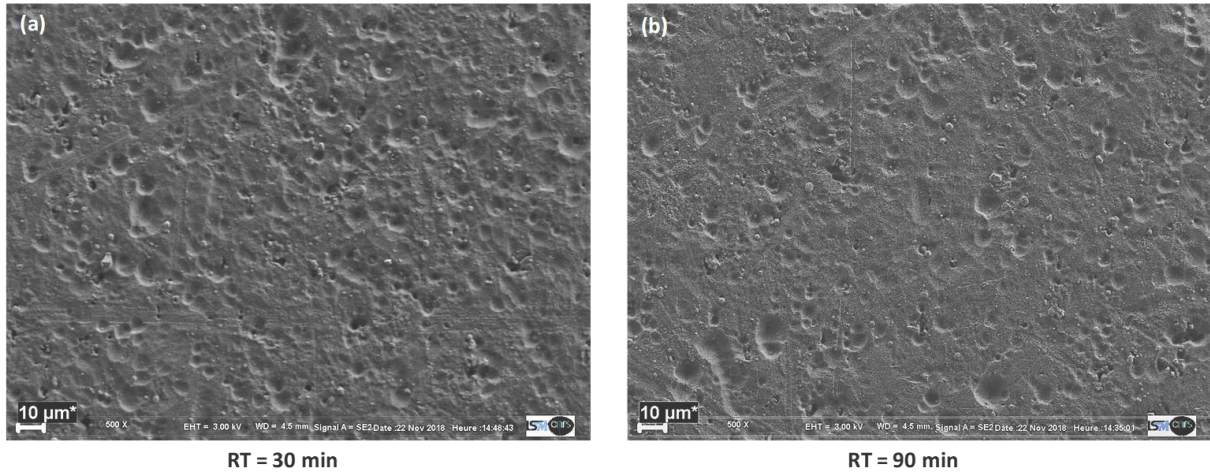


Fig. IV.6. Observation MEB de la microstructure de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A avec la variation de la durée d'anodisation : (a) 30 min et (b) 90 min

Ainsi, en corrélant entre l'évolution du coefficient de frottement et les mécanismes d'usure décrits précédemment, nous concluons que l'épaisseur de la couche d'oxyde influe sur le coefficient de frottement (μ) par le phénomène de pénétration du matériau de base. L'augmentation de la durée d'anodisation crée une couche d'oxyde plus épaisse et entraîne l'ouverture des microcavités, augmentant par conséquent le coefficient de frottement. Cette variation conduit à augmenter les largeurs de rayures en conservant une réponse de frottement plus stable. Yerokhin et al. [2] ont étudié l'effet de l'épaisseur de la couche d'oxyde anodique sur la réponse au frottement. Ils ont constaté que plus l'épaisseur de la couche d'oxyde est grande, plus le coefficient de frottement est élevé. L'augmentation de la taille et la distance entre les microcavités implique des largeurs de rayures plus grandes [1].

b- Alliage 5083

L'alliage 5083 est très sensible aux paramètres d'anodisation et essentiellement à la durée d'anodisation. En effet d'après l'étude de la microstructure et de l'épaisseur de la couche d'oxyde dans le chapitre précédent, les éléments d'addition de l'alliage tels que le magnésium accélèrent la formation de la couche d'oxyde. Par conséquent, l'augmentation de la durée d'anodisation augmente l'épaisseur de la couche d'oxyde et influe sur les paramètres microstructuraux tels que la taille et la distribution des microcavités. La **Fig. IV.7.** montre les courbes du coefficient de frottement mesuré avec le test de rayure à charge fixe, de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 anodisée pendant différentes durées d'anodisation. On observe que

le coefficient de frottement, correspondant à la durée 30 min, est très perturbé. Au début de l'essai, le coefficient atteint une valeur maximale égale à 0,5 et diminue ensuite pour varier entre 0,3 et 0,17. Concernant la durée 60 min, le coefficient de frottement de la couche d'oxyde est stable. En effet, la valeur maximale au début de l'essai est de l'ordre de 0,4 et se stabilise entre 0,3 et 0,2 avec une réponse plus stable. Après 90 min d'anodisation, le coefficient de frottement de la couche d'oxyde est le plus stable. De plus, le coefficient de frottement est entre 0,3 et 0,2 dès le début de l'essai avec une réponse de frottement moins fluctuante. Par conséquent, l'augmentation de la durée d'anodisation de l'alliage 5083 diminue la fluctuation de la réponse de coefficient de frottement de la couche d'oxyde par le test de rayure sous l'effet d'une charge fixe mais n'a pas une forte influence sur la valeur du coefficient de frottement.

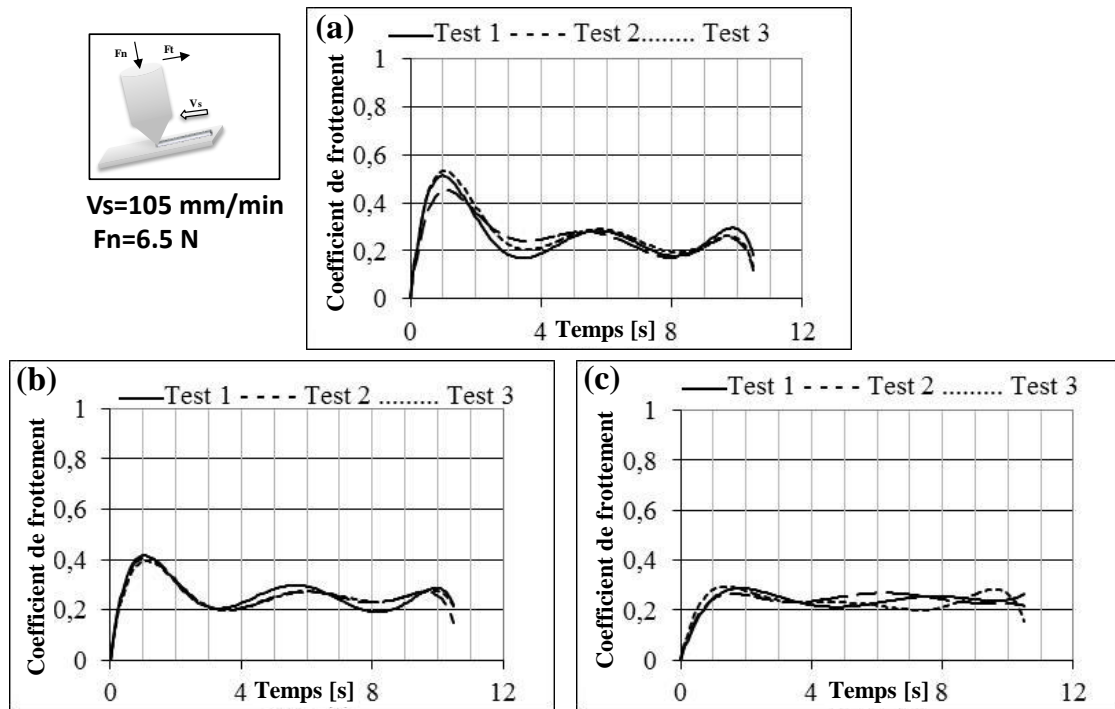


Fig. IV.7. Coefficient de frottement issu du test de rayure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083 et avec un courant d'anodisation $AC = 1 \text{ A/dm}^2$. (a) D1 = 30 min, (b) D2 = 60 min, (c) D3 = 90 min

La Fig. IV.8. présente le coefficient de frottement moyen pour 30, 60 et 90 min. Nous remarquons que l'augmentation de la durée induit une faible variation du coefficient de frottement de 0,17 à 0,25 pour les mêmes conditions de sollicitation.

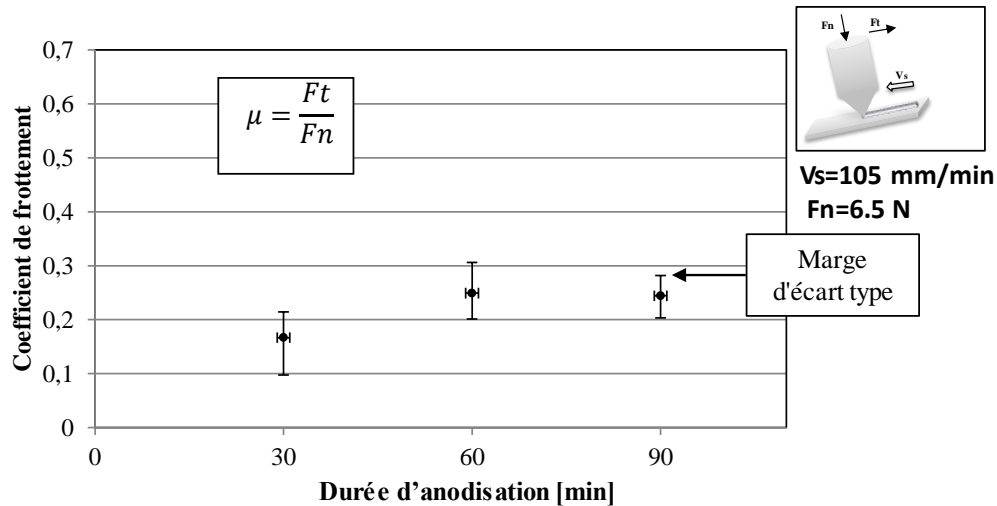


Fig. IV.8. Coefficient de frottement moyen pour les 3 durées d'anodisation de l'alliage 5083

Pour visualiser la trace d'usure, des observations MEB ont été réalisées pour chaque durée d'anodisation de l'alliage 5083. En plus, la largeur de chaque trace d'usure a été mesurée et les mécanismes d'usure ont été analysés. La **Fig. IV.9.** montre les observations MEB de la couche d'oxyde anodisée pendant 30 min de l'alliage 5083, la **Fig. IV.10.** correspond à la trace d'usure de la couche d'oxyde d'une durée d'anodisation 60 min et la **Fig. IV.11.** correspond à celle d'une durée de 90 min. En effet, la largeur de la trace d'usure (H_1) est de l'ordre de 52 ± 1 μm pour la couche anodisée pendant 30 min (**Fig. IV.8a.**). Après une augmentation de la durée d'anodisation jusqu'à 60 min, la largeur de la trace d'usure (H_2) par le test de rayure est égale à 55 ± 1 μm (**Fig. IV.8b.**). Concernant la durée 90 min, la largeur de la trace (H_3) est estimée à 56 ± 1 μm (**Fig. IV.8c.**). L'augmentation de la durée d'anodisation, de 30 à 90 min, a une faible influence sur la largeur de la trace d'usure de l'alliage 5083 qui augmente de seulement 4 μm (de 52 ± 1 à 56 ± 1 μm de largeur). Pour corréler entre la microstructure de la couche d'oxyde et les mécanismes de frottement et d'usure, la **Fig. IV.9.** présente la morphologie de la trace d'usure pour la durée 30 min en utilisant la microscopie électronique à balayage MEB. En effet, plusieurs microfissures sont présentes dans le sens perpendiculaire de la rayure, ce qui montre le cisaillement de la couche. De plus, les lèvres de fissures sont ouvertes, ce qui est une preuve de la profondeur importante des fissures (**Fig. IV.9b.**). La **Fig. IV.9a.** montre une rupture fragile de sens opposé à celui du glissement à l'extérieur de la trace de rayure. Lors du test de rayure, une usure abrasive est générée par la formation d'un lit de poudre à l'intérieur des microcavités de la couche d'oxyde (**Fig. IV.9a.**). Par conséquent, les microcavités de la couche d'oxyde forment des sites d'accommodation de débris d'usure.

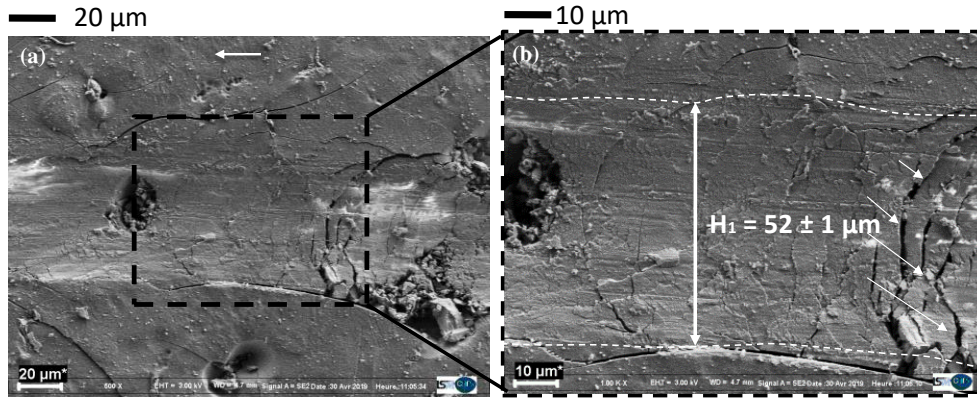


Fig. IV.9. Observations MEB de la trace de rayure (H_1) de l'alliage 5083 pour la durée d'anodisation : $D1=30$ min et avec un courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$ (b) Observation de la trace de rayure à fort agrandissement

Concernant la durée 60 min, la trace de rayure est évidente (**Fig. IV.10a.**). À l'intérieur de la trace d'usure, les microcavités de la couche d'oxyde ont été remplies partiellement par des débris d'usure (**Fig. IV.10a.**). De plus, la taille des particules d'usure augmente par rapport aux débris d'usure de la couche obtenue pendant 30min. D'après la **Fig. IV.10b.**, des microfissures à faible profondeur sont présentes. Les aspérités surfaciques de la couche anodisée sont dures et conduisent à un micro-labour lors du test de rayure sous l'effet d'une charge fixe.

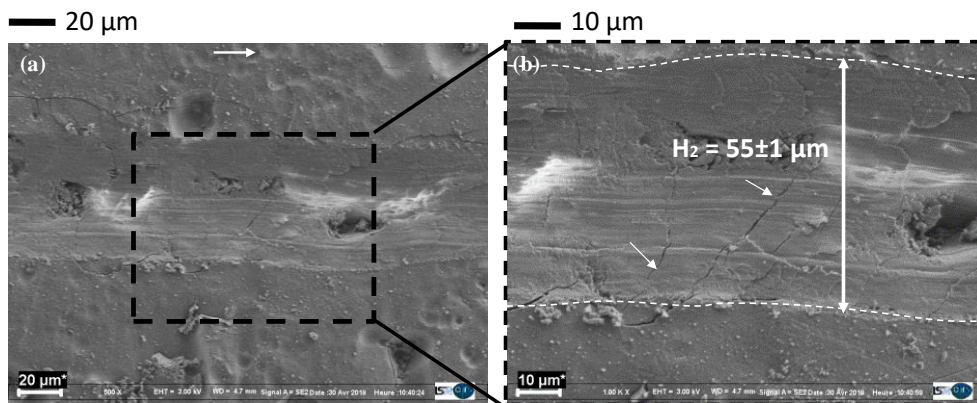


Fig. IV.10. Observations MEB de la trace de rayure (H_2) de l'alliage 5083 pour la durée d'anodisation $D2= 60$ min et avec un courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$ (b) Observation de la trace de rayure à fort agrandissement

La **Fig. IV.11.** montre la trace d'usure de la couche d'oxyde anodisée pendant 90 min. À plus fort agrandissement de la rayure, la **Fig. IV.11b.** montre le compactage des particules d'usure. En effet, les microcavités présentent des sièges d'accumulation des particules d'usure. De plus, aucune microfissure n'est détectée sur la rayure. Pendant le test de rayure, le pénétrateur assure le broyage et le compactage des débris d'usure abrasive due à la déformation plastique des particules d'oxyde.

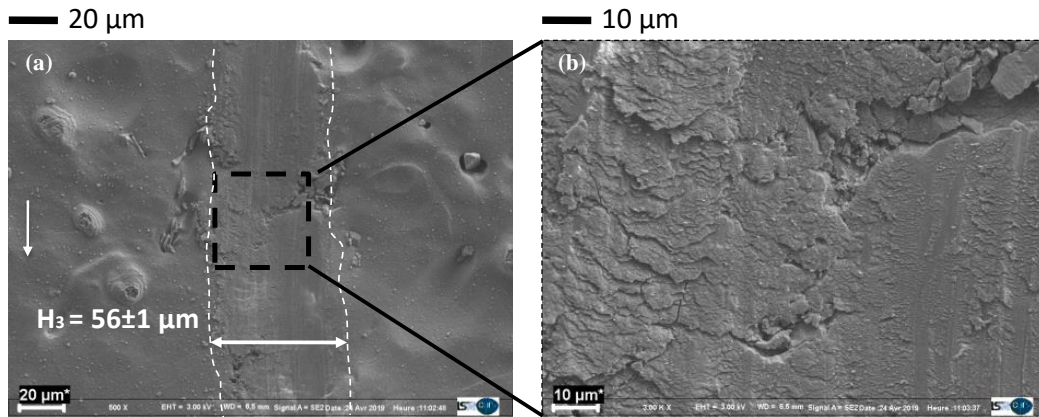


Fig. IV.11. Observations MEB de la trace de rayure (H_3) de l'alliage 5083 pour la durée d'anodisation : $D_3 = 90$ min et avec un courant d'anodisation $AC = 1 \text{ A/dm}^2$ (b) Observation de la trace de rayure à fort agrandissement

Pour mieux comprendre la résistance de la couche d'oxyde aux rayures par le test de rayure sous l'effet d'une charge fixe de l'alliage 5083, des analyses EDX sur les rayures de différentes durées d'anodisation ont été réalisées (**Fig. IV.12.**). Les données EDX pour la durée 30 min montrent la présence d'aluminium et de l'oxygène, ce qui prouve le non décollement de la couche d'oxyde, avec la présence de quelques traces de magnésium qui est un élément important de l'alliage d'aluminium. L'augmentation de la durée d'anodisation jusqu'à 90 min montre que le pourcentage de l'oxygène à l'intérieure de la cicatrice d'usure augmente. Cette augmentation de l'oxygène s'explique par l'absence des microfissures sur la trace d'usure et le compactage des débris d'usure. Par conséquent, l'augmentation de la durée d'anodisation augmente la résistance aux rayures de la couche d'oxyde de l'alliage 5083.

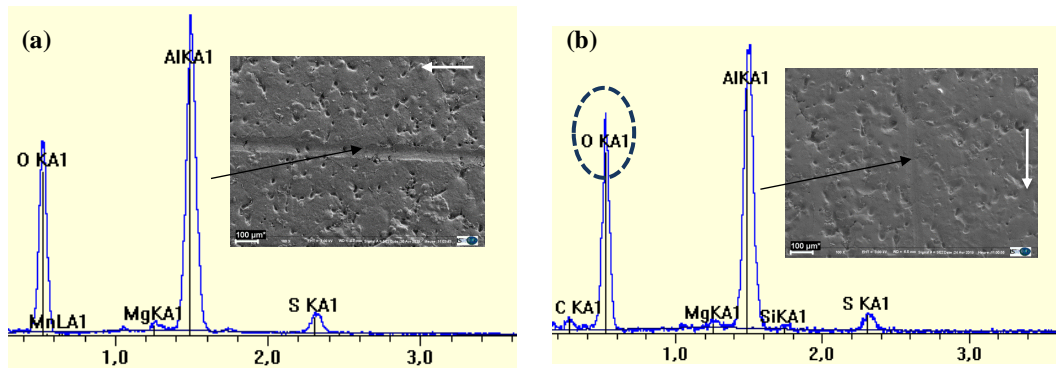


Fig. IV.12. Courbes EDX sur la trace d'usure obtenue avec le test de rayure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083 et le courant d'anodisation $AC = 1A/dm^2$. (a) D1=30 min (b) D3= 90 min

2.2. Influence du courant d'anodisation

a- Alliage 2017A

La **Fig. IV.13.** montre l'évolution du coefficient de frottement issu du test de rayure à charge fixe, de la couche d'oxyde anodisée avec un courant $2A/dm^2$ et une durée de 30 min. Ce coefficient atteint 0,6 comme valeur maximale au bout de 1 seconde, puis décroît vers une valeur de l'ordre de 0, 4 pour les trois tests (**Fig. IV.13.**). La **Fig. IV.14.** montre le coefficient de frottement moyen (μ) de l'échantillon anodisé pendant 30 min avec un courant égal à 1 A/dm^2 (échantillon 1) et 2 A/dm^2 (échantillon 4). Une augmentation du coefficient de frottement (μ) est notée avec l'augmentation de l'AC de la couche d'oxyde de 1 A/dm^2 à 2 A/dm^2 . En effet, la variation du courant alternatif entraîne l'augmentation du diamètre des microcavités et de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Ces variations influent sur l'état de surface et donc sur le coefficient de frottement et la stabilité de la courbe. Par conséquent, le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation de la taille des pores.

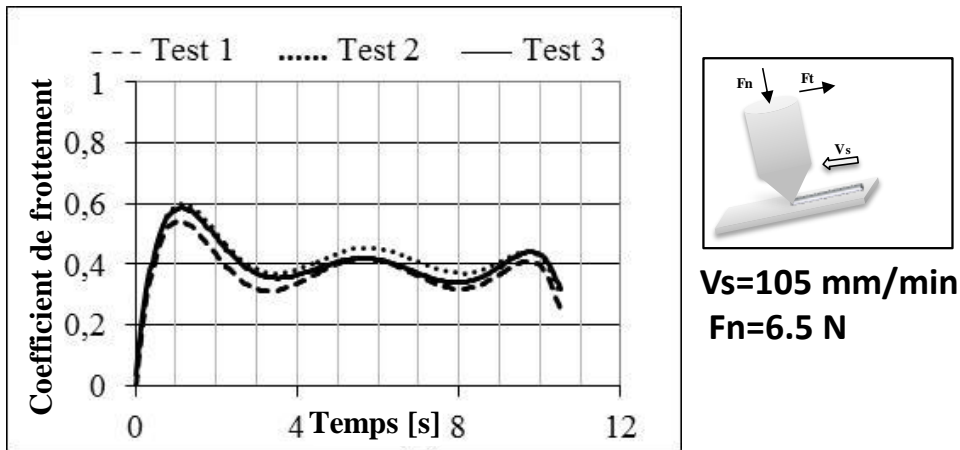


Fig. IV.13. Coefficient de frottement par le test de rayure de l'alliage 2017A anodisé avec un courant AC = 2 A/dm²

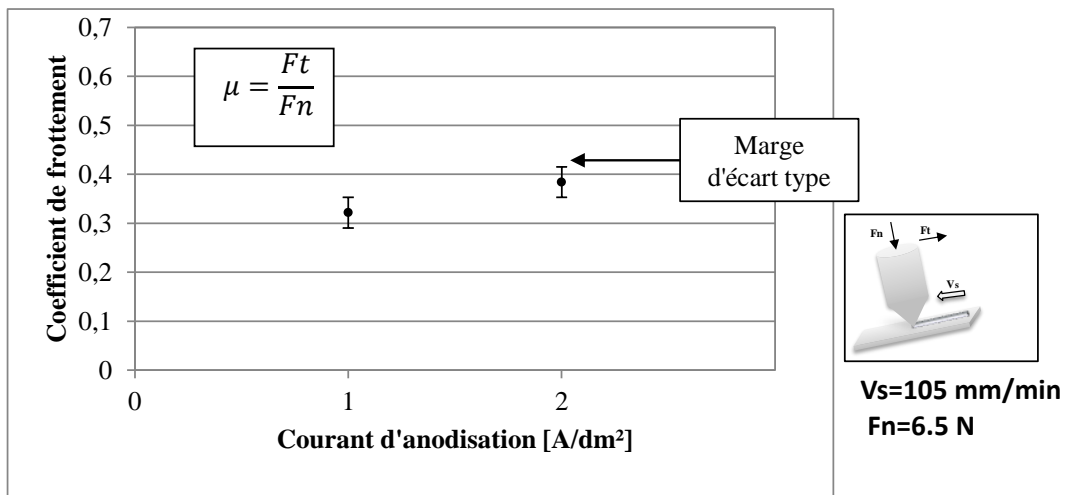


Fig. IV.14. Coefficient de frottement de la couche d'oxyde par le test de rayure pour différents courant d'anodisation de l'alliage 2017A

Pour visualiser les traces d'usure des tests de rayure, des observations MEB ont été réalisées. En utilisant le logiciel ImageJ, la largeur de la trace d'usure (H_4) est estimée à $67 \pm 1 \mu\text{m}$. La trace de rayure est plus large que la rayure obtenue sur l'échantillon 1 (1A/dm²). L'augmentation de la largeur est caractérisée par une distance inter-pore plus importante (**Fig. IV.15.**).

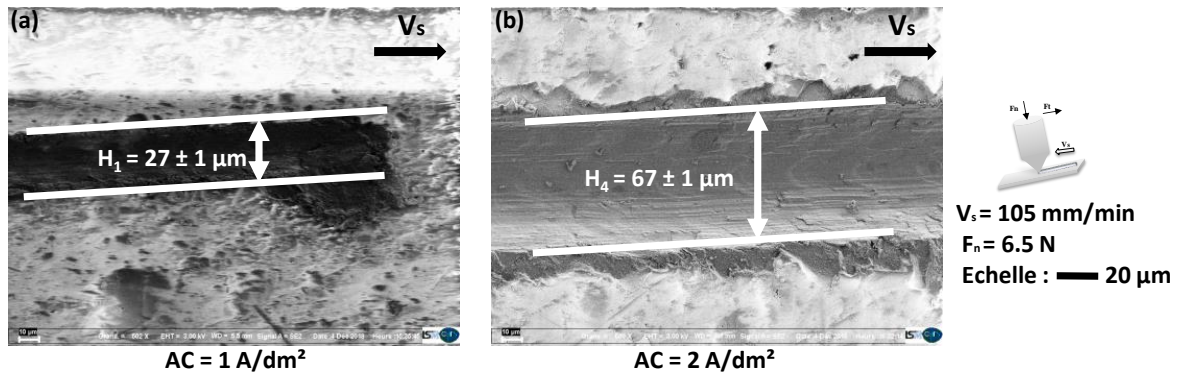


Fig. IV.15. Observations MEB de la largeur de la trace de rayure (H) pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) $AC=1 \text{ A/dm}^2$ et (b) $AC = 2 \text{ A/dm}^2$

Sur cette figure, on observe la présence de microfissures perpendiculaires à la direction de rayure sur la cicatrice d'usure, ainsi que des débris d'usure micrométriques répartis sur cette zone (**Fig. IV.15b**). De plus, on observe la présence d'aspérités superficielles disloquées avec des sillons provoquant la formation des débris. L'analyse EDX (**Fig. IV.16**) confirme le détachement total de la couche d'alumine en identifiant le magnésium, le silicium et le cuivre. Une faible détection de l'oxygène et du soufre prouve la présence de quelques débris d'usure sur la surface. Plusieurs chercheurs [3] ont étudié l'effet de la variation du courant d'anodisation (AC) sur la morphologie de la couche d'oxyde. L'augmentation de l'AC entraîne une augmentation du diamètre des microcavités et une diminution de la porosité [3]. La modification de la microstructure est due à la cinétique de formation de la couche d'oxyde. En modifiant la morphologie de la couche d'oxyde, le courant d'anodisation a une influence sur le comportement tribologique de celle-ci. Le test de rayure ainsi été utilisé pour étudier l'effet de l'AC sur la résistance aux rayures de la couche d'oxyde. C.K. Chung et al. [4] ont étudié l'effet du mode de la tension sur les films d'oxyde d'aluminium nano poreux. Ils ont constaté que l'augmentation du courant alternatif génère de la chaleur à la surface alumine / acide, ce qui augmente la taille des microcavités. R.K. Choudhary et al. [5] ont constaté que l'augmentation du courant d'anodisation conduit à avoir une taille de microcavité plus élevée. Ils ont également établi que la distance inter-pore dépend du courant appliqué de façon linéairement proportionnelle.

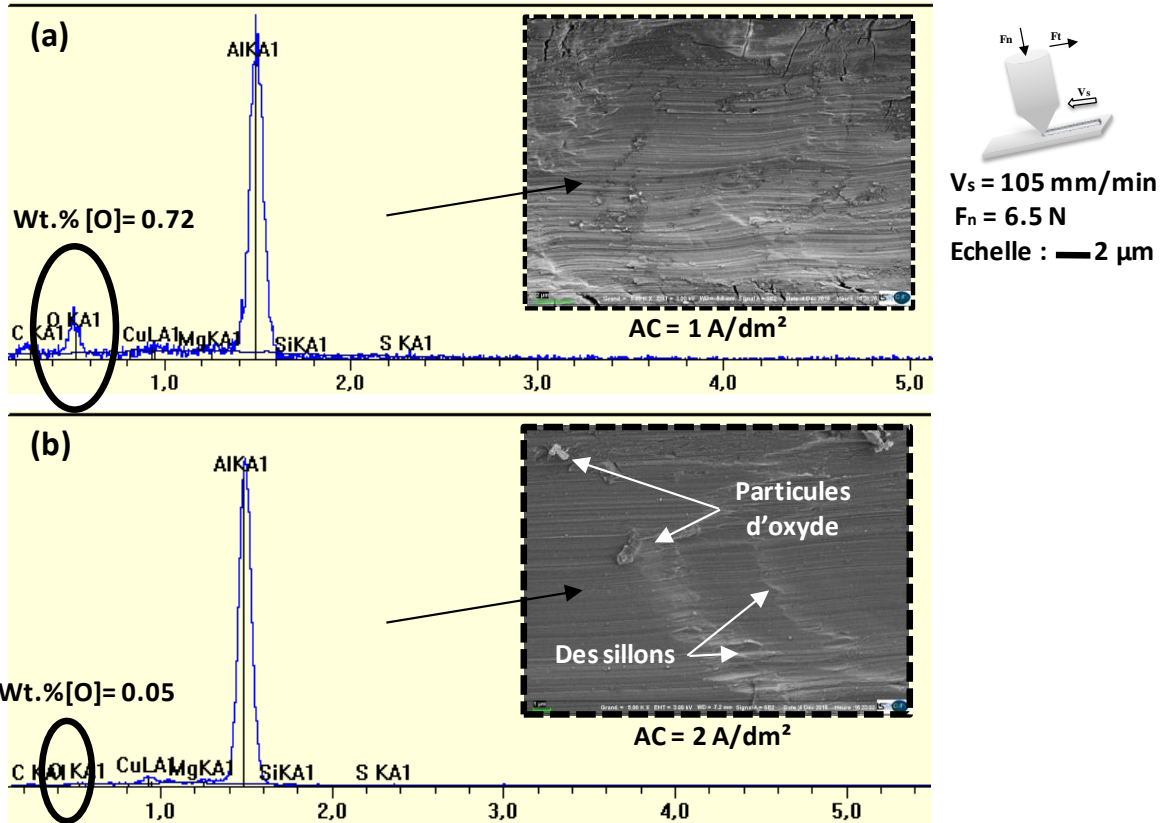


Fig. IV.16. Observations MEB à fort agrandissement des mécanismes d'usure et courbes EDX sur la trace d'usure obtenue avec le test de rayure de l'alliage 2017A. (a) $AC = 1 \text{ A/dm}^2$ et (b) $AC = 2 \text{ A/dm}^2$

b- Alliage 5083

La variation du courant d'anodisation influe sur la microstructure, la morphologie de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 et par conséquent sur la résistance aux rayures de la couche d'oxyde. Ainsi, l'augmentation du courant d'anodisation entraîne celle de l'épaisseur de la couche d'oxyde et celle de la taille des microcavités, mais, diminue la porosité. La **Fig. IV.17.** montre le coefficient de frottement mesuré avec le test de rayure à charge fixe, de la couche d'oxyde anodisée avec une densité de courant 2A/dm^2 . Le coefficient de frottement est de l'ordre de 0,2 et varie très peu avec le temps de l'essai (**Fig. IV.17.**). La courbe de frottement est plus stable avec une phase d'adaptation plus rapide et une valeur plus faible, contrairement à l'évolution du coefficient de frottement mesuré pour l'échantillon 1 ($AC = 1\text{A/dm}^2$) (**Fig. IV.7a.**). En conclusion, l'augmentation du courant d'anodisation permet d'avoir un coefficient de frottement de la couche d'oxyde, mesuré avec le test de rayure à charge fixe, plus stable.

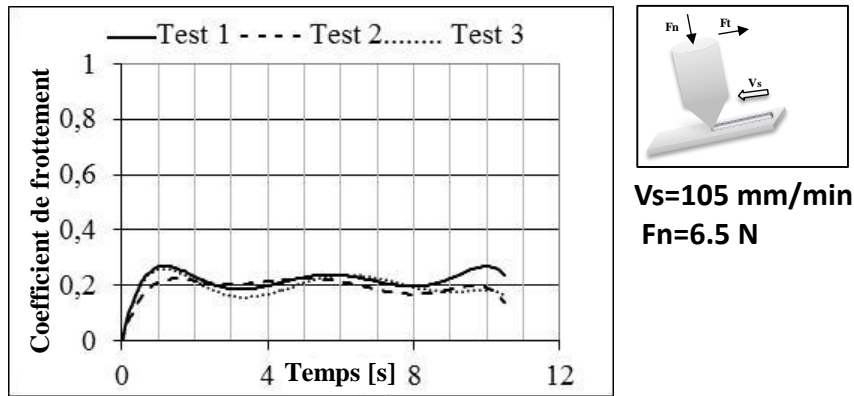


Fig. IV.17. Coefficient de frottement par test de rayure de l'alliage 5083 anodisé avec un courant AC = 2 A/dm²

La **Fig. IV.18.** montre le coefficient de frottement (μ) des échantillons de l'alliage 5083 anodisés avec un courant égal à 1A/dm² (échantillon 1) et 2A/dm² (échantillon 4). Une faible augmentation du coefficient de frottement (μ) est enregistrée suite à l'augmentation du courant d'anodisation de 1 A/dm² à 2 A/dm².

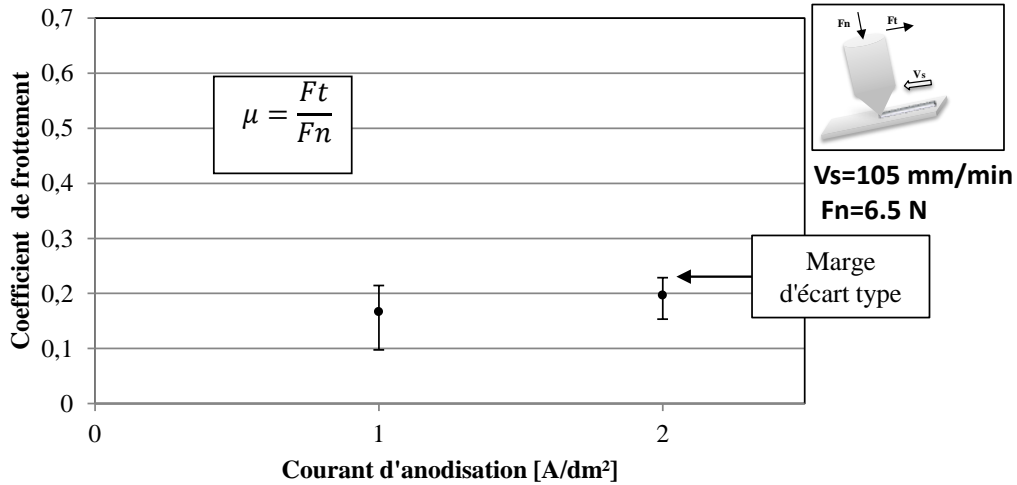


Fig. IV.18. Coefficient de frottement de la couche d'oxyde par le test de rayure pour différents courants d'anodisation de l'alliage 5083

Les observations MEB de la cicatrice de frottement sont illustrées dans la **Fig. IV.19.** La largeur de la trace d'usure de la couche obtenue avec 2A/dm² est de $69 \pm 1 \mu\text{m}$ environ. Cette largeur est plus importante que celle mesurée pour l'échantillon 1 (AC=1A/dm²). La **Fig. IV.19a.** montre le début du compactage des particules d'usure dans la cicatrice de rayure. De plus, les microcavités sont légèrement remplies par des débris d'usure compactés. Le

compactage des particules est généré par le broyage des débris d'usure abrasive et la déformation des particules d'oxyde. Avec une analyse approfondie des observations MEB, des microfissures de faibles longueurs et fréquences sont observées (**Fig. IV.19b.**).

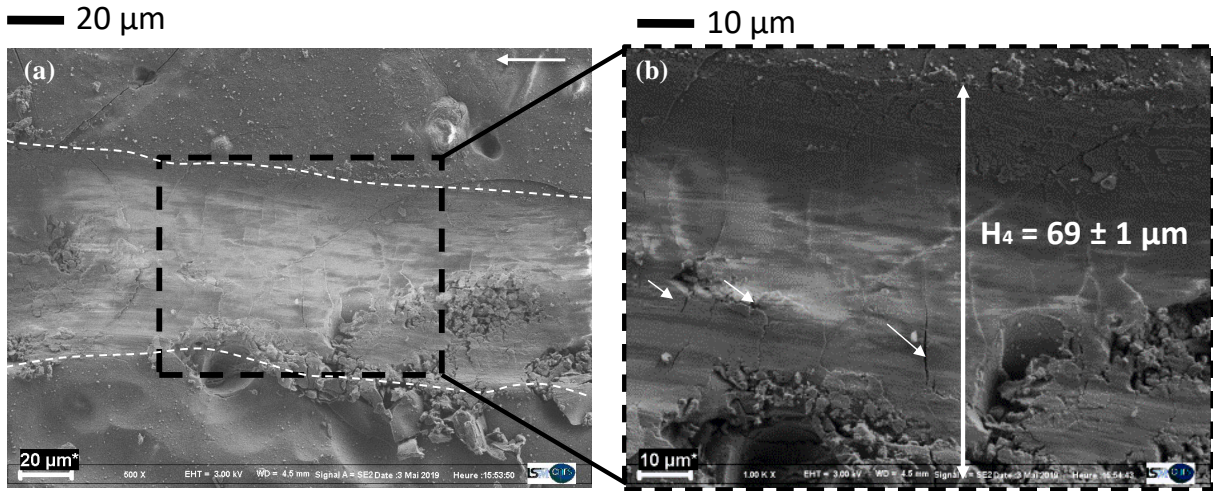


Fig. IV.19. Observations MEB de la trace de rayure (H_4) de l'alliage 5083 pour un courant d'anodisation $AC = 2 \text{ A/dm}^2$ (b) Observation de la trace de rayure à fort agrandissement

Les analyses EDX au milieu de la trace de rayure sont reportées dans la **Fig. IV.20.** Le pourcentage en masse de l'oxygène est constant avec la détection de quelques traces de magnésium pour les deux courants appliqués. Par conséquent, la trace d'usure contient essentiellement de l'alumine (Al_2O_3) ayant pour origine les débris d'usure compactés.

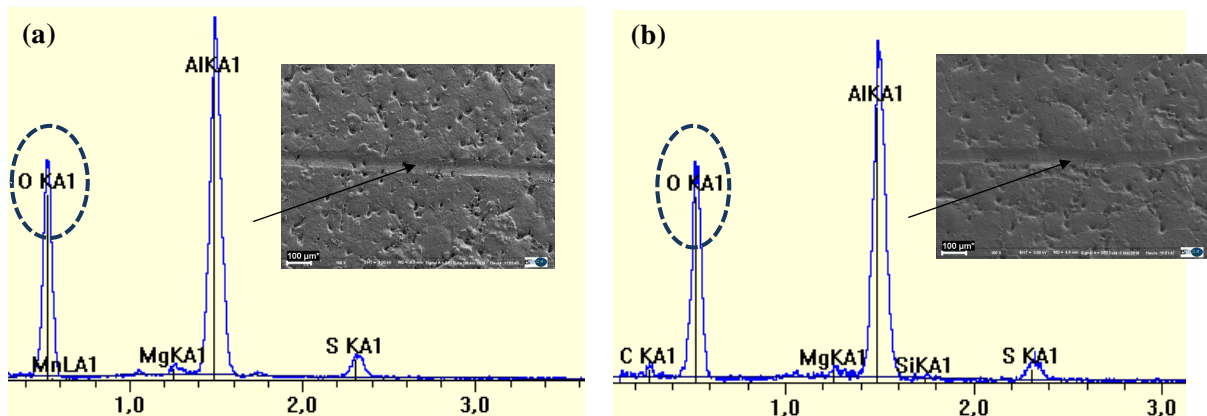


Fig. IV.20. Courbes EDX sur la trace d'usure obtenue par le test de rayure pour différents AC de l'alliage 5083 et avec une durée d'anodisation 30 min. (a) $AC = 1 \text{ A/dm}^2$ (b) $AC = 2 \text{ A/dm}^2$

3. Analyse micrométrique de la résistance à la rayure de la couche d'oxyde sous l'effet d'une charge progressive

Pour approfondir l'étude de la résistance aux rayures de la couche d'oxyde et la résistance aux charges appliquées, un test de micro rayure avec charge progressive a été réalisé. Au cours du test, l'augmentation de la charge est proportionnelle à l'avancement du pénétrateur tout au long de la rayure pour atteindre une charge maximale (**Fig. IV.21.**). Le test de micro rayure a été réalisé sur les deux alliages d'aluminium 2017A et 5083.

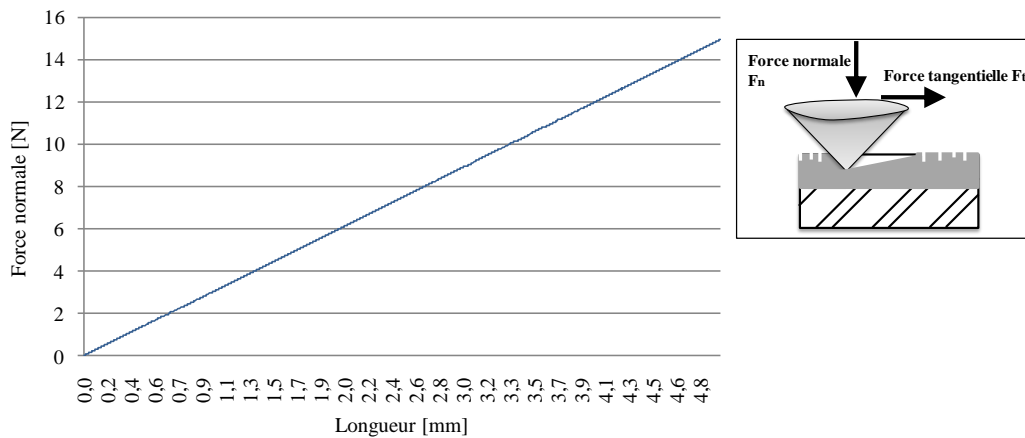


Fig. IV.21. Evolution de la charge normale au cours du test de micro-rayure

3.1. Evolution du coefficient de frottement

a- Alliage 2017A

i. Effet de la durée d'anodisation

Le coefficient de frottement a été mesuré lors du test de micro rayure. Celui-ci évolue d'une façon linéaire et similaire pour les trois durées d'anodisation jusqu'à une charge critique (5,5N). A partir de cette charge, la valeur de coefficient de frottement varie pour chaque durée. En particulier, pour la durée 90 min et à partir de la charge 5,5N, le coefficient de frottement évolue avec une pente plus faible en le comparant avec 30 et 60 min (**Fig. IV.22.**). La valeur maximale du coefficient de frottement est obtenue pour l'échantillon anodisé pendant 30 min, et est de l'ordre de 0,55 à la fin de l'essai. En revanche, concernant 90min, le coefficient de frottement est plus faible, de l'ordre de 0,45 (la valeur maximale du coefficient de frottement). On en conclut que le coefficient de frottement de l'alliage 2017A, mesuré avec le test de micro rayure sous l'effet d'une charge progressive, diminue avec l'augmentation de la durée d'anodisation de l'alliage.

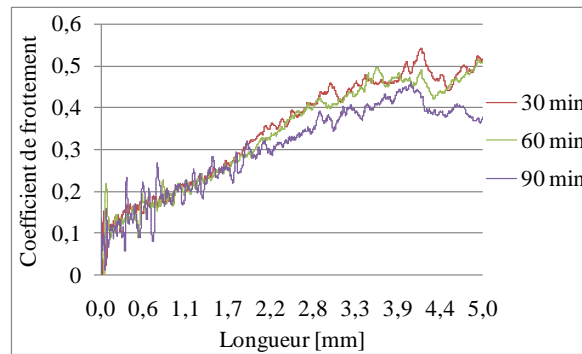


Fig. IV.22. Coefficient de frottement mesuré pendant le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive de l'alliage 2017A pour différentes durées d'anodisation

i. Effet du courant d'anodisation

Le courant d'anodisation influe sur le comportement tribologique de la couche d'oxyde. La **Fig. IV.23.** montre l'évolution du coefficient de frottement de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A avec AC égale à 1 et 2 A / dm². Les valeurs maximales du coefficient de frottement sont de 0,53 et 0,45 environ pour le premier échantillon (AC=1A/dm²) et le deuxième échantillon (AC=2A/dm²) respectivement (**Fig. IV.23.**). À partir d'une charge normale de 5N (correspondant à 1.7mm de longueur de rayure), la courbe du coefficient de frottement devient plus fluctuante pour les deux courants d'anodisation. De plus, le coefficient de frottement augmente plus rapidement pour le courant d'anodisation 1A/dm². Par conséquent, le coefficient de frottement issu du test de micro rayure sous l'effet d'une charge progressive est plus faible pour l'échantillon anodisé avec un courant plus important. L. Benea et al. ont étudié l'effet de l'augmentation du courant d'anodisation sur le coefficient de frottement de la couche d'oxyde. Ils ont trouvé que l'augmentation du courant pendant le processus d'anodisation entraîne une diminution du coefficient de frottement [6].

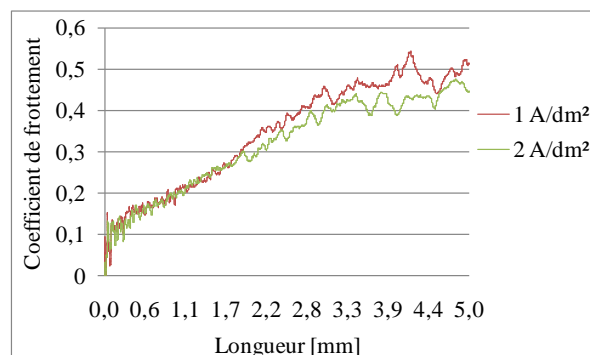


Fig. IV.23. Coefficients de frottement mesurés pendant le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive de l'alliage 2017A pour différents courants d'anodisation

b- Alliage 5083

i. Effet de la durée d'anodisation

La microstructure et l'épaisseur de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 sont influencées par la durée d'anodisation. Ici, nous allons examiner l'effet de ce paramètre sur le coefficient de frottement. D'après la **Fig. IV.24.**, le coefficient de frottement est plus faible pour la couche d'oxyde anodisée pendant la durée la plus longue (90min par rapport 30min). De plus, les réponses de frottement de la couche d'oxyde sont fluctuantes avec des tendances à la hausse. Ces fluctuations sont générées par l'augmentation de la charge normale sur une surface poreuse.

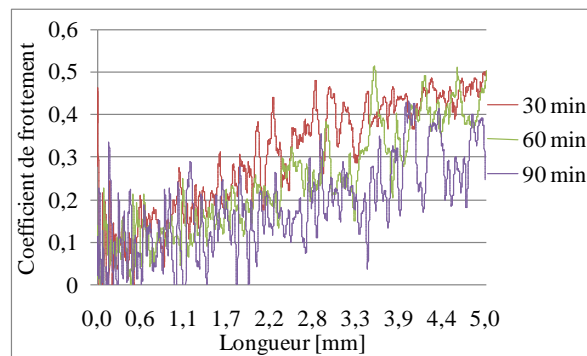


Fig. IV.24. Coefficient de frottement mesuré pendant le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive de l'alliage 5083 pour différentes durées d'anodisation

ii. Effet du courant d'anodisation

La morphologie de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 est influencée par la variation du courant d'anodisation. La **Fig. IV.25.** montre l'influence du courant d'anodisation sur l'évolution du coefficient de frottement. Le coefficient de frottement de l'échantillon anodisé avec $1A/dm^2$ est de l'ordre de 0,5. Pour ce qui est de l'échantillon à $2A/dm^2$, le coefficient de frottement est de l'ordre 0,35 à la fin de l'essai de micro rayure. La réponse du coefficient de frottement est plus fluctuante et irrégulière dans ce dernier cas. Ces fluctuations sont générées par la microstructure poreuse de la couche d'oxyde. L'augmentation du courant d'anodisation forme une couche d'oxyde avec un coefficient de frottement relativement faible. Dans des études antérieures [7], l'augmentation du coefficient de frottement est expliquée par l'augmentation de la taille de la zone d'élasticité de surface et d'une augmentation spectaculaire de la contrainte de traction maximale qui est connue pour détériorer les propriétés de résistance aux rayures des revêtements. Ainsi, les fluctuations des réponses sont associées à la rupture d'adhésion et de cohésion de la couche.

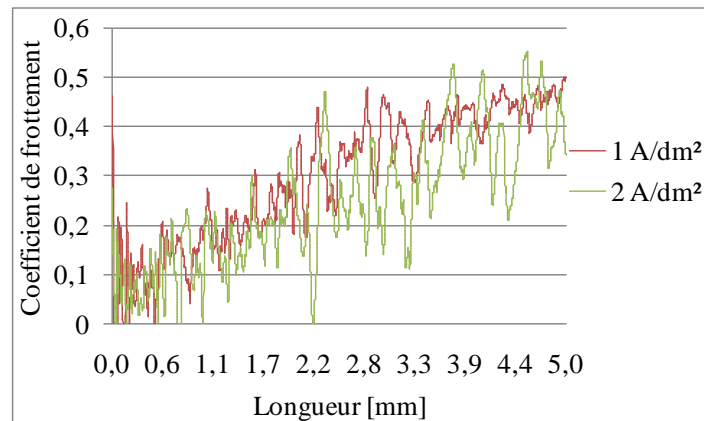


Fig. IV.25. Coefficients de frottement mesurés pendant le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive de l'alliage 5083 pour différents courants d'anodisation

3.2. Analyse de la profondeur de pénétration

a- Alliage 2017A

i. Effet de la durée d'anodisation

La durée d'anodisation influe sur la nano- et la microstructure ainsi que l'épaisseur de la couche d'oxyde. La **Fig. IV.26.** montre le profil surfacique linéaire de la couche d'oxyde pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. En se basant sur l'analyse du profil de la couche d'oxyde pour la durée 30min, la surface est caractérisée par des microcavités plus profondes avec plus de porosité. En revanche, pour une durée d'anodisation élevée (90min), le profil de la couche d'oxyde est moins fluctuant, ce qui est cohérent avec la diminution de la profondeur des microcavités et la distance inter-pores.

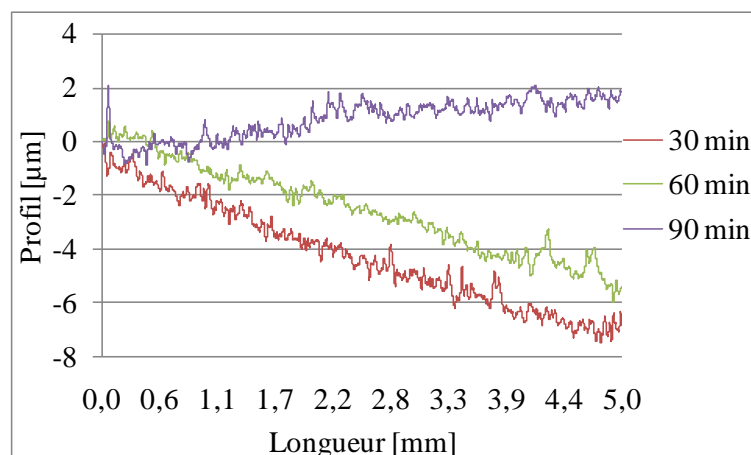


Fig. IV.26. Analyse de profil de la couche d'oxyde de l'Al 2017A pour différentes durées d'anodisation

La **Fig. IV.27.** montre des observations microscopiques des traces d'usure pour différentes durées d'anodisation. La trace encadrée par des tirets interrompus montre bien que

la profondeur de l'usure a dépassé la couche d'oxyde pour atteindre le matériau de base. Par conséquent, la profondeur de pénétration dépasse l'épaisseur de la couche d'oxyde. Pour les différentes durées d'anodisation, le début de la pénétration de l'aluminium de base est atteint à partir de différentes longueurs de rayure et charges normales critiques. La **Fig. IV.27a.**, correspondant à 30 min d'anodisation, et montre que le pénétrateur dépasse la couche d'oxyde après 1,3 mm de rayure. Cette longueur (1,3mm) correspond à la charge critique appliquée (C_{c1}) égale à 4N. Concernant 60 min d'anodisation, la pénétration de l'aluminium commence à partir de 1,5 mm, ce qui correspond à une charge critique (C_{c2}) égale à 4,5N (**Fig. IV.27b.**). D'après la **Fig. IV.27c.**, pour la durée de 90min, l'apparition de l'aluminium commence après 1,7 mm, c'est-à-dire après une charge critique (C_{c3}) égale à 5N. Les résultats du test de micro-rayure montrent bien que l'augmentation de la durée d'anodisation permet d'augmenter la résistance à la charge de pénétration de l'aluminium de 0,5N pour chaque 30min d'anodisation rajouté. Par conséquent, l'augmentation de la durée d'anodisation améliore la résistance de la couche d'oxyde aux charges de pénétration.

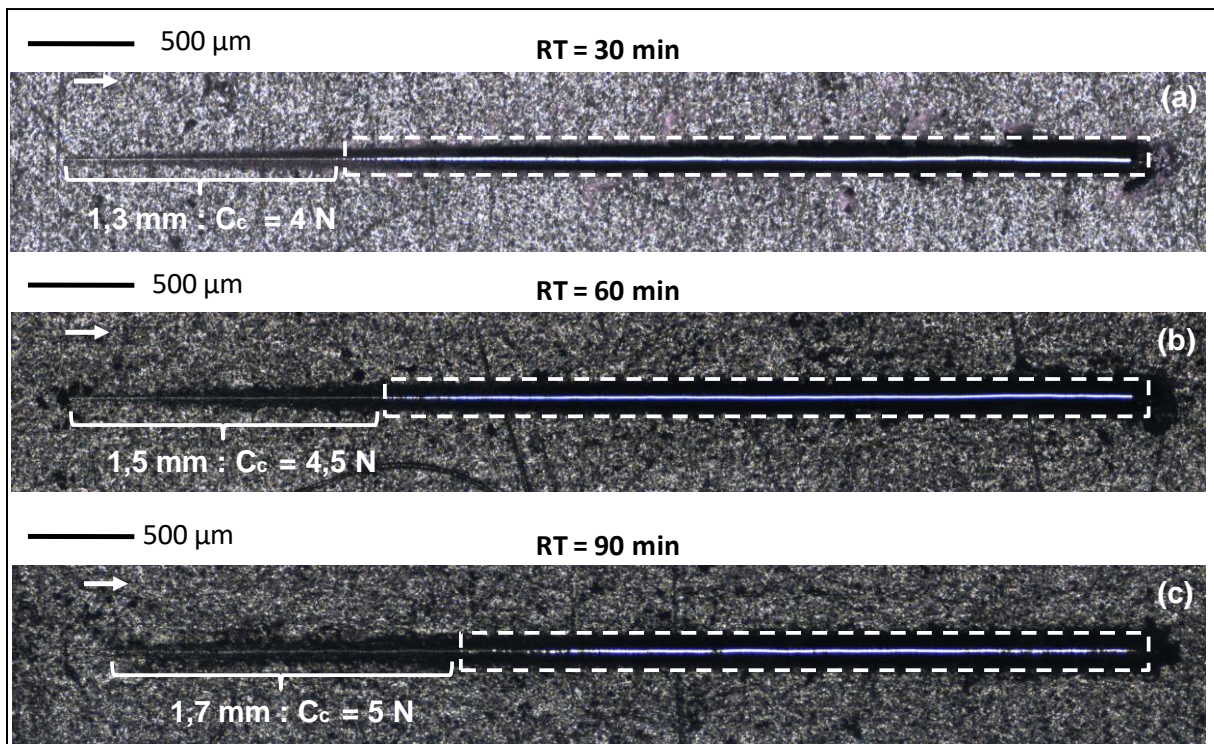


Fig. IV.27. Observations microscopiques des traces d'usure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A avec $AC = 1A/dm^2$. (a) 30 min, (b) 60 min et (c) 90 min

Pour évaluer d'avantage la résistance aux rayures de la couche d'oxyde, la variation de la profondeur de pénétration en fonction de la longueur de rayure est représentée sur la **Fig. IV.28a.** Pendant le test de micro-rayure, la profondeur de pénétration est plus importante pour

la durée 90min avec une valeur maximale égale à $35\mu\text{m}$ (**Fig. IV.28a.**). La **Fig. IV.28a.** montre que la pente de la courbe de profondeur de pénétration de l'échantillon anodisé pendant 30min est la relativement faible dans ce cas. Cependant, les tailles des microcavités et de la couche d'oxyde obtenues pendant 30min, sont moins faibles que celles obtenue à l'issu de 90 min d'anodisation. Par conséquent, les caractéristiques de la couche d'oxyde influent sur la profondeur de pénétration [8].

L'émission acoustique est mesurée par un capteur d'ondes acoustiques en décibel (dB) générées par le frottement ce qui permet de caractériser l'évolution de l'usure de la couche d'oxyde. Dans le cas d'une couche à caractère fragile, les fluctuations de réponse de l'émission acoustique caractérisent le détachement ou la défaillance de la couche d'oxyde. L'échantillon anodisé pendant 90 min présente une défaillance rapide à partir 0,3 mm de la rayure avec un taux d'usure important par la suite (**Fig. IV.28b.**). D'après la **Fig. IV.27a.**, la pénétration du substrat commence à partir 1,3mm. Ainsi, au début du test, les fluctuations de la réponse de l'émission acoustique sont une signature du détachement de la couche d'oxyde et de la génération de fissurations locales et de frottements [9 - 13]. L'augmentation de la durée d'anodisation de 30 à 90 min améliore la résistance de la couche d'oxyde de l'alliage 2017A avec un coefficient de frottement et un taux d'usure plus faibles.

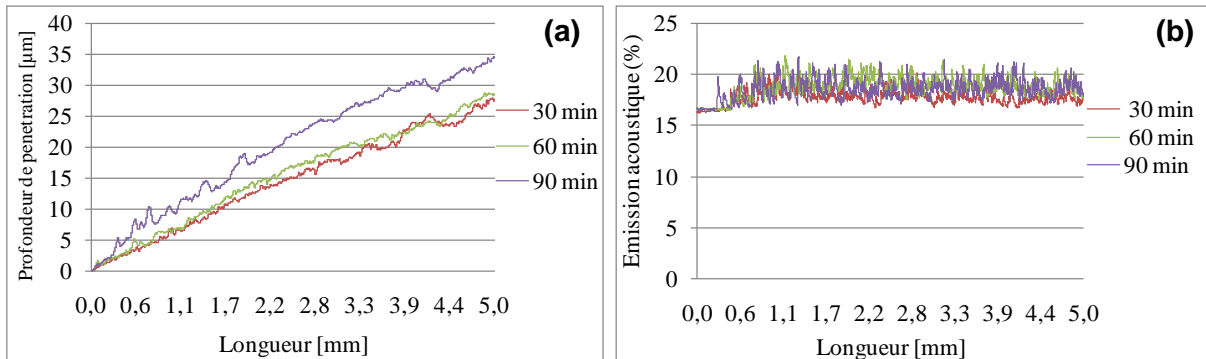


Fig. IV.28. Caractérisations tribologiques par le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive : (a) Profondeur de pénétration et (b) Emission acoustique

ii. Effet du courant d'anodisation

Le courant d'anodisation accélère la formation de la couche d'oxyde, et la variation du courant permet la formation d'une microstructure différente qui influe sur la résistance aux rayures de la couche d'oxyde. Sur la **Fig. IV.29.**, on observe que l'augmentation du courant d'anodisation de 1 à 2 A/dm^2 induit un profil de la surface plus fluctuant. Cette fluctuation explique que la surface de la couche d'oxyde est poreuse avec une variation de la profondeur des microcavités.

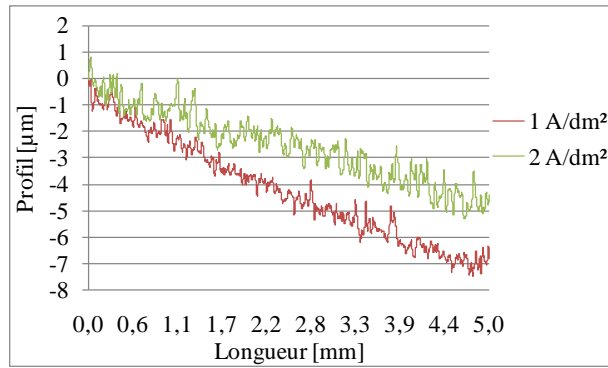


Fig. IV.29. Analyse de profil de la couche de l'Al 2017A pour différents courants d'anodisation

La **Fig. IV.30.** montre une vue microscopique de la trace d'usure de l'alliage 2017A avec un courant de $2A/dm^2$. Le pénétrateur du test de rayure atteint le substrat après 1,5 mm de rayure, ce qui correspond à une charge appliquée critique (C_{c4}) de 4,5N. Par contre, pour un courant d'anodisation de $1A/dm^2$, la charge critique est de l'ordre de 4N (**Fig. IV.27a.**). Par conséquent, le courant appliqué de $2A/dm^2$ influe positivement sur la résistance de la couche d'oxyde.

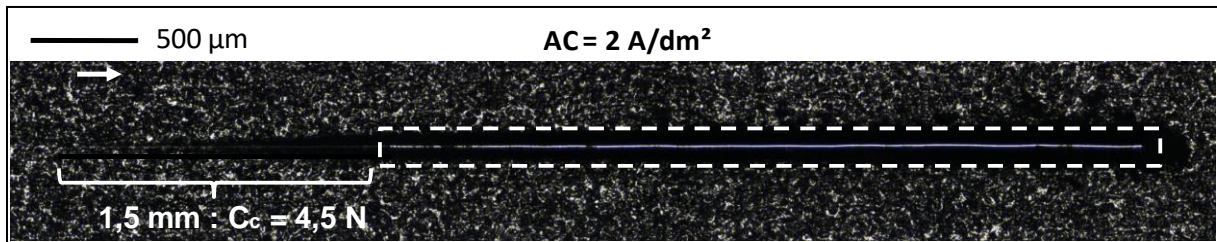


Fig. IV.30. Observation microscopique de la trace d'usure de l'alliage 2017A : D = 30 min / AC=2A/dm²

En revanche, la profondeur de pénétration est plus élevée de 15µm (27µm pour $1A/dm^2$ et 42µm pour $2A/dm^2$). L'allure de la profondeur de pénétration de l'échantillon anodisé à $2A/dm^2$ est une courbe exponentielle. Par contre, pour l'échantillon anodisé à $1A/dm^2$, l'allure de profondeur de pénétration est une ligne linéaire (**Fig. IV.31a.**). De plus, au début de l'essai, les deux courbes évoluent simultanément jusqu'à 1,1mm (correspondant à une charge normale 3,5N). Pour analyser le taux de défaillance de la couche d'oxyde, une courbe de l'émission acoustique est donnée dans la **Fig. IV.31b.** La réponse de l'émission acoustique est très stable, ce qui explique l'absence de fissuration et de défaillance de la couche (**Fig. IV.31b.**). En conséquence, l'augmentation du courant d'anodisation de l'alliage 2017A améliore la résistance aux rayures de la couche d'oxyde. Dans des études antérieures, R.K. Choudhary et al. [5] ont étudié le comportement à la rayure de l'aluminium anodisé avec

différents courants. Ils ont constaté que l'augmentation du courant d'anodisation conduit à avoir des microcavités en alumine anodique avec une relative grande taille. Ainsi, l'épaisseur du revêtement a une forte influence sur le coefficient de frottement (μ), l'adhérence et la rugosité de la couche d'oxyde.

Une étude de résistance aux rayures de la couche d'oxyde de l'alliage d'aluminium 5083 est proposée dans ce qui suit.

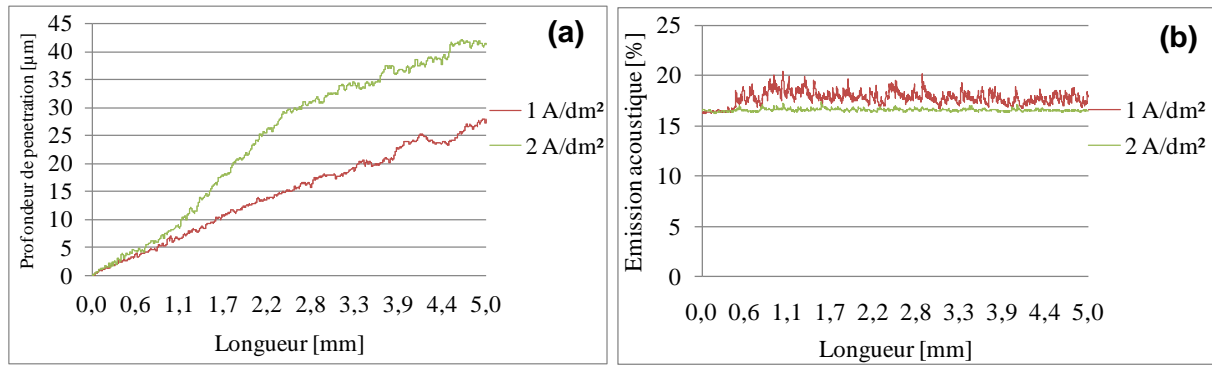


Fig. IV.31. Caractérisations tribologiques par le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive : (a) Profondeur de pénétration et (b) Emission acoustique

b- Alliage 5083

ii. Effet de la durée d'anodisation

La série 5083 est classée parmi les alliages recommandés par des chercheurs pour des applications d'anodisation. D'après les études décrites dans le troisième chapitre, les caractéristiques de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 sont totalement différentes que celles obtenues pour l'alliage 2017A. Les variations portent sur la taille des microcavités, la porosité et l'épaisseur de la couche d'oxyde. La surface de la couche d'oxyde varie avec le changement des paramètres d'anodisation. Essentiellement, la variation de la durée d'anodisation influe sur la morphologie de la couche et son épaisseur. La **Fig. IV.32.** montre le profil linéique de la surface de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 pour différentes durées d'anodisation. La réponse de profil de la couche après anodisation pendant 30min est plus stable que la surface de la couche anodisée pendant 90 min. L'augmentation de la durée d'anodisation crée une surface rugueuse avec des microcavités de taille relativement plus importante.

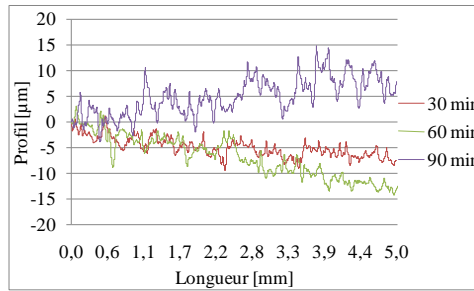


Fig. IV.32. Analyse de profil de la couche anodisée de l'alliage 5083 pour différentes durées d'anodisation

La **Fig. IV.33.** montre des observations microscopiques des traces d'usure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083 avec un courant d'anodisation de $1A/dm^2$. L'anodisation pendant 30 min augmente la résistance aux rayures de l'alliage d'aluminium 5083 anodisé jusqu'à une charge critique (C_{c1}) égale à 6,8N (**Fig. IV.33a.**). En augmentant la durée d'anodisation jusqu'à 60min, le pénétrateur atteint le substrat après 3,5mm, ce qui correspond à une charge critique appliquée (C_{c2}) égale à 10,3N (**Fig. IV.33b.**). Cependant, concernant la durée 90min, le pénétrateur n'atteint pas l'aluminium de base avec l'augmentation de la charge appliquée jusqu'à 15N (**Fig. IV.33c.**). Par conséquent, l'augmentation de la durée d'anodisation améliore la résistance aux rayures de la couche d'oxyde de l'alliage 5083. De plus, la couche d'oxyde de l'alliage d'aluminium 5083 est plus résistante aux rayures et aux charges de pénétration que celle de l'alliage 2017A.

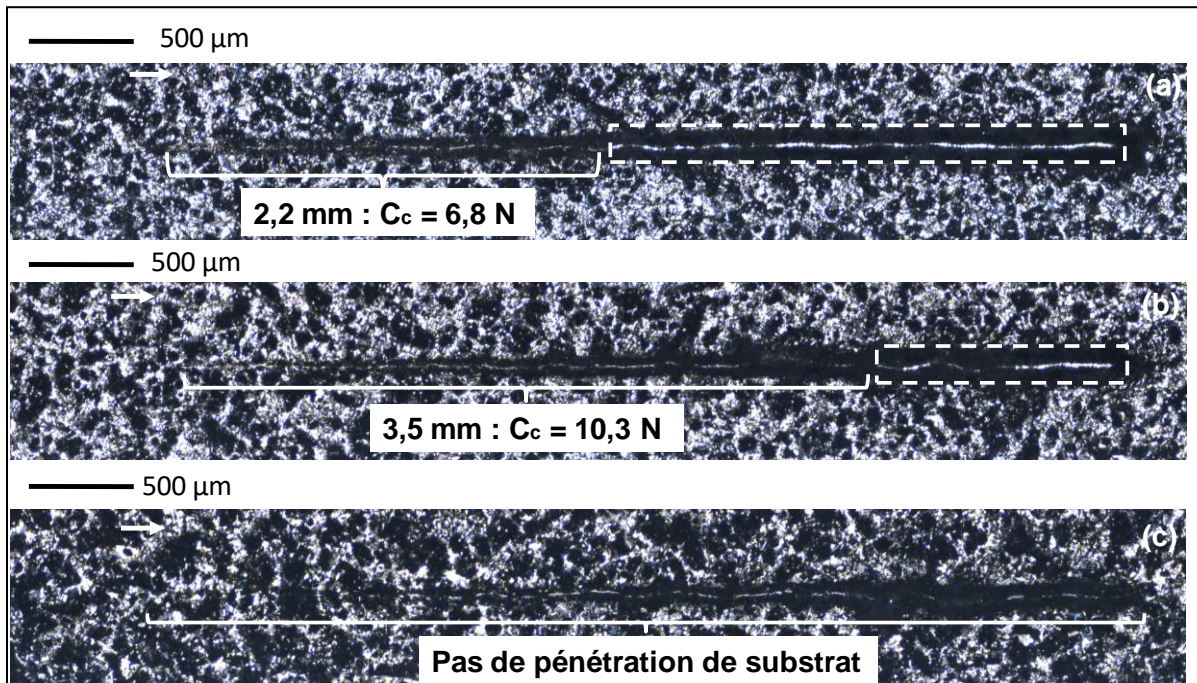


Fig. IV.33. Observations microscopiques des traces d'usure pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083 avec $AC = 1A/dm^2$. (a) 30 min, (b) 60 min et (c) 90 min

Le pénétrateur du test de micro rayure enfonce la couche d'oxyde avec différentes profondeurs. La profondeur de pénétration de la couche d'oxyde pour les différentes durées d'anodisation pour l'alliage 5083 est presque constante (**Fig. IV.34a.**). Cependant, les résultats de l'émission acoustique montrent que la couche à 90min résiste relativement le mieux, jusqu'à 1,9mm de rayure (correspondant à une charge 5,5N) (**Fig. IV.34b.**). Par contre, la couche à 30 min résiste jusqu'à 0,2 mm de rayure (correspondant à une charge 1N), au-delà commence la fissuration de la surface d'oxyde avec une défaillance sévère. En résumé, la couche d'oxyde est plus résistante aux rayures pour une durée d'anodisation de 90 min.

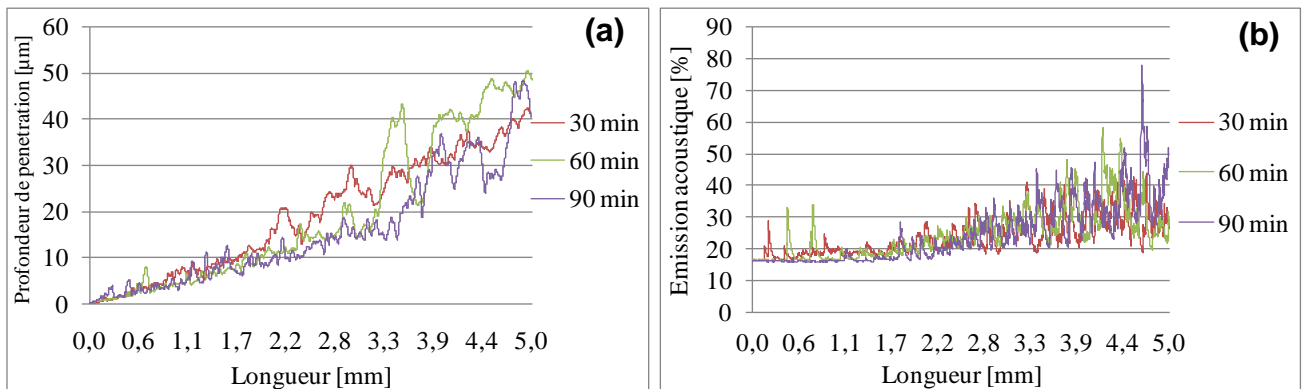


Fig. IV.34. Caractérisations tribologiques par le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive : (a) Profondeur de pénétration et (b) Emission acoustique

ii. Effet du courant d'anodisation

L'analyse linéique de la surface de la couche d'oxyde a été réalisée avant le test de micro rayure. D'après la **Fig. IV.35.**, le profil de la couche d'oxyde est plus fluctuant pour l'échantillon anodisé avec un courant d'anodisation de $2\text{A}/\text{dm}^2$ que celle obtenue avec un courant de $1\text{A}/\text{dm}^2$. Cette fluctuation explique que les microcavités sont plus profondes avec l'augmentation du courant d'anodisation.

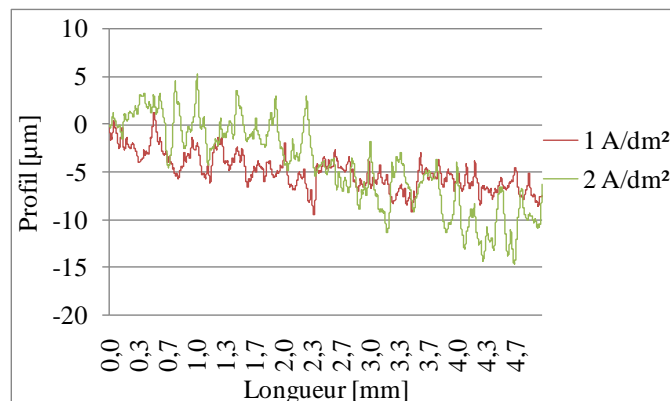


Fig. IV.35. Analyse du profil de la couche anodisée de l'alliage 5083 pour différents courants d'anodisation

La **Fig. IV.36.** montre la trace de rayure de l'alliage 5083 anodisé avec un courant d'anodisation de $2\text{A}/\text{dm}^2$. D'après la **Fig. IV.36.**, la couche d'oxyde résiste aux rayures jusqu'à 3.2mm qui correspond à une charge normale de 9.5N . À partir de cette valeur, le pénétrateur atteint le substrat. Donc, la profondeur de pénétration est supérieure à l'épaisseur de la couche d'oxyde. La couche d'oxyde de l'alliage 5083 résiste à une charge de rayure de 6.8N pour $1\text{ A}/\text{dm}^2$ (**Fig. IV.33.**), et jusqu'à 9.5N pour $2\text{A}/\text{dm}^2$ (**Fig. IV.36.**).

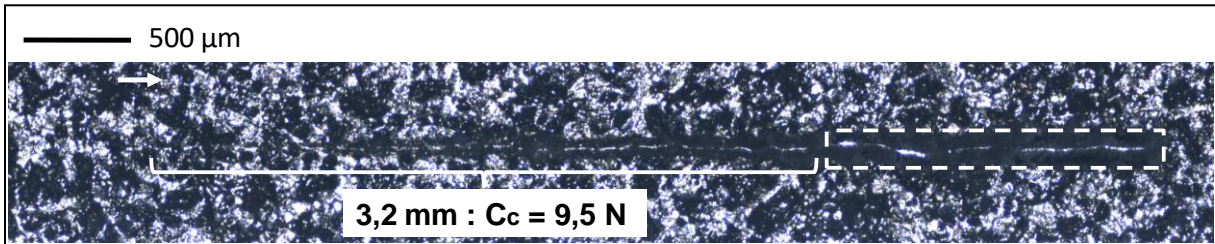


Fig. IV.36. Observation microscopique de la trace d'usure de l'alliage 5083 : $D = 30\text{ min}$ / $AC=2\text{A}/\text{dm}^2$

En se basant encore sur les résultats du test de micro rayure sous l'effet d'une charge progressive, la profondeur de pénétration des différents échantillons examinés est similaire (**Fig. IV.37a.**). L'émission acoustique du test de rayure de la couche d'oxyde anodisée avec $2\text{ A}/\text{dm}^2$ est plus fluctuante (**Fig. IV.37b.**), ce qui explique la défaillance fatale de la couche d'oxyde. En résumé, ces analyses révèlent que l'augmentation du courant d'anodisation détériore la résistance aux rayures de la couche d'oxyde de l'alliage 5083.

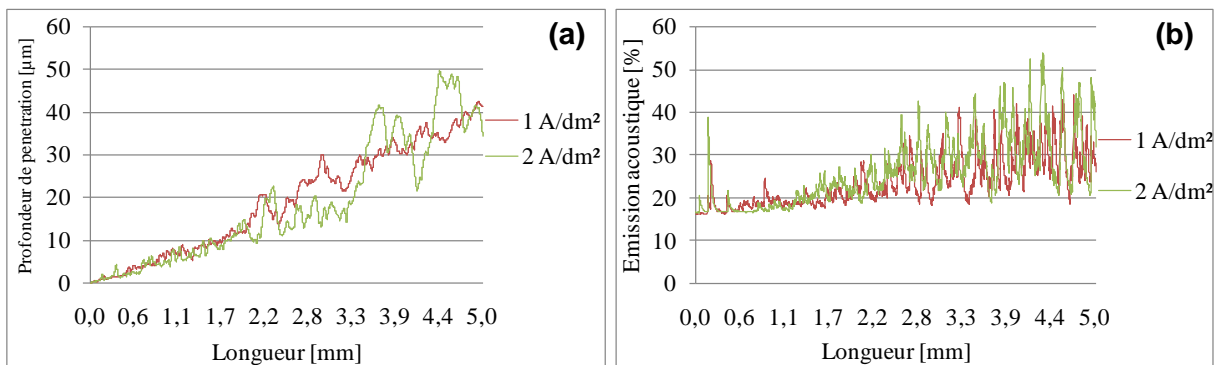


Fig. IV.37. Caractérisations tribologiques par le test micro rayure sous l'effet d'une charge progressive : (a) Profondeur de pénétration et (b) Emission acoustique

4. Conclusion

Dans ce chapitre, la résistance aux rayures de la couche d'oxyde des alliages 2017A et 5083 a été étudiée. L'étude a été effectuée en utilisant deux essais de rayures avec charge fixe progressive. Il a été trouvé que la durée d'anodisation et le courant d'anodisation ont une forte

influence sur la microstructure et la morphologie de la couche d'oxyde, et donc sur la résistance aux rayures de la couche.

Dans ce chapitre, trois durées d'anodisation (30, 60 et 90min) étaient retenues. D'après le test de rayure avec charge fixe, l'augmentation de la durée d'anodisation améliore la résistance aux rayures de la couche d'oxyde avec un coefficient de frottement et un taux d'usure plus faibles pour les deux alliages d'études. De plus, une augmentation de la durée d'anodisation de l'alliage 2017A relaxe les contraintes dans la zone de rayure, et cela conduit à la croissance de la zone de contact déformée avec une plus grande largeur de rayure, et plus de cassure d'aspérités, menant à une augmentation du coefficient de frottement et de sa stabilité. Pour l'alliage 5083, après une longue durée d'anodisation, le broyage et compactage des débris d'usure abrasive sont générés avec l'absence des microfissures sur la trace de rayure. Ce broyage est dû à la déformation des particules d'oxyde

Concernant le courant d'anodisation, deux valeurs ont été investigués (1 et 2A/dm²). Le test de rayure sous l'effet d'une charge progressive montre que l'augmentation du courant d'anodisation améliore la résistance aux rayures de la couche d'oxyde pour l'alliage 2017A mais détériore la résistance aux rayures de la couche d'oxyde de l'alliage 5083. Par contre, le test de rayure sous l'effet d'une charge fixe montre que la résistance aux rayures de la couche d'oxyde a été améliorée par l'augmentation du courant d'anodisation.

Dans le chapitre suivant, une étude de la durabilité des deux alliages d'aluminium (2017A et 5083) avec le test de frottement cyclique sera présentée. L'effet de la durée et du courant d'anodisation sur la résistance aux frottements de la couche d'oxyde sera étudié.

Références

- [1] Shatsov A. A., Ryaposov I. V., Larinin M., *'Model of Fracture, Friction, and Wear Phenomena of Porous Iron'*, Advances in Tribology, (2011), 810245, 16.
- [2] Yerokhin A. L., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dower S. J., *'Plasma electrolysis for surface engineering'*, Surface and Coatings Technology, 122 (2-3), (1999), 73 – 93.
- [3] Sachiko O., Noboru M., *'Evaluation of pore diameter of anodic porous films formed on aluminum'*, Surface and Coating Technology, 169 – 170, (2003), 239 – 142.
- [4] Chung C. K., Liao M. W., Chang H. C., Lee C. T., *'Effects of temperature and voltage mode on nano-porous anodic aluminum oxide films by one-step anodization'*, Thin Solid Films, 520, (2011), 1554 - 1558.

- [5] Choudhary R. K., Mishra P., Kain V., Singh K., Kumar S., Chakravarty J. K., '*Scratch behavior of aluminum anodized in oxalic acid: Effect of anodizing potential*', Surface and Coatings Technology, 283, (2015), 135 -147.
- [6] Benea L., Dumitrascu V., '*Enhancement on sustained friction and wear resistance of nano-porous aluminum oxide films obtained by controlled electrochemical oxidation process*', The Royal Society of Chemistry, 9, (2019), 25056 – 25063.
- [7] Jothi V., Adesina A. Y., Madhan Kumar A., Nasser Al-A., Nirmal Ram J. S., '*Influence of an anodized layer on the adhesion and surface protective performance of organic coatings on AA2024 aerospace Al alloy*', Progress in Organic Coatings, 138, (2020), 105396.
- [8] Champagne E., '*Tribologie de systèmes d'étanchéité en mouvement alternative linéaire pour vérins hydrauliques*', Université de Montréal, Mastère de recherche, (2010).
- [9] Chatterjee U. K., Sircar S. C., Agrawal G. S., '*Acoustic emission studies on environmental cracking in brasses*', Proceeding of the 6th international conference on fracture, 4, (1984), 2379 – 2385.
- [10] Oltra R., Chapey B., Renaud L., '*Abrasion-corrosion studies of passive stainless steels in acidic media: combination of acoustic emission and electrochemical techniques*', Wear, 186 – 187 (2), (1995), 533 – 541.
- [11] Assouli B., '*Etude par émission acoustique associée aux méthodes électrochimiques de la corrosion et de la protection de l'alliage cuivre-zinc (60/40) en milieu neutre et alcalin*', INSA de Lyon, Thèse de doctorat, (2002).
- [12] Yuyama S., Kishi T., Hisamatsu Y., '*Fundamental aspects of AE monitoring on corrosion fatigue process in austenitic stainless steel*', Journal of Materials Energy-Systems, 5 (4), (1984), 212 – 221.
- [13] Ferrer F., '*Etude et contrôle de l'abrasion-corrosion de matériaux métalliques en milieu aqueux : Caractérisation de l'endommagement par émission acoustique et techniques électrochimique*', INSA de Lyon, Thèse de doctorat, (1998).

CHAPITRE V :
CARACTÉRISATION DE LA DURABILITÉ
DE LA SURFACE ANODISÉE AVEC DES
ESSAIS DE FROTTEMENT CYCLIQUE

SOMMAIRE

1. Introduction.....	137
2. Durabilité de la couche d'oxyde.....	137
2.1. Influence de la durée d'anodisation.....	137
2.2. Influence du courant d'anodisation	140
3. Analyse post-mortem et mécanismes d'usure	142
3.1. Etude des pistes de frottement	143
3.2. Analyse des mécanismes d'usure au regard des conditions d'anodisation	147
4. Liens comportement-mécanismes.....	155
5. Conclusion	156
Références	157

LISTE DES FIGURES

Fig. V.1. Evolution du coefficient de frottement cyclique pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min	138
Fig. V.2. Evolution du coefficient de frottement cyclique pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min	139
Fig. V.3. Evolution du coefficient de frottement cyclique pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 1 A/dm ² ; (b) 2 A/dm ²	141
Fig. V.4. Evolution du coefficient de frottement cyclique pour différents courants d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 1A/dm ² ; (b) 2A/dm ²	142
Fig. V.5. Profile de la piste de frottement pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min	143
Fig. V.6. Observations MEB des pistes de frottement obtenues par frottement cyclique pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min (les zone A, B et C présentent les zones d'agrandissement dans les figures présentées ci-après)	144
Fig. V.7. Profils de la piste de frottement mesurés avec le profilomètre de contact pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min....	145
Fig. V.8. Profils de la piste de frottement par profilométrie de contact pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 1 A/dm ² ; (b) 2 A/dm ²	146
Fig. V.9. Profils de la piste de frottement par profilométrie de contact pour différents courants d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 1 A/dm ² ; (b) 2 A/dm ²	146
Fig. V.10. Observations MEB des pistes de frottement pour différentes durées d'anodisation de l'Al 2017A. (a) 30 min (b) 60 min et (c) 90 min. (d et g) détails de la zone sur (a). (e et h) détails de la zone sur (b). (f et i) détails de la zone sur (c).....	147
Fig. V.11. Courbes EDX sur la piste de frottement pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min.....	148
Fig. V.12. Observations MEB de la piste de frottement pour une durée d'anodisation de 30 min de l'Al 5083. (a) détails de la zone localisée (A) sur la Fig. V.6a.. (b) détails de la zone localisée sur (a).....	149
Fig. V.13. Observations MEB de la piste de frottement pour une durée d'anodisation de 60 min de l'Al 5083. (a) détails de la zone localisée (B) sur la Fig. V.6b. (b) détails de la zone localisée sur (a).....	150

Fig. V.14. Observations MEB de la piste de frottement pour une durée d'anodisation de 90 min de l'Al 5083. (a) détails de la zone localisée (Zone C) sur la Fig. V.6c. (b) détails de la zone localisée sur (a).....	151
Fig. V.15. Courbes EDX sur la piste de frottement cyclique pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. (a) D1 = 30 min et (b) D3 = 90 min.....	151
Fig. V.16. Observations MEB de la piste de frottement de l'alliage 2017A pour un courant d'anodisation de 2A/dm ² . (b et c) détails de la zone localisée dans (a).....	152
Fig. V.17. Courbes EDX sur la piste de frottement cyclique pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 1A/dm ² ; (b) 2A/dm ²	153
Fig. V.18. Observations MEB de la piste de frottement de l'alliage 5083 avec un courant d'anodisation de 2A/dm ² . (b et c) détails de la zone localisée sur (a).....	154
Fig. V.19. Courbes EDX sur la piste de frottement cyclique pour un courant d'anodisation de 2A/dm ² de l'alliage 5083.....	154
Fig. V.20. Le modèle tribologique avec la corrélation entre le coefficient de frottement et les mécanismes d'usure de la couche d'oxyde (a) Phase stable (b) Phase d'augmentation progressive (c) Deuxième phase stable	156

1. Introduction

Dans ce chapitre, la résistance au frottement de la couche d'oxyde anodisée des deux alliages d'aluminium 2017A et 5083 a été étudiée. En particulier, l'influence de la durée et du courant d'anodisation sur le frottement cyclique et les mécanismes d'usure induites a été mise en évidence. La première partie du chapitre présente l'étude de la durabilité de la couche d'oxyde et les mécanismes d'usure de la surface frottée avec le test de frottement cyclique des deux alliages en tenant compte des effets de la durée et du courant d'anodisation. La seconde partie concerne la caractérisation des débits des particules d'usure et le circuit tribologique. Enfin, un modèle d'usure tenant compte de l'influence des propriétés de la couche d'oxyde sur le comportement tribologique est établi.

2. Durabilité de la couche d'oxyde

2.1. Influence de la durée d'anodisation

a- Alliance d'aluminium 2017A

Sur la base des courbes obtenues par le test de frottement cyclique (**Fig. V.1.**), trois phases ont été observées pour les trois durées d'anodisation. La première, correspond à un coefficient de frottement stable. La deuxième est une phase de transition (ou phase de fluctuation). La troisième est une phase de stabilisation avec une nette augmentation du coefficient du frottement. La **Fig. V.1a.** montre l'évolution du coefficient de frottement (μ) de l'échantillon anodisé pendant 30 min. Pour les cinq premiers cycles, le coefficient de frottement (μ) est faible : de l'ordre de 0,18, mais avec un niveau stable. Il correspond au contact oxyde-acier. À partir du 6^{ème} cycle, le coefficient de frottement augmente avec une cinématique importante décrite par la pente de l'enveloppe des cycles, jusqu'à atteindre un coefficient égal à 0,75 à partir du 26^{ème} cycle. Il reste stable à ce niveau pour un grand nombre de cycles. Cette évolution est le résultat de processus « cachés » de frottement-usure et un comportement évolutif du troisième corps [1-4]. Pour le deuxième échantillon à 60 minutes (**Fig. V.1b.**), le coefficient de frottement est stable pour les neuf premiers cycles, de valeur égale aussi à 0,18. Puis, une augmentation progressive avec une cinétique relativement moins importante que l'échantillon de 30 min jusqu'à atteindre 0,75 au bout de 60 cycles. Pour l'échantillon à 90 min, le coefficient de frottement est stable à 0,19 pour les vingt premiers cycles avant de monter d'une manière plus lente relativement aux autres échantillons et d'atteindre le même niveau lors de la deuxième phase de stabilisation, de 0,8 à 82 cycles (**Fig. V.1c.**). En conclusion, la durée en termes de nombre de cycles de la première phase augmente

légèrement lorsque la durée d'anodisation varie de 30 à 90 min. Toutefois, la cinétique d'augmentation du coefficient de frottement est plus lente. Par conséquent, la couche d'oxyde devient plus résistante avec l'augmentation de la durée d'anodisation.

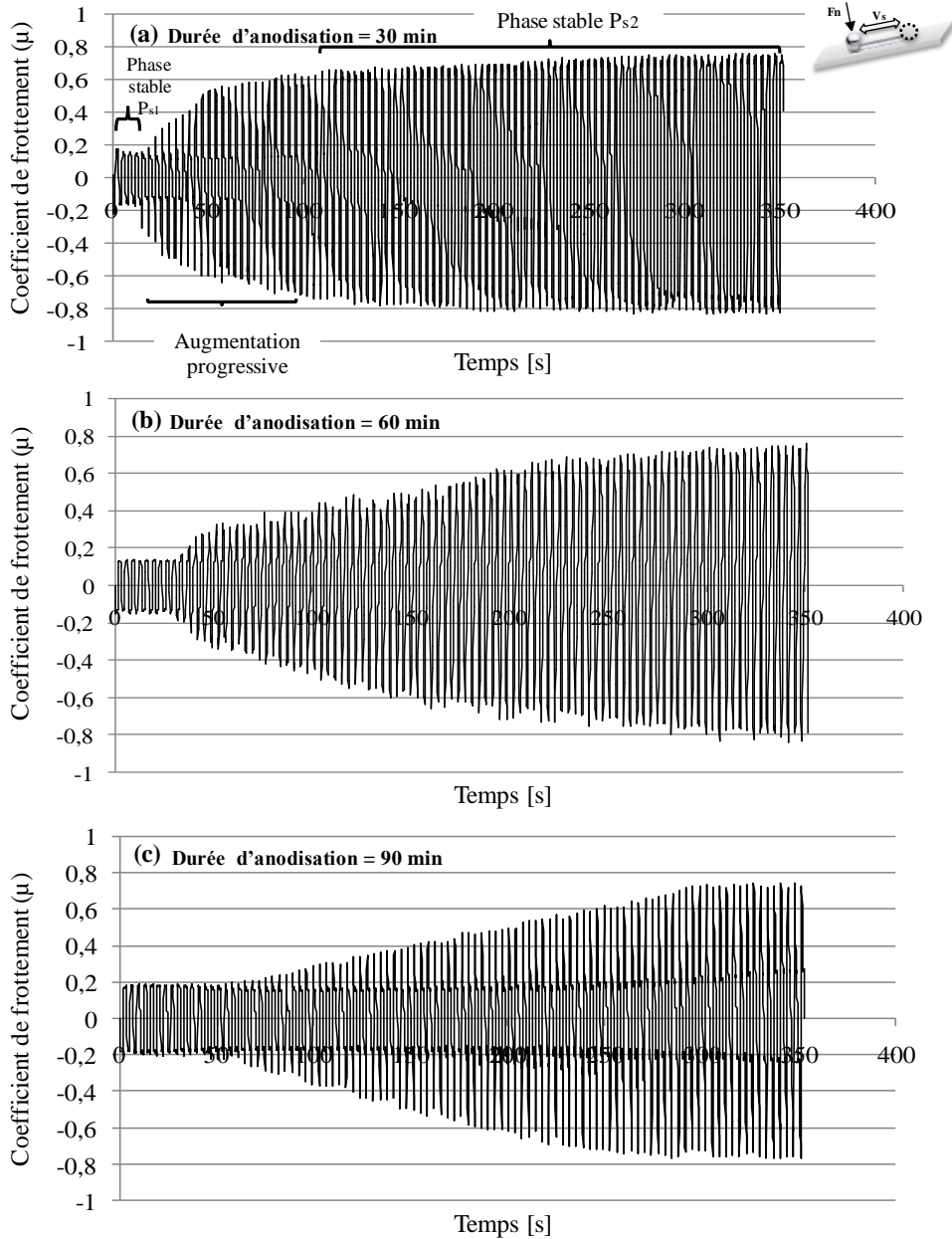


Fig. V.1. Evolution du coefficient de frottement cyclique pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min

b- Alliage d'aluminium 5083

La durabilité de l'alliage 5083 est caractérisée avec le même test de frottement cyclique que l'alliage 2017A. La **Fig. V.2.** montre l'évolution du coefficient de frottement de la couche d'oxyde pour les durées d'anodisation 30, 60 et 90 min. Trois phases apparaissent

également sur les courbes de frottement cyclique. La première correspond à la phase stable du coefficient de frottement. La deuxième est la phase de changement et variation du coefficient de frottement. La troisième, lorsqu'elle existe, correspond à la deuxième phase stable du coefficient de frottement.

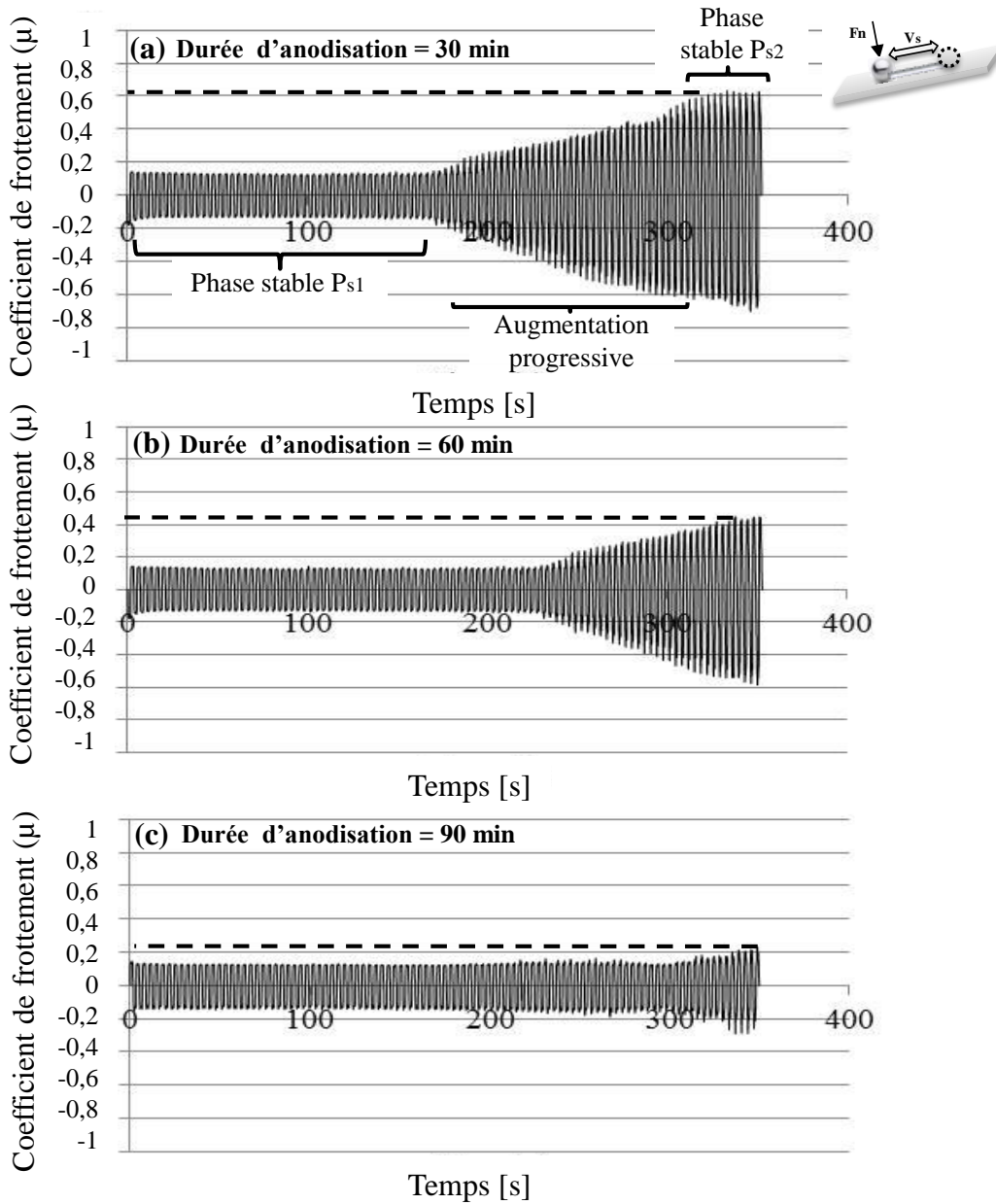


Fig. V.2. Evolution du coefficient de frottement cyclique pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min

En effet, pour l'échantillon anodisé pendant 30 min (**Fig. V.2a.**), sur les 47 premiers cycles, le coefficient de frottement est faible, de l'ordre de 0,18, avec une allure stable, correspondant au contact acier-oxyde. À partir du 48^{ème} cycle, le coefficient de frottement

augmente avec une cinématique relativement rapide pendant 42 cycles. Cette variation s'explique par le changement des propriétés tribologiques de la surface avec la formation des particules d'usure. Les 11 derniers cycles correspondent à la deuxième phase stable du coefficient de frottement avec un niveau de frottement égale à 0,62. Pour le deuxième échantillon à 60 minutes, la courbe de frottement montre seulement deux phases (**Fig. V.2b.**). Le coefficient de frottement est stable pour les 65 premiers cycles, de valeur égale aussi à 0,18. Puis, une augmentation progressive avec la même cinétique que l'échantillon à 30 min (**Fig. V.2a.**) jusqu'à atteindre 0,45 (**Fig. V.2b.**). Par conséquent, la couche d'oxyde est plus résistante dans ce dernier cas. Pour l'échantillon à 90 min, le coefficient de frottement est le plus stable égale à de 0,18 pour les 89 premiers cycles avant de croître d'une manière relativement faible et d'atteindre 0,22 à la fin du test (**Fig. V.2c.**). Ainsi, en passant de 30 à 90 min, le nombre de cycles de la première phase augmente considérablement. Par conséquent, la couche d'oxyde est plus résistante au frottement dans ce cas avec un coefficient de frottement nettement plus stable.

2.2. Influence du courant d'anodisation

a- Alliage d'aluminium 2017A

La **Fig. V.3.** montre l'évolution du coefficient de frottement (μ) de la couche d'oxyde anodisée pour les deux densités de courant 1 A/dm² et 2 A/dm². Pour 2 A/dm², le coefficient de frottement est faible de l'ordre de 0,25 pour les 34 premiers cycles, avec un niveau stable. À partir du 35^{ème} cycle, le coefficient de frottement augmente avec une cinématique lente jusqu'à atteindre un coefficient de frottement égal à 0,8 à partir du 56^{ème} cycles. La couche d'oxyde de l'échantillon anodisé avec 2 A/dm² semble plus résistante. En effet, l'augmentation du courant d'anodisation accélère la création de la couche d'oxyde qui génère de la chaleur à les surfaces de l'échantillon. Cette variation entraîne l'augmentation du diamètre des pores et améliore la durabilité de la couche d'oxyde. Xuan Yang et al. [5] ont étudié l'impact de la température sur les propriétés tribologiques de l'alliage d'aluminium et les mécanismes d'usure. Ils ont constaté que l'augmentation de la température d'anodisation entraîne l'augmentation du coefficient de frottement.

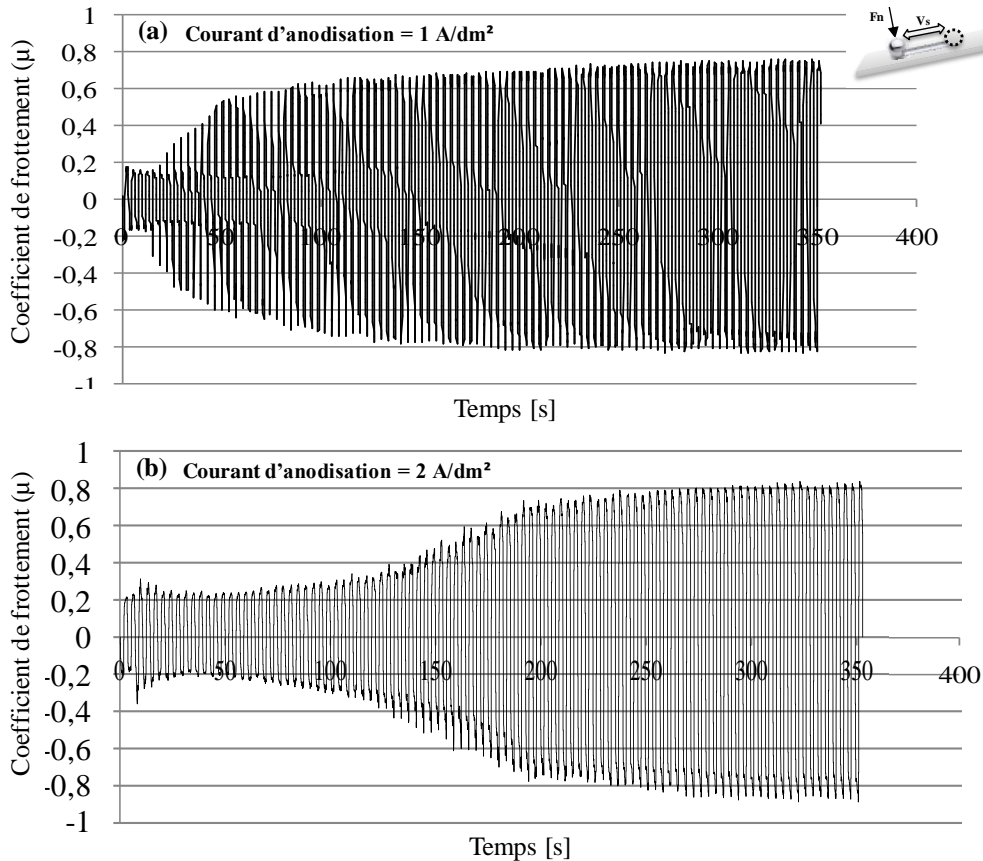


Fig. V.3. Evolution du coefficient de frottement cyclique pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 1 A/dm² ; (b) 2 A/dm²

b- Alliage d'aluminium 5083

Le courant d'anodisation influe sur les caractéristiques de la couche d'oxyde et son comportement tribologique. La **Fig. V.4.** montre l'évolution du coefficient de frottement de la couche d'oxyde de l'alliage 5083, mesuré avec le test de frottement cyclique pour différents courants d'anodisation. La réponse expérimentale révèle que la cinématique du coefficient de frottement a changé avec l'augmentation du courant d'anodisation. En effet, pour 2 A/dm², le coefficient de frottement est stable pendant les 40 premiers cycles, à une valeur égale à 0,18 (**Fig. V.4b.**). Dans la deuxième phase, le coefficient de frottement augmente avec une cinématique relativement rapide. Le coefficient se stabilise à 0,78 à partir du 72^{ème} cycle. À la fin du test, la valeur finale du coefficient correspond au coefficient de frottement du nouveau corps apparaissant entre les surfaces de contact par frottement cyclique. Guesmil et al. [6] et Kim et al. [7] ont montré que la variation du coefficient de frottement dépend de la

morphologie de la couche d'oxyde et que ce coefficient tend à augmenter avec l'augmentation de la taille des pores. En résumé, la variation du coefficient de frottement est générée par l'augmentation de la taille des pores de la couche d'oxyde.

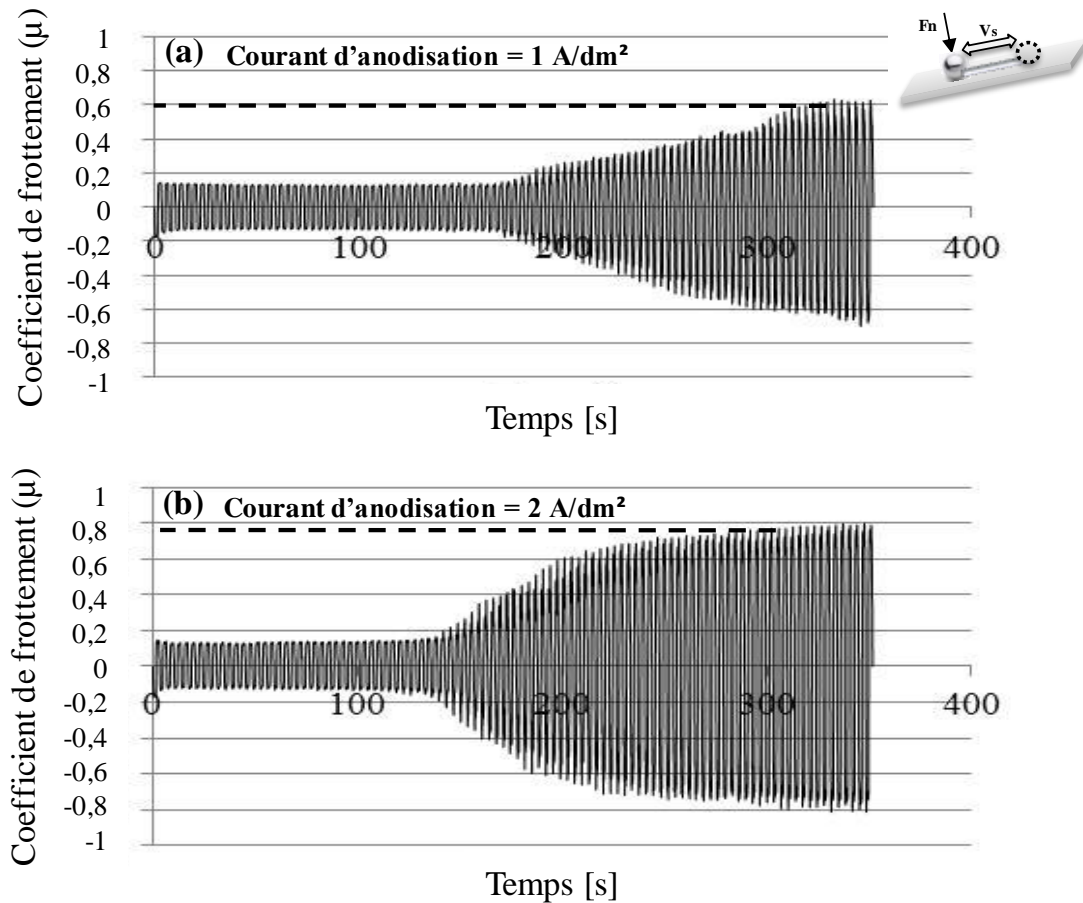


Fig. V.4. Evolution du coefficient de frottement cyclique pour différents courants d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 1A/dm^2 ; (b) 2A/dm^2

3. Analyse post-mortem et mécanismes d'usure

L'analyse post-mortem des pistes de frottement a été réalisée dans le but de trouver des explications plus profondes de l'évolution du comportement en frottement-usure des échantillons anodisés. Ces pistes de frottement ont d'abord été observées au microscope électronique à balayage (MEB) avant qu'une analyse chimique ne soit faite par EDX de l'intérieur de la piste de frottement. Finalement, une analyse de la profondeur du frottement par profilomètre de contact a été effectuée.

3.1. Etude des pistes de frottement

a- Effet de la durée d'anodisation

i. Alliage d'aluminium 2017A

La profondeur et la largeur des pistes de frottement ont été analysées par un profilomètre de contact (**Fig. V.5.**). Il ressort de ces résultats que les bords de la piste de frottement sont moins perturbés pour l'échantillon anodisé pendant 30 min (**Fig. V.5a.**). L'augmentation de la durée d'anodisation, de 30 min à 90 min, entraîne la diminution de la largeur de la piste de frottement (de 720 μm à 650 μm) et de la profondeur également (de 30 μm à 10 μm) (**Figs. V.5b. et c.**).

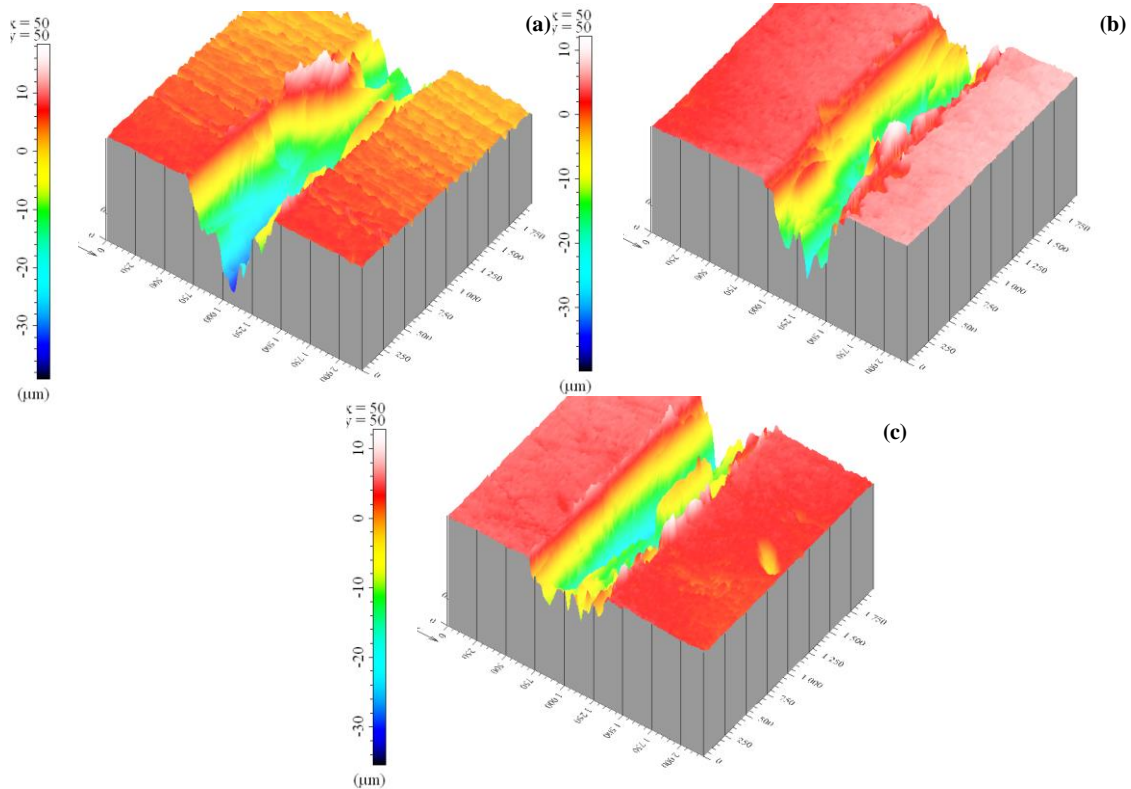


Fig. V.5. Profile de la piste de frottement pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min

ii. Alliage d'aluminium 5083

La **Fig. V.6.** présente les observations MEB des traces de frottement pour les différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. Les largeurs moyennes des pistes de frottement des échantillons anodisés pendant 30 min, 60 min et 90 min sont à l'ordre 346 ± 5

μm , $404 \pm 10 \mu\text{m}$ et $452 \pm 10 \mu\text{m}$ respectivement. L'augmentation de la durée d'anodisation de 30 à 60 min augmente la largeur moyenne de la piste de frottement d'un pourcentage de 15% et de 12% avec l'augmentation de la durée de 60 à 90 min. Ainsi, la largeur de la piste augmente avec la durée d'anodisation, ce qui explique l'augmentation du niveau de frottement et la production des débris d'usure.

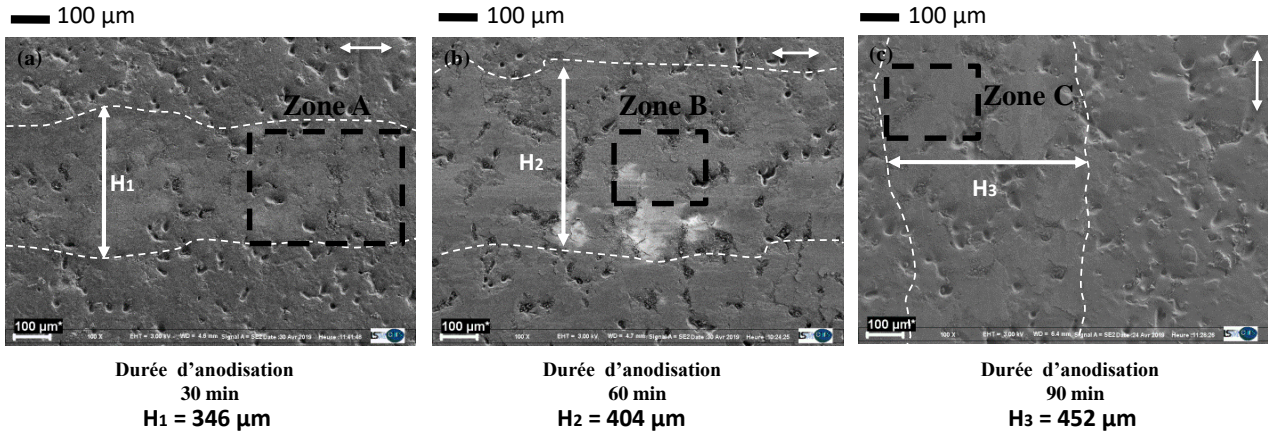


Fig. V.6. Observations MEB des pistes de frottement obtenues par frottement cyclique pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min (les zone A, B et C présentent les zones d'agrandissement dans les figures présentées ci-après)

Des analyses complémentaires ont été réalisées pour mesurer les profils surfaciques des pistes de frottement de la couche d'oxyde de l'alliage 5083 pour différentes durées d'anodisation. La **Fig. V.7.** montre que la profondeur de la piste de frottement est plus faible de quelques micromètres, avec l'augmentation de la durée d'anodisation. L'analyse profilométrique confirme les mesures de la largeur de la trace de frottement obtenues avec ImageJ. L'augmentation de la durée d'anodisation entraîne donc une augmentation de la largeur de la piste de frottement. De plus, la couche d'oxyde ne semble pas s'être détachée du substrat pour les différentes durées d'anodisation. Enfin, l'analyse par profilomètre confirme les résultats décrits précédemment, concernant la couche d'oxyde qui devient plus rugueuse avec des pores moins profonds (cette profondeur vaut 8 μm, 6 μm et 4 μm pour les durées 30, 60 et 90 min respectivement).

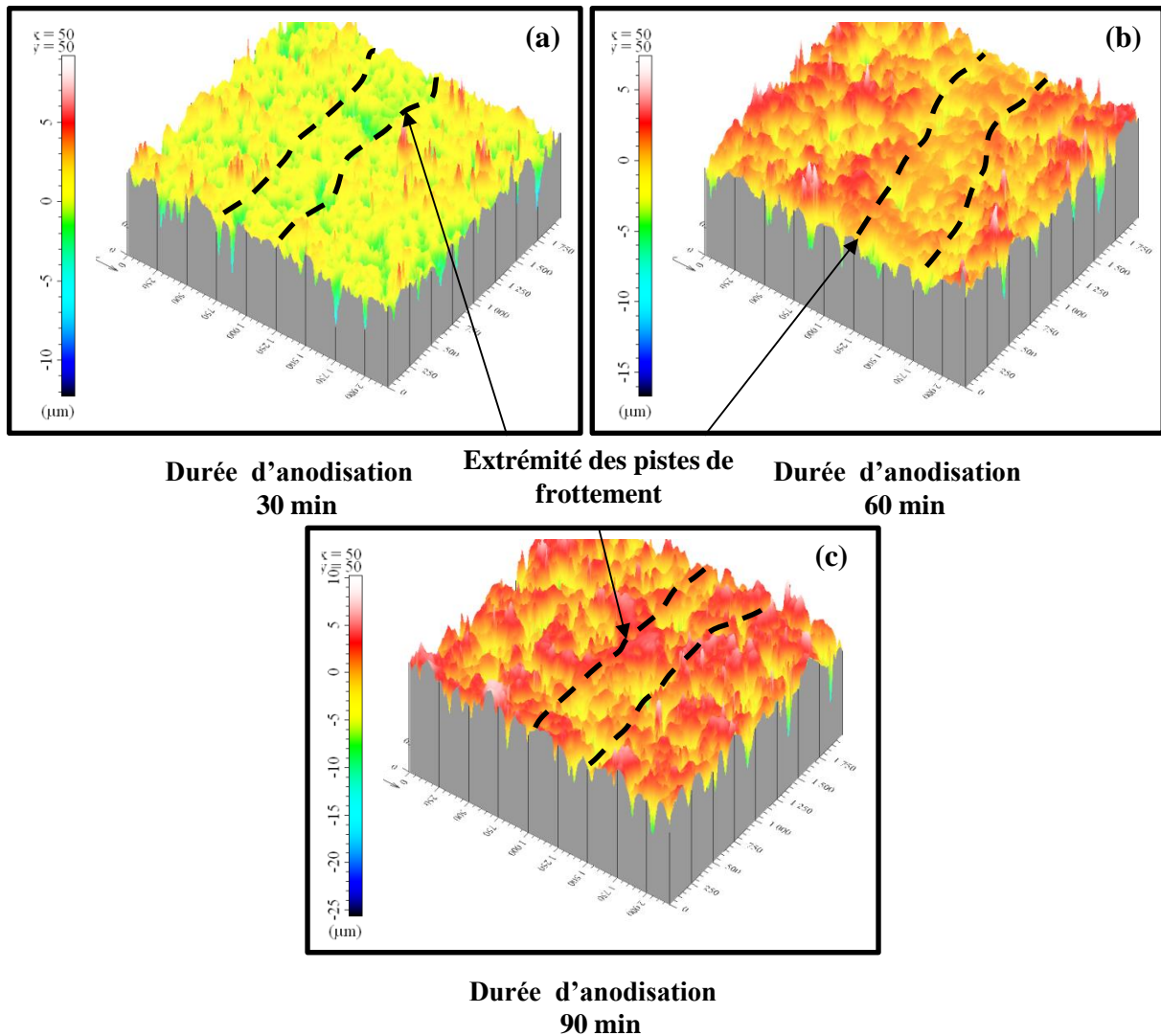


Fig. V.7. Profils de la piste de frottement mesurés avec le profilomètre de contact pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min

b- Effet du courant d'anodisation

i. Alliage d'aluminium 2017A

La **Fig. V.8.** montre les traces d'usure, mesurées par analyse profilométrique, produites par frottement cyclique pour différents courants d'anodisation. Pour 2 A/dm^2 , la piste de frottement ne dépasse pas $500 \pm 10 \mu\text{m}$ de largeur, alors que pour 1 A/dm^2 , elle est de $720 \pm 10 \mu\text{m}$. L'augmentation du courant d'anodisation entraîne aussi la diminution de la profondeur d'usure (de $30 \mu\text{m}$ à $10 \mu\text{m}$) sans décollement de la couche d'oxyde.

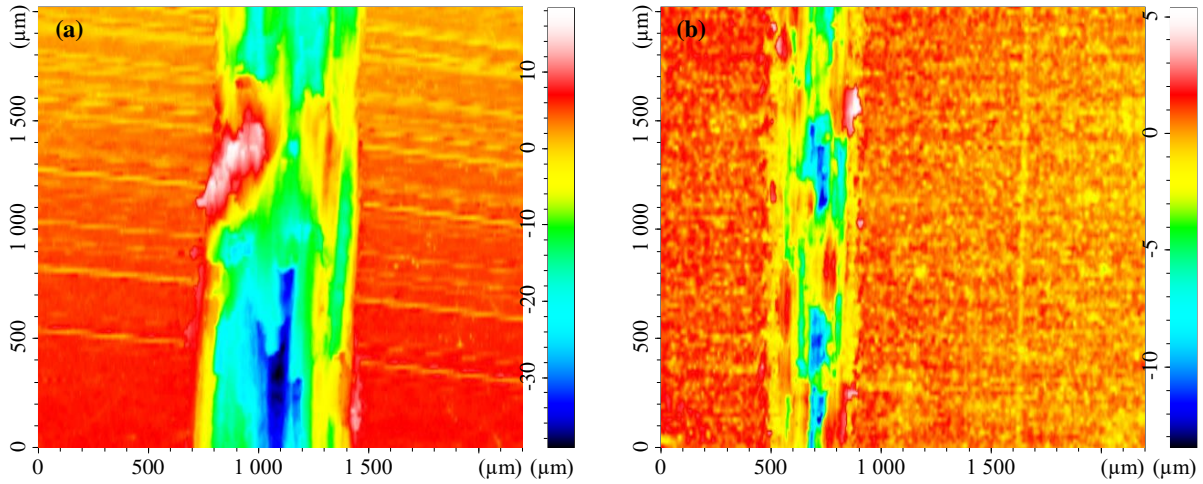


Fig. V.8. Profils de la piste de frottement par profilométrie de contact pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 1 A/dm² ; (b) 2 A/dm²

ii. Alliage d'aluminium 5083

L'analyse profilométrique a également été utilisée pour étudier la durabilité de la couche d'oxyde en variant le courant d'anodisation de l'alliage 5083 (**Fig. V.9**). La surface de la couche d'oxyde est très rugueuse pour un courant 2 A/dm². La piste de frottement est relativement peu profonde avec la formation d'une couche lisse sur la surface de contact (**Fig. V.9b**). À l'intérieur de la trace de frottement, la profondeur des pores est très faible. Cette diminution de profondeur s'explique par le remplissage partiel des pores par des débris d'usure.

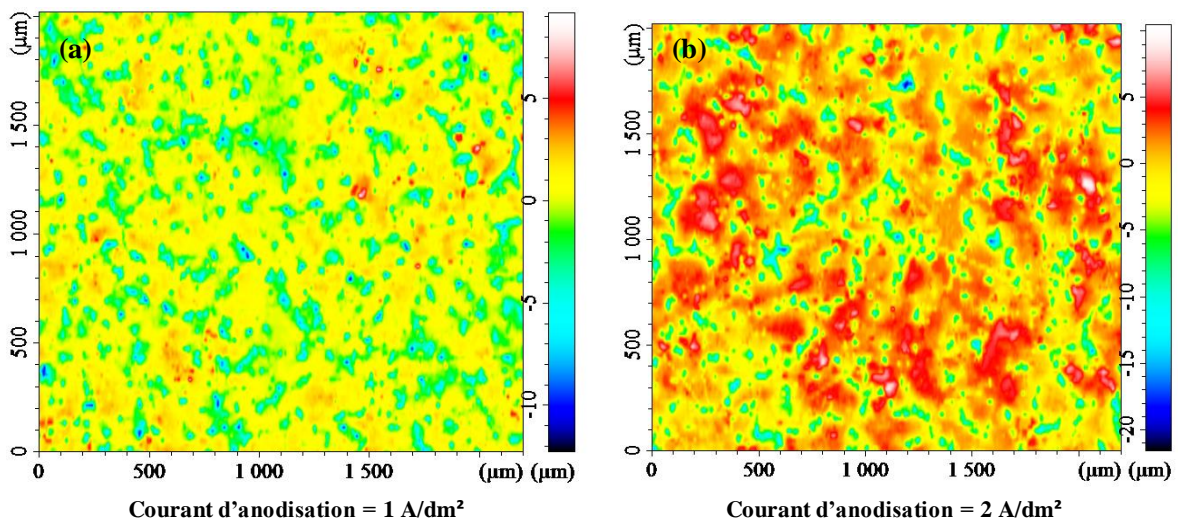


Fig. V.9. Profils de la piste de frottement par profilométrie de contact pour différents courants d'anodisation de l'alliage 5083. (a) 1 A/dm² ; (b) 2 A/dm²

3.2. Analyse des mécanismes d'usure au regard des conditions d'anodisation

a- Effet de la durée d'anodisation

i. *Alliage d'aluminium 2017A*

Pour étudier les morphologies des surfaces d'échantillons frottés, des observations MEB de ces surfaces ont été effectuées. Les **Figs. V.10a., d. et g.** montrent une zone de la piste de frottement de l'échantillon anodisé pendant 30 minutes. Les débris d'usure sont formés et compactés sur la surface frottée par la bille (**Fig. V.10d.**). Un plus fort agrandissement de l'image montre clairement le détachement de la couche d'oxyde (**Fig. V.10g.**). Une autre particularité de ces pistes de frottement est la présence de particules micrométriques de forme sphérique.

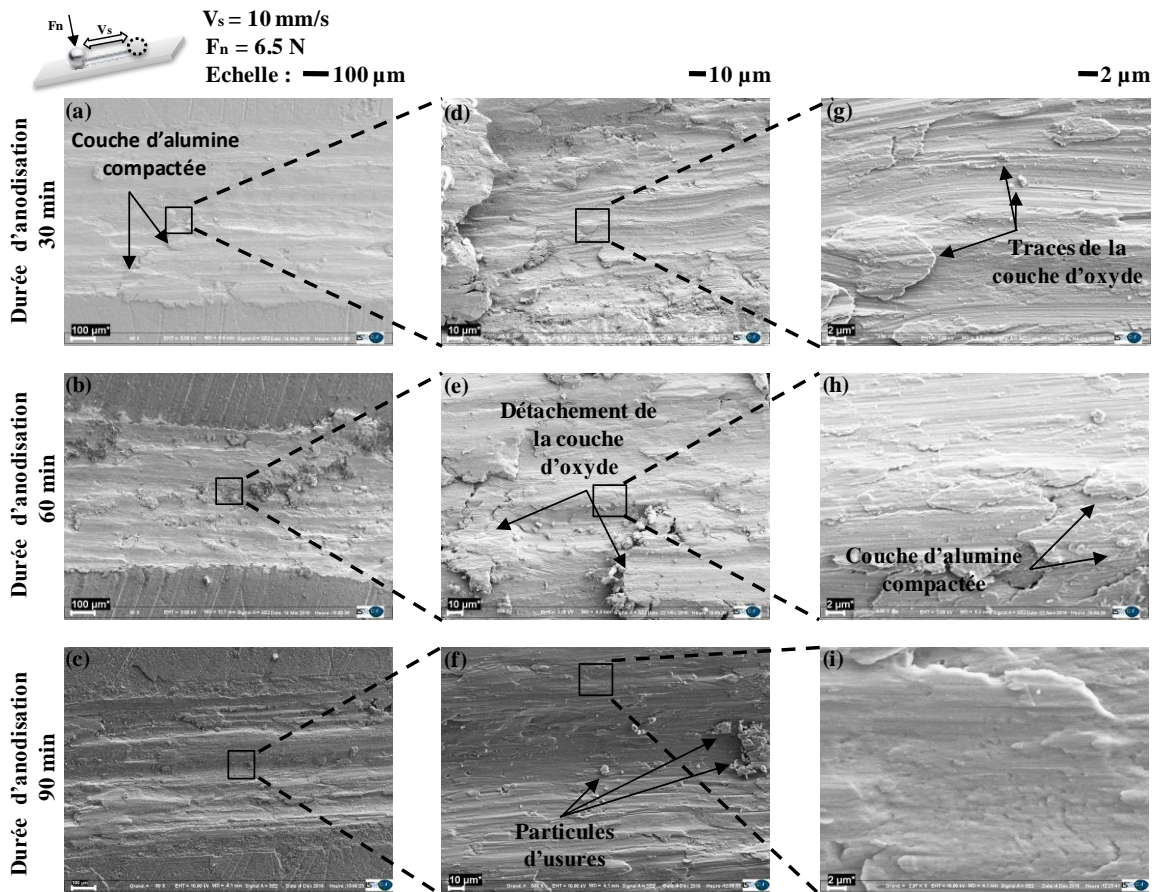


Fig. V.10. Observations MEB des pistes de frottement pour différentes durées d'anodisation de l'Al 2017A. (a) 30 min (b) 60 min et (c) 90 min. (d et g) détails de la zone sur (a). (e et h) détails de la zone sur (b). (f et i) détails de la zone sur (c)

Avec l'augmentation de la durée d'anodisation, les **Fig. V.10c., f. et i.** montrent que les particules d'usure forment des plaquettes compactées en raison du broyage des particules d'oxyde, générant la délamination de la couche d'oxyde.

L'analyse EDX a été réalisée à l'intérieur de la piste de frottement (**Fig. V.11.**). Le décollement total de la couche d'oxyde est confirmé avec l'absence des éléments chimiques de l' Al_2O_3 . La présence des débris d'usure de la couche d'oxyde est validée par l'identification de quelques traces d'oxygène et de soufre. Pour l'échantillon anodisé pendant 90 minutes, le pourcentage massique d'oxygène est le plus élevé, ce qui signifie la présence de débris d'oxydes (**Fig. V.11c.**).

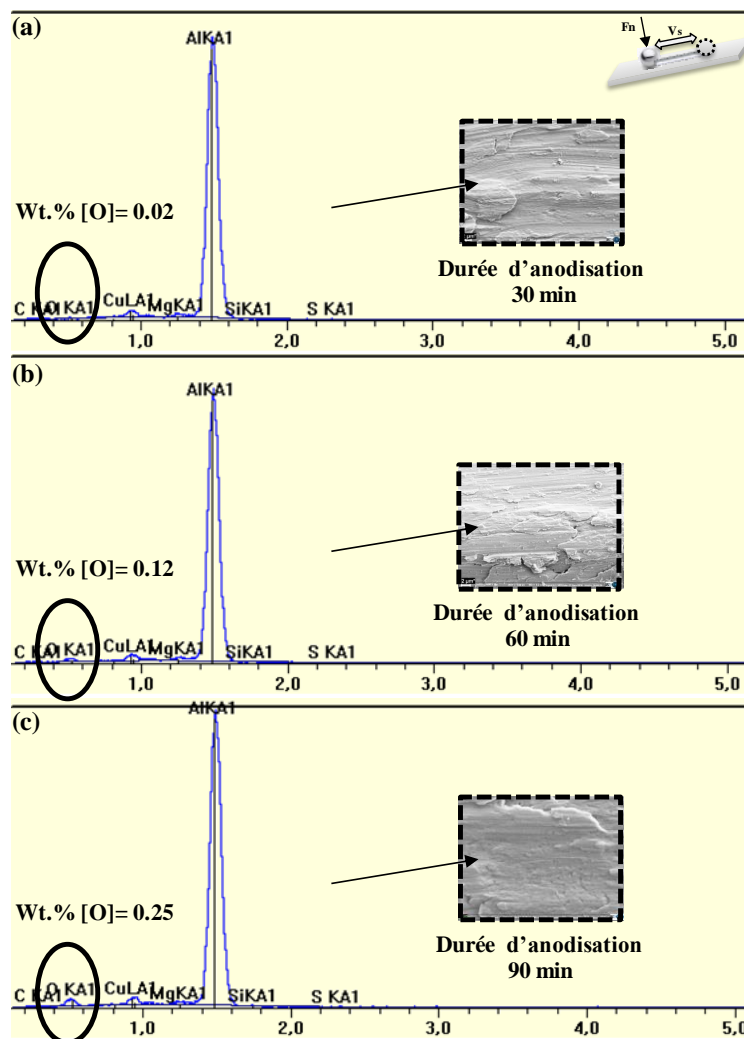


Fig. V.11. Courbes EDX sur la piste de frottement pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 30 min ; (b) 60 min et (c) 90 min

Les analyses précédentes prouvent l'existence d'un mécanisme d'arrachement de la couche d'oxyde et de formation de plaquettes d'oxydes superposées sur le matériau de base.

Les courbes de frottement et l'analyse post-mortem montrent que l'augmentation de la durée d'anodisation augmente la résistance au frottement de la couche d'oxyde. Par conséquent, l'augmentation de la durée d'anodisation induit une meilleure durabilité de la couche d'oxyde déposée sur l'alliage d'aluminium Al 2017.

ii. Alliage d'aluminium 5083

Pour bien analyser les traces d'usure et extraire les mécanismes d'usure résultant du frottement cyclique, différents agrandissements ont été opérés au MEB pour les 3 durées d'anodisation. Les observations MEB avec un fort agrandissement de la **Zone A** de la **Fig. V.6.**, correspondant à une durée de 30 min, sont illustrées sur la **Fig. V.12.** Les pores de la couche d'oxyde semblent en majorité quasiment remplis par les débris d'usure (**Fig. V.12a.**). De plus, des propagations de microfissures sont visibles à l'intérieur de la piste de frottement (**Fig. V.12b.**). La présence des microfissures s'explique par le caractère fragile de la couche d'oxyde, sur l'alliage 5083 plus ductile, soumise aux forces de frottements répétitifs.

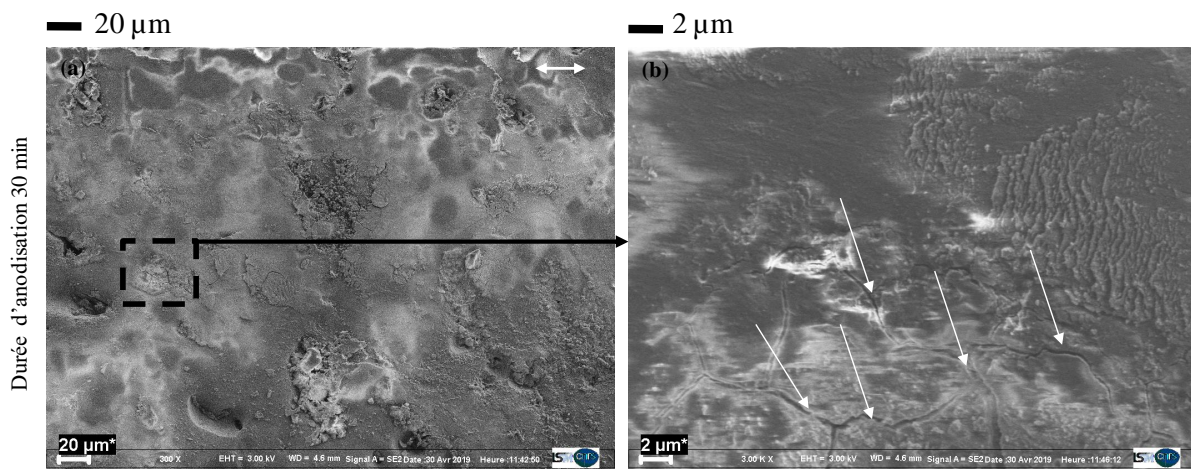


Fig. V.12. Observations MEB de la piste de frottement pour une durée d'anodisation de 30 min de l'Al 5083. (a) détails de la zone localisée (A) sur la **Fig. V.6a.** (b) détails de la zone localisée sur (a)

La piste de frottement de l'échantillon anodisé pendant 60min, est observée au MEB (**Fig. V.13.**) avec différents agrandissements de la **Zone B** localisée sur la **Fig. V.6b.** Ces observations montrent la présence de lits de poudre sur la piste de frottement (**Fig. V.13a.**). Les pores semblent partiellement remplis par des débris d'usure abrasive (**Fig. V.13a.**). La force de frottement répétitive sur la couche d'oxyde entraîne la déformation des pores et la

création de microfissures. Un compactage des débris d'usure dans certaines zones de la piste de frottement est également observé (**Fig. V.13b.**).

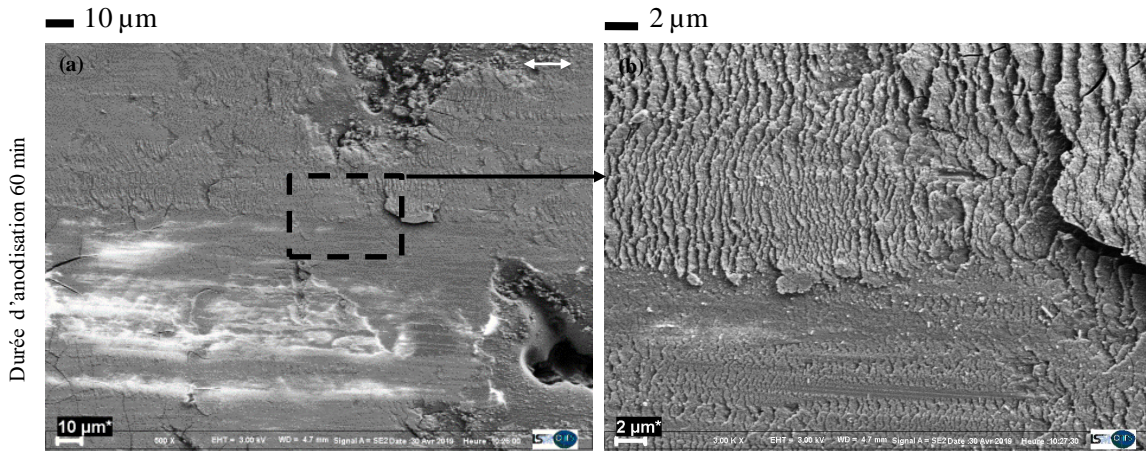


Fig. V.13. Observations MEB de la piste de frottement pour une durée d'anodisation de 60 min de l'Al 5083. (a) détails de la zone localisée (B) sur la **Fig. V.6b.** (b) détails de la zone localisée sur (a)

Avec l'augmentation de la durée d'anodisation jusqu'à 90min, les mécanismes de frottement de la couche d'oxyde sont modifiés. La **Fig. V.14.** montre les observations MEB de la piste de frottement avec différents agrandissements de la **Zone C** localisée sur la **Fig. V.6c.** Des débris d'usure, de taille micrométrique et de forme sphérique, sont repartis sur la piste de frottement (**Fig. V.14a.**). On observe également des traces de broyage des débris d'usure. Les particules d'oxyde sont compactées et comprimées en formant une couche lisse superposée dans la surface de contact (**Fig. V.14b.**). Par ailleurs, la piste de frottement ne contient pas de microfissures visibles et les pores à la morphologie plutôt uniforme ne semblent pas être remplis par des débris d'usure. Ces analyses corroborent la bonne résistance de la couche d'oxyde aux frottements.

Pour approfondir la caractérisation de l'intérieur des pistes de frottement, des analyses EDX ont été réalisées. La **Fig. V.15.** montre les courbes des éléments chimiques révélés par l'analyse EDX de l'alliage 5083 pour les durées d'anodisation 30 et 90min. Quelques traces des éléments d'additions de l'alliage 5083, tels que le magnésium et le silicium, sont détectées sur les deux pistes de frottement. De plus, du soufre, élément provenant du bain d'acide sulfurique (H_2SO_4), a été trouvé en faible quantité. Néanmoins, le pourcentage massique de l'oxygène est plus élevé sur la piste de frottement de la couche d'oxyde anodisée pendant 90min. Cette augmentation est due à la présence des particules et plaquettes d'oxyde écrasées et reparties sur la piste de frottement. Par ailleurs, la diminution de la quantité d'oxygène,

dans le cas de l'échantillon anodisé pendant 30min, est due à la présence de microfissures dans la piste de frottement. L'augmentation de la durée d'anodisation de l'alliage 5083 jusqu'à 90 min améliore la durabilité de la couche d'oxyde et la résistance aux frottements.

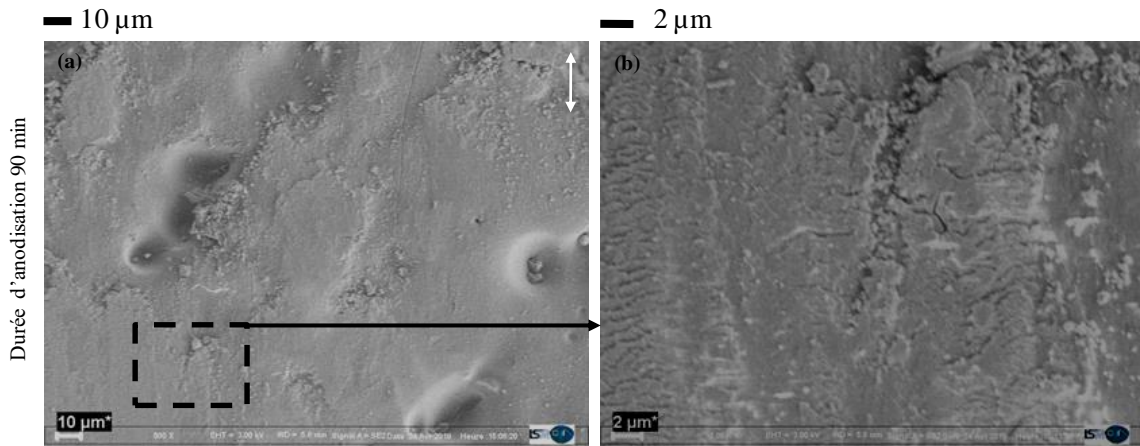


Fig. V.14. Observations MEB de la piste de frottement pour une durée d'anodisation de 90 min de l'Al 5083. (a) détails de la zone localisée (Zone C) sur la Fig. V.6c. (b) détails de la zone localisée sur (a)

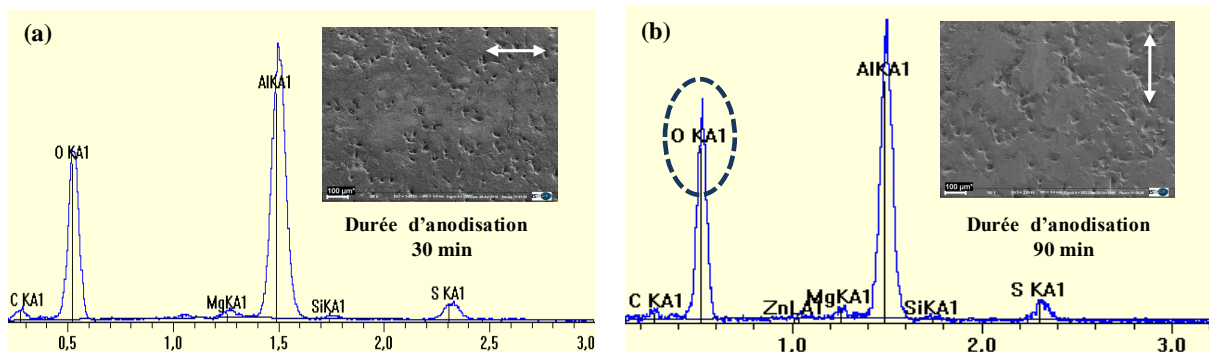


Fig. V.15. Courbes EDX sur la piste de frottement cyclique pour différentes durées d'anodisation de l'alliage 5083. (a) D1 = 30 min et (b) D3 = 90 min

En résumé, l'augmentation de la durée d'anodisation de l'alliage 5083 améliore la résistance aux frottements et augmente la durabilité de la couche d'oxyde. De plus, la couche d'oxyde de l'alliage 5083 possède de meilleures caractéristiques tribologiques telles qu'une

bonne résistance aux rayures et une meilleure durabilité que celle obtenue pour l'alliage 2017A.

b- Effet du courant appliqué

i. Alliage d'aluminium 2017A

La variation du courant d'anodisation influe sur la microstructure de la couche d'oxyde, et par conséquent, sur la morphologie de la piste de frottement. Des observations MEB ont été effectuées sur la piste de frottement (**Fig. V.16.**). Elles montrent que des débris d'usure, de taille micrométrique et de forme aléatoire, se sont détachés de la couche d'oxyde et répartis sur la piste de frottement (**Fig. V.16b.**). Une analyse plus approfondie des pistes de frottement révèle que les débris d'usure sont compactés en formant des plaquettes d'oxyde « écrasés » (**Fig. V.16a.**). Des traces de décohésion sur la plaque compactée sont détectées perpendiculairement au sens de frottement. Sur les régions frottées, des creux sont observés, générés par le mouvement de glissement répété de la bille (**Fig. V.16c.**).

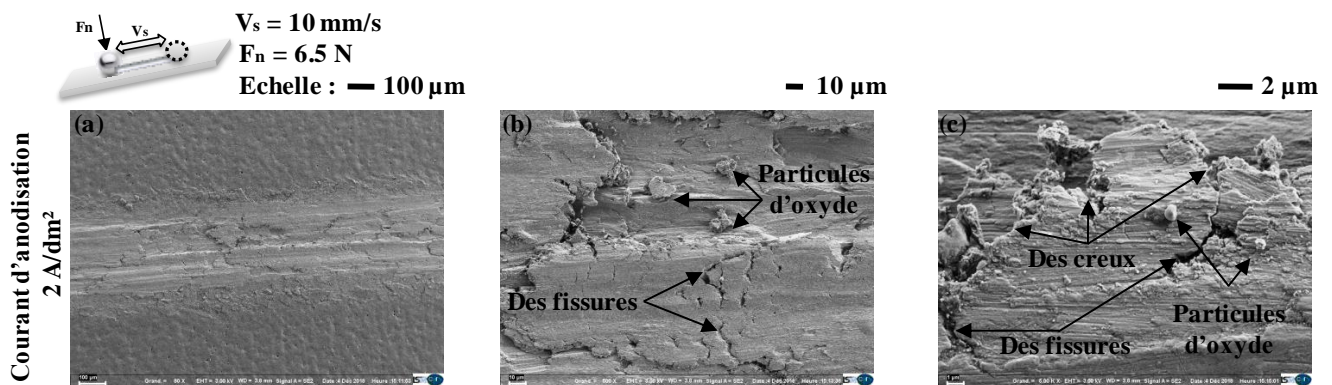


Fig. V.16. Observations MEB de la piste de frottement de l'alliage 2017A pour un courant d'anodisation de 2 A/dm^2 . (b et c) détails de la zone localisée dans (a)

La **Fig. V.17.** montre l'analyse EDX des éléments chimiques sur la trace d'usure de la couche d'oxyde obtenue avec un courant égal à 1 A/dm^2 (**Fig. V.11a.**) et 2 A / dm^2 (**Fig. V.17b.**). Pour la deuxième courbe (**Fig. V.17b.**), la présence des principaux éléments de l'alliage 2017A (Al, Mg, Cu et Si) est détectée. De plus, les éléments de la couche d'oxyde Al_2O_3 (Al et O) sont présents de manière significative, contrairement au soufre qui est présent en faible quantité. Enfin, certaines zones de la couche d'oxyde n'ont pas subi de décollement en raison de la présence des débris d'usure.

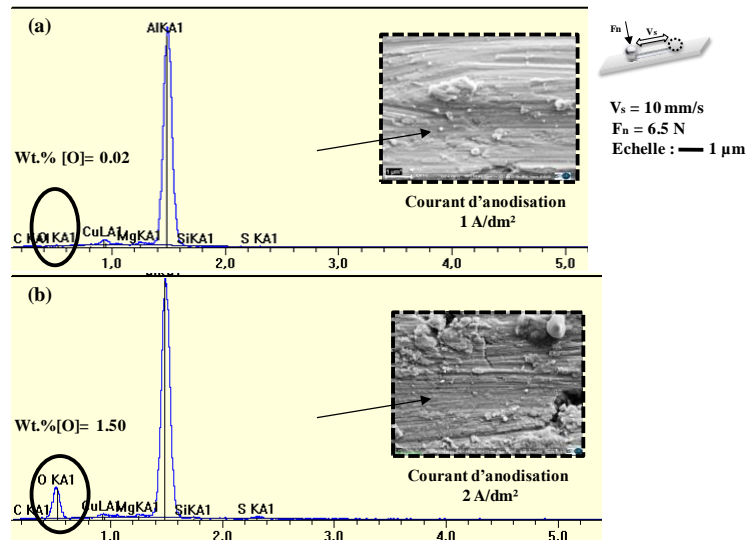


Fig. V.17. Courbes EDX sur la piste de frottement cyclique pour différents courants d'anodisation de l'alliage 2017A. (a) 1A/dm² ; (b) 2A/dm²

En résumé, l'augmentation du courant d'anodisation de l'alliage 2017A améliore la résistance au frottement de la couche d'oxyde et améliore la durabilité de la couche. Les observations montrent également l'existence du mécanisme d'écaillage par fatigue de contact.

ii. Alliage d'aluminium 5083

Les mécanismes d'usure sont déduits à l'aide d'observations MEB de la piste de frottement. La **Fig. V.18.** illustre ces observations MEB la couche d'oxyde anodisée avec un courant de 2A/dm². La largeur moyenne de la piste de frottement est de l'ordre de 355±5 μm (**Fig. V.18a.**). Celle-ci est presque égale à la largeur moyenne de la piste de frottement de la couche d'alumine obtenue avec 1A/dm² (**Fig. V.6a.**). La **Fig. V.18b.** montre l'existence de lits de poudre sur la piste de frottement. De plus, un compactage des particules d'oxyde abrasives est observé. Les particules d'oxyde sont comprimées en formant une couche lisse dans la surface de contact (**Fig. V.18b.**). Le mouvement répétitif du pénétrateur assure le remplissage partiel des pores avec de la poudre (**Fig. V.18a.**) et la génération de microfissures (**Fig. V.18c.**). L'ouverture des lèvres de microfissures est estimée à quelques nanomètres.

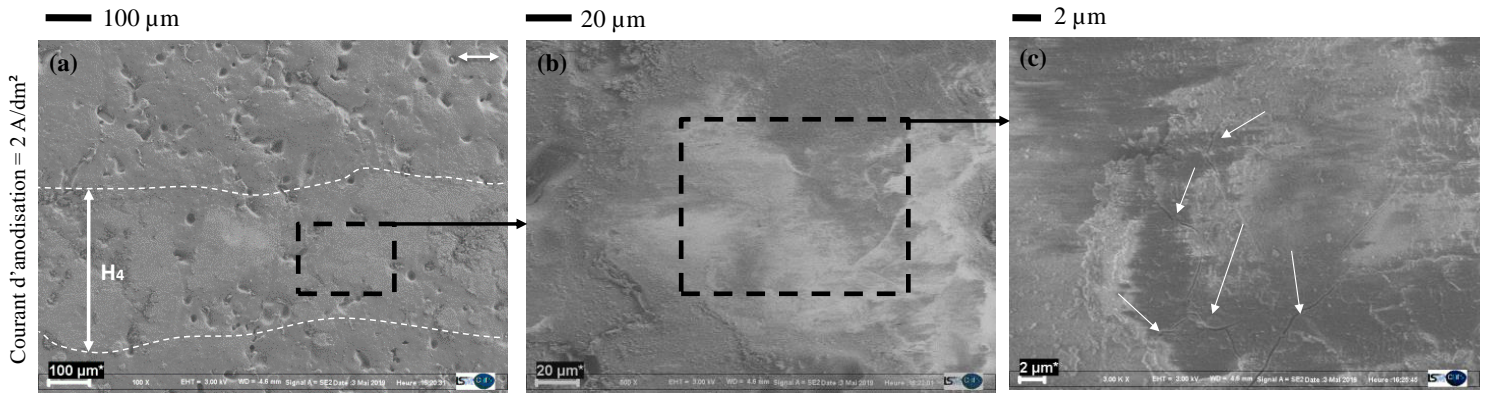


Fig. V.18. Observations MEB de la piste de frottement de l'alliage 5083 avec un courant d'anodisation de 2A/dm². (b et c) détails de la zone localisée sur (a)

L'analyse EDX a également été utilisée sur la piste de frottement de la couche d'oxyde anodisée avec 2A/dm² (**Fig. V.19.**). Les éléments d'addition de l'alliage 5083 ont été détectés (Mg, Si). Le soufre, provenant de l'acide H₂SO₄, est présent sur la surface de contact. Le pourcentage massique de l'oxygène est important. En fait, la quantité d'oxygène de l'échantillon anodisée avec 2A/dm² est plus élevée (**Fig. V.19.**) que celle de l'échantillon 1 A/dm² (**Fig. V.15a.**). L'augmentation de l'oxygène est corrélée à la diminution de l'ouverture des lèvres de microfissures dans la piste de frottement (**Fig. V.18c.**).

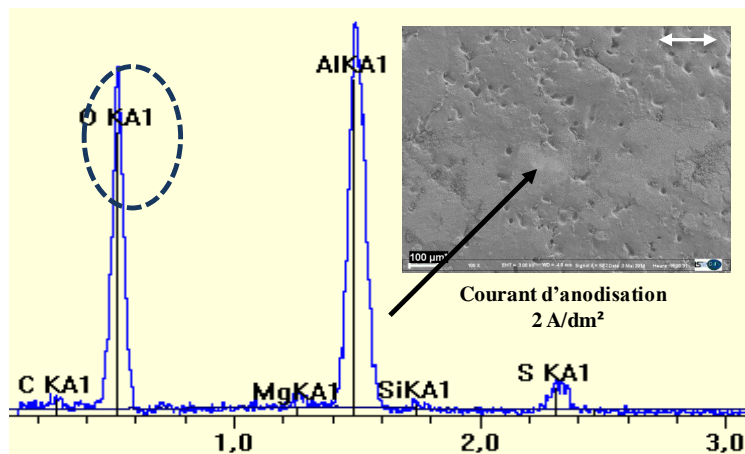


Fig. V.19. Courbes EDX sur la piste de frottement cyclique pour un courant d'anodisation de 2A/dm² de l'alliage 5083

Après une analyse approfondie de la durabilité de la couche d'oxyde grâce au test de frottement cyclique et aux caractérisations complémentaires, on peut conclure que l'augmentation du courant d'anodisation de 1A/dm² à 2A/dm² n'améliore ni la durabilité ni la résistance aux frottements de la couche d'oxyde de l'alliage 5083.

4. Liens comportement-mécanismes

Le test de frottement cyclique génère différents mécanismes d'usure dans la couche d'oxyde. La **Fig. V.20.** montre un modèle tribologique avec la corrélation entre le coefficient de frottement et les mécanismes d'usure de la couche d'oxyde pour un chargement cyclique, dans le cas de l'alliage d'aluminium 5083 anodisé pendant 30 min avec un courant de 1 A/dm². Sous l'action de la charge normale et le mouvement de frottement répétitif, des débris d'usure, provenant de la couche d'oxyde, se forment, dits débit de source interne (**Fig. V.20a.**). Les débris, à l'intérieur de la piste de frottement, sont dits débit de recirculation. Avec l'augmentation du nombre de cycles, des grains de taille micrométrique sont répartis et déplacés dans la surface de contact sous forme de petites particules d'usure libres (**Fig. V.20a.**). Ceci correspond à la première étape ou au début de la formation du troisième corps. Au cours de cette étape, le coefficient de frottement est stable (**Fig. V.20a.**). A partir d'un certain nombre de cycles, le coefficient de frottement commence à croître progressivement (**Fig. V.20b.**). Dans ce cas, les débris d'usure sont déformés et comprimés [4]. La taille des débris d'oxyde est très fine à l'interface de la piste de frottement de la couche d'oxyde. Ces débris d'oxyde sont agglomérés formant des lits de poudre et ensuite compactés par le mouvement de frottement cyclique, constituant ainsi le débit interne [8]. Certains débris d'usure sont éjectés à l'extérieur de la piste de frottement sous l'effet du mouvement de frottement répétitif, nommés débits d'usure. Pendant les derniers cycles, en circulant dans la zone du contact, les pores deviennent des sites de piégeage de particules d'oxyde. La couche d'oxyde compactée sur la surface de la piste de frottement, continue de croître et de s'étaler lors du frottement (**Fig. V.20c.**). En outre, les débris d'usure sont agglomérés en remplissant les pores de la couche d'oxyde. Par conséquent, le contact tribologique entre la bille et couche d'oxyde devient progressivement entre l'oxyde compacté (troisième corps) et le pénétrateur (bille). La surface de contact, à l'interface de la piste de frottement, devient plus compacte et plus lisse, comparativement à la phase de broyage et de déformation des particules d'oxyde (**Fig. V.20c.**). Ce mécanisme d'usure explique la deuxième phase stable du coefficient de frottement. Par ailleurs, la force appliquée avec le frottement répétitif provoque la fissuration de la couche compactée (**Fig. V.20c.**).

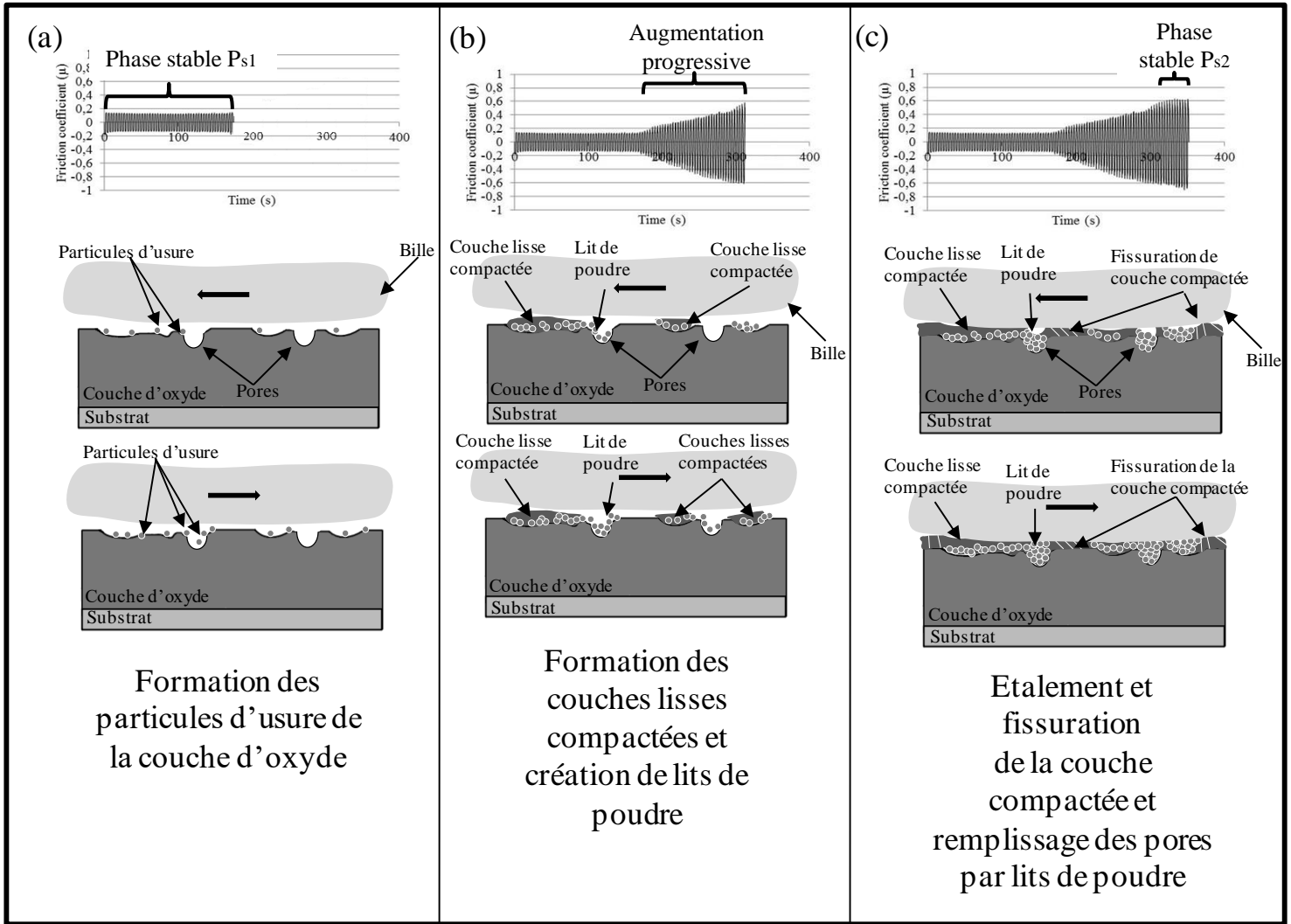


Fig. V.20. Le modèle tribologique avec la corrélation entre le coefficient de frottement et les mécanismes d'usure de la couche d'oxyde (a) Phase stable (b) Phase d'augmentation progressive (c) Deuxième phase stable

5. Conclusion

Dans ce chapitre, la durabilité des alliages d'aluminium 2017A et 5083 anodisés a été étudiée en utilisant le test de frottement cyclique. Les effets de la durée d'anodisation et du courant appliqué ont été investigués. Ainsi, une étude multi échelle des surfaces frottées a été réalisée pour analyser les mécanismes d'usure. De plus, des caractérisations complémentaires de la surface ont été menées.

Cette étude a montré que la couche d'oxyde de l'alliage 2017A présente une durabilité relativement faible. L'augmentation de la durée d'anodisation améliore la résistance aux

frottements de la couche d'oxyde. Par contre, le courant appliqué a une faible influence sur la durabilité de la couche d'oxyde avec une piste de frottement moins profonde.

L'alliage 5083 présente une durabilité relativement importante. La durée d'anodisation améliore la résistance à l'usure de la couche d'oxyde. La piste de frottement ne révèle pas de défaillance de la couche d'oxyde. Le coefficient de frottement dans ce cas est le plus faible au bout de 100 cycles. Enfin, le courant d'anodisation détériore le comportement tribologique de la couche d'oxyde de l'alliage 5083.

L'augmentation de la durée d'anodisation jusqu'à 90 min de l'alliage 5083 permet d'avoir une couche d'oxyde avec une meilleure tenue en service, comparativement à l'autre alliage 2017A et ce, quelles que soient les valeurs retenues des paramètres d'anodisation investigués.

Le débit des particules d'usure a également été étudié. Après les premiers cycles, avec un faible et stable coefficient de frottement, le débit source interne a commencé à se former. Ensuite, avec l'augmentation du coefficient de frottement, les particules d'usure ont commencé à se compacter formant des couches lisses, constituant ainsi le débit interne. Finalement, lors de la deuxième phase stable du coefficient de frottement, les couches lisses s'étalent avec le remplissage des pores avec de la poudre. La nouvelle couche formée est fissurée par le mouvement de frottement répétitif. En même temps, certains débris d'usure sont éjectés à l'extérieur de la piste de frottement, formant les débits d'usure.

Références

- [1] Guezmil M., Ben Salah W., Khalladi A., Elleuch K., De-Petris Wery M., Ayedi H. F., '*Effect of test parameters on the friction behavior of anodized aluminum alloy*', Hindawi Publishing corporation International Scholarly Research Notices, (2014), 795745, 9.
- [2] Gyu-Sun L., Joohoon C., Yong C. C., Sang D. B., Young Z. L., '*Tribological effects of pores on an anodized Al alloy surface as lubricant reservoir*', Current Applied Physics, 11, (2011), 182 – 186.
- [3] Zheng Y. L., Zhen B. C., Ye C., Jian H. L., Min H. Z., '*Effect of oxidation time on the impact wear of micro-arc oxidation coating on aluminum alloy*', Wear, 426 – 427, (2019), 285 -295.
- [4] Steier V. F., Doca T., Araujo J. A., '*Fretting wear investigation of 1350-H19 aluminum wires tested against treated surfaces*', Wear, 414 – 425, (2018), 1 – 8.

- [5] Xuan Y., Lin C., Xiao Y. J., Jian C. D., Wen B. X., *'Influence of temperature on tribological properties of microarc oxidation coating on 7075 aluminum alloy at 25°C – 300°C'*, *Ceramics International*, 45, (2019), 12312 – 12318.
- [6] Guezmil M., Ben Salah W., Khalladi A., Elleuch K., Depetris W., M., Ayedi H. F., *'Friction coefficient and microhardness of anodized aluminum alloys under different elaboration conditions'*, *Trans Nonferrous Met. Soc. China*, 25, (2015), 1950-1960.
- [7] Hyo S. K., Dae H. K., Woo L., Seong J. C., Jun H. H., Hyo S., *'Tribological properties of nano-porous anodic aluminum oxide film'*, *Surface and Coatings Technology*, 205, (2010), 1431 – 1237.
- [8] Kchaou M., Elleuch R., Desplanques Y., Boidin X., Degallaix G., *'Etude du comportement de l'acier X40CrMoV5-1 pré-oxydé en frottement-usure sous faible Vitesse de glissement'*, *Ann. Chim. Mat.*, 35 (1), (2010), 41 – 57.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Ces travaux de thèse entrent dans le cadre d'une convention de cotutelle internationale, entre l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax (ENIS) et l'Université Paris 13 dénommée Sorbonne Paris Nord (USPN), et d'une convention MOBIDOC. Ils ont été réalisés au sein du Laboratoire des Systèmes Electromécaniques (LASEM-Tunisie), du Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux (LSPM-France) et de la Société des Ingénieurs pour les Affaires (SIAF). L'objectif était d'étudier le comportement tribologique d'alliages d'aluminium anodisés en fonction des paramètres d'anodisation, que sont la durée et le courant d'anodisation. Ces derniers influent sur la morphologie, l'épaisseur et la microstructure de la couche d'oxyde obtenue, ce qui conduit à la variation du comportement tribologique de la couche d'oxyde. Ainsi, une analyse multi-échelle a été menée sur deux alliages d'aluminium, 2017A et 5083, afin d'étudier les phénomènes qui régissent dans le contact frottant.

Après un examen approfondi de l'état de l'art, il ressort que l'étude de la durabilité et la résistance aux rayures d'alliages d'aluminium anodisé en fonction des différentes conditions d'élaboration et en corrélant entre microstructure, comportement, et mécanismes d'usure, reste limitée. Ainsi, une étude plus complète, dans une approche mixte (mécanique, tribologique et microstructurale) et multi-échelle (de la microstructure à l'éprouvette), s'avère pertinent.

L'étude de l'effet des paramètres d'anodisation sur le comportement tribologique de la couche d'oxyde est menée en trois temps distincts. Dans un premier temps, les caractérisations nano- et microstructurales de la couche d'oxyde ont été réalisées pour comprendre l'effet de la durée et du courant d'anodisation sur la morphologie et l'épaisseur de la couche d'oxyde. Dans un second temps, une caractérisation de la résistance aux rayures de la couche d'oxyde a été menée avec deux tests - macro et micro rayure - et deux modes de chargement appliqué, afin d'étudier la résistance aux rayures de la couche d'oxyde, avec la charge fixe, et d'analyser la résistance cumulée de celle-ci, avec la charge progressive. La caractérisation de la durabilité de la couche d'oxyde avec le test de frottement cyclique a été menée dans un troisième temps, avec corrélation entre les échelles macro, micro et nano. La microstructure et les mécanismes d'usure ont été analysés grâce à des observations au

microscope électronique à balayage avec une analyse chimique par EDX. De plus, la profondeur de la trace de frottement a été mesurée avec un profilomètre à contact.

Microstructure de la couche d'oxyde

La microstructure de la couche d'oxyde des alliages d'aluminium 2017A et 5083 a été étudiée selon une démarche multi-échelle en tenant compte de l'effet de la durée et du courant d'anodisation. Il a été montré que l'augmentation de la durée d'anodisation augmente l'épaisseur de la couche d'oxyde du Al 2017A avec un pourcentage de 32% et de 16% lorsque la durée varie de 30 min à 60 min et de 60 à 90 min, respectivement. L'augmentation est beaucoup plus nette pour l'alliage 5083, avec un pourcentage de 57% de 30 à 60 min et 78% de 60 à 90 min. De plus, avec l'augmentation de la durée d'anodisation, la taille des microcavités atteint une taille maximale de 12 μm pour l'alliage 2017A et est cinq fois plus grande pour l'alliage 5083. D'autre part, la variation du courant d'anodisation de 1 à 2 A/dm^2 induit une faible influence sur l'épaisseur de la couche d'oxyde avec une augmentation de 1,5 μm pour l'alliage 2017A et 8,722 μm pour l'alliage 5083. Ceci a principalement été attribué au rôle de l'élément d'addition magnésium présent dans la composition chimique de l'alliage 5083 qui est lié aux taux de migration des ions magnésium Mg^{2+} , se déplaçant de 2 à 3 fois plus rapidement que les ions Al^{3+} lors du processus d'anodisation, accélérant ainsi la formation de la couche d'oxyde et permettant d'avoir des microcavités de grande taille. Par contre, le cuivre et le silicium, présents dans l'alliage 2017A, favorisent la dissolution de la couche d'oxyde, ce qui a augmenté la porosité de celle-ci pour cette nuance d'aluminium.

Les mécanismes de nucléation et de croissance de la couche d'oxyde ont également été étudiés. Ils se composent de trois stades principaux : (i) germination des nanoparticules d'oxyde (phase métastable) par interaction avec l'oxygène, l'aluminium et le silicium, (ii) croissance des nanoparticules d'oxyde pour former des microparticules sphériques, (iii) coalescence des particules sphériques en des amas d'oxyde pour former une couche stable.

Résistance aux rayures

La résistance aux rayures de la couche d'oxyde a été étudiée en deux étapes. La première consiste à analyser le coefficient de frottement et les mécanismes d'usure selon une étude multi-échelle avec le test de macro rayure sous l'effet d'une charge fixe. La deuxième consiste à analyser la profondeur de pénétration et la résistance à la charge appliquée avec le test de micro rayure sous l'effet d'une charge progressive.

D'après le test de rayure sous l'effet d'une charge fixe, l'augmentation de la durée d'anodisation a amélioré la résistance aux rayures de la couche d'oxyde avec un coefficient de frottement et un taux d'usure faibles pour les deux alliages d'aluminium 2017A et 5083. L'augmentation de la durée d'anodisation de l'alliage 2017A a conduit à l'augmentation de la largeur de rayure et du niveau de frottement qui est devenu plus stable. Pour l'alliage 5083, le mécanisme d'usure dominant pour la durée d'anodisation la plus longue est le broyage et le compactage des débris d'usure abrasive. D'autre part, le courant d'anodisation a induit l'augmentation du coefficient de frottement et la largeur de la rayure de l'aluminium 2017A. Cependant, en augmentant le courant d'anodisation de l'alliage 5083, le coefficient de frottement a présenté moins de fluctuation. Le mécanisme d'usure dominant est de type fissuration de la couche d'oxyde avec le broyage et le compactage des débris d'usure.

D'après le test de micro-rayure sous l'effet d'une charge progressive d'un pas de 0,5 N jusqu'à une charge maximale de 15 N, l'augmentation de la durée d'anodisation augmente la résistance de la couche d'oxyde de l'aluminium 2017A vis-à-vis de la charge de rayure. De plus, la profondeur de pénétration croît avec une défaillance rapide, un taux d'usure important et une diminution remarquable du coefficient de frottement. Pour la durée d'anodisation la plus longue, l'alliage 5083 est plus résistant à la charge de pénétration, permettant ainsi de préserver la couche d'oxyde jusqu'à une charge de 15 N.

Durabilité de la couche d'oxyde

La durabilité de la couche d'oxyde a été étudiée avec le test de frottement cyclique en tenant compte de l'effet de la durée et du courant d'anodisation de l'alliage 2017A et 5083.

En premier lieu, les études ont montré que la couche d'oxyde de l'alliage 2017A présente une durabilité relativement faible quelles que soient les conditions d'élaboration. L'augmentation de la durée d'anodisation de 30 à 60 min, puis de 60 à 90 min, améliore la résistance au frottement de la couche d'oxyde avec un pourcentage de 50% et 100%, respectivement. Le courant appliqué a une faible influence sur l'amélioration de la durabilité de la couche d'oxyde avec une trace d'usure moins profonde (profondeur maximale 15 μm).

En second lieu, l'alliage 5083 anodisé présente une durabilité relativement importante. Cependant, la durée d'anodisation améliore la résistance à l'usure de la couche d'oxyde d'un pourcentage de 38,5% avec l'augmentation de la durée d'anodisation de 30 à 60 min et de

37% avec l'augmentation la durée de 60 à 90 min. La piste de frottement ne présente pas ni défaillance ni fracture dans le cas de l'alliage 2017A.

Enfin, le débit des particules d'usure a été étudié. Le mécanisme d'usure le plus sévère est constitué des phases suivantes : Lors des premiers cycles de frottement, le débit source interne se forme, menant à un faible et stable coefficient de frottement. Ensuite, les particules d'usure sont compactées en formant des couches lisses, constituant aussi le débit interne avec l'augmentation du coefficient de frottement. La deuxième phase stable du coefficient de frottement arrive ensuite. Des couches lisses se sont étalées avec le remplissage des pores par de lits de poudre. Une fissuration de la nouvelle couche formée est provoquée par le mouvement de frottement répétitif de la bille. Dans le même temps, certains débris d'usure sont éjectés vers l'extérieur de la piste de frottement, ce qui donne lieu aux débits d'usure.

Ces travaux de thèse ont fait l'objet d'un article dans « Transactions of the Indian Institute of Metals » et d'un ensemble de communications scientifiques :

- [A1] Mohamed ABID, Amira SELLAMI, Hedi NOURI, Mohamed KCHAOU, Mohamed HABOUSSI.

Nano- and Micro-Scale Characterization of Anodic Oxide Layer Coating on 2017A-T4 Aluminum Alloy. Transaction of the Indian Institute of Metals (Q2), 2021, <https://doi.org/10.1007/s12666-021-02217-6>

- [C2] Mohamed ABID, A. SELLAMI, M. HABOUSSI, H. BEN ABDELALI, H. NOURI, M. KCHAOU

Tribological performance of anodic coating: effects of applied currents and electrolyte concentrations.

The 7th International Conference on Advances in Mechanical Engineering and Mechanics (ICAMEM) , du 16 au 18 Décembre 2019, Hammamet.

- [C1] Mohamed ABID, Amira SELLAMI, Mohamed KCHAOU, Mohamed HABOUSSI, Hedi NOURI, Hamdi BEN ABDELALI

Effect of anodic oxide layer thickness on the tribological performance of aluminum alloy 2017A T4.

4^{ème} Congrès Tunisien de Mécanique (CoTuMe) 2018, du 13 au 15 Octobre 2018, Hammamet.

Ces travaux de thèse ouvrent la voie à plusieurs développements possibles, parmi lesquels :

- L'étude de l'influence d'autres paramètres d'anodisation (concentration de l'électrolyte, la température, la nature de l'alliage...) sur la microstructure et le comportement tribologique de la couche d'oxyde.
- Réalisation d'essais de tenue à la corrosion pour étudier la résistance à la corrosion des couches d'oxyde pour différents paramètres d'anodisation.
- Réalisation d'essais mécanique de flexion à trois points pour étudier l'adhérence de la couche d'oxyde au substrat pour différents paramètres d'anodisation.
- Etude de la durabilité de la couche d'oxyde en adoptant un intervalle plus large des conditions de sollicitations (charge normale, géométrie du pénétrateur, vitesse de frottement, cycles de frottement...).
- Formulation d'une loi empirique donnant les propriétés tribologiques (coefficient de frottement) en fonction des conditions d'élaboration.

RÉSUMÉ en français

Deux alliages d'aluminium 2017A et 5083 sont anodisés dans un bain d'acide sulfurique en faisant varier deux paramètres du processus d'anodisation, que sont la durée d'anodisation et la densité de courant. Pour chaque matériau, la microstructure et l'épaisseur de la couche d'oxyde sont examinées au microscope électronique à balayage (MEB). Le logiciel ImageJ est utilisé pour quantifier à partir d'images MEB des échantillons analysés, la distribution de la taille des pores ainsi que leur densité surfacique. Les mêmes échantillons sont soumis à des tests de rayure avec une charge successivement constante et variable, afin d'étudier leur résistance à ce type de sollicitation grâce à des observations MEB post-mortem. Pour estimer la durabilité vis-à-vis du frottement, des essais cycliques de frottement sont réalisés avec une charge constante. Il a été trouvé que la durée d'anodisation et la densité de courant sont pour les deux alliages, favorables à la taille des pores, l'épaisseur de la couche d'oxyde, la résistance aux rayures et la durée de vie vis-à-vis du frottement. Pour ce qui est de la densité de porosité, celle-ci augmente pour l'alliage 2017A mais reste constante voire diminue pour l'alliage 5083. En plus de ces résultats, des observations microscopiques et des analyses profilométriques ont permis d'échafauder un scénario de croissance de la couche d'oxyde et un modèle tribologique corrélant les propriétés des couches d'oxyde des alliages étudiés à l'évolution de leurs coefficients de frottement et mécanismes d'usure.

TITRE en anglais: Multiscale study of the durability of anodized aluminum alloys

RÉSUMÉ en anglais

Two aluminum alloys 2017A and 5083 are anodized in a sulfuric acid bath by varying two parameters of the anodizing process, which are the anodization time and the applied current. For each material, the microstructure and the thickness of the oxide layer are examined under a scanning electron microscope (SEM). The ImageJ software is used to quantify, from SEM images of the analyzed samples, the distribution of the pores size as well as their surface density. The same samples are subjected to scratch tests with a constant and variable load successively, in order to study their resistance to this type of sollicitation using post-mortem SEM observations. To estimate the durability against friction, cyclic friction tests are performed with a constant load. It has been found that the anodization time and applied current are for both alloys favorable for pore size, oxide layer thickness, scratch resistance and durability. As regards the porosity density, this increases for the 2017A alloy but remains constant or even decreases for the 5083 alloy. In addition to these results, microscopic observations and profilometric analyzes have made it possible to construct a scenario of the oxide layer growth rate and a tribological model correlating the properties of the oxide layers of the alloys studied with the evolution of their friction coefficients and wear mechanisms.

DISCIPLINE : Sciences des Matériaux

MOTS-CLÉS

Anodisation ; Alliage d'aluminium ; Microstructure ; Multi-échelle ; Durabilité ; Mécanismes d'usure.

Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux