

République Algérienne Démocratique Et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université Ferhat Abbas - Sétif 1  
Institut d'Optique et Mécanique de Précision

## **THESE**

Présentée à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision  
pour l'obtention du diplôme de

### **Doctorat en Sciences**

Option : Optique et Mécanique de Précision

Par :

Mr. BOUDILMI Aissa

### **THÈME :**

**Contribution à la caractérisation des revêtements  
et des matériaux stratifiés par microdureté et tenue à l'usure**

Soutenue le : 10/05/2017

Devant le jury composé de :

Mr. OSMANI Hocine	Prof.	Université Sétif 1	Président
Mr. LOUCIF Kamel	Prof.	Université Sétif 1	Rapporteur
Mr. MERROUCHE Abdallah	Prof.	Université M.B. de M'sila	Examineur
Mr. LOUAHDI Rachid	Prof.	Université Sétif 1	Examineur
Mr. TITOUUM Messaoud	Prof.	Université M.B. de M'sila	Examineur
Mr. ROUABAH Zahir	MCA	Université B.B.A.	Examineur

## ***Remerciements***

Tout d'abord, je remercie mon dieu allah qui me donne tous et qui m'aide dans tous les états et dans tous les conditions et les obstacles.

Je tiens à remercier vivement mon directeur de thèse, Monsieur le Professeur K. LOUCIF, pour avoir assuré la gérance de cette thèse, et pour m'avoir apporté la rigueur scientifique nécessaire à son bon déroulement.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur le professeur OSMANI HOCINE, de l'université de Setif1, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à Messieurs :

Le Professeur MERROUCHE Abdallah , le Professeur LOUAHDI Rachid, le Pr .TITOUM Messaoud et le Dr ROUABEH Zahir, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de participer à ce jury.

Enfin, je remercie ma famille et plus particulièrement mon père, ma mère, mes frères, mes enfants, ma femme et tous mes amis

## Sommaire

---

Introduction générale.....	1-3
CHAPITRE I :ALLIAGES D'ALUMINIUM ET ANODISATION	
I – Alliages d'aluminium.....	4
1 – Classification des alliages d'aluminium.....	4
2 – Renforcement des alliages d'aluminium.....	5
2 – 1 – Durcissement structural.....	6
2 – 1 – 1 – Par éléments d'addition.....	6
2 – 1 – 2 – Par écrouissage.....	6
2 – 2 – Amélioration des propriétés de surface.....	6
II – Anodisation.....	8
1 – Traitements préparatoires de surface.....	8
1 – 1 –Prétraitement électrolytique ou chimique.....	8
1 – 1 – 1 –Polissage électrolytique.....	8
1 – 1 – 2 – Décapage chimique.....	8
1 – 1 – 3 –Dégraissage.....	9
1 – 1 – 4 – Satinage.....	10
1 – 1 – 5 – Blanchiment.....	10
1 – 1 – 6 – Rinçage.....	10
1 – 1 – 7 – Séchage.....	10
1 – 2 –Prétraitements mécanique des surfaces.....	11
• Polissage.....	11
• Abrasion par projection.....	11
• Satinage mécanique.....	11
• Ebavurage et/ou polissage au tonneau.....	11
2 – Traitements d'oxydation anodique–anodisation.....	11
2 – 1 – Principe d'anodisation .....	12
2 – 2 – Formes d'anodisation.....	13
2 – 2 – 1 – Anodisation à l'acide chromique (OAC).....	13

## Sommaire

---

2 – 2 – 2 – Anodisation borique-sulfurique (OASB).....	13
2 – 2 – 3 – Anodisation en milieu oxalique.....	14
2 – 2 – 4 – Anodisation sulfurique (OAS).....	14
2 – 2 – 5 – Anodisation dure(OAD).....	14
2 – 3 – Traitements postérieurs.....	14
2 – 3 – 1 – Anodisation colorée.....	15
2 – 3 – 2 – Colmatage de la couche anodisée.....	15
3 – Caractéristiques de la couche d'alumine.....	16
3 – 1 – Morphologie de la couche.....	16
3 – 2 – Caractéristiques cristallographiques et propriétés.....	16
3 – 2 – 1 – Cristallographie.....	16
3 – 2 – 2 – Propriétés de la couche de l'oxyde.....	17
3 – 3 – Adhérence.....	17
III. Alliage d'aluminium 6061.....	18
1 – Composition chimique.....	18
2 – Propriétés physiques.....	19
3 – Propriétés technologiques.....	19

## CHAPITRE II : DURETE DES MATERIAUX MASSIFS ET REVETUS

Introduction.....	20
I – Dureté statique des matériaux massifs.....	21
1 – Essai de dureté Brinell.....	21
1 – 1 – Principe de l'essai Brinell.....	21
1 – 2 – Dureté Brinell.....	22
2 – Essais de dureté Rockwell.....	23
2 – 1 – Principe de l'essai Rockwell.....	22
2 – 2 – Différentes échelles de dureté Rockwell.....	25
2 – 3 – Dureté Rockwell.....	25
3 – Essai de dureté Vickers.....	25
3 – 1 – Principe de l'essai Vickers.....	25

## Sommaire

---

3 – 2 – Dureté Vickers.....	26
4 – Essai de dureté Knoop.....	27
4-1 – Principe de l’essai Knoop.....	27
4 – 2 – Dureté Knoop.....	27
5 – Essai de dureté Berkovich.....	28
5 – 1 – Principe de l’essai Berkovich.....	28
5 – 2 – Dureté de Berkovich.....	28
6 – Essai de dureté d’un corps de révolution.....	29
6 – 1 – Principe de l’essai.....	29
6 – 2 – Dureté du corps de révolution.....	29
7 – Essai de la microdureté.....	30
II – Dureté des matériaux revêtus.....	30
1 – Loi linéaire additive.....	30
2 – Lois de mélange d’aire.....	31
2 – 1 – Modèle de Buckele.....	31
2 – 2 – Modèle de Jonsson et Hogmark.....	32
2-3–Amélioration de Chicot et Lesage.....	34
II.Loi de mélange de volume... ..	34
3 – Loi de mélange de volume.....	34
3 – 1 – Loi de sargent.....	35
3 – 2 – Modèle de Burnett et Rickerby.....	35
3 – 3 – Modèle de Chicot et Lesage.....	37
<b>CHAPITRE III : PENETRATION D’UN ELLIPSOIDE DE REVOLUTION ; ALLONGE ET APLATI</b>	
Introduction.....	39
I– Notion mathématique.....	39
1 – Aire d’ellipse.....	39
2 – L’équation caractéristique d’ellipsoïde.....	40
3– Aire d’un corps de révolution.....	41
II– Dureté obtenue.....	42
1 – Principe de l’essai de pénétration.....	42
2 – Pénétrateur de forme d’ellipsoïde.....	42
✓ Cas d’empreinte projetée.....	42

## Sommaire

---

3 – Pénétrateur de forme d’ellipsoïde allongé.....	44
✓ Cas d’empreinte projetée .....	44
✓ Cas d’empreinte réelle.....	45
4 – Pénétrateur de forme d’ellipsoïde aplati.....	49
✓ Cas d’empreinte projetée.....	49
✓ Cas d’empreinte réelle.....	50

### Chapitre IV : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Introduction.....	52
I – Matériau utilisé.....	52
II – Traitement d’anodisation.....	52
1 – Préparation de la surface des échantillons.....	52
1 – 1 – Dégraissage.....	53
1 – 2 – Décapage.....	53
1 – 3 – Neutralisation .....	53
2 – Anodisation sulfurique.....	53
2 – 1 – Mécanisme d’anodisation.....	54
2 – 2 – Conditions de travail .....	54
3 – Traitement de colmatage.....	54
a – Inertie en milieu acide.....	55
b – Persistance de coloration.....	55
c – Mesure d'admittance.....	55
III – Caractérisation du composite.....	55
1 – Observations métallographiques.....	55
2 – Mesure de l’épaisseur de la couche d’anodisation.....	56
a – Coupe micrographique.....	56
b – Observation au microscope à coupe optique.....	56
c – Mesures par courants de Foucault.....	57
3 – Mesure de la dureté Vickers.....	57
VI – Etude de l’usure.....	57
1 – Tribomètre Nanovéa.....	58
2 – Dispositif d’usure.....	59

## Sommaire

---

- Paramètres imposés.....	59
- Paramètres mesurés (en continu).....	58
- Paramètres calculés.....	58
3 – Evaluation de la dégradation.....	60
a - Volume de métal perdu.....	60
- Calcul du taux d'usure.....	62

### Chapitre V : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Introduction.....	63
I – Dureté Vickers.....	63
1 – Dureté Vickers de l’alliage 6061 (substrat).....	64
2 – Dureté Vickers du film d’alumine.....	65
3 – Dureté du composite.....	66
II – Tenue à l’usure du matériau.....	68
1 – Caractérisation tribologique du substrat.....	68
1 – 1 – Coefficient de frottement $\mu$ .....	68
1 – 2 – Tenue à l’usure de l’alliage 6061.....	69
2 – Caractérisation tribologique du composite.....	72
2 – 1 – Usure du composite.....	73
2 – 2 – Observation métallographique.....	76
Conclusion générale.....	80-81

### INTRODUCTION GENERALE

La remontée d'exploitation mondiale en aluminium est de 4% par an. Les alliages d'aluminium gagnent de plus en plus du terrain aux dépens des alliages denses de fer et de cuivre. Ses caractéristiques physiques, mécaniques et esthétiques attirent les domaines aéronautiques, mécaniques, architecturales et le bâtiment. L'importance de ces alliages peut être illustrée par l'exemple concernant les niveaux de résistance mécanique : alors que l'aluminium non allié présente une limite élastique comprise entre 30 et 140 MPa et une charge de rupture comprise entre 70 et 150 MPa, l'aluminium, renforcé de façon judicieuse par certains éléments, est susceptible de voir sa limite élastique atteindre 600-650 MPa et sa charge à la rupture de l'ordre de 650-700 MPa ; soit des valeurs 5 à 10 fois plus élevées que celles de l'aluminium non allié. Ajoutons aux caractéristiques mécaniques, la légèreté et la brillance des alliages d'aluminium représentent des points d'attraction des domaines très prometteurs et économiquement rentables.

Par ailleurs, les alliages d'aluminium présentent quelques caractéristiques médiocres qui se rapportent aux propriétés de surface. En effet, ils ont une tenue à l'usure très faible et sont vulnérables aux fonctions de contact. Le renforcement de ces propriétés recour à un renforcement de la surface. Les traitements de surface des alliages d'aluminium sont divers. Différentes techniques physiques et chimiques ont été mises en évidence pour ces fins. Dans notre cas, nous avons recours à une technique très naturelle : l'anodisation.

Le procédé d'oxydation anodique de l'aluminium consiste à faire passer un courant électrique adapté à travers le matériel à traiter dans une solution chimique appropriée.

L'anodisation est la conversion par voie électrochimique d'aluminium en oxyde d'aluminium. Ce qui permet la meilleure adhésion possible à la surface du substrat. Cette couche d'oxyde se forme en partie sur le matériau de base (avec une bonne cohérence et une faible interface couche substrat), cependant cette couche d'anodisation est beaucoup plus dure que le matériau de base. La surface se voit ainsi très dure et par conséquent, la résistance à l'usure est beaucoup plus améliorée que celle de l'aluminium brut (ou même le substrat). Au cours du traitement par anodisation, un grand nombre de fins pores apparaissent dans la couche d'anodisation. Cette porosité superficielle nuit à la réactivité de la surface avec le milieu environnant. Des traitements appropriés post anodisation sont donc envisagés tels que

## Introduction générale

le colmatage des pores formés. L'obturation de ces pores offre à la surface une très bonne résistance à la corrosion.

C'est dans ce contexte (dureté et tenue à l'usure) qu'a été entrepris le présent travail sur un alliage d'aluminium du type 6061. L'alliage (substrat) revêtu d'une couche d'alumine, dans ce cas, est considéré comme un composite monocouche. Ainsi, l'objectif visé par cette étude est de :

- caractériser l'alliage de point de vue dureté et déterminer la contribution de chacun du substrat et de la couche à la dureté résultante,
- étudier l'apport de l'anodisation de la surface quant à l'amélioration de la tenue à l'usure sous l'effet d'un glissement d'une bille d'acier 100Cr6.

La présente thèse s'organise en quatre chapitres. Nous avons fait, au premier chapitre, un tour d'horizon des alliages d'aluminium tels que la classification et les moyens de renforcement et microstructural (par seconde phase, par écrouissage) et superficiel. De point de vue renforcement superficiel, nous avons mis l'accent sur le traitement par anodisation où nous avons évoqué les diverses opérations de préparation de surface, le principe et les formes d'anodisation et enfin les traitements de finition ou postérieures.

Le deuxième chapitre a été consacré à la caractérisation par mesure de dureté. Dans ce cas, nous avons présenté :

- les techniques conventionnelles de mesure de la dureté des matériaux massifs et les dispositions qui s'en suivent,
- les modèles de calcul de la dureté fréquemment utilisés pour les matériaux revêtus considérés comme des composites où la dureté est l'effet combiné de chacun de la dureté du substrat et celle du revêtement.

Dans le troisième chapitre et dans le but de surmonter les insuffisances remarquées sur les modèles présentés au deuxième chapitre, nous avons exposés deux formes de pénétrateurs de révolution (ellipsoïde : allongé, et aplati) et les empreintes obtenus dans chaque cas. Le calcul de dureté correspondant a été donné.

Le quatrième chapitre a été consacré à la description des méthodes et des techniques expérimentales utilisées et la procédure de travail suivi. Les calculs effectués sont basés sur les données tirées des expériences.

Le cinquième chapitre a été réservé à l'exposition des résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations. Nous avons présenté en premier lieu les mesures et le calcul de dureté correspondant, où une étude comparative a été effectuée, et en deuxième lieu les résultats relatifs à la mesure de l'usure des échantillons dans les domaines balayés de forces normales

## **Introduction générale**

et de vitesses de glissement. La loi d'usure a été vérifiée selon Archard ainsi que l'identification du type d'usure. Diverses observations métallographiques validant la discussion ont été présentées.

En fin, par une conclusion générale, nous avons achevé notre travail.

## CHAPITRE I ALLIAGES D'ALUMINIUM ET ANODISATION

Dans ce chapitre, nous essayons de mettre l'accent sur deux points essentiels. Le premier concerne les alliages d'aluminium de point de vue métallurgie mécanique : composition, microstructure, caractérisation mécanique et utilisation industrielle. Le second point porte sur son renforcement superficiel notamment par électrodéposition ou anodisation.

### I – Alliages d'aluminium

Les emplois des alliages d'aluminium sont développés dans des proportions surprenantes pour des fins techniques et économiques. Pour leur légèreté, les alliages d'aluminium présentent un rapport résistance densité plus intéressant que celui de l'acier. Ce qui a valu leur développement dans les domaines de transport et surtout l'aéronautique. D'autre part, les alliages d'aluminium couvrent un large éventail de résistance mécanique partant de différents traitements de renforcement thermiques, thermomécaniques ou électrochimiques. Dans ce qui suit, nous présentons la classification des alliages d'aluminium et les moyens de renforcement.

#### 1 – Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium pour carroyage sont communément classés en différentes familles selon l'élément principal d'addition.

Ils sont référencés par une désignation de quatre chiffres. Cette désignation est conforme aux directives de l'Aluminium Association (Washington DC 20006, USA). Les quatre chiffres sont parfois précédés par les lettres AA (exemple : AA 6061), acronyme de « Aluminium Association ». Les quatre chiffres sont parfois suivis par une lettre qui indique une variante nationale d'une composition existante.

Cette désignation a été reprise en Europe par la norme EN 573-3. En général, la désignation numérique des alliages de carroyage est simplifiée seulement en quatre chiffres qui représentent les éléments de la composition chimique d'alliage [1-2]. Ils sont désignés de 1000 à 8000 tels que le premier chiffre étant associé à un élément d'alliage, comme on peut le voir dans le Tableau I.1 [1].

Le premier chiffre désigne la famille d'alliage comme la suite :

- Aluminium sans élément d'addition : série 1000
- Aluminium + cuivre : série 2000

- Aluminium + manganèse : série 3000
- Aluminium + silicium (alliages de moulage) : série 4000.
- Aluminium + magnésium : série 5000
- Aluminium + magnésium + silicium : série 6000
- Aluminium + zinc + magnésium : série 7000
- Autres alliages d'aluminium : série 8000

**Tableau. I.1** : Désignations et teneur en masse des alliages de corroyage [1]

Famille	Durcissement par écrouissage				Durcissement structural			
	1000	3000	5000	8000	2000	4000	6000	7000
Eléments	aucun	Mn	Mg	Si+Fe	Cu	Si	Mg+Si	Zn+Mg
Teneur (%)	0	0,5-1,5	0,5-5	Si : 0,3-1 Fe : 0,6-2	2-6	0,8-1,7	Mg : 0,5-1,5 Si: 0,5-1,5	Zn : 5-7 Mg : 1-2

- ✓ Le deuxième chiffre : pour famille d'aluminium non allié (1000) indique les limites de certaines impuretés, mais pour les autres familles représente les modifications successives de l'alliage
- ✓ Le troisième chiffre : indique pour la famille 1000, le pourcentage d'aluminium au-delà de 99% et pour les autres familles, l'identification de l'alliage.
- ✓ Le quatrième chiffre indique comme le troisième.

Nota 1 : dans cette désignation, la seule exception est la série 1000, ces deux derniers chiffres y indiquant le pourcentage d'aluminium (exemple : 1050 qui comporte au minimum 99,50% d'aluminium).

Nota 2 : Parmi les familles d'alliages d'aluminium de corroyage, trois sont à durcissement structural : les séries 2000, 6000 et 7000, les autres sont à durcissement par écrouissage : les séries 1000, 3000, 5000, en ce sens leurs propriétés mécaniques dépendent de la gamme de fabrication.

Nota 3 : la lettre A peut accompagner la désignation numérique (ex. : 2017 A) ; elle représente une composition légèrement différente de la composition de base.

## 2 – Renforcement des alliages d'aluminium

Si les caractéristiques de l'aluminium pur sont faibles, la gamme d'alliage très étendue permet de trouver celui qui correspond aux contraintes d'utilisation envisagée. En effet, des nuances

particulières peuvent atteindre des charges de rupture supérieure à 700 MPa, donc largement équivalente à celles des aciers trempés. Ainsi, les alliages d'aluminium peuvent voire leurs résistances mécaniques ou de surfaces augmenter par différents mécanismes [3].

## **2 – 1 – Durcissement structural**

### **2 – 1 – 1 – Par éléments d'addition**

Par leur nature et leur teneur, les éléments d'addition donnent des alliages différents ayant un éventail de propriétés permettant de satisfaire une large gamme d'applications. Chaque série d'alliages présentée au tableau I satisfait un domaine d'application ou des séries permettent un recouvrement de propriétés. Différentes études ont été réalisées sur le durcissement structural des alliages d'aluminium par ajout d'éléments d'alliage et/ou traitement thermique spécial. Nous pouvons citer :

- la précipitation de phases secondaires dans les systèmes AlMgSi, AlCu, AlZn, AlLi, tels que l'augmentation de la dureté (microdureté) par les différents précipités à différents stades d'évolution microstructurale [3-18].
- les solutions solides dans les systèmes, tels que les différentes interactions solutés dislocations [13-22].

### **2 – 1 – 2 – Par écrouissage**

Il est possible d'augmenter la résistance mécanique de l'aluminium et de tous ses alliages par déformation à froid ou écrouissage. Cette augmentation de résistance est expliquée par les interactions entre les dislocations [16, 20-21, 23-24].

L'écrouissage a des effets sur plusieurs propriétés de l'alliage. Il conduit à l'augmentation de la charge de rupture, la limite élastique et la dureté. Mais, il diminue l'allongement à la rupture, la capacité de déformation à froid, la conductivité électrique et la résistance à la corrosion.

Nous devons rappeler que l'écrouissage est la seule façon de durcir les alliages sans durcissement structural.

## **2 – 2 – Amélioration des propriétés de surface**

A part leur résistance à la corrosion, l'aluminium et ses alliages possèdent des propriétés de surface médiocres en l'occurrence leurs tenue à l'usure. L'amélioration des propriétés de surface des alliages d'aluminium peut être obtenue par diverses techniques

basées généralement sur le mécanisme de diffusion. H. Dong [25] a rassemblé les différentes techniques de traitement des surfaces des alliages légers.

Dans notre cas, nous nous intéressons au traitement électrochimique basé sur la formation de couche superficielle d'oxyde d'aluminium ( $Al_2O_3$ ) connu communément par anodisation et qui sera examiné ci-après.

## II - Anodisation

### Introduction

L'amélioration des matériaux sont reconnus comme étant un des domaines clés de l'essor industriel. Elle se réalise par des techniques technologiques tel que : différents procédés des traitements de surface, des revêtements etc. Les différents traitements et revêtements de surface sont utilisés pour modifier les caractéristiques physiques, chimiques ou mécaniques de la surface d'un matériau substrat dans le but de lui donner des aptitudes nouvelles.

En général, le terme traitement de surface désigne une modification structurale superficielle du matériau par des différentes méthodes de traitements (thermique, thermochimique de diffusion, de conversion ...).

Les procédés de traitement surfacique se différencient selon le degré de réaction et de diffusion entre le matériau d'apport et la surface à traiter. En général, ils sont classés en :

- procédés de revêtements : quand le matériau d'apport (revêtement) ne réagit pas avec le matériau à traiter (substrat) et n'y dissout pas ou très peu.
- traitements de conversion : ce sont les cas où le matériau d'apport réagit superficiellement avec le matériau de substrat.
- traitements de diffusion : lorsque le matériau d'apport diffuse dans la surface du matériau substrat et réagit ou non avec lui.
- traitements par transformation structurale : dans ces types de traitements nous n'avons pas de matériau d'apport, pourtant la structure métallurgique superficielle du substrat à traiter est modifiée. Ces types de traitement de surface sont effectués par des procédés mécaniques (grenailage ...) [26].

Les traitements de surfaces sont effectués par déposition ou retrait de substances métalliques ou par l'application d'autres revêtements afin d'enduire des pièces d'une couche protectrice ou décorative.

Dans l'industrie des alliages d'aluminium, l'intérêt croissant pour le traitement de surface est très net. L'anodisation d'aluminium et ses alliages par le procédé électrolytique

donne une couche d'oxyde d'aluminium (alumine) ayant des propriétés particulières telles que ; une dureté élevée, une très bonne résistance à la corrosion et à l'usure. Les traitements de surface sont précédés toujours d'un ou plusieurs traitements préparatoires (préparation de surface) [27].

## **1 – Traitements préparatoires de surface**

Ce sont des traitements de conditionnement d'une surface industrielle par une succession d'opérations appropriées afin de la rendre apte à recevoir et maintenir un traitement ultérieur. Alors, l'objectif de ces types de traitements est rendre la surface apte à recevoir des traitements de surface et de revêtement, en éliminant toutes les souillures en surface du matériau (les graisses, les huiles, les oxydes superficiels...). En général, les processus de traitement préparatoire de surface sont chimiques, électrolytiques et mécaniques [27].

### **1 – 1 – Prétraitement électrolytique ou chimique**

#### **1 – 1 – 1 – Polissage électrolytique**

Le polissage électrolytique est un procédé électrochimique couramment utilisé pour polir, lisser et nettoyer la surface substrat d'aluminium et ces alliages. Il est souvent utilisé dans des cas dans lesquels des finitions très lisses et très brillantes sont nécessaires. Le polissage électrolytique retire une strate fine de surface. Dans ce processus, le substrat (anode) est immergé dans un électrolyte. Le courant électrique circule entre l'anode et la cathode polarise le substrat et les ions métalliques migrent vers la cathode. On peut contrôler la réaction par l'ajustement des paramètres du bain et du procédé par le choix du métal ou de l'alliage pour le polissage électrolytique [27-28].

Généralement, dans le polissage électrolytique, on utilise des électrolytes des mélanges de divers acides (sulfurique, chromique, citrique et phosphorique) et parfois des ajouts de composés organiques (tel que de la glycérine ou de l'éther monobutylique de diéthylèneglycol).

#### **1 – 1 – 2 – Décapage chimique**

Le décapage chimique est une technique chimique utilisée pour faire enlever le film d'oxyde d'aluminium ou autres produits de la corrosion du substrat de matériaux par réaction chimique avec un agent de décapage à base d'acide. Afin de retirer de manière efficace les couches épaisses d'oxyde, des concentrations spécifiées d'acide (chlorhydriques, sulfuriques,

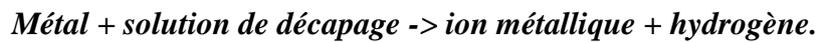
nitrique, fluorhydrique et phosphorique), des températures spécifiées et des durées de décapage spécifiées sont à respecter [27-28].

La durée de décapage est réduite par l'accroissement de la concentration d'acide et l'élévation de la température. Les effets du décapage peuvent également être accélérés par la mise en mouvement du substrat dans la solution de décapage ou par la mise en mouvement de la solution de décapage grâce à l'injection de la solution.

La réaction de décapage est décrite par l'équation chimique suivante :



L'hydrogène est généralement formé :



La concentration des ions du métal dissous s'accroît dans la solution de décapage tandis que la force de l'acier libre décline. La consommation d'acide associé à la dissolution du métal et de l'oxyde métallique peut être compensée par l'ajout d'une solution de décapage neuve. Cependant, cette technique est limitée par l'accroissement continu du contenu métallique. Un contenu maximum de fer de 8 % est recommandé pour l'acide sulfurique, de 12 % pour l'acide chlorhydrique et de 2,5 % pour l'acide phosphorique. Lorsque les concentrations limites sont atteintes, la solution de décapage doit être éliminée complètement ou partiellement [28-29].

La surface à décaper doit être complètement exempte de graisse, autrement, un décapage inégal se produira car l'acide attaquera uniquement les zones exemptes de graisse. L'utilisation d'agents mouillant accélère les processus de décapage car les pièces sont mieux et plus rapidement mouillées [28-29].

### 1 – 1 – 3 – Dégraissage

Le dégraissage est l'opération d'élimination des souillures organiques qui empêche toute les transformations superficielles. Il peut être un traitement chimique, électrolytique ou ultrasonique et il est effectué pour rendre la surface physiquement propre afin d'assurer le bon déroulement des opérations ultérieures et par là même, de garantir la qualité du produit fini [28-29]. Les dégraissants sont de types suivants :

- Des solvants qui agissent par dissolution des souillures pour des surfaces très grasses. Ils permettent une mise en œuvre simple et un séchage rapide mais n'ont pas d'action sur les souillures solides.

- Des détergents alcalins qui sont composés de sel alcalins, de solvants hydrosolubles et tensio-actifs pénètrent le film de souillures organiques et fixent les particules de gras et les déplacent en émulsion dans le bain de dégraissage.
- Des détergents acides composés d'acide phosphorique, de solvants hydrosolubles et de tensio-actifs. Leur pouvoir détergent est inférieur à celui des détergents alcalins.

#### **1 – 1 – 4 – Satinage**

C'est l'opération d'élimination des oxydes d'aluminium et les défauts métallurgiques superficiels, par des réactions électro-chimiques où la surface du métal est attaquée par la soude.

#### **1 – 1 – 5 – Blanchiment**

A l'issue de l'opération de satinage, on retrouve en surface satinée des résidus des métaux constitutifs de métal substrat qui forment un dépôt, d'où la nécessité d'un traitement oxydant les métaux, dissolvant les oxydes et redonnant à la pièce une apparence blanche métallique. Généralement pour le blanchiment de surface de matériau, on utilise l'acide nitrique, l'acide sulfo-chromique et l'acide sulfurique avec des additifs oxydants [30].

#### **1 – 1 – 6 – Rinçage**

C'est l'opération de lavage de surface de matériau à traiter par l'eau, où la surface doit être à l'issue des rinçages exempte de toute impureté, ainsi la qualité d'eau doit être extrêmement importante car au séchage, elle s'évapore et peut laisser apparaître des traces blanches [30-31]. Le rinçage est effectué dans des bains pour différents objectifs [29] :

- remettre la surface nettoyée et prête à être traitée par les produits chimiques de l'opération suivante,
- nettoyer le liquide polluant entourant la surface après un bain de traitement afin d'empêcher la contamination du bain suivant par des produits incompatibles en provenance du bain précédent,
- stopper la conséquence des réactions chimiques des produits sur la surface pour la rendre manipulable.

#### **1 – 1 – 7 – Séchage**

C'est l'opération d'élimination des traces d'humidité sur la surface du métal par des moyens de séchage [28-29].

## 1 – 2 – Prétraitements mécanique des surfaces

Les prétraitements n'assurent pas la protection de surface mais, ils sont effectués en vue de préparer d'autres traitements ou revêtements de surface. Ainsi, en fonction de l'objectif visé, on peut distinguer différentes formes de prétraitement [28, 30-31].

- **Polissage** : Sous l'influence d'une pression et de températures locales élevées, le polissage mécanique permet d'obtenir des surfaces moulées.
- **Abrasion par projection** : Dans ce procédé, on fait l'abrasion de surface par le jet du sable ou des grains abrasifs plus fins et plus doux. Cette technique peut être utilisée pour détendre la surface à traiter.
- **Satinage mécanique** : C'est l'opération de brossage de la surface de substrat de métal pour obtenir un aspect poli mat.
- **Ebavurage et/ou polissage au tonneau** : Ce procédé a pour objectif l'ébavurage, le polissage ou le brillantage de surface de pièce substrat. Il est utilisé pour des petites surfaces de substrat, qui subissent ensuite un traitement au tonneau. Les substrats sont mélangés à des pierres abrasives et polies au tonneau où sont obéissantes à des vibrations durant plusieurs heures.

## 2 – Traitements d'oxydation anodique - anodisation

Les traitements d'anodisation d'aluminium et ses alliages sont des traitements de surface de type conversion électrolytique, ils sont formés par des réactions électrochimiques [29, 32]. Leur but est de transformer la surface du substrat de matériau d'aluminium à une couche d'oxyde d'aluminium (alumine), qui est le résultat de la combinaison de l'aluminium et de l'oxygène dégagé. L'anodisation peut être réalisée par :

- anodisation de type barrière effectuée par un courant de densité constante, dans un électrolyte (acide tartrique, acide citrique, solutions à base d'acide borique, carbonate de sodium...) qui n'a pas d'action dissolvante sur l'oxyde d'aluminium ou ses alliages, ni sur le métal lui-même [33-35],
- anodisation de type poreux c'est le cas où les électrolytes (acide chromique, acide sulfurique et acide oxalique....) choisis possèdent des actions dissolvantes sur le substrat d'aluminium et ses alliages ou sur ses oxydes, le processus d'évolution de la couche d'oxyde est réalisé par deux faits :
  - l'élaboration de la couche d'oxyde sous le fait du courant électrique ;
  - la dissolution chimique de la couche d'oxyde.

La couche d'oxyde poreuse possède des caractéristiques tel que ; résistance à la corrosion et à l'usure, dureté élevé [34-37].

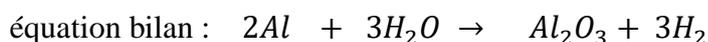
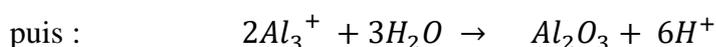
En général, il est possible de renfermer par capillarité, à l'intérieur de ces pores, des colorants ou éventuellement d'autres éléments suivie par colmatage qui consiste à refermer la partie gonflée des pores. Pour des applications spéciales, l'aluminium et ses alliages peuvent être anodisés dans différents types de solutions de traitement : des électrolytes d'acide sulfurique, d'acide phosphorique, d'acides chromiques. L'anodisation peut être effectuée selon les formes de courant utilisé pour le traitement, en fonction de la solution choisie et de l'objectif visé du film anodique. Dans ce qui suit, nous allons présenter le principe d'anodisation puis les principales formes d'anodisation. Les traitements après anodisation seront présentés ultérieurement.

## 2 – 1 – Principe d'anodisation

L'aluminium à l'état naturel est protégé par une couche d'alumine superficielle. Elle est de quelques nanomètres d'épaisseur. Le traitement de surface d'aluminium et ses alliages par la procédure d'anodisation accroissant l'épaisseur de la couche anodisée. Elle consiste en une électrolyse en milieu d'un électrolyte, d'où le revêtement n'est pas réalisé par apport de matière mais par oxydation contrôlée du substrat afin de le passiver.

L'anodisation est basée sur le principe de l'électrolyse de l'eau. Dans une cuve remplie d'acide tel que l'acide sulfurique, la pièce substrat (aluminium ou ses alliages) est placée à l'anode d'un générateur de courant continu. La cathode du système est généralement en plomb ou aluminium, dans certaines installations.

Lors de l'électrolyse la couche d'oxyde s'élabore à partir de la surface vers le cœur du métal, contrairement à un dépôt électrolytique. Pour l'aluminium, il se forme une couche d'alumine qui a un pouvoir d'isolant électrique. Ainsi, le courant n'arrive plus jusqu'au substrat et il est alors protégé [28-29, 34-38]. On peut présenter l'anodisation par une série de réactions (Fig. 1) :



Ces réactions provoquent donc une formation d'une couche d'oxyde d'aluminium qui isole le courant électrique d'arrivé vers la couche [33-40]. C'est pour cette raison qu'il faut

utiliser un électrolyte qui dissout la couche tel que l'acide sulfurique. On obtient alors des sphères équipotentielles qui progressent en produisant une couche d'alumine poreuse et des structures hexagonales. En effet, en un polissage électrolytique, la vitesse de la dissolution est identique à la vitesse d'oxydation, mais en décapage, la vitesse de la dissolution est plus grande que la vitesse d'oxydation au contraire du cas d'anodisation.

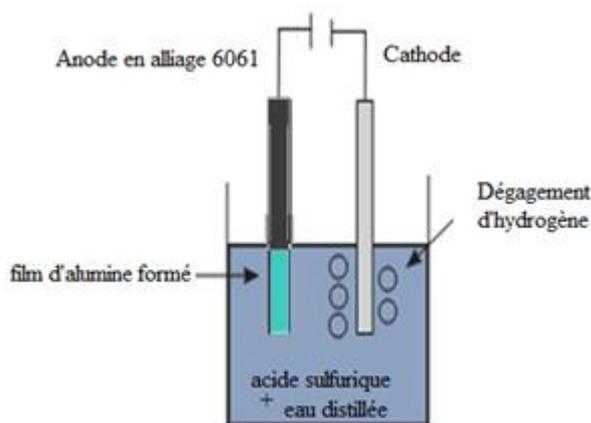


Fig. 1 : Anodisation de l'alliage d'aluminium 6061

## 2 – 2 – Formes d'anodisation

### 2 – 2 – 1 – Anodisation à l'acide chromique (OAC)

Ce procédé d'anodisation engendre la formation d'une couche mince d'épaisseur d'environ 5 microns, mais elle offre une excellente protection contre la corrosion. Parmi les avantages par l'anodisation chromique on a : une faible épaisseur de la couche formée, une bonne aptitude au frottement et aucune attaque du métal par l'électrolyte en cas de conservation, contrairement de l'anodisation sulfurique (OAS). L'anodisation à l'acide chromique (OAC) est effectuée dans un bain d'électrolyte contenant 30 à 100 g/l de concentration d'acide chromique et une gamme de température s'échelonnant de 38 à 42°C pour la plupart d'aluminium et ses alliages. Le cycle de tension utilisé dépend de l'alliage traité et doit être suivi à la lettre pour éviter une attaque chimique [33-50].

### 2 – 2 – 2 – Anodisation borique-sulfurique (OASB)

Ce type d'anodisation permet la formation d'une couche alumine semblable à celle produite par l'anodisation chromique. L'anodisation sulfo-borique a été développée par Boeing en 1990 [51]. Dans ce procédé, la couche d'oxyde est formée dans une solution à 30-

50 g/l d'acide sulfurique et 5-11 g/l d'acide borique à 25-30°C. Dans ce cas, le colmatage est effectué dans une solution d'acide chromique à 70 mg/l [33-51]

### **2 – 2 – 3 – Anodisation en milieu oxalique**

Dans ce type d'anodisation, la couche d'oxyde est obtenue dans un bain à 30g/l d'acide oxalique sous une densité de courant de 1 à 1,5 A/dm<sup>2</sup>. Elle est peu poreuses alors très dures, très compactes et très résistantes en milieu acide [52]. La température du bain peut varier de 20 à 40°C.

### **2 – 2 – 4 – Anodisation sulfurique (OAS)**

L'anodisation sulfurique permet de protéger efficacement les alliages légers contre la corrosion. Ce procédé permet l'obtention de couches épaisses et peut varier de 5 à 50 µm. L'oxydation anodique a lieu dans un bain d'acide sulfurique dilué et par voie électrolytique consiste à former en surface une couche d'alumine qui est le résultat de la combinaison de l'aluminium et de l'oxygène dégagé [34-38]. Ce procédé, réservé principalement à l'aluminium et à ses alliages, a de nombreuses applications :

- il permet, avec des fonctions colorées, de renforcer l'aspect, moucheté, teinte dégradée etc ..
- compte tenu de la dureté de la couche d'alumine obtenue, il améliore la tenue à l'usure et au frottement,
- il assure grâce à un colmatage une bonne tenue à la corrosion,
- la couche superficielle d'alumine formée est un isolant électrique.

### **2 – 2 – 5 – Anodisation dure (OAD)**

L'anodisation dure avec un bain d'acide sulfurique permet d'obtenir une couche d'alumine d'épaisseur de l'ordre de 100 µm et ayant une couleur qui varie du gris au noir. Ce procédé électrochimique permet de recouvrir la pièce d'une couche ayant les propriétés suivantes [34, 41-42] :

- bonne résistance à l'usure,
- isolation électrique et thermique,
- dureté élevée,
- applications très variées.

### **2 – 3 – Traitements postérieurs**

Ce sont l'ensemble des traitements effectués après l'anodisation de la surface de l'alliage d'aluminium afin d'apporter les caractéristiques voulues à cette surface. Ces

caractéristiques répondent généralement aux exigences opératoires ou esthétiques. Ces traitements se résument fréquemment en la coloration ou le colmatage [50-59].

### 2 – 3 – 1 – Anodisation colorée

L'aluminium et ses alliages peuvent être colorés avec différentes couleurs et teintes au moment de l'anodisation à l'acide sulfurique ou après. En général le procédé de coloration peut être réalisé par immersion ou par électrolyse [52]. Nous citons :

- la coloration par absorption (Coloration par immersion),
- l'électro coloration (Coloration électrolytique),
- la coloration d'interférence,
- la coloration intégrale.

### 2 – 3 – 2 – Colmatage de la couche anodisée

Faisant l'objet de plusieurs travaux, cette technique permet la fermeture des porosités existantes dans chaque cellule de la couche d'alumine. Cette obturation est obtenue par transformation de l'oxyde d'aluminium constituant la couche anodique, entraînant une dilatation et donc une fermeture progressive des pores [51, 57-68]. Parmi les traitements de colmatage les plus fréquemment utilisés, on peut citer :

- le colmatage à l'eau bouillante,
- le colmatage en phase vapeur,
- le colmatage au bichromate de potassium,
- le colmatage aux acétates de nickel,
- le colmatage à froid.

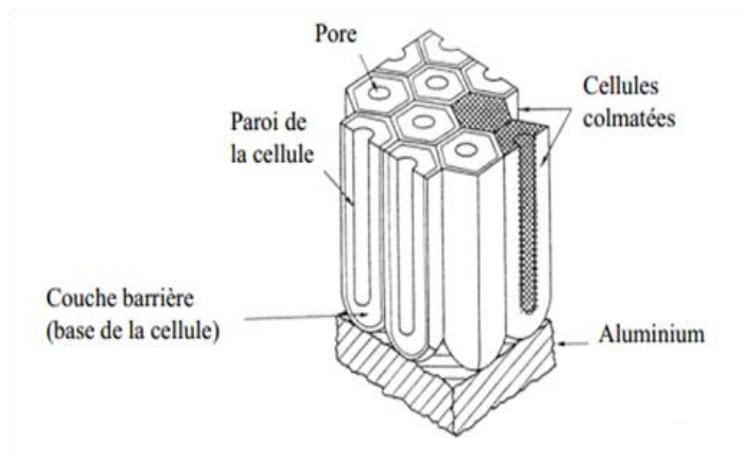


Fig. 2 : Schéma de la structure d'une couche d'alumine colmatée [29]

### 3 – Caractéristiques de la couche d'alumine

#### 3 – 1 – Morphologie de la couche

La couche d'alumine formée à la surface de l'alliage d'aluminium

#### 3 – 2 – Caractéristiques cristallographiques et propriétés

##### 3 – 2 – 1 – Cristallographie

Les alumines contenant de l'eau en très faible quantité et de cristallinité peu marquée (alumines de transition) résultent de la déshydratation des précédents hydroxydes ou oxyhydroxydes pour des températures inférieures à 1200°C. Le symbole chimique de ces composés peut être écrit ;  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , avec  $x$  est très voisin de zéro ( $x \ll 1$ ). Pour une température au-delà de 1200°C, on obtient le corindon à la forme cristallisée de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et totalement anhydre.

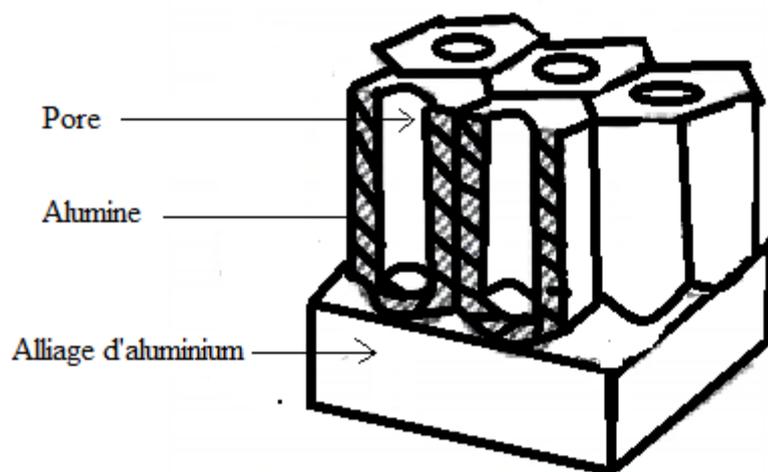


Fig. 2 : Couche d'alumine poreuse

Les caractéristiques cristallographiques des différentes formes d'alumine non hydratée sont détaillées :

- L'alumine  $\gamma$  a la formule  $(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1,3333}$  et une structure provenant d'un empilement cubique à face centrée ( $a=b=c=3,95\text{\AA}$ ) avec des sites octaédriques liés par les arêtes mais remplis à 46% et des sites tétraédriques encore attachés par les arêtes et remplis à 10% [43-46, 48].
- L'alumine  $\delta$  est de formule  $\text{Al}_{1,67}\text{O}_4$  possède une structure désordonnée provenant d'un empilement cubique à face centrée d'oxygène ( $a=b=5,599\text{\AA}$ ,  $c=23,657\text{\AA}$ ), avec des sites

octaédriques branchés par les arêtes et des sites tétraédriques isolés entre eux. Il a la même structure que l'alumine  $\gamma$ , mais moins désorganisé [44].

- L'alumine  $\theta$  possède une structure totalement ordonnée, de formule chimique  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et de paramètres de maille ( $a=11,795\text{\AA}$ ,  $b=2,91\text{\AA}$ ,  $c=5,621\text{\AA}$ ). Il est composé de sites octaédriques qui sont unis par les sommets à quatre sites tétraédriques et à un autre site octaédrique par les arêtes, les sites tétraédriques sont présents sous forme de chaînes de tétraèdres connectés entre eux par les sommets le long de l'axe  $b$  [45].

- L'alumine  $\alpha$  possède une structure totalement ordonnée de paramètres de maille ( $a=b=4,7589\text{\AA}$ ,  $c=5,621\text{\AA}$ ), sa formule chimique est  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Il ne possède que des sites octaédriques contrairement aux autres alumines précédentes [46]. Les octaèdres sont assemblés entre eux par les arêtes dans le plan  $a-b$  et par les faces le long de l'axe  $c$ .

### 3 – 2 – 2 – Propriétés de la couche de l'oxyde

Les propriétés des couches d'oxydes dépendent fortement du type d'anodisation choisie et des conditions opératoires suivies [52-59]. Parmi les caractéristiques mécaniques des alumines on peut citer :

- poids spécifique : 4,
- densité apparente : 2,8 à 3,2 suivant la porosité,
- allongement : 0,3 à 0,4 %,
- dureté : 500 Brinell,

Généralement les Propriétés thermiques d'alumine sont :

- point de fusion : 2 000°C,
- coefficient de dilatation linéaire :  $5.10^{-6}$  mm/K,
- conductibilité thermique : 21 à 63 W/m°C entre 0 et 60°C,

Pour les propriétés électriques, nous citons :

- Constante électrique : 8
- Résistivité, pour une couche non hydratée de 50 $\mu$  d'épaisseur varie de  $4.10^{15}\Omega\text{cm}^2/\text{m}$  à 20°C à  $8.10^{15}\Omega\text{cm}^2/\text{m}$  à 100°C.

### 3 – 3 – Adhérence

Les divers aspects des attractions interatomiques peuvent être établis aux interfaces et mènent à l'adhérence des revêtements. Pourtant, les forces de liaisons correspondant à ces attractions ne peuvent s'appliquer que si les deux matériaux sont suffisamment proches

(<0,5nm) [60]. Les forces de liaison peuvent être d'origine électrostatique, chimique ou mécanique.

Les liaisons des oxydes sont intermédiaires entre les liens ioniques (résultent de l'association d'ions positifs et négatifs) et covalents (correspond à une adhésion de type chimique et est due à une redistribution des électrons périphériques, qui se déplacent sur des orbitales communes). Ils sont nommés iono-covalents. Pour les céramiques, ces liaisons mixtes sont décrites par des taux d'ionité.

L'alumine  $Al_2O_3$  est ainsi considérée comme ionique à 63% [38,39]. Ce type de liaison correspond à une énergie de 600 à 1000 kJ/mole.

La bonne adhérence de la couche d'alumine au substrat (alliage 6061) lui confère une bonne tenue à l'usure. La porosité de la couche d'oxyde peut servir de réservoir pour une éventuelle lubrification in-situ [69-76].

### III – Alliage d'aluminium 6061

Etant matériau de notre étude, nous allons faire un tour d'horizon sur l'alliage d'aluminium 6061.

L'alliage de la série **6061** est un alliage d'aluminium de carroyage. Il a une très bonne aptitude à la transformation à chaud par filage et il a un bel aspect après anodisation. Il est utilisé dans les domaines : menuiserie métallique, industrie textile, articles de ménages, décoration et Panneaux de signalisation [46-49]. Il est quasi exclusivement réservé à la fabrication des produits filés : barres, tubes, surtout la réalisation des nombreux types de profilés destinés à la menuiserie métallique. C'est l'alliage le plus largement utilisé dans les séries d'alliages d'aluminium.

En général, cet alliage est connu par une excellente malléabilité, avec laquelle l'alliage se laisse façonner, étendre et aplatir en feuille mince sous un effort de compression. Il possède une résistance mécanique moyenne, bonne résistance à la corrosion etc....

#### 4 – Composition chimique

L'aluminium 6061 peut avoir la désignation AW-Al1MgSiCu selon la norme européenne NE-573-1. Le pourcentage en masse des éléments minéraux dominants qui, ajoutés à l'aluminium pour construire l'alliage 6061, sont comprises entre 0,10% du cuivre et une valeur tolérée entre 0,7 et 1,3% du silicium. Le tableau I.3 regroupe les pourcentages nominaux de masse des éléments fréquemment admis à l'alliage 6061.

**Tableau. I.3** : Composition fréquente de l'alliage d'aluminium **6061**

Eléments	Si	Mg	Cu	Mn	Fe	Cr	Zn	Ti
% masse	0,7-1,3	0,6-1,2	0,15-0,4	0,15	0,50	0,04-0,35	0,25	0,15

### 3 – Propriétés physiques

L'alliage 6061 est un alliage à durcissement structural par solution solide ou par précipitation d'une seconde phase  $Mg_2Si$ . C'est un alliage qui se porte bien aux traitements d'anodisation. Cette aptitude est due aux différents états microstructuraux que peut avoir cet alliage [77-81]. L'épaisseur de la couche d'alumine peut atteindre une épaisseur de 100 $\mu$ m.

Parmi les propriétés physiques d'alliage d'aluminium 6061-T6, nous résumons :

- ✓ la densité à la température ambiante vaut 2,7g/cm<sup>3</sup>,
- ✓ la température de fusion varie de 650 à 675°C,
- ✓ le module d'élasticité à la température ambiante vaut 69000 N/mm<sup>2</sup>,
- ✓ la résistivité (à 20°C) vaut : 4,0  $\mu\Omega$  cm

### 3 – Propriétés technologiques

Etant un alliage à emploi divers, l'alliage 6061 est caractérisé par des propriétés technologiques particulières [29]. Nous citons :

- ✓ une bonne soudabilité : bonne fusion (TIG – MIG),
- ✓ de point de vue formabilité, il est mauvais à l'état métallurgique T6 et bon à l'état O,
- ✓ une excellente résistance à la corrosion,
- ✓ une très bonne aptitude à l'anodisation.

## CHAPITRE II

### DURETE DES MATERIAUX MASSIFS ET REVETUS

#### Introduction

La dureté est une propriété mécanique, elle signifie la résistance aux déformations lors du travail par enfoncement, par pénétration dans un corps. Elle dépend des caractéristiques du matériau à tester, de la nature et de la forme du pénétrateur et du mode de pénétration [82-83].

L'essai de dureté permet d'apprécier la déformabilité de la surface à tester lorsqu'elle est sollicitée normalement par un pénétrateur plus dur. Sa mesure correspond en pratique à celle de la résistance à la pénétration locale d'un matériau considéré. Avec l'avancé de la technologie, à partir de la dureté, nous pouvons accéder à d'autres caractéristiques, généralement mécaniques, des matériaux tels que ; le module d'élasticité et de Coulomb, coefficient de poisson, dureté, viscosité, forces d'adhésion ou encore la ténacité des matériaux durs et fragiles. A présent, la dureté instrumentée offre beaucoup d'information quant à la mécanique des matériaux.

Les essais de mesure de dureté se manifestent selon plusieurs méthodes comme ; la méthode statique et la méthode dynamique. La méthode statique est la plus répandue à cause de sa simplicité. La différence entre les deux méthodes réside dans l'application d'une charge constante dans la première, alors qu'on associe une force et une vitesse (mouvement) d'application dans la deuxième.

L'intérêt de la mesure de la dureté réside dans sa simplicité, sa rapidité et ne nécessite aucune qualification du personnel utilisateur, d'où son emploi dans les ateliers et les laboratoires. En outre, des relations empiriques reliant la dureté à la résistance mécanique ont été établies, telle que celle de l'acier à titre d'exemple. La dureté s'utilise aussi lors des évolutions microstructurales au cours de traitements thermiques ou autre transformation de phase.

Le choix de l'essai de dureté dépend de plusieurs critères que nous évoquons à titre indicatif :

- la méthode statique ou dynamique du chargement,
- la quantité de charge appliquée au pénétrateur ;
- la géométrie du pénétrateur pyramide (Vickers), cône (Rockwell), sphère (Brinell) etc....

- les normes et les appareils correspondant à chaque classe,
- la taille et la forme de l’empreinte obtenue sur la surface.

Dans ce qui suit, nous présentons les essais de dureté fréquemment utilisés dans les matériaux massifs en relation avec les particularités de chaque essai. En deuxième lieu, nous examinons la dureté des revêtements et l’insuffisance des essais classiques, d’où le recours à la modélisation et les moyens de superposition entre dureté du substrat et dureté de la couche superficielle. Dans notre cas, nous nous intéressons aux essais statiques de la dureté.

## I – Dureté statique des matériaux massifs

La mesure de dureté consiste à enfoncer un pénétrateur suffisamment dur avec une charge constante, la maintenir pendant une durée déterminée et prélever la taille de l’empreinte obtenue à la surface du matériau à tester. Le pénétrateur, ayant une forme bien définie, est choisi de telle sorte qu’il donne une empreinte bien délimitée et mesurable avec une grande précision [84-86].

### 1 – Essai de dureté Brinell

#### 1 – 1 – Principe de l’essai Brinell

L’essai Brinell est effectué sous les conditions suivantes [87-89] :

- pénétrateur : forme sphérique (bille bien polie),
- matériau : acier trempé ou carbure de tungstène,
- diamètre : 1, 2.5, 5 et 10mm selon la grosseur de la pièce et la charge appliquée,
- charge appliquée : selon le matériau à tester et la grosseur de la pièce,
- maintien sous charge : 10 à 30 secondes selon la nature du matériau,
- forme de l’empreinte : calotte à base circulaire permanente de diamètre  $d$ ,
- mesure : diamètre dans deux directions perpendiculaires.

La dureté sera exprimée en  $\text{kgf/mm}^2$  ou MPa selon les unités utilisées de la force appliquée et l’empreinte mesurée. De même, plus la surface est bien préparée (planéité, finition), plus l’empreinte est bien délimitée et par conséquent la mesure de la dureté est fiable et crédible. La figure 1 donne le principe de l’essai de mesure de dureté Brinell. Ainsi, nous pouvons les précautions qu’il faut prendre pour une mesure précise (Fig. 1) :

- l’épaisseur de la pièce doit être au moins huit fois la profondeur de l’empreinte pour éviter toute déformation sur la face opposée [90-91],

- distance du centre de l'empreinte au bord de la pièce supérieure ou égale à  $2.5d$  (où  $d$  est le diamètre de la bille utilisée),
- distance entre les centres de deux empreintes voisines supérieure ou égale à quatre fois leurs diamètres.

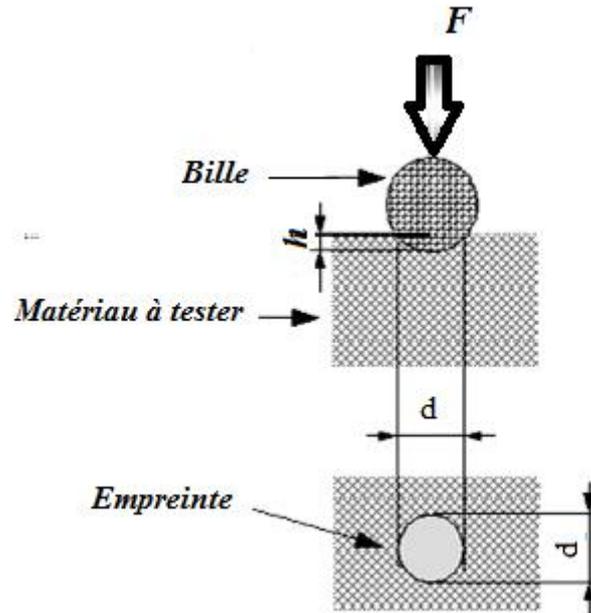


Fig. 1 : Principe de la dureté Brinell

### 1 – 2 – Dureté Brinell

La dureté Brinell est calculée par la formule suivante depuis son établissement au début du vingtième siècle :

$HB = \text{charge appliquée} / \text{aire de la calotte sphérique de l'empreinte}$ .

Ainsi, l'équation correspondante sera donnée par :

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \left[ \frac{\text{kg}}{\text{mm}^2} \right]$$

Où :

$D$  : diamètre du pénétrateur (mm),

$d$  : diamètre de l'empreinte (mm),

$P$  : charge appliquée au pénétrateur (kg).

Si on prend l'approximation  $d/D$  négligeable, la dureté Brinell subira les simplifications suivantes :

$$D - \sqrt{D^2 - d^2} = D \left( 1 - \sqrt{1 - \left( \frac{d^2}{D^2} \right)} \right) \approx D \left( 1 - \left( 1 - \frac{1}{2} \left( \frac{d^2}{D^2} \right) \right) \right) = D \left( \frac{1}{2} \left( \frac{d^2}{D^2} \right) \right) = \frac{d^2}{2D}$$

$$\approx 1 - \frac{1}{2} \left( \frac{d^2}{D^2} \right)$$

Ainsi, l'équation de la dureté de Brinell aboutit à la forme :

$$HB = \frac{4p}{\pi d^2}$$

## 2 – Essais de dureté Rockwell

### 2 – 1 – Principe de l'essai Rockwell

Les essais de dureté Rockwell sont des essais de pénétration. Il existe plusieurs types de pénétrateurs qui sont constitués :

- d'un cône en diamant d'angle au sommet 120° et d'une pointe de rayon 0.2mm
- d'une bille en acier trempé polie de diamètre 1.588mm ou 3.175mm.

Pour obtenir une valeur de dureté Rockwell, on mesure une pénétration rémanente du pénétrateur sur lequel on applique une faible charge. Comme il est décrit dans les ouvrages de mécanique de base, l'essai se déroule en trois phases [92]:

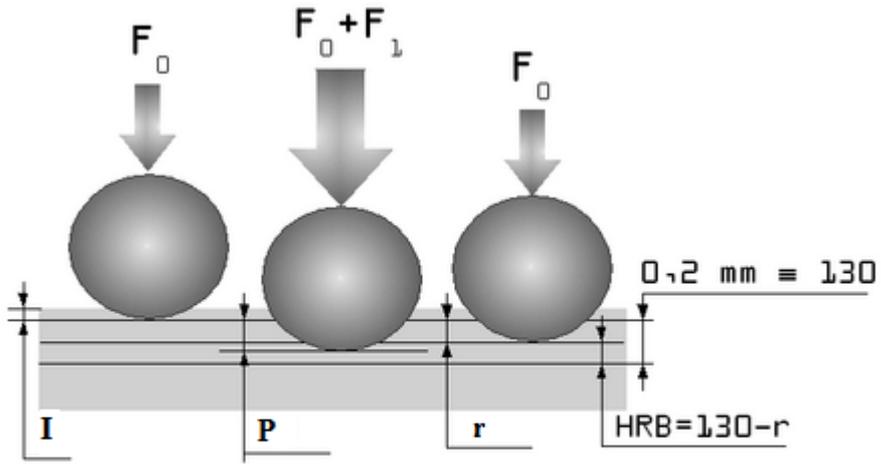
- application sur le pénétrateur d'une charge initiale  $F_0 = 98$  N, appelée généralement précharge. Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale  $I$ . Cette profondeur sera considérée comme origine pour la mesure de la dureté Rockwell ;
- application d'une force supplémentaire  $F_1$ . Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur supplémentaire  $P$  ;
- relâchement de la force  $F_1$  et lecture de l'indicateur d'enfoncement. La valeur de  $r$  étant l'enfoncement rémanent obtenu en appliquant puis en relâchant la force  $F_1$  [93-95].

Les figures 2 et 3 présentent les trois phases de l'essai Rockwell bille et Rockwell cône respectivement.

### 2 – 2 – Dureté Rockwell

Les expressions de différentes échelles de dureté Rockwell (Échelle B, E et F) sont données par la formule suivante :

$$HRB = 130 - r$$



**I : Pénétration initiale**

**r : Pénétration rémanente sans charge additionnelle**

**P : Pénétration avec charge additionnelle**

Fig. 2 : Essai de la dureté Rockwell (échelle B, bille en acier)

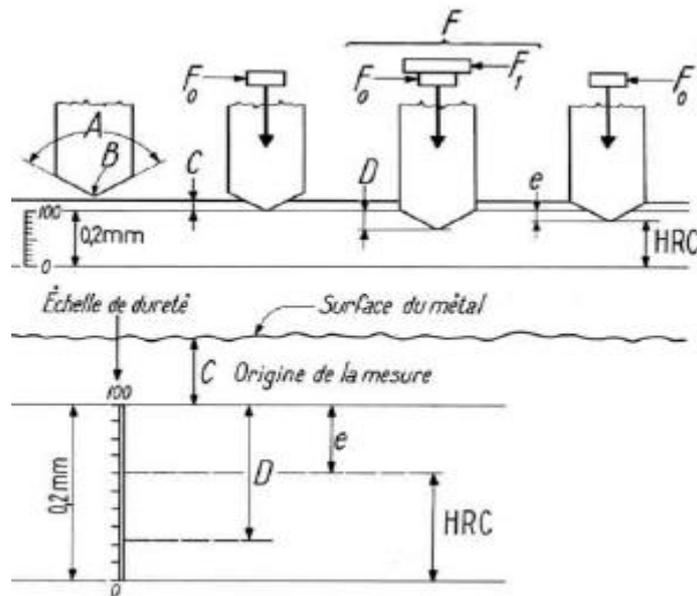


Fig. 3 : Essai de dureté Rockwell (Échelle B, E et F)

Mais pour l'échelle C, l'expression de dureté Rockwell prend la forme suivante :

$$\mathbf{HRC = 100 - r}$$

La valeur r étant l'enfoncement rémanent est obtenu en appliquant puis en relâchant la force F appliquée au pénétrateur (Fig. 2). L'unité de dureté Rockwell correspond à une pénétration de 0,002mm.

### 2 – 3 – Différentes échelles de dureté Rockwell

La dureté Rockwell est classée de l'échelle A où le pénétrateur est un cône en diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2 mm à l'échelle G où le pénétrateur a la forme d'une bille en acier de 1,588mm de diamètre (Tab. I).

Tab. I : Les différentes échelles de dureté Rockwell

Éch.	Symb.	Pénétrateur	Valeur de la force $F_0 + F_1$	Application
A	HRA	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2mm	981 N	Carbure, acier en épaisseur mince
B	HRB	Bille d'acier de 1,588mm (1/16 de pouce) de diamètre	1471,5 N	Alliage de cuivre, acier doux, alliage d'aluminium
C	HRC	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2mm	588,6 N	Acier, fonte, titane
D	HRD	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2mm	981 N	
E	HRE	Bille d'acier de 3,175mm (1/8 pouce) de diamètre	981 N	Fonte, Alliage d'aluminium et de fonte
F	HRF	Bille d'acier de 1,588mm de diamètre	588,6 N	Alliage de cuivre recuit, fine tôle de métal.
G	HRG	Bille d'acier de 1,588mm de diamètre	1471,5 N	Cupro-nickel, Alliage cuivre-nickel-zinc

### 3 –Essai de dureté Vickers

#### 3 – 1 – Principe de l'essai Vickers

Il consiste à imprimer dans le métal à tester un pénétrateur en diamant de forme pyramidale à base carrée et d'angle au sommet entre deux faces opposées de 136°, sous l'action d'une force connue (Fig. 4). On mesure la diagonale de l'empreinte carrée laissée par le pénétrateur [96-99]. La dureté vickers est le rapport de la charge appliquée à la surface de l'empreinte carrée.

L'avantage d'un pénétrateur pyramidal réside dans l'obtention des empreintes géométriquement semblables entre elles, même si on fait varier la charge, donc des valeurs identiques de dureté [100].

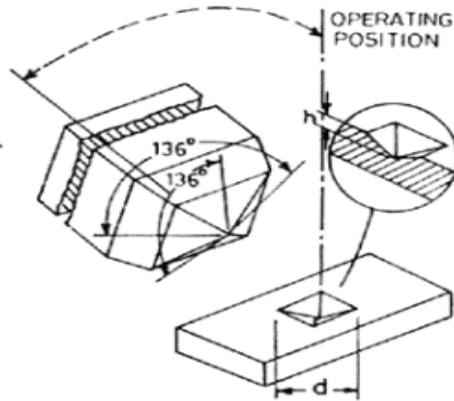


Fig. 4 : Essai de dureté Vickers

Des précautions similaires à celles de la dureté Brinell sont recommandées à l'essai Vickers. Nous citons entre autres le champs d'application de l'empreinte, l'épaisseur nécessaire de la pièce à tester, l'état de surface de la pièce et l'état des arêtes du pénétrateur.

### 3 – 2 – Dureté Vickers

Dans l'essai Vickers (Smith et Sandland 1925), une pyramide à base carrée en diamant est utilisée comme pénétrateur. La dureté Vickers HV est définie par [100]:

$$HV = \text{charge appliquée} / \text{aire latérale de l'empreinte pyramidale}$$

Elle est calculée par :

$$H_V = \frac{\text{la charge appliquée}}{\text{la surface de l'empreinte}}$$

$$H_V = \frac{2F \sin 68}{gd^2} = 1.8544 \frac{p}{d^2} = 0.189 \frac{F}{d^2}$$

avec ;  $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$

$H_V$  : dureté Vickers,

$F$  (N) : charge appliquée au pénétrateur,

$d$  (mm) : diagonale moyen de l'empreinte.

## 4 – Essai de dureté Knoop

### 4 – 1 – Principe de l'essai Knoop

Dans Knoop, le pénétrateur est en diamant de forme pyramidale à base losange, dont les diagonales sont sensiblement dans le rapport de 7 à 1 [100]. L'angle au sommet dans le sens de la grande diagonale est de  $172^{\circ}30'$  et l'angle transversal est de  $130^{\circ}$  (Fig. 5). L'avantage du pénétrateur Knoop est de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de matière. Cette technique est très favorable à la caractérisation des films minces ou aux pièces de faibles épaisseurs (tôles).

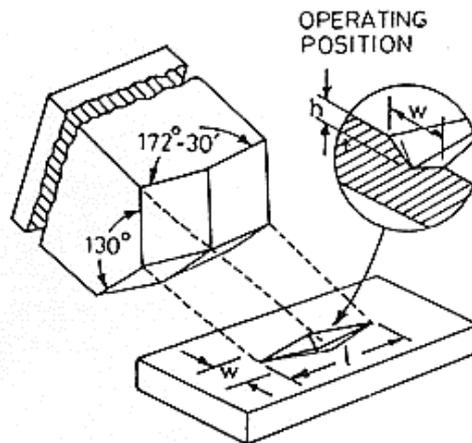


Fig. 5 : Essai de dureté Knoop  
(Pénétrateur Pyramide à base losange)

### 4 – 2 – Dureté Knoop

La dureté Knoop HK s'exprime par le rapport de la charge appliquée  $F$  à la surface projetée  $A$  de l'empreinte, elle s'écrit par la formule suivante :

$$HK = \frac{F}{A} = \frac{F}{El^2} = \frac{F}{0.07028 l^2} = 14,23 \frac{F}{l^2}$$

Avec ;  $E = 7,028 \cdot 10^{-2}$

Où

$F$  (N) : charge appliquée au pénétrateur,

$A$  ( $mm^2$ ) : surface de l'empreinte,

$l$  (mm) : longueur de la plus grande diagonale imprimée,

$E$  : rapport constant.

## 5 – Essai de dureté Berkovich

### 5 – 1 – Principe de l'essai Berkovich

Le principe de l'essai Berkovich est similaire aux essais vickers et knoop [101]. Seul le pénétrateur a une forme différente. C'est un pénétrateur en diamant de forme pyramidal à base triangulaire d'angle de  $63.3^\circ$  (Fig. 6). De sa forme et de la charge appliquée, ce type d'essai est recommandé aux tests de films minces et la nanoindentation ou les mesures instrumentées.

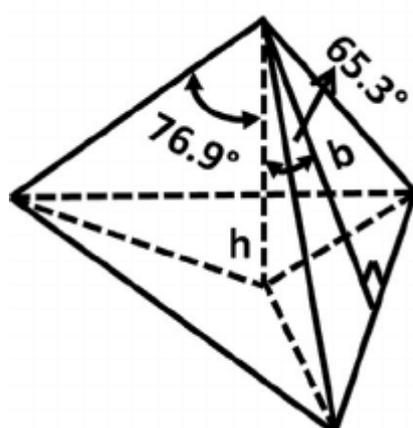


Fig. 6 : Forme du pénétrateur Berkovitch

### 5 – 2 – Dureté de Berkovich

En se basant sur les données géométriques du pénétrateur, la dureté Berkovitch est donnée sous la forme :

$$H = \frac{P}{(4,95d)^2}$$

$H$  : dureté Berkovich,

$p$  : la charge appliquée au pénétrateur en N,

$d$  : le diamètre de l'empreinte projetée en mm.

## 6 – Essai de dureté d'un corps de révolution

### 6 – 1 – Principe de l'essai

Le principe de l'essai de dureté statique par un pénétrateur de forme d'un corps de révolution est de faire le pénétrer dans le matériau à tester sous l'effet d'une charge donnée. En mesurant les dimensions horizontale et verticale de l'empreinte produite par ce pénétrateur, on déduit la dureté.

### 6 – 2 – Dureté du corps de révolution

La dureté statique produite par un pénétrateur ayant la forme géométrique d'un corps de révolution  $H_{er}$  [102-103] est défini par le rapport de la charge appliquée à la surface de l'empreinte (Fig. 7) :

$$H_{er} = \frac{2R \beta F}{\pi A r^2 (\beta \sqrt{1 - \beta^2} + \text{arc sin } \beta)} = G \frac{F}{r^2}$$

d'où les constantes ;

$$G = \frac{2R \beta}{\pi A (\beta \sqrt{1 - \beta^2} + \text{arc sin } \beta)}$$

avec

$$\beta^2 = \frac{A^2 - R^2}{A^2}$$

Où

F : la charge appliquée au pénétrateur,

A : rayon du pénétrateur dans le plan XOY,

C : demi-diamètre du pénétrateur selon l'axe OZ,

r : rayon de l'empreinte dans le plan XOY.

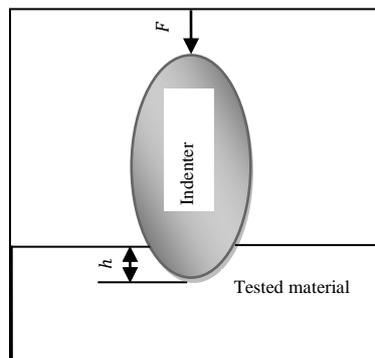


Fig. 7 : Pénétration d'un corps de révolution

### 7 – Essai de la microdureté

Cette méthode permet de se libérer de la dispersion et de l'imprécision des déterminations des duretés des matériaux rencontrées avec les mesures classiques de dureté. Elle a le même principe que la méthode statique, mais avec une charge appliquée au pénétrateur inférieure à 1kg et la taille de l'empreinte laissée par la pointe sur la surface peut varier de quelques centaines de micromètres. Elle permet de résoudre de nombreux problèmes tels que : la mesure de la dureté des couches minces, évaluation de l'écroutissage local, exploration d'alliages à phases multiples etc [4, 91, 104-105].

Des phénomènes influençant les mesures des microduretés nécessitent certaines précautions opératoires :

- L'empreinte doit être suffisamment nette pour permettre une lecture précise, ce qui exige un bon état de surface de la pièce testée ;
- La légère croissance de la valeur de la dureté, jusqu'à la charge de 1kg, montre la nécessité de spécifier la charge sous laquelle la mesure a été faite pour obtenir des résultats comparables ;
- Prendre en considération la charge maximale à appliquer de manière que la dureté du métal support n'intervienne pas dans les mesures [91, 105].

## II – Dureté des matériaux revêtus

La dureté d'un matériau exprime la résistance de ce matériau à la pénétration d'un autre corps. Cette propriété nécessite une épaisseur suffisante qui supporte la charge de pénétration. Donc, la dureté des corps massifs reflète significativement la résistance à la pénétration. Par contre, les revêtements surtout les couches minces ne supportent pas la charge de la pénétration. La dureté dans ce cas est une combinaison de la dureté de la couche et du substrat. On parle de la dureté du composite. Dans plusieurs cas, quoiqu'on puisse prendre de précautions, même avec la microdureté, on ne peut mesurer la dureté de la couche mince. Afin de pallier à cette insuffisance, des études récentes ont élaboré des modèles pour distinguer la dureté de la couche à celle du substrat.

### 1 – Loi linéaire additive

Dans la littérature, la détermination de la microdureté des matériaux stratifiés est gérée par plusieurs modèles mathématiques tels que la loi linéaire additive [106]. Par l'intermédiaire de cette loi, la microdureté des revêtements monocouche s'exprime par la formule suivante :

$$H_c = aH_f + bH_s \quad (1)$$

$$a + b = 1 \quad (2)$$

avec :

a et b : coefficients de pondération,

$H_s$  : dureté du substrat,

$H_f$  : dureté du film,

$H_c$  : dureté du composite.

Dans le cas, où les coefficients de pondération a et b sont des rapports de surfaces, la loi linéaire additive est appelée : loi de mélange d'aires et dans le cas où le rapport est de volume, la loi linéaire additive se transforme en loi de mélange de volumes.

## 2 – Lois de mélange d'aire

Dans les modèles de loi de mélange d'aire, les coefficients de pondération  $a, b$  sont des rapport des surfaces.

### 2 – 1 – Modèle de Buckle

Le premier modèle des lois de mélange d'aires était proposé par Buckle en 1965 (Fig. 8). Il considère un matériau divisé en douze (12) couches d'épaisseur égales à la profondeur de pénétration D, chaque couche i participe à la dureté de l'ensemble [107-108].

D'après Buckle, la dureté du composite,  $H_c$  est tirée de la formule :

$$H_c = \frac{\sum_{i=1}^{12} H_i P_i}{\sum_{i=1}^{12} P_i} \quad \text{d'où } P_i : \text{ poids de la couche } i \quad (3)$$

Pour un substrat homogène de dureté  $H_s$ , revêtu d'un film de dureté  $H_f$  d'épaisseur t, la dureté du composite (substrat film) est donnée par l'équation :

$$H_c = aH_f + bH_s$$

a et b sont calculés, moyennant l'équation (3), par :

$$a = \frac{\sum_{i=1}^k p_i}{\sum_{i=1}^{12} p_i} [H_f] \quad (4)$$

$$b = \frac{\sum_{i=k+1}^{12} p_i}{\sum_{i=1}^{12} p_i} [H_s] \quad (5)$$

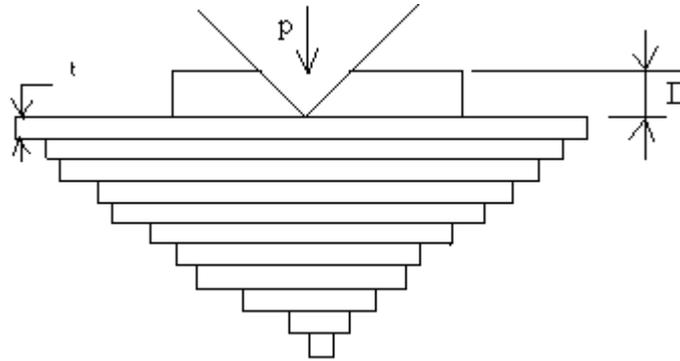


Fig. 8 : Répartition empirique des poids dans les sous couches de la zone d'influence d'une empreinte d'après Buckle [107]

## 2 – 2 – Modèle de Jonsson et Hogmark

Ce modèle utilise une approche géométrique simple pour séparer les contributions du substrat et du film repose sur les hypothèses suivantes (Fig. 9) :

- la couche se déforme sous l'empreinte sans s'amincir ;
- la puissance dissipée par ce mode de déformation est localisée sur les flancs de l'empreinte,
- la modélisation de la dureté est basée sur la proportionnalité des surfaces indentées ;
- L'intégration de l'effet d'échelle est conditionnée par une représentation de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte [109].

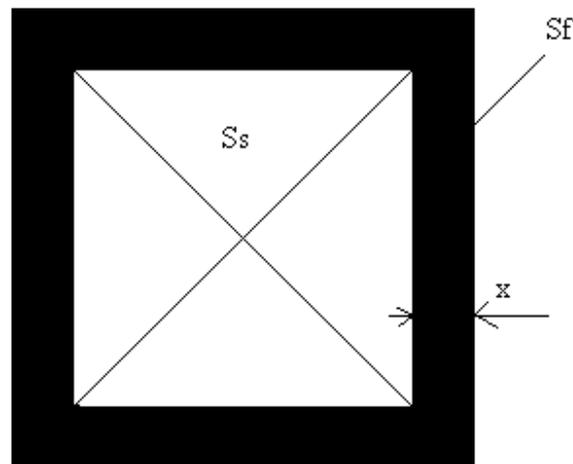


Fig. 9 : Modèle géométrique de Jonsson et Hogmark [109]

Pour l'empreinte pyramidale (pénétrateur Vickers), l'aire projetée du film est :

$$S_f = \left(\frac{d}{\sqrt{2}}\right)^2 - \left(\frac{d}{\sqrt{2}} - 2x\right)^2 \quad (6)$$

et l'aire projetée du substrat est :

$$S_s = \left(\frac{d}{\sqrt{2}} - 2x\right)^2 \quad \text{D'où } x = e \sin 22^\circ \cdot \cos 22^\circ \quad (7)$$

L'aire projetée du composite sera :

$$S_c = \left(\frac{d}{\sqrt{2}}\right)^2 \quad (8)$$

Enfin, nous pouvons établir :

$$a = \frac{S_f}{S_c} = \frac{2ce}{d} - C^2 \left(\frac{e}{d}\right)^2 \quad (9)$$

$d$  : diamètre de l'empreinte

$e$  : épaisseur du film

$C$ ; est une constante qui dépend de la déformation du film et d'après les résultats expérimentaux :

- Dans le cas d'un film fragile, la constante,  $C$  vaut 0.5 (Fig. 10),
- Dans le cas où le film épouse la forme de l'empreinte, la constante,  $C$  vaut 1 (Fig. 11).

De l'équation (1) et (2), la loi additive devient :

$$H_c = H_s + a(H_f - H_s) \quad (10)$$

En remplaçant l'expression (9) dans l'équation (10) :

$$H_c = H_s + \left(2C \frac{e}{d} - \left(\frac{Ce}{d}\right)^2\right) (H_f - H_s) \quad (11)$$

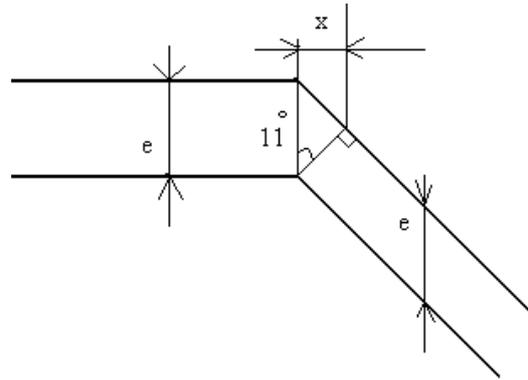


Fig. 10 : Rupture du film (C=0,5) [109]

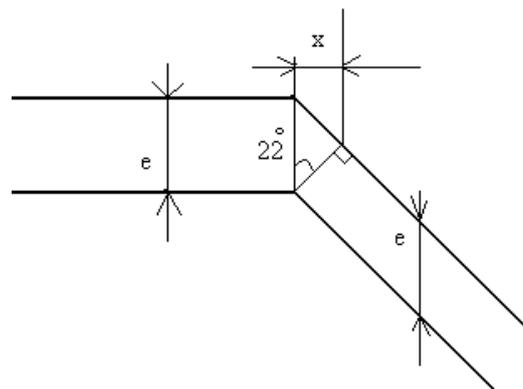


Fig. 11 : Film épouse la forme de l’empreinte (C=1) [109]

### 2 – 4 – Amélioration de Chicot et Lesage

Chicot et Lesage [99], observant une inflexion dans la variation de la dureté du composite, ont proposé de remplacer la constante C, du modèle de Hogmark et Jonsson [109], par une fonction dépendant du rapport de l’épaisseur sur la diagonale de l’empreinte :

$$C = \left(\frac{e}{d}\right)^n \quad (16)$$

Ainsi, le modèle de Jonsson et Hogmark est amélioré par :

$$H_C = H_S + \left(2\left(\frac{e}{d}\right)^{n+1} - \left(\frac{e}{d}\right)^{2(n+1)}\right)(H_f - H_S) \quad (17)$$

### 3 – Loi de mélange de volume

Dans le cas de modèle basé sur la loi de mélange des volumes [111-115], les coefficients pondérateurs sont des rapports de volumes déformés plastiquement (Fig. 12).

### 3 – 1 – Loi de Sargent

Sargent [115] propose la loi de couplage suivante:

$$H_C = \frac{V_f}{V_C} H_f + \frac{V_S}{V_C} H_S \quad (18)$$

Le volume composite est :

$$V_C = V_S + V_f \quad (19)$$

$V_f$  : Volume déformée plastiquement de film,

$V_S$  : Volume déformée plastiquement de substrat,

$V_C$  : Volume composite déformée plastiquement.

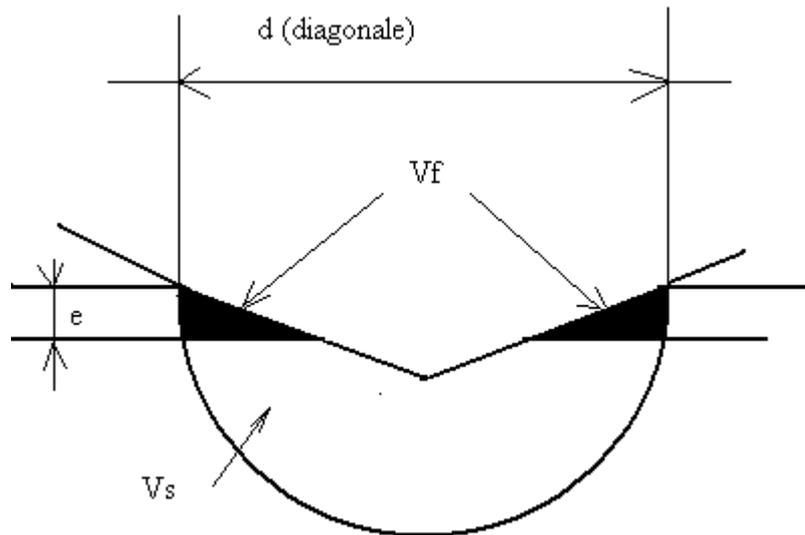


Fig. 12 : Modèle de Sargent (la zone influencée par le pénétrateur est une calotte sphérique dont le diamètre est la diagonale de l'empreinte) [115]

### 3 – 2 – Modèle de Burnett et Rickerby

Dans ce modèle (élaboré en 1987), la variation des volumes des lieux déformés plastiquement produites par le pénétrateur Vickers (Fig. 13) est introduite dans la loi de mélange de volume (18) par l'intermédiaire d'un facteur  $\chi$  :

$$H_C = \frac{V_f}{V_C} H_f + \chi^3 \frac{V_S}{V_C} H_S \quad \text{Si } H_S < H_f \quad (20)$$

$$H_C = \chi^3 \frac{V_f}{V_C} H_f + \frac{V_s}{V_C} H_s \quad \text{Si } H_S > H_f \quad (21)$$

$$V_C = V_f + \chi^3 V_s = V_s + \chi^3 V_f \quad (22)$$

où  $\chi$  est un paramètre empirique qui représente la variation de volume du lieu déformé plastiquement en fonction l'adhérence de l'interface [116]. Donc, il est de la forme :

$$\chi = \left( \frac{E_f H_s^-}{E_s H_f^-} \right)^q \quad (23)$$

$H_s^-$  et  $H_f^-$  sont les duretés caractéristiques respectives du substrat et du film pour une diagonale d'empreinte fixe,

$E_s$  et  $E_f$  : Modules de Young de substrat et du film respectivement.

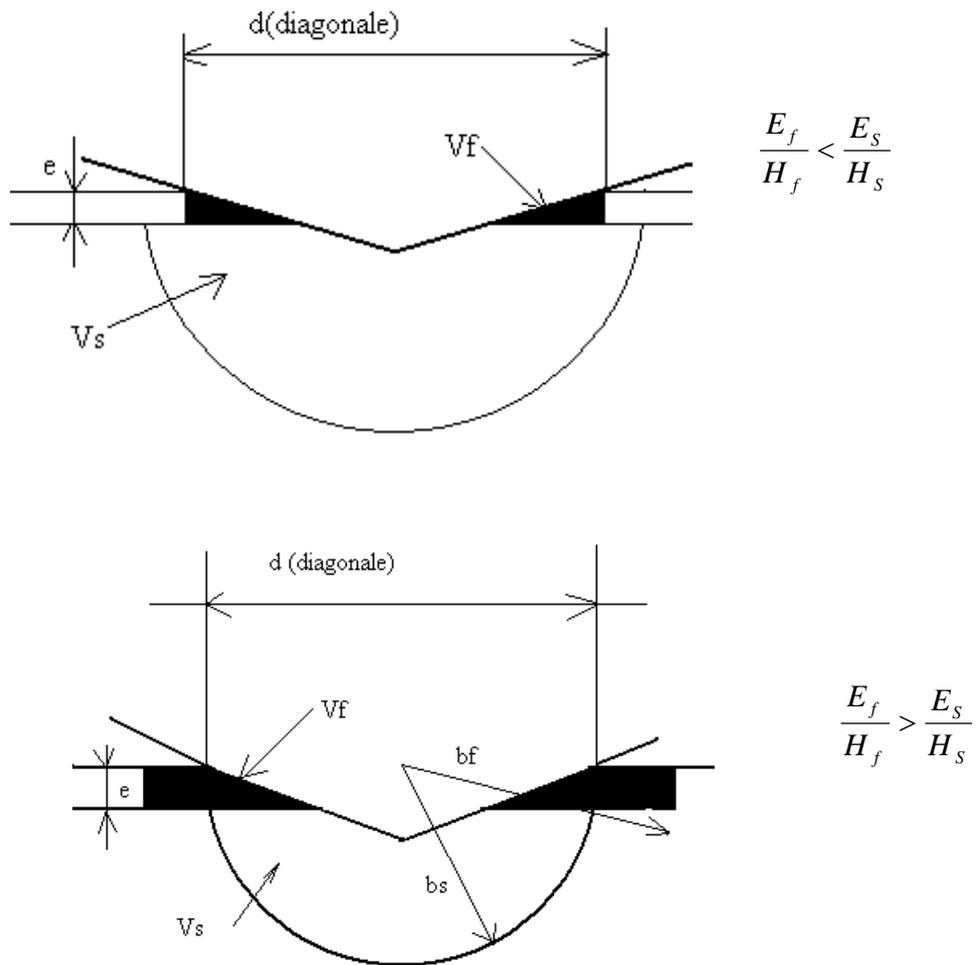


Fig. 13: Représentation des zones déformées plastiquement par le pénétrateur Vickers [116]

## 3 – 3 – Modèle de Chicot et Lesage

En 1995, Chicot et al. [117- 118] ont estimés que les lieux déformés plastiquement dans le substrat et le revêtement sont modifiés, comparativement à un matériau homogène, et se combinent suivant une loi de couplage en série (Fig. 14). Ils établissent l'équation de dureté du composite par :

$$H_c = a^- H_f + b^- H_s \quad (24)$$

$$a^- + b^- = 1 \quad (25)$$

où les coefficients pondérateurs,  $a^-$  et  $b^-$ , s'écrivent :

$$a^- = \frac{1}{2} \left( \frac{V_{ff}}{V_f} + \frac{V_{sf}}{V_s} \right) = \frac{3e}{4} \left( \frac{b_s + b_f}{b_f b_s} \right) \quad (26)$$

$$b^- = \frac{1}{2} \left( \frac{V_{fs}}{V_f} + \frac{V_{ss}}{V_s} \right) \quad (27)$$

Tout calcul fait, nous arrivons à :

$$H_c = \frac{1}{2} \left( \frac{V_{ff}}{V_f} + \frac{V_{sf}}{V_s} \right) H_f + \frac{1}{2} \left( \frac{V_{fs}}{V_f} + \frac{V_{ss}}{V_s} \right) H_s \quad (28)$$

avec :

$$V_s = V_{sf} + V_{ss} \quad (29)$$

$$V_f = V_{fs} + V_{ff} \quad (30)$$

Les volumes déformés  $V_i$  et  $V_{if}$  sont assimilés à des calottes hémisphérique ou cylindriques :

Pour  $i = S, f$

on a: 
$$V_i = \frac{2}{3} \pi b_i^3 \quad (31)$$

$$V_{if} = \pi b_i^2 e \quad (32)$$

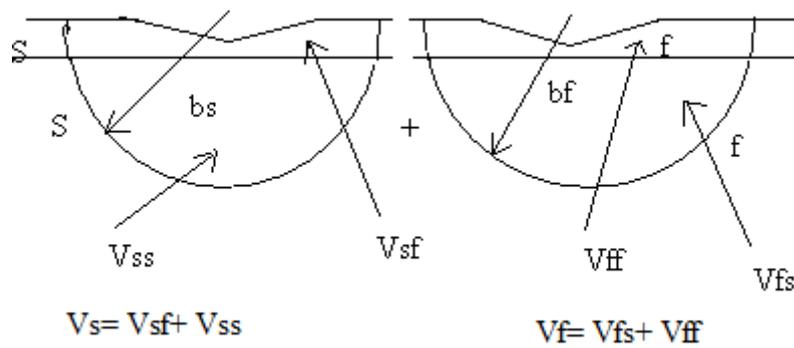


Fig. 14 : Loi de couplage en série selon Chicot et Lesage [117]

## **CHAPITRE III**

### **Pénétration d'un ellipsoïde de révolution allongé et aplati**

#### **Introduction**

Depuis longtemps, les différents types des essais de dureté dynamique et statique jouent un rôle très important afin de définir quelques caractéristiques des matériaux [4] ; tel que : la dureté, le coefficient du Poisson, le module d'Young etc. Elles consistent à pénétrer un pénétrateur plus dur de forme géométrique bien définie dans un autre corps moins dur [3].

La propriété dureté des matériaux revêtus et massifs est définie comme étant la résistance mécanique qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur [2-6]. Elle est un problème ancien qui a déjà fait l'objet de nombreuses études et différents modèles [106].

Le choix de la géométrie du pénétrateur est un facteur déterminant dans la mesure de la dureté [4]. Cependant, la superposition des matériaux (revêtements, stratifié, sandwich) induit des erreurs d'expressions et de comportement plastique des matériaux. L'utilisation des essais conventionnels de dureté ne répondent pas fidèlement aux matériaux revêtus, d'où le recours à des modèles mathématiques ou empiriques. Dans ce chapitre, nous essayons de concevoir des pénétrateurs de forme spéciale : ellipsoïde de révolution, allongé et aplati, et nous tirons les équations de calcul correspondantes.

Semblablement aux essais de dureté statique, le principe de l'essai de pénétration par ellipsoïde de révolution, allongé et aplati est de faire pénétrer la pointe du pénétrateur qui laisse une empreinte dans le matériau à tester. On mesure les dimensions horizontale et verticale de l'empreinte et on déduit la grandeur de la dureté. La méthodologie de calcul et de raisonnement est similaire à celle exposé à la bibliographie [106-109, 103, 119-120].

#### **I – Notion mathématique**

##### **1 - Aire d'ellipse**

L'équation caractéristique d'une ellipse centré à l'origine du repère orthonormé, de demis axes ( $A, B$ ) respectivement données le long des axes OX et OY [9] est :

$$\frac{x^2}{A^2} + \frac{y^2}{B^2} = 1 \quad (1)$$

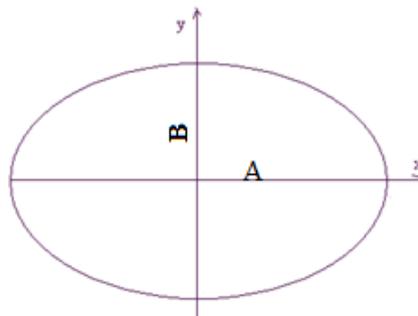
En raison de la symétrie de l'ellipse par rapport au axes des coordonnées cartésienne (figure III.1), sa surface  $S$  est égale à quatre fois l'aire de la partie de l'ellipse qui se trouve dans le premier quadrant d'ellipse, c'est-à-dire :

$$S = 4 \int_0^A y dx \quad (2)$$

Alors ; l'aire ( $S$ ) de l'ellipse devienne

Donc :

$$S = 4AB \frac{\pi}{4} = \pi AB \quad (III.3)$$

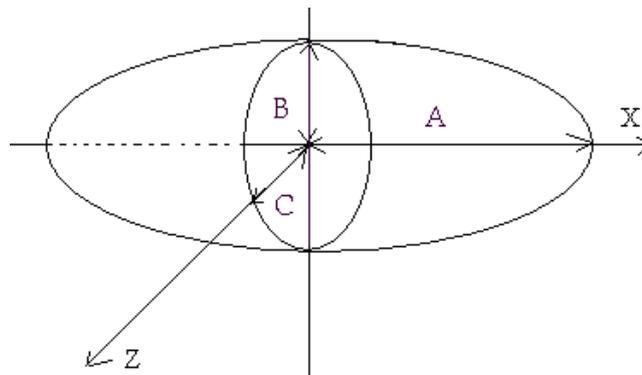


**Fig. 1 :** Représentation d'ellipse en coordonnées cartésiennes

## 2 : L'équation caractéristique d'ellipsoïde

Dans les coordonnées cartésiennes, l'équation d'un ellipsoïde [6,7] de demi axes donnés ( $A, B, C$ ) respectivement suivant les axes OX, OY et OZ (Figure III.2) est exprimée par la relation suivante :

$$\left(\frac{x}{A}\right)^2 + \left(\frac{y}{B}\right)^2 + \left(\frac{z}{C}\right)^2 = 1 \quad (III.4)$$



**Fig. 2 :** Représentation d'ellipsoïde en coordonnées cartésiennes

### 3 – Aire d'un corps de révolution

La surface latérale d'un corps de révolution engendré par d'une courbe d'équation caractéristique  $z = f(x)$ , autour d'un axe OX et comprise entre les points  $a$  et  $b$ , (figure III.3) s'exprime par la formule [79] :

$$S = \int_a^b 2\pi z dl \quad (\text{III.5})$$

Où  $dl$  est la différentielle de l'arc de la courbe donnée c'est-à-dire

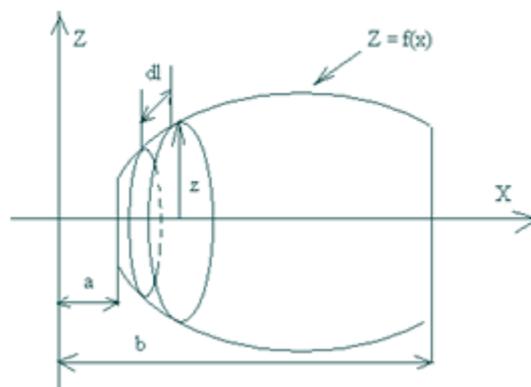
$$(dl)^2 = (dz)^2 + (dx)^2 \quad , \text{ Alors ; } \quad dl = \sqrt{(dz)^2 + (dx)^2} \quad (\text{III.6})$$

En introduisant l'équation (III.6) dans (III.5) :

$$S = \int_a^b 2\pi z \sqrt{1 + \left(\frac{dz}{dx}\right)^2} dx \quad \text{Avec} \quad \frac{dz}{dx} = \frac{df(x)}{dx} \quad (\text{III.7})$$

Alors l'équation (III.7) devienne :

$$S = \int_a^b 2\pi f(x) \sqrt{1 + \left(\frac{df(x)}{dx}\right)^2} dx \quad (\text{III.8})$$



**Fig. 3 :** Corps de révolution engendré par une courbe

## II – Dureté obtenue

### 1 – Principe de l'essai de pénétration

Le principe de pénétration est similaire quelque soit le pénétrateur. La différence réside dans la forme et les dimensions de l'empreinte. Dans ce qui suit, nous nous intéressons à la forme de l'empreinte d'un pénétrateur ellipsoïdal allongé et un pénétrateur ellipsoïdal aplati et d'établir les équations de projection et de pénétration des courbes engendrant des formes géométriques correspondantes. En outre, on suppose que le pénétrateur est suffisamment dur qu'il ne subisse aucune déformation. On mesure les dimensions de l'empreinte (transversales et/ou la profondeur) et on déduit la dureté [58].

### 2 – Pénétrateur de forme d'ellipsoïde

#### ✓ Cas d'empreinte projetée :

La dureté statique résulte d'un pénétrateur de forme géométrique d'un ellipsoïde (Figure III.4)  $H_e$  est défini par le rapport de la charge à la surface de l'empreinte (figure III.5):

$$H_e = \frac{F}{S} \quad (\text{III.9})$$

Dans le cas de pénétration d'ellipsoïde, la surface projetée de l'empreinte obtenue est une surface d'ellipse de dimensions  $(2a')$  suivant l'axe OX et  $(2b')$  suivant l'axe OY. Donc, de l'équation (III.3), l'aire (S) de l'empreinte s'écrit par la relation suivante :

$$S = \pi a' b' \quad (\text{III.10})$$

Alors la dureté devient :

$$H_e = \frac{F}{\pi a' b'} \quad (\text{III.11})$$

Pour une profondeur de pénétration  $h$  du pénétrateur ellipsoïdal suivant la direction de l'axe OZ, les dimensions  $a'$  et  $b'$  de l'aire de l'empreinte projetée deviennent en fonction de la pénétration  $h$  comme suite [55] :

$$a' = A \sqrt{\frac{2h}{C} - \left(\frac{h}{C}\right)^2} \tag{III.12}$$

$$b' = B \sqrt{\frac{2h}{C} - \left(\frac{h}{C}\right)^2} \tag{III.13}$$

De l'équation (III.11), la dureté correspondant à une pénétration  $h$  sera :

$$H_e = \frac{F}{\pi a' b'} = \frac{C^2 F}{\pi AB(2hC - (h)^2)} \tag{III.14}$$

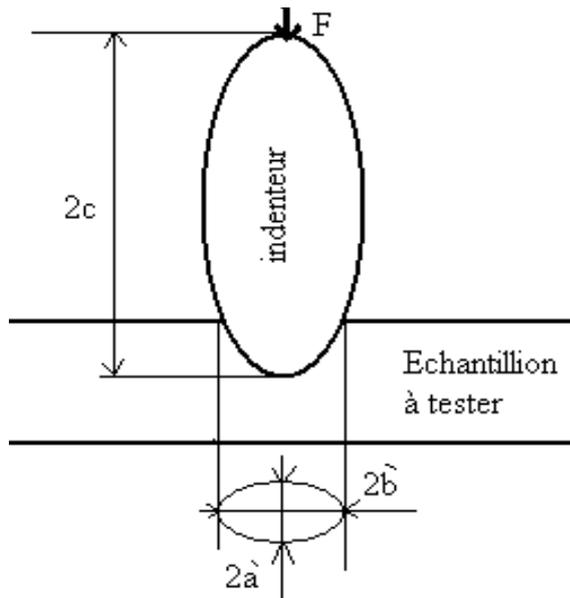


Fig. 4 : Pénétration d'ellipsoïde

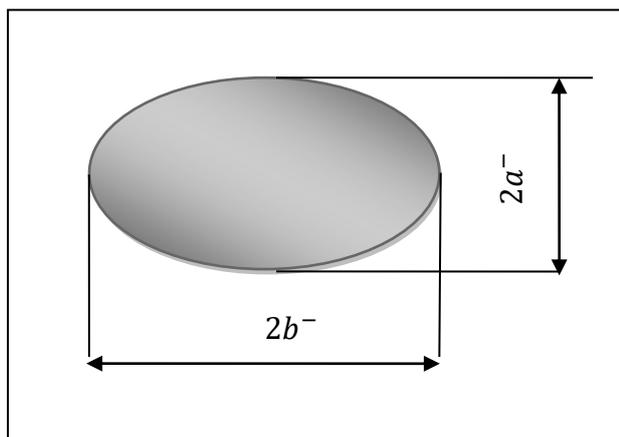


Fig. 5 : empreinte projetée pour le pénétrateur ellipsoïde

### 3 – Pénétrateur de forme d'ellipsoïde allongé

#### ✓ Cas d'empreinte projetée :

La dureté statique,  $H_{al}$  résulte d'un pénétrateur de forme géométrique d'ellipsoïde allongé, (figure III.6) est le rapport de la charge appliquée au pénétrateur à la surface de l'empreinte projetée (figure III.7):

$$H_e = \frac{F}{S} \quad (\text{III.15})$$

Puisque le pénétrateur est corps de révolution. Alors la surface projetée de l'empreinte est un disque de diamètre, ( $d = 2r$ ) et de surface (S). Elle donnée par la relation suivante :

$$S = \frac{\pi d^2}{4} \quad (\text{III.16})$$

Alors la dureté est :

$$H_{al} = \frac{4F}{\pi d^2} \quad (\text{III.17})$$

Pour un ellipsoïde allongé de demis axe ( $A, R, R$ ) respectivement le long des axes OX, OY et OZ (Figure. 2), leur équation caractéristique s'écrit comme la suite :

$$\left(\frac{x}{A}\right)^2 + \left(\frac{y}{R}\right)^2 + \left(\frac{z}{R}\right)^2 = 1 \quad (\text{III.18})$$

On pose:  $z^2 + y^2 = r^2$  (III.19)

En introduisant l'équation (III.19) dans l'équation (III.18), nous obtenons :

$$\left(\frac{r}{R}\right)^2 + \left(\frac{x}{A}\right)^2 = 1 \quad (\text{III.20})$$

Pour pénétrer une hauteur ( $h$ ) dans le matériau à tester, suivant la direction de l'axe OX. Le rayon,  $r$  de l'aire projetée deviennent en fonction de la pénétration, ( $h$ ) [55] :

$$r = R \sqrt{\frac{2h}{A} - \left(\frac{h}{A}\right)^2} \tag{III.21}$$

En introduisant l'équation(III.21) dans l'équation (III.17), la dureté d'une pénétration,  $h$  s'écrit de la manière suivante :

$$H_{al} = \frac{F}{\pi r^2} = \frac{A^2 F}{\pi R^2 (2hA - (h)^2)} \tag{III.22}$$

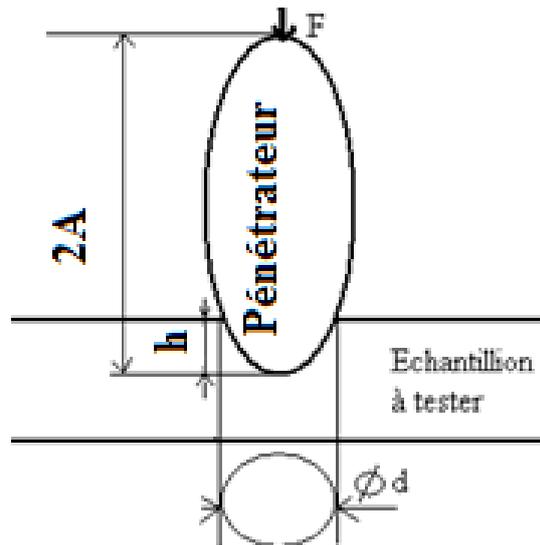


Fig. 6 : Pénétration d'ellipsoïde allongé

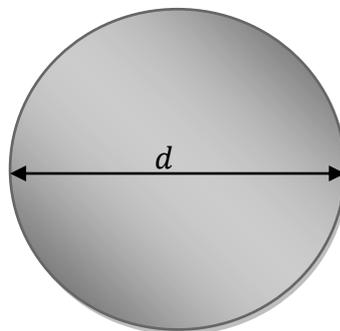


Fig. 7 : Aire de l'empreinte projetée d'ellipsoïde allongé

✓ **Cas d'empreinte réelle:**

Réellement l'empreinte est une calotte de base circulaire de diamètre  $d$  et

### Chapitre III pénétration d'un ellipsoïde de révolution, allongé et aplati

de hauteur  $h$  (figure III.6), sa surface est déterminée selon la formule suivante :

$$S = \int_{A-h}^A 2\pi z \sqrt{1 + \left(\frac{dz}{dx}\right)^2} dx \quad (\text{III.23})$$

De l'équation caractéristique (III.14), on déduit :

$$z^2 = R^2 \left(1 - \frac{x^2}{A^2}\right) \quad (\text{III.24})$$

La dérivation de l'équation (III.24) donne l'expression suivante

$$zz' = -\frac{R^2 x}{A^2} \quad (\text{III.25})$$

Par l'introduction de l'équation (III.24) et l'équation (III.25) dans l'équation (III.23), l'intégral sera comme suit :

$$\begin{aligned} S &= \int_{A-h}^A 2\pi z \sqrt{1 + \left(\frac{dz}{dx}\right)^2} dx = \int_{A-h}^A 2\pi \sqrt{z^2 + \left(z \frac{dz}{dx}\right)^2} dx \\ &= 2\pi R \int_{A-h}^A \sqrt{1 - \frac{x^2}{A^2} \left(1 - \frac{R^2}{A^2}\right)} dx \quad (\text{III.26}) \end{aligned}$$

$$\text{On pose : } t = \beta \frac{x}{A}, \quad \text{et } \beta^2 = \frac{A^2 - R^2}{A^2} \quad (\text{III.27})$$

Alors, la surface de l'empreinte devienne :

$$S = \frac{2\pi C A}{\beta} \int_{\frac{\beta(A-h)}{A}}^{\beta} \sqrt{1-t^2} dt \quad (\text{III.28})$$

Par intégration, on obtient

$$S = \frac{\pi R A}{\beta} \left[ t\sqrt{1-t^2} + \arcsin t \right]_{\frac{\beta(A-h)}{A}}^{\beta} \quad (\text{III.29})$$

Le développement de l'équation (III.29) donne :

$$\begin{aligned}
 S &= \frac{\pi R A}{\beta} \left[ \beta \sqrt{1 - \beta^2} + \arcsin \beta \right] - \frac{\pi R A}{\beta} \left[ \left( \beta \frac{A-h}{A} \right) \sqrt{1 - \left( \beta \frac{A-h}{A} \right)^2} + \arcsin \left( \beta \frac{A-h}{A} \right) \right] \\
 &= \pi A R \sqrt{1 - \beta^2} + \pi A R \frac{\arcsin \beta}{\beta} - \pi R (A-h) \sqrt{1 - \left( \beta \frac{A-h}{A} \right)^2} - \frac{\pi R (A-h)}{\beta \left( \frac{A-h}{A} \right)} \arcsin \left( \beta \frac{A-h}{A} \right) \quad (\text{III.30})
 \end{aligned}$$

Pour des faibles forces appliquées au pénétrateur, l'empreinte sera très petite :

$$\text{Puisque, } (A \gg h) ; \quad \text{alors, on a ; } \frac{A-h}{A} \approx 1 \quad (\text{III.31})$$

$$S = \pi R h \left( \sqrt{1 - \beta^2} + \frac{\arcsin \beta}{\beta} \right) \quad (\text{III.32})$$

Donc, la dureté d'une pénétration s'exprime comme suite :

$$H_{at} = \frac{\beta F}{\pi R h (\beta \sqrt{1 - \beta^2} + \arcsin \beta)} \quad (\text{III.33})$$

De l'équation (III.15), on déduit

$$h = A \left( 1 - \sqrt{1 - \left( \frac{r}{R} \right)^2} \right) \quad (\text{III.34})$$

Pour petite empreinte, le rapport,  $\left( \frac{r}{R} \right)$  est négligeable [12], donc on a :

$$\left( \sqrt{1 - \left( \frac{r}{R} \right)^2} \right) = 1 - \frac{1}{2} \left( \frac{r}{R} \right)^2 \quad (\text{III.35})$$

Par l'insertion de l'équation (III.35) dans (III.34), en on obtient :

$$h = \frac{A}{2} \left( \frac{r}{R} \right)^2 \quad (\text{III.36})$$

Donc, l'expression de l'empreinte devienne :

$$S = \pi \frac{A r^2}{2 R} \left( \sqrt{1 - \beta^2} + \frac{\arcsin \beta}{\beta} \right) \quad (\text{III.37})$$

En suite la dureté s'exprime par la formule suivante :

$$H_{er} = \frac{2R \beta F}{\pi A r^2 (\beta \sqrt{1-\beta^2} + \arcsin \beta)} = G \frac{F}{r^2} \quad (\text{III.38})$$

D'où, la constante,  $G$  vaut l'expression :

$$G = \frac{2R \beta}{\pi A (\beta \sqrt{1-\beta^2} + \arcsin \beta)} \quad (\text{III.39})$$

#### 4 – Pénétrateur de forme d'ellipsoïde aplati

##### ✓ Cas d'empreinte projetée :

Pour un ellipsoïde aplati de demis axe  $(R, R, C)$  respectivement le long des axes OX, OY et OZ (Figure. 2), l'équation caractéristique s'écrit comme la suite :

$$\left(\frac{x}{R}\right)^2 + \left(\frac{y}{R}\right)^2 + \left(\frac{z}{C}\right)^2 = 1 \quad (\text{III.40})$$

On pose:  $x^2 + y^2 = r^2$  (III.41)

En introduisant l'équation (III.41) dans l'équation (III.40), nous obtenons :

$$\left(\frac{r}{R}\right)^2 + \left(\frac{z}{C}\right)^2 = 1 \quad (\text{III.42})$$

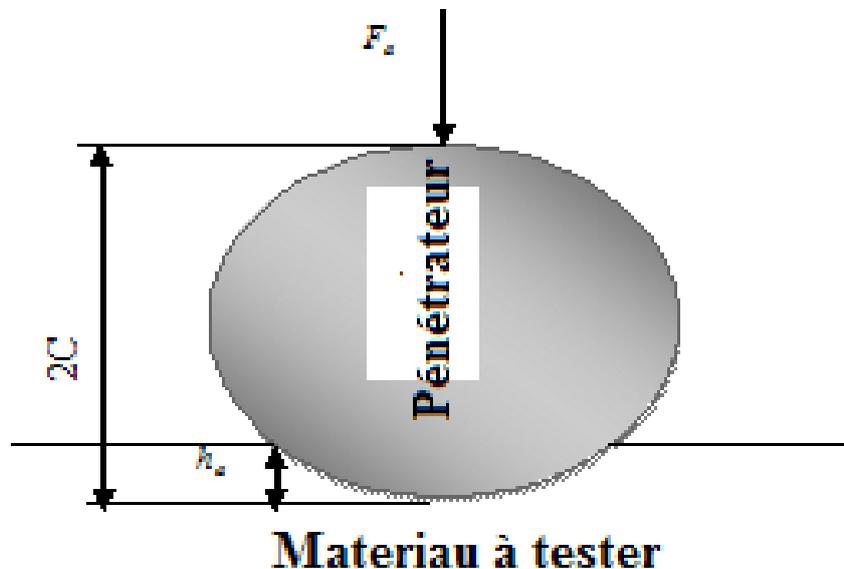
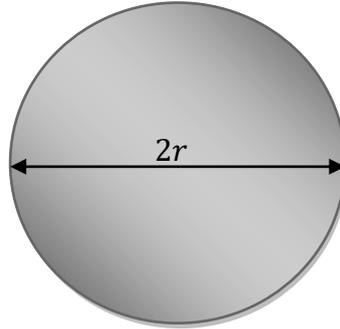


Fig. 8 : Pénétration d'ellipsoïde aplati



**Fig. 9** : Aire de l’empreinte projetée d’ellipsoïde aplati

Le pénétrateur ellipsoïde aplati (figure III.8) est corps de révolution. Aussi, la surface projetée de l’empreinte (figure III.9) est un disque de diamètre,  $(d = 2r)$  et de surface  $(S)$  donnée par la relation suivante :

$$S = \frac{\pi d^2}{4} \quad (\text{III.43})$$

Alors la dureté est :

$$H_{ap} = \frac{F}{\pi r^2} = \frac{4F}{\pi d^2} \quad (\text{III.44})$$

### ✓ Cas d’empreinte réelle :

Géométriquement, l’empreinte résultante d’un pénétrateur de forme géométrique d’ellipsoïde aplati est une calotte de base circulaire (figure III.6) de diamètre  $d$  et de hauteur  $h$ , leur surface s’exprime par :

$$S_a = \int_{c-h}^c 2\pi r \sqrt{1 + \left(\frac{dr}{dz}\right)^2} dz \quad (\text{III.45})$$

De l’équation caractéristique (III.42), on déduit :

$$r^2 = R^2 \left(1 - \frac{z^2}{C^2}\right) \quad (\text{III.46})$$

### Chapitre III pénétration d'un ellipsoïde de révolution, allongé et aplati

La dérivation de l'équation (III.46) donne l'expression suivante

$$rr' = -\frac{R^2 z}{C^2} \quad (\text{III.47})$$

L'introduction d'équations (III.46) et (III.47) dans l'équation (III.45) donne :

$$S_a = 2\pi R \int_{C-h}^C \sqrt{1 + \frac{z^2}{c^2} \left( \frac{R^2}{C^2} - 1 \right)} dz \quad (\text{III.48})$$

$$\text{On pose : } t = \mu \frac{z}{C}, \quad \text{et} \quad \mu^2 = \frac{R^2 - C^2}{R^2} \quad (\text{III.49})$$

Alors, la surface de l'empreinte devienne :

$$S_a = \frac{2\pi C}{\mu} \int_{\frac{\mu(C-h)}{C}}^{\mu} \sqrt{1+t^2} dt \quad (\text{III.50})$$

L'intégration de l'équation (III.50) donne :

$$S_a = \frac{\pi C}{\mu} \left[ t\sqrt{1+t^2} + \ln \left( t + \sqrt{1+t^2} \right) \right]_0^{\frac{\mu h}{C}} \quad (\text{III.51})$$

Donc, l'expression de surface devienne:

$$S_a = \frac{\pi C}{\mu} \left[ \frac{\mu h}{C} \sqrt{1 + \left( \frac{\mu h_a}{C} \right)^2} + \ln \left( \frac{\mu h_a}{C} + \sqrt{1 + \left( \frac{\mu h_a}{C} \right)^2} \right) \right] \quad (\text{III.52})$$

La pénétration d'ellipsoïde aplati,  $h_a$  dans le matériau à tester, suivant la direction OZ, devient en fonction de rayon de l'empreinte  $r$  et les dimensions du pénétrateur comme suit [55] :

$$h_a = C \left( 1 - \sqrt{1 - \left( \frac{r}{R} \right)^2} \right) \quad (\text{III.53})$$

Alors, la dureté s'écrit comme suit :

$$H_{ar} = \frac{\mu F}{\pi C \left( \left( \frac{\mu h_a}{C} \sqrt{\left( \frac{\mu h_a}{C} \right)^2 + 1} + 1 \right) + \ln \left( \frac{\mu h_a}{C} + \sqrt{1 + \left( \frac{\mu h_a}{C} \right)^2} \right) \right)} \quad (\text{III.54})$$

Pour des petites empreintes, la dimension de pénétrateur est grande que la pénétration ( $C \gg h_a$ ). Alors,  $\left( \frac{h_a}{C} \right)^2 \approx 0$  et l'aire de l'empreinte prend la forme suivante :

$$S_a = \frac{\pi C}{\mu} \left[ \frac{\mu h_a}{C} + \ln \left( \frac{\mu h_a}{C} + 1 \right) \right] \quad (\text{III.55})$$

Dans ce cas, la dureté s'écrit :

$$H_m = \frac{\mu F}{\pi C \left( \left( \frac{\mu h_a}{C} \right) + \ln \left( \frac{\mu h_a}{C} + 1 \right) \right)} \quad (\text{III.56})$$

Ainsi, pour de faible pénétration, le rapport  $\left( \frac{r}{R} \right)$  est négligeable. On peut écrire [12]:

$$\left( \sqrt{1 - \left( \frac{r}{R} \right)^2} \right) = 1 - \frac{1}{2} \left( \frac{r}{R} \right)^2 \quad (\text{III.57})$$

Donc, la pénétration  $h_a$  prend la forme suivante :

$$h_a = \frac{C}{2} \left( \frac{r}{R} \right)^2 \quad (\text{III.58})$$

L'expression de l'empreinte devient :

$$S_a = \frac{\pi C}{\mu} \left[ \frac{\mu r^2}{2R^2} + \ln \left( \frac{\mu r^2}{2R^2} + 1 \right) \right] \quad (\text{III.59})$$

En fin, la dureté prend la forme suivante :

$$H_m = \frac{\mu F}{\pi C \left( \left( \frac{\mu r^2}{2R^2} \right) + \ln \left( \frac{\mu r^2}{2R^2} + 1 \right) \right)} \quad (\text{III.60})$$

## Chapitre IV TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### Introduction

L'aluminium et ses alliages sont aujourd'hui largement utilisés pour leurs propriétés fondamentaux (légèreté, bonne tenue à la corrosion, conductibilité thermique ...), il convient de souligner que les traitements d'anodisation permettent d'y ajouter des propriétés très spécifiques telles que : la bonne résistance à la corrosion et à l'abrasion, diminution du coefficient de frottement etc.

L'objectif de notre travail réside dans la caractérisation par microdureté et la tenue à l'usure de l'alliage de surface formé par anodisation. La microdureté sera calculée selon le modèle de Jönsson et Hogmark [109].

### I – Matériau utilisé

Le matériau utilisé est un alliage d'aluminium de la série 6061 livré de la société METANOFF de M'sila spécialisée en revêtement par anodisation. La composition chimique et les caractéristiques mécaniques de l'alliage sont données respectivement par les tableaux I et II.

Elément	Al	Mg	Si	Cu	Cr
Composition %	Balance	1.0	0.6	0.30	0.20

Tab. I : Composition chimique de l'alliage 6061

Caract. Méc.	E(GPa)	A(%)	R <sub>m</sub> (MPa)	R <sub>0,2</sub> (MPa)	Dureté Hv
6061	68.9	17	310	275	115

Tab. II : Caractéristique mécaniques de l'alliage 6061

### II – Traitement d'anodisation

L'anodisation, comme tout traitement électrochimique d'un métal, comporte généralement trois étapes successives : préparation de la surface, déposition anodique et opération de finition.

#### 1 – Préparation de la surface des échantillons

Les techniques physico-chimiques ont pour but de rendre la surface d'alliage d'aluminium propice au traitement d'anodisation et par conséquent conférer à la surface un aspect décoratif. Les procédés de préparation de surface des substrats d'échantillons d'alliage

d'aluminium 6061 et l'obtention du film d'alumine par la technique d'anodisation sont les suivantes :

### 1 – 1 – Dégraissage

Le dégraissage est utilisé pour l'élimination des contaminations superficielles, organiques et salines de la surface du substrat. Il a été effectué par immersion des échantillons dans un bain d'acide sulfurique de concentration comprise entre 30 à 35g/l pendant une durée de 7 à 10 mn et une température de l'ordre de 70°C.

Cette opération est suivie d'un rinçage rigoureux des pièces pour supprimer tout composé pouvant subsister en surface et nuit à l'opération d'anodisation.

### 1 – 2 – Décapage

Il a pour but d'éliminer la pellicule d'oxydes se formant à la surface de l'aluminium et se rapprocher de la concentration du matériau sein. On utilise des bains de décapage alcalin contenant 70g/l de soude (NaOH), à la température de 55°C pendant une durée d'environ cinq minutes

Le décapage se déroule selon la réaction [61-62] :



Pour assurer une opération efficace et reproductible, ce décapage nécessite le contrôle des paramètres suivants ;

- concentration du bain (soude, additifs, aluminium dissous),
- température de la solution.

### 1 – 3 – Neutralisation

Cette opération succède à l'opération de décapage précédente est sert à neutraliser la soude caustique, éliminer des hydroxydes d'aluminium et des éléments d'addition. Elle est effectuée par l'immersion des échantillons dans un bain d'acide nitrique additionné à un oxydant, à concentration de 150g/l, à la température ambiante. La durée de l'opération est d'environ 3mn.

## 2 – Anodisation sulfurique

Dans notre travail, l'anodisation de l'alliage d'aluminium 6061 est effectuée par le procédé de l'électrolyse en milieu aqueux (sulfurique) et sous courant continu. Elle produit un dégagement d'hydrogène à la cathode et de l'oxygène à l'anode. Mais, si l'on utilise de l'aluminium comme anode dans une cellule d'électrolyse, il forme un oxyde et aucun

dégagement gazeux n'est observé sur celle-ci, alors que l'hydrogène est toujours visible à la cathode. Ce phénomène étant une combinaison entre l'aluminium dissous et l'oxygène naissant, selon la réaction [61-62] :



### 2 – 1 – Mécanisme d'anodisation

La couche d'oxyde est formée en deux phases. La première phase correspond à la formation de la couche barrière. La seconde est appelée la couche poreuse. Lors de l'application du courant électrique, il y a formation de la couche barrière. Avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche barrière, il se produit une migration des ions d'oxygène de l'électrolyte vers cette couche et migration des ions d'aluminium qui partent du substrat et traversent la couche barrière. Ainsi, la tension augmente graduellement et quelques irrégularités sont formées sur la surface. Lorsque la tension atteint un maximum, des pores naissent.

### 2 – 2 – Conditions de travail

Le process d'anodisation est soumis aux conditions ci-après. Ces conditions ont été optimisées la société METANOF :

- bain d'acide sulfurique de concentration 180g/l,
- température du bain atteint 19°C,
- quantité d'aluminium dissous est d'environ 15 g/l,
- densité de courant : 125 A/m<sup>2</sup>,
- tension d'électrolyse 15 - 20 V
- la durée de l'opération : à volonté (selon le besoin).

### 3 – Traitement de colmatage

Etant l'opération finale du processus d'anodisation, le colmatage est l'opération qui confère à la couche anodique ses véritables qualités. Le principe de colmatage consiste à immerger les échantillons dans un bain d'eau de résistivité 200 kΩ et de température 98°C, durant un temps de à 2 min/mm d'oxyde. A la fin de l'opération, on remarque le gonflement de la couche et par conséquent la fermeture des pores.

Pour apprécier le colmatage des échantillons, trois méthodes de mesures sont employées :

#### **a – Inertie en milieu acide**

L'immersion d'un échantillon à contrôler dans une solution acide déterminée, provoque une dissolution dont la vitesse permet d'apprécier la qualité du colmatage. Cet essai destructif ne peut être pratiqué qu'en laboratoire. Il est très précis et sert de mesure de référence.

#### **b – Persistance de coloration**

Une goutte de colorant placée sur l'échantillon à contrôler est absorbée ou non suivant que les pores de la couche d'alumine sont ouverts ou non et donc que le colmatage est bien ou mal fait. Cette méthode très simple est couramment employée dans les ateliers et sur chantiers.

#### **c – Mesure d'admittance**

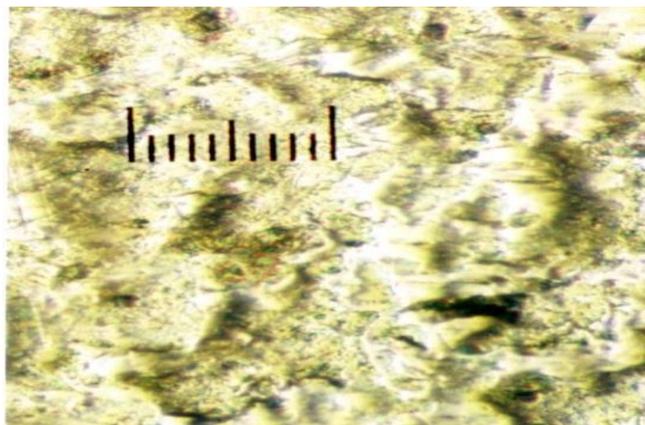
L'admittance (inverse de l'impédance) de la couche anodique est fonction de plusieurs paramètres dont l'étanchéité de la couche et donc de la qualité du colmatage. Cette méthode se fait à l'aide d'un appareil appelé ANOTEST. Elle est assez délicate d'interprétation.

### **III – Caractérisation du composite**

La couche anodique, pour être parfaitement protectrice, doit avoir une épaisseur correcte et être étanche. Pour apprécier ces caractéristiques, on dispose de plusieurs méthodes de contrôle applicables en laboratoires ou en ateliers et qui font l'objet de normes précises. Les méthodes les plus couramment utilisées pour le contrôle de l'épaisseur d'alumine sont les suivantes :

#### **1 – Observations métallographiques**

Les observations métallographiques ont été effectuées dans le but d'analyser les couches déposées sur le substrat, d'évaluer l'épaisseur des couches et de caractériser l'interface film substrat. Les observations ont été réalisées sur différents microscopes, compte tenu des agrandissements désirés et de la profondeur de champs optique adéquate. Les microscopes utilisés sont : axiophot, Néophot 21 de la marque Carl Zeiss et un binoculaire optique.



**Fig. 1 :** Micrographie optique de la surface du substrat d'alliage 6061 (G=200x)

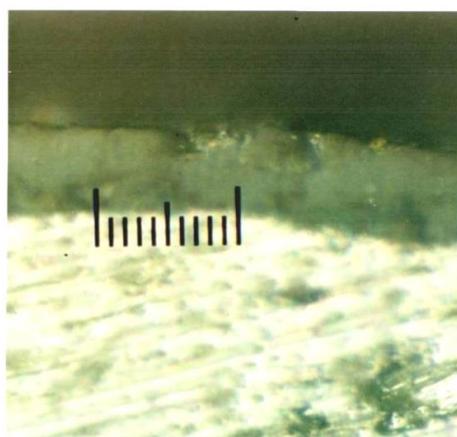
## **2 – Mesure de l'épaisseur de la couche d'anodisation**

### **a – Coupe micrographique**

Cette technique est basée sur l'observation de la section, polie, d'une épaisseur d'échantillon et la mesure de l'épaisseur de la couche déposée.

### **b – Observation au microscope à coupe optique**

Cette méthode consiste à deux faisceaux lumineux frappant la couche anodique sous un angle de  $45^\circ$  suivant deux chemins. La distance qui sépare les deux faisceaux dans l'oculaire du microscope est proportionnelle à l'épaisseur de la couche anodique.



**Fig. 2 :** Micrographie optique de la coupe métallographique de la pièce d'alliage 6061 anodisée (G=200x)

### c – Mesures par courants de Foucault

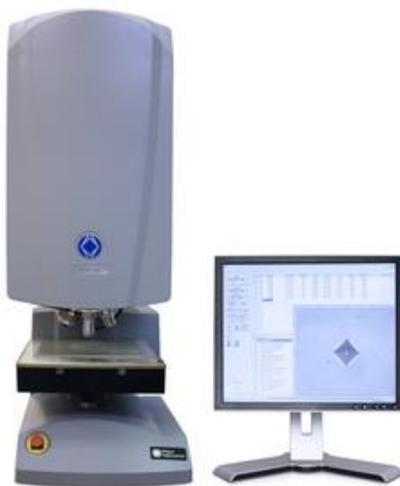
La mesure est basée sur l'interférence entre le champ magnétique dû à un solénoïde et un champ magnétique inverse créé par un objet métallique proche du solénoïde. Le champ magnétique inverse est créé par courant de Foucault naissant dans l'objet métallique. L'affaiblissement du champ magnétique dans le solénoïde modifie l'inductance du solénoïde. La variation d'inductance est inversement proportionnelle à la distance entre le solénoïde et l'objet.

Cette méthode de mesure est simple et facile aussi bien dans l'atelier d'anodis que sur chantier. Elle ne donne pas une mesure directe.

### 3 – Mesure de la dureté Vickers

Les essais de dureté ont été effectués au laboratoire LP3M (IOMP) sur un duromètre de type tukon 2500 wilson (Fig. 3). Le duromètre est constitué des dispositifs suivants :

- dispositif support destiné à supporter et maintenir l'échantillon,
- dispositif de mise en position destiné de l'échantillon,
- mécanisme d'application des forces au pénétrateur,
- dispositif de mesure des diagonales de l'empreinte d'essai.



**Fig. 3 :** Dispositif d'essai de dureté (tukon 2500 wilson)

## VI – Etude de l'usure

Les essais d'usure ont été effectués sur deux types de dispositif. Le premier est un tribomètre Nanovéa et le deuxième est un dispositif monté sur un tour mécanique. Le fonctionnement est basé sur le principe pion sur disque dans les deux cas. Le pion est une

bille en acier 100Cr6 dont la composition chimique et les propriétés mécaniques sont données dans les tableaux II et III respectivement.

**Tab. II :** Propriétés mécaniques de l'acier 100Cr6

Elément	Mn	Si	Cr	Cu	Al	S	P	C
(%)	0.25-0.45	0.150-0.35	1.30-1.60	0,3	0,05	0,015	0,025	0,95-1,05

**Tab. III :** Composition chimique nominale d'acier 100Cr6

Matériaux	E(GPa)	A(%)	R <sub>m</sub> (MPa)	R <sub>0,2</sub> (MPa)	Dureté Hv
100Cr6	210	0.11	850-1250	550-850	825

### 1 – Tribomètre Nanovéa

Le tribomètre est de configuration pion sur disque de la société Nanovéa sous pilotage par microordinateur (Fig. 4). Il est formé par un disque rotatif portant l'échantillon et soumis à un contact d'une bille (pion) positionnée à une certaine distance du centre de rotation. La force normale est assurée par une masse fixée sur le pion. La mesure de la force tangentielle est effectuée par un capteur de charge monté sur le bras sollicité en flexion. Sur ce tribomètre, on peut varier la force normale, la vitesse de rotation, le rayon de la piste et la lubrification et la nature du matériau de la bille.



**Fig. 4 :** Dispositif du tribomètre

## 2 – Dispositif d'usure

Nous avons effectué aussi une partie de notre travail sur un dispositif de même géométrie que le tribomètre monté sur un tour d'usinage afin de bénéficier des performances du tour. Les conditions opératoires ont été tous similaires.

Dans notre travail, les échantillons sont pièces en alliage aluminium (6061) sous forme des plaques rectangulaires de dimensions 20x20x3mm. Le frotteur employé est une bille en acier 100Cr6 de diamètre 6 mm.

L'ensemble des tests d'usure a été effectué dans des conditions non lubrifiées à l'atmosphère ambiante du laboratoire

Pour des antagonistes en plaque d'alliage d'alumine 6061, un type d'essai a été retenu à une charge et une vitesse constante de 1N et 30tours/min sur des pistes circulaires de rayons : 2mm, 4mm, 6mm, 8mm et 10 mm. La liste des paramètres imposés, mesurés et calculés est donnée ci-dessous :

### - Paramètres imposés :

r : rayon de la piste d'usure (mm)	r=2, 4, 6, 8, 10
F : force normale appliquée (N)	F = 1N
n : vitesse de rotation (tours/min)	n= 30 trs/min
t : durée d'essai (min)	t =20min.

### - Paramètres mesurés (en continu) :

$F_t$  : force de frottement (N)  
 $\mu$  : coefficient de frottement

### — Paramètres calculés :

V : volume enlevé de matière,  
 K : taux d'usure ou coefficient d'Archard.

Le coefficient de frottement est donné instantanément par le rapport :

$$\mu = F_t / F_n$$

### 3 – Evaluation de la dégradation

#### a - Volume de métal perdu

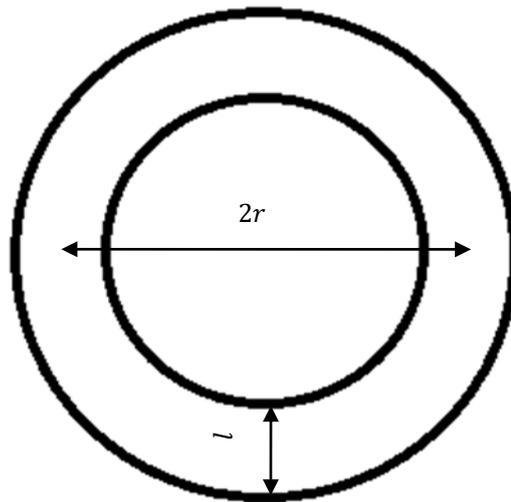
Le volume d'usure du tribosystème en glissement est évalué par la trace d'usure laissée sur la plaque qui est de forme d'une calotte torique (partie d'un tore) et qu'elle est produite par déformation plastique.

On peut adopter la même approche analytique pour le calcul du volume et du taux d'usure. La méthode de calcul volume de métal perdu de que nous avons adoptée est basée sur la mesure de la largeur de la trace d'usure sur la plaque. La figure 5 montre l'exemple d'une trace d'usure produite sur une plaque en alliage d'aluminium 6061 en contact avec une bille très dure en acier 100Cr6.



**Fig. 5 :** Traces d'usure de la plaque en alliage d'aluminium 6061

Dans notre tâche, le volume d'usure (partie d'un tore) est défini comme étant le volume de matière arrachée de la surface de la plaque. Ce volume de perte est calculé en supposant qu'il n'y a pas d'usure de la bille (la bille plus dure que la plaque).



**Fig. 6 :** Profil géométrique d'une trace (piste) d'usure

Le volume de cette section usée est calculé analytiquement par la formule suivante :

$$V = \pi r R^2 (\beta - \sin \beta)$$

Où:

V : Volume d'usure ( $\mu m^3$ );

h : Profondeur de la trace ( $\mu m$ );

R : Rayon de la bille ( $\mu m$ );

$\frac{\beta}{2}$  : Angle entre l'axe de la bille et le bord de la trace (radian);

l : Largeur de la trace ( $\mu m$ );

Les éléments  $h$  et  $\beta$  sont établis graphiquement à partir du rayon  $R$  et la largeur de la trace  $l$  comme le montre les figures 6-7.

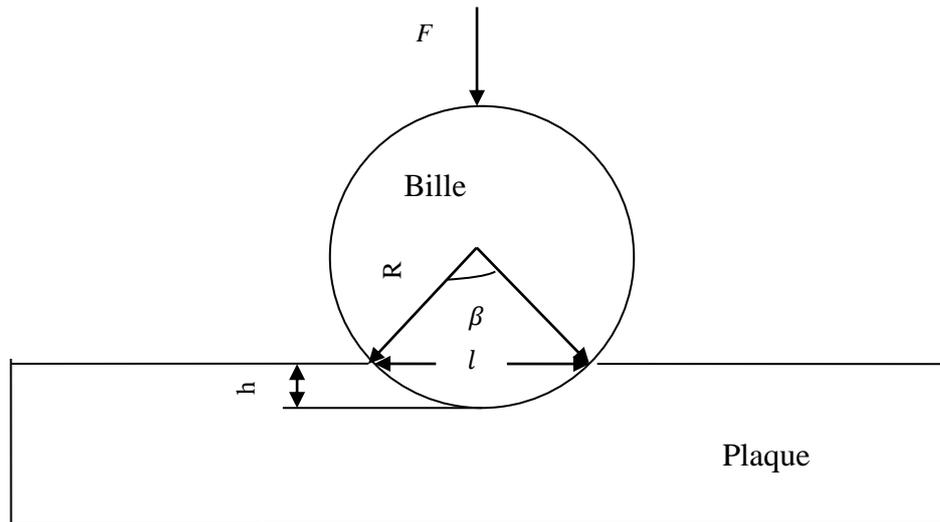


Fig. 7 : Enfoncement d'une bille dure dans une plaque molle

Où : 
$$h = R(1 - \cos \frac{\beta}{2})$$

Et 
$$\beta = 2 \arcsin(l/2R)$$

#### b – Calcul du taux d'usure

Pour calculer le taux d'usure, plusieurs cas peuvent être faites : la bille est plus molle, la bille est plus dure que la plaque, et enfin le cas intermédiaire où les duretés sont proches.

Le taux d'usure dans les systèmes de contact étudiés se rapporte à l'usure combinée des deux corps antagonistes. Il est établi à partir de la mesure de la trace d'usure produite sur la plaque. Cette grandeur est exprimée par le volume de la matière usée rapporté à la distance de glissement totale parcourue et à la charge appliquée au contact [73-74] :

$$K = \frac{V}{L \cdot F}$$

K : Taux d'usure ( $\frac{\mu m^3}{N m}$ ),

V : Volume de matière perdue (en  $\mu m^3$ ),

F : Charge appliquée (en N),

L : Distance totale de glissement (en m).

## Chapitre V

### RESULTATS ET DISCUSSIONS

#### Introduction

La caractérisation par mesure de dureté d'un matériau, massif ou revêtu, a longtemps fait son efficacité. Compte tenu de sa mise en œuvre, l'essai nous renseigne, en plus de la dureté, sur d'autres caractéristiques qui nécessitent des équipements spéciaux. Concernant les matériaux stratifiés ayant des différences importantes de dureté entre différentes couches, les essais classiques de dureté ont prouvés leur insuffisance. Même à l'échelle d'une couche, la séparation de l'apport en dureté du substrat et du film a fait recours à différents modèles de calcul. Les modèles de dureté proposés pour les matériaux revêtus sont exprimés par des lois linéaires additives :

- lois de mélange d'aires (modèle de Buckele, de Jonsson et Hogmark, Thomas et Vingsbo, etc... ) [107-110],
- lois de mélange en volume (tels que : modèle de Burnett et Rickerby, Chicot et Losage etc...) [116-117],
- Les modèles pour matériaux massifs sont donnés par modèle de Meyer, de Kick, de Bernhardt de Ashby [3-6].

Par analogie, la perte de masse par usure est le concours de la perte de masse du film qui se dégrade sous diverses conditions et la perte de masse du substrat qui se découvre lors de la suppression de la couche déposée.

Dans ce chapitre, nous allons traiter les deux parties de notre travail :

- a – les résultats de mesure de la dureté du substrat (alliage d'aluminium traité 6061 T6) et le même alliage revêtu d'une couche d'alumine par anodisation,
- b – étude de l'usure du substrat et du composite (alliage revêtu par anodisation) sous différentes forces normales.

Nous essayons, dans chaque cas, de présenter l'apport de chacun du substrat et du revêtement à la dureté et l'usure du composite. Cette dernière nécessite une attention particulière quant au type d'usure prédominant. On doit s'attendre à assister à la présence simultanée de plus d'un mécanisme qui contrôlera l'usure.

#### I – Dureté Vickers

Les modèles présentés ci-dessus montrent que la connaissance de la dureté du substrat et du film permet de retrouver avec une bonne approximation la dureté composite

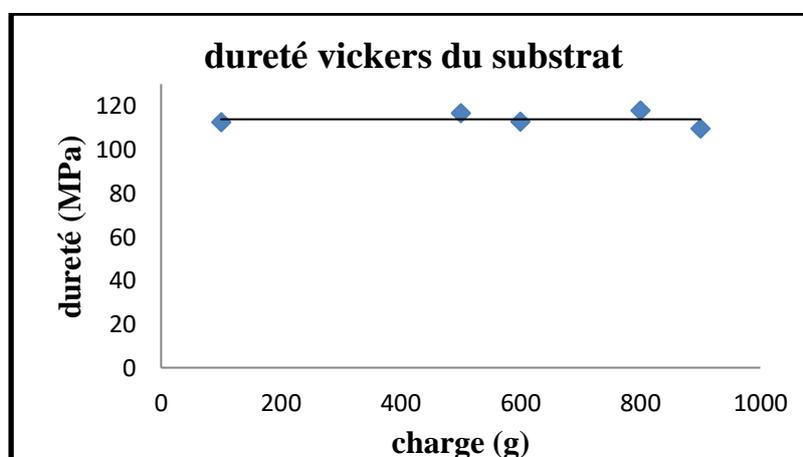
d'échantillon. Dans notre cas, nous avons mesuré les duretés du film et du substrat, puis nous avons utilisé le model du Jonsson et Hogmark [109] pour déterminer la dureté composite.

### 1 – Dureté Vickers de l'alliage 6061 (substrat)

La dureté du substrat a été obtenue par des mesures effectuées sur le substrat en dessous de la couche d'anodisation sur la section perpendiculaire à cette couche. Nous avons choisi une profondeur importante afin d'éviter l'effet éventuel de l'interface couche-substrat et/ou des bords de l'échantillon. Le tableau I et la figure 1 donnent la variation de la dureté du substrat en fonction de la charge appliquée. Nous remarquons que la dureté est quasiment constante. Ce qui prouve la caractéristique du substrat. Cette dureté sera prise comme référence pour tout calcul utilisé. Nous enregistrons donc une dureté moyenne de 114kgf/mm<sup>2</sup>. Cette constance de dureté traduit en fait l'homogénéité microstructurale du substrat. Cette valeur est en bonne cohérence avec la dureté des alliages d'aluminium 6061 donnée dans la bibliographie [1-3, 7-9].

**Tab. I :** Dureté du substrat

P (g)	100	500	600	800	900
d (µm)	40,61	89,20	99,32	112,17	123,37
1/d (mm) <sup>-1</sup>	24,62	11,21	10,069	8,91	8,10
H <sub>s</sub> (MPa)	112,43	116,54	112,8	117,9	109,66



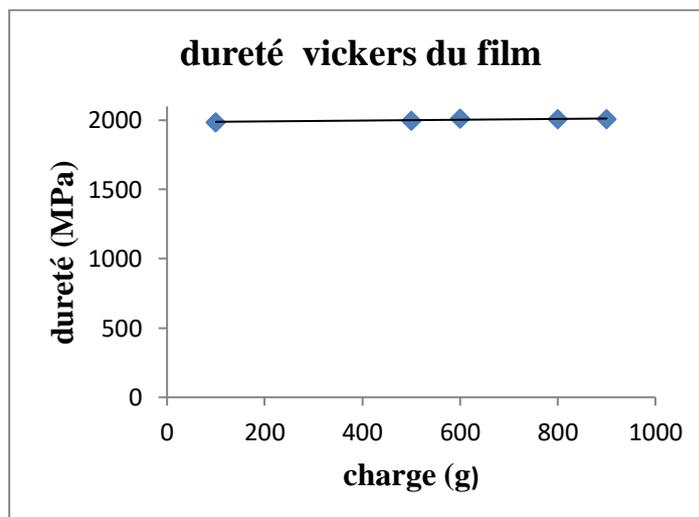
**Figure 1 :** Dureté du substrat en fonction de la charge appliquée

## 2 – Dureté Vickers du film d'alumine

Le tableau II rassemble les mesures de dureté du film d'anodisation pour différentes valeurs de charges utilisées. La figure 2 présente la variation de la dureté du film en fonction de la charge. Nous rappelons que les mesures ont été effectuées sur la section de la couche parallèlement au substrat. Nous prouvons que la couche d'anodisation déposée sur le substrat présente une dureté constante quelque soit la charge utilisée. Ceci traduit l'homogénéité de la couche. Ainsi, nous enregistrons une valeur moyenne de dureté vickers de 2GPa. Cette valeur nous paraît très inférieure comparativement à celle donnée dans la bibliographie. La dureté de l'alumine dense et étanche est de l'ordre de 14GPa. Cette différence est due bien sûr à la porosité, la taille des grains ... La couche d'alumine obtenue par anodisation est loin d'être comparée à l'alumine céramique [121-124].

**Tab. II :** Dureté du film

P (g)	100	500	600	800	900
d (μm)	9,66	21,55	23,51	27,17	28,82
1/d (mm) <sup>-1</sup>	103,53	45,93	42,53	36,80	34,69
$H_f$ (MPa)	2025.38	2034.87	2051.67	2048,20	2047.93



**Fig. 2 :** Dureté du film en fonction de la charge appliquée

### 3 – Dureté du composite

Après avoir mesuré la dureté du substrat et du film, on a calculé la dureté composite en utilisant le modèle de Jonsson et Hogmark [109]. Ce modèle a été choisi compte tenu sa simplicité et donne de bonnes approximations pour les composites monocouches. Nous avons utilisé les valeurs des diagonales des empreintes de dureté vickers du composite qui sont mesurées expérimentalement pour déterminer la valeur de la constante de couplage  $a$  et les autres données. Les mesures ont été effectuées sur un composite dont la couche d'anodisation est d'une épaisseur de  $22\mu\text{m}$ .

Pour un revêtement monocouche, ce modèle est exprimé sous la forme :

$$\frac{(H_C - H_S)}{(H_f - H_S)} = a;$$

Donc la dureté composite prend la forme suivante :

$$H_C = a(H_f - H_S) + H_S$$

$H_C$  : Dureté du composite

$H_f$  : Dureté du film

$H_S$  : Dureté du substrat

$a$  : Constante de couplage

Dans ce modèle, la valeur de la constante ( $a$ ) s'exprime par la formule suivante :

$$a = \frac{2Ce}{d} - \left(\frac{C e}{d}\right)^2$$

avec ;  $C = 1$ , dans le cas ou le film épouse la forme de l'empreinte,

$C = 0.5$ , dans le cas du film fragile,

$$h = \frac{d}{7}.$$

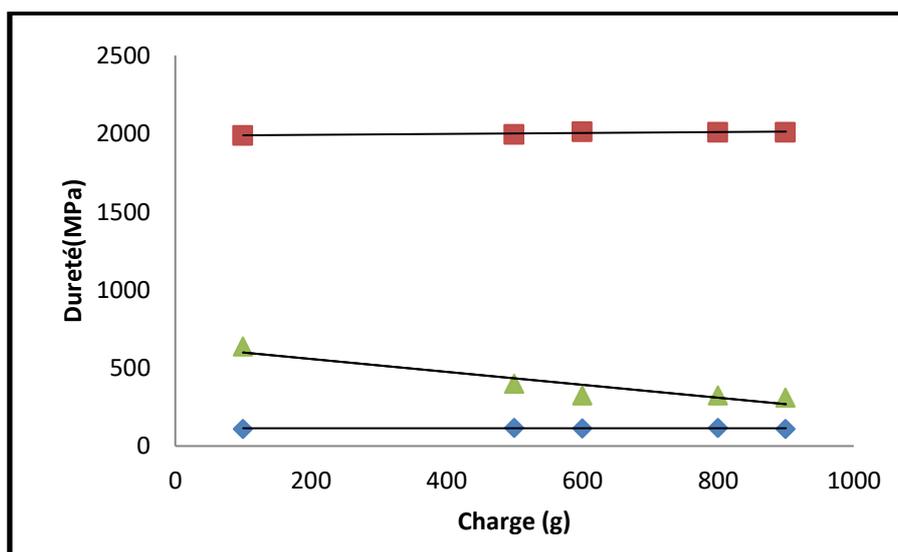
La valeur de  $a$  est une caractéristique du modèle qui dépend de l'épaisseur du revêtement  $e$  et de la profondeur de pénétration  $h$ , qui correspond pour un diamant Vickers au septième de la diagonale de l'empreinte  $d$  et d'autres paramètres qui peuvent être ajustables. Le tableau III rassemble toutes les données nécessaires à l'application du modèle de Jonsson et Hogmark [109] pour une couche d'oxyde de  $22\mu\text{m}$  d'épaisseur.

Tab. III : Résultats de la dureté du composite

P (g)	100	500	600	800	900
d ( $\mu\text{m}$ )	66,1	126,5	172,4	178,24	182,3
1/d ( $\text{mm}$ ) <sup>-1</sup>	15,13	7,9	5,8	5,61	5,48
$a$	0,28	0,1518	0,112	0,109	0,1067
$H_s$ (MPa)	112,43	116,54	112,8	117,9	109,66
$H_f$ (MPa)	1987,45	1996,48	2012,8	2009,82	2008,66
$H_c$ (MPa)	637,43	401,91	325,6	324,12	312,28

La figure 3 donne la variation de la dureté du composite en fonction de la charge utilisée. Nous avons ajouté la variation de la dureté du substrat et du film pour faciliter la comparaison et bien situer la dureté du composite par rapport aux duretés de référence. Nous remarquons que la dureté du composite diminue linéairement en fonction de la charge appliquée. Plus la charge appliquée augmente la dureté du composite tend vers la dureté du substrat. Cela veut dire que lorsque la charge est importante, l'indenteur ne sent pas la couche d'oxyde et ainsi c'est la composante de la dureté du substrat qui prédomine sur celle de la couche. Par contre, si la charge appliquée est faible, l'influence de la couche sera significative. Donc, pour des faibles épaisseurs de la couche, il est préférable d'utiliser des charges micrométriques. Par contre, si nous voulons mesurer la dureté des couches, il est important qu'elles soient suffisamment épaisses afin de pallier toute influence éventuelle du substrat.

D'autre part, la courbe de dureté du composite est très proche de celle du substrat. Ceci justifie la finesse de la couche d'oxyde déposé. Nous concluons que le rapprochement de la courbe de dureté du composite vers l'une des courbes du substrat ou du film indique sa prédominance de cette composante. En d'autre terme, si la couche d'oxyde est suffisamment épaisse, la courbe de dureté du composite est d'autant plus proche de celle du film que du substrat.



**Fig. 3 :** Variation de la dureté du composite comparativement à celle du film et du substrat

## II – Tenue à l’usure du matériau

### 1 – Caractérisation tribologique du substrat

#### 1 – 1 – Coefficient de frottement $\mu$

Les essais visant la mesure du coefficient de frottement ont été réalisés sous une force normale de 1N et avec des vitesses de glissement différentes. Le pion choisi est une bille en acier 100Cr6 de 6mm de diamètre. Les courbes d’évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement sont données par la figure 4. D’une manière générale, les courbes montrent un stade d’évolution transitoire puis fluctuent autour d’une valeur moyenne qui est le coefficient de frottement stationnaire. Le premier stade correspond à un temps d’instabilité entre les deux pièces antagonistes nécessaire pour leur accommodation. Ce stade est caractérisé par un coefficient très instable et important généralement. Le deuxième stade correspond à un contact stable dû à une accommodation entre les deux pièces. Ce stade possède un coefficient de frottement stable et fréquemment faible.

Nous avons rassemblé toutes les évolutions sur un seul graphe à titre comparatif (Fig. 5). Nous remarquons que les évolutions se superposent quelque soient le rayon de la piste ou la vitesse de glissement. Ce qui montre que les coefficients de frottement sont très proches. Le tableau IV donne les coefficients de frottement moyens pour les trois vitesses d’essais. Ainsi, on détermine un coefficient de frottement moyen de l’ordre de 0.48. Ce coefficient est accompagné d’un mécanisme d’abrasion et de déformation plastique.

Tab. IV : Variation du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement

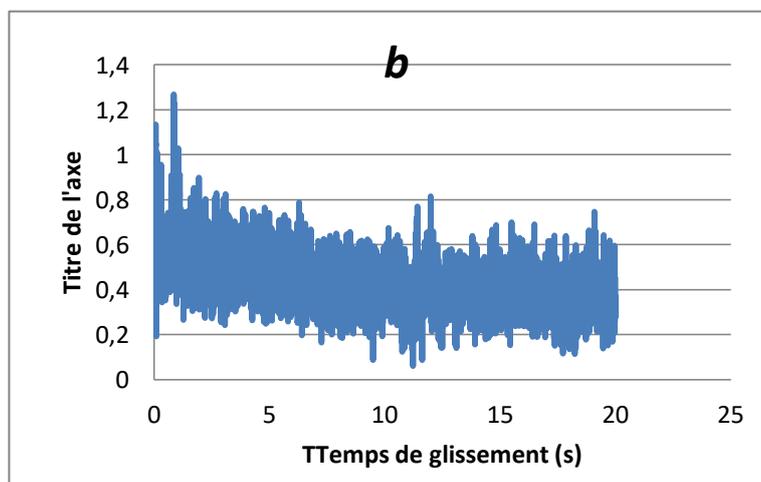
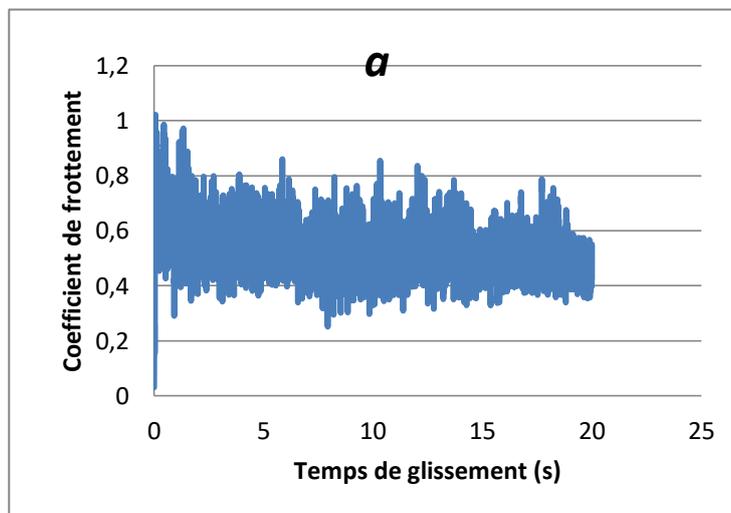
Vitesse de glissement (mm/s)	$2\pi$	$4\pi$	$6\pi$
$\mu$	0.53	0.44	0.51

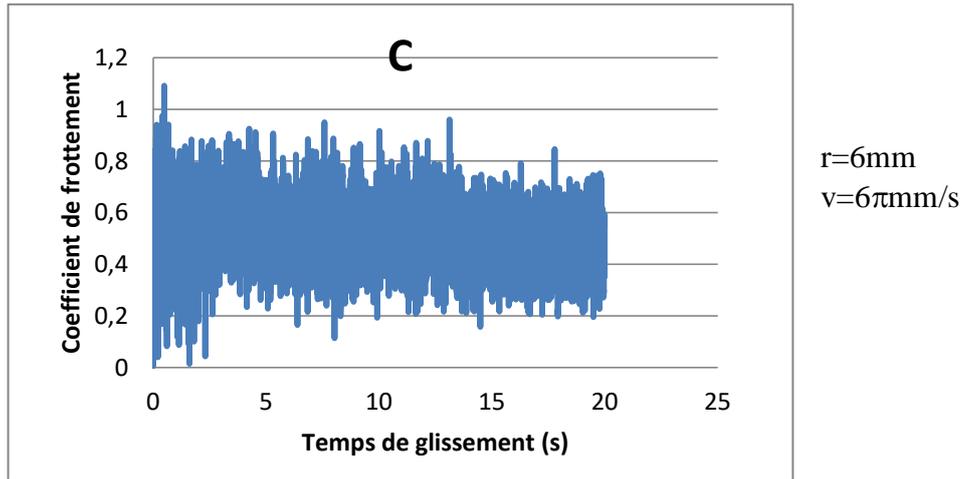
### 1 – 2 – Tenue à l'usure de l'alliage 6061

Le tableau V regroupe tous les résultats relatifs aux essais d'usure du substrat. Pour des raisons techniques, le volume d'usure n'était mesuré par pesé des échantillons mais par calcul à partir de la largeur de la piste. Cette valeur est une moyenne sur 30 mesures prises à différents endroits de la piste. Le volume d'usure est calculé par l'équation :

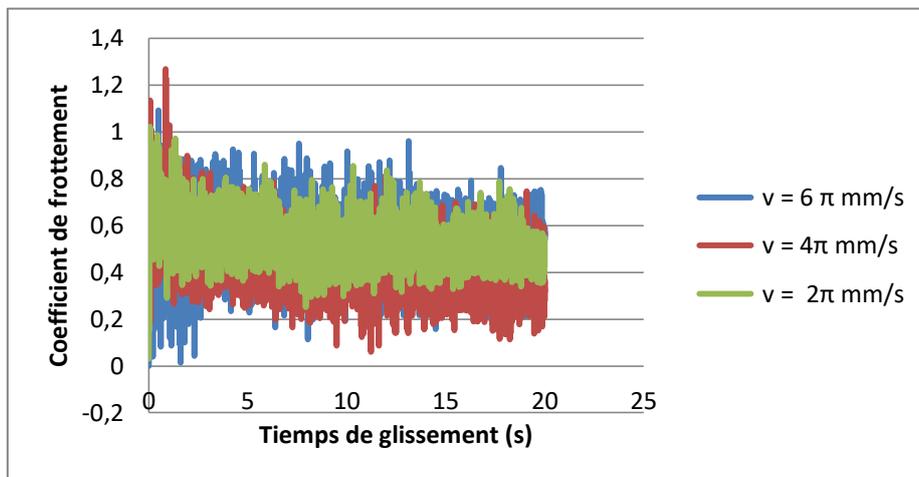
$$V = \pi R^2 (\beta \sin \beta)$$

Comme il a été détaillé au chapitre IV.





**Fig. 4 :** Evolution du coefficient de frottement du couple 100Cr6/6061 en fonction de temps pour différents rayons de piste et vitesse de glissement



**Fig. 5 :** Evolution de coefficient de frottement du couple 100Cr6/6061 en fonction de temps

Tab. V : Résultats d’usure du substrat sous une force normale de 1N

<b>Rayon de la piste (mm)</b>	2	4	6	8	10
<b>Vitesse de glissement (mm/s)</b>	$2\pi$	$4\pi$	$6\pi$	$8\pi$	$10\pi$
<b>Largeur de la piste (mm)</b>	0.56	0.64	0.68	0.92	1.03
<b>Volume usé (mm<sup>3</sup>).10<sup>-3</sup></b>	62.20	180.95	322.3	1108.3	1922.6
<b>Distance parcourue (m)</b>	7.54	15,1	22,62	30,16	37,7
<b>K (mm<sup>3</sup>/N.mm).10<sup>-3</sup></b>	8,25	12	14,25	36,75	51

La figure 6 montre la variation de la largeur de piste en fonction de la vitesse de glissement. La courbe montre une variation linéaire obéissant aux lois générales de l'usure. Nous pouvons dire que l'usure est contrôlée par un seul mécanisme et peut être régie par la loi d'Archard [73]. Cependant, la figure 7, montrant la variation du volume d'usure en fonction de la vitesse de glissement, présente deux stades de variations linéaires contrairement à celle de la variation de la largeur. Cela peut être expliqué par le fait que l'usure est contrôlée par un seul mécanisme qui agit sévèrement aux grandes vitesses de glissement ( $v > 6\pi$  mm/s) qu'aux petites vitesses ( $v < 6\pi$  mm/s). Nous remarquons que la pente de variation du deuxième stade ( $126 \cdot 10^{-3} \text{mm}^3/\text{mm/s}$ ) est six fois plus grande que celle du premier stade ( $20 \cdot 10^{-3} \text{mm}^3/\text{mm/s}$ ).

La variation linéaire de la largeur de piste et le volume d'usure laisse penser que l'usure du substrat par une bille d'acier dur est douce. Cette constatation est cohérente avec la constante d'usure  $K(\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{mm})$  qui est de l'ordre de  $25 \cdot 10^{-3} (\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{mm})$ .

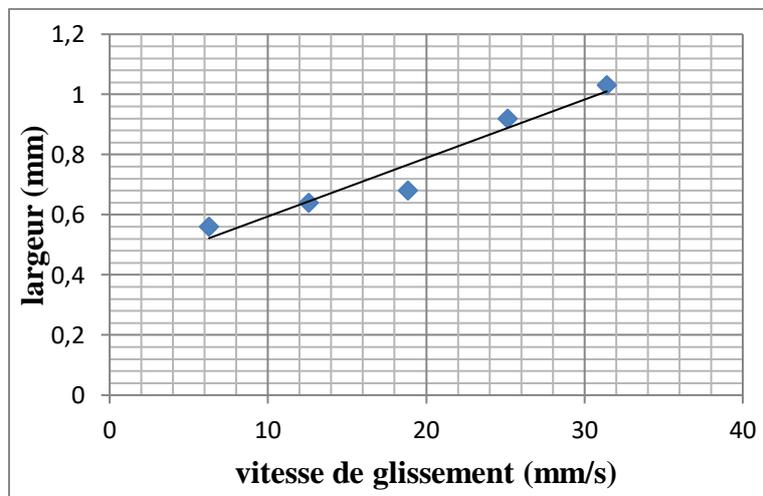


Fig. 6 : Variation de la largeur de piste en fonction de la vitesse de glissement

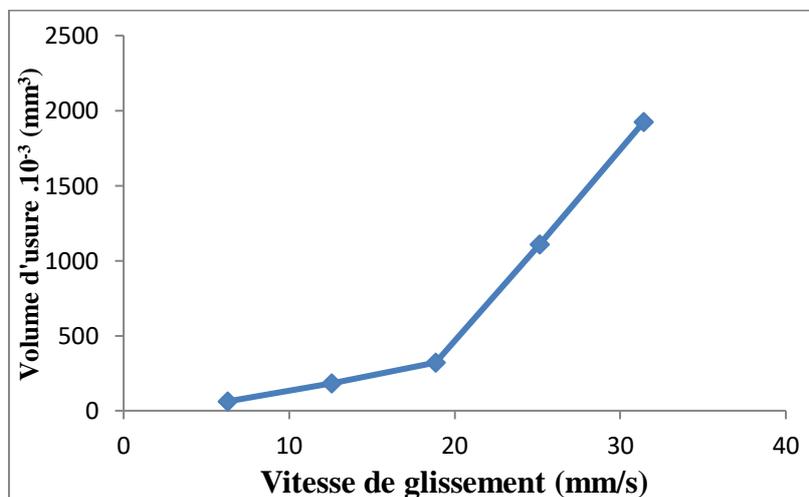


Fig. 7 : Variation du volume d'usure en fonction de la vitesse de glissement

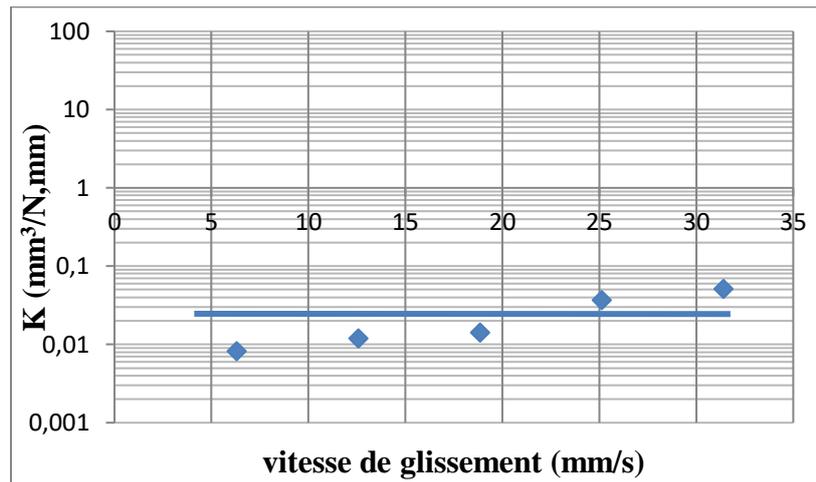


Fig. 8 : Variation de la constante d'usure en fonction de la vitesse de glissement

## 2 – Caractérisation tribologique du composite

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés par la tenue à l'usure du fait de l'instabilité du contact entre la bille et la surface du revêtement. La surface garde une certaine porosité malgré le traitement post traitement. D'autre part, la rugosité influe significativement sur la détermination de la force de frottement conjointement avec l'épaisseur de la couche qui reste tout de même faible. Les essais tribologiques effectués sur des revêtements pareils utilisent des forces normales très faibles, inférieures à 300mN.

Dans ce qui suit, nous nous centrons sur la détermination du mécanisme qui contrôle l'usure pour les épaisseurs des revêtements 10, 15 et 22 $\mu$ m sous un seul rayon de la piste  $r=6$ mm et une seule vitesse de glissement 12 $\pi$ mm/s. Nous avons choisi, dans ce cas, d'utiliser une bille en acier 100Cr6 de 12mm de diamètre (diamètre double de la bille utilisée ci-dessus) afin d'élargir la zone de contact et produire une usure touchant particulièrement la couche de revêtement. La pression de contact entre la bille et surface étant faible pourra éventuellement user le revêtement sans accéder au substrat.

La valeur de la pression maximale de contact entre une plaque et une bille sphérique ( $P_{max}$ ) est déterminée par la théorie de Hertz dans un espace élastique linéaire par :

$$P_{max} = \frac{3F}{2\pi r_C^2}$$

où F est la force appliquée,  $r_C$  le rayon de contact entre la bille et le plan. Ce rayon est donné par l'expression suivante :

$$r_c = \left( \frac{3Fr_b}{4E^*} \right)^{\frac{1}{3}}$$

Où,  $r_b$  est le rayon de la bille de forme sphérique

$E^*$  est le module élastique équivalent des deux matériaux en contact et s'exprime par :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2}$$

$E_1$  et  $\nu_1$  : Module élastique et coefficient de Poisson de la bille (matériau 1 ; acier 100Cr6)

$E_2$  et  $\nu_2$  : Module élastique et coefficient de Poisson de la bille (matériau 2 ; substrat revêtu)

Après tout calcul fait, nous réduisons la pression de contact dans ces essais par un facteur de  $2^{3/2}$ .

## 2 – 1 – Usure du composite

Le tableau VI donne la perte de masse en fonction de la force normale. Nous avons ajouté la perte de masse du substrat nu (non revêtu) à titre comparatif. Nous avons tracé la variation de la perte de masse du composite en fonction de la force normale sur la figure 9 en représentation colonne (Fig. 9-a) pour une étude quantitative et en représentation courbe (Fig. 9-b) pour une étude analytique.

De point de vue quantitatif, nous tirons deux remarques essentielles :

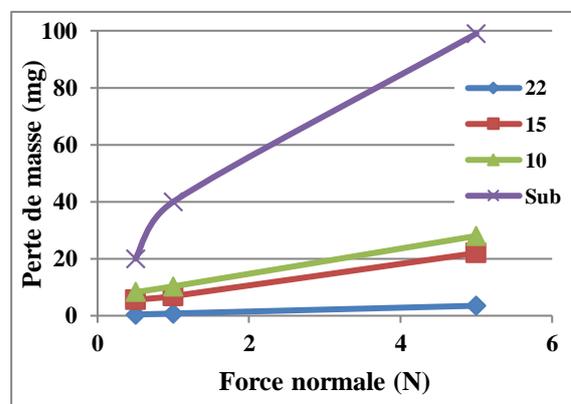
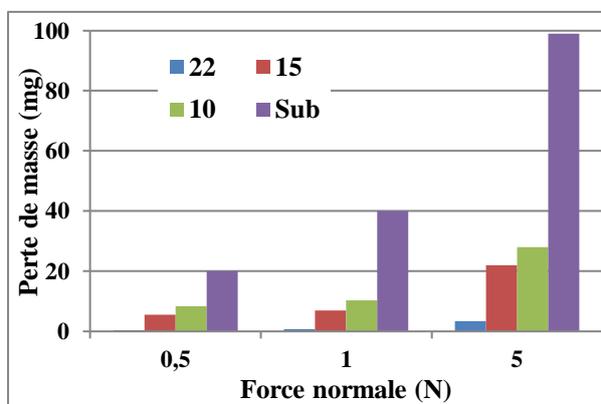
- que les échantillons anodisés marquent une usure inférieure que celle du substrat nu,
- plus la couche d'anodisation est importante l'usure est moindre.

Ceci est tout à fait évident. La couche d'anodisation améliore la tenue à l'usure de l'alliage 6061 caractérisé par sa résistance médiocre à l'usure. D'autre part, l'utilisation d'une bille de diamètre 12mm conduit à une usure superficielle ou l'enlèvement de débris de la couche seule. C'est ce qui explique qu'une couche d'épaisseur 22 $\mu$ m prouve un très faible enlèvement de matière. Pour des épaisseurs inférieures, nous ne pouvons enregistrer une différence nette de perte de masse, comparaison faite entre 10 $\mu$ m et 15 $\mu$ m d'épaisseur. Dans ces deux derniers cas, nous ne pouvons éliminer l'éventuel enlèvement de matière du substrat. Le pion (bille) pourra éventuellement atteindre le substrat. Nous remarquons que le rapport d'enlèvement entre la couche d'épaisseur 22 $\mu$ m et la couche d'épaisseur 10 $\mu$ m n'est pas conservé entre les forces 0.5 et 1N et la force 5N. Nous pouvons conclure aussi que la couche d'épaisseur 22 $\mu$ m est plus consolidée que les couches d'épaisseurs 15 et 10 $\mu$ m.

La figure 9-b montre la variation de la perte de masse en fonction de la force normale. Cette variation a une allure linéaire pour les trois épaisseurs d’anodisation. Ces variations confirment les constatations avancées ci-dessus. La variation linéaire de la perte de masse prouve que l’usure des échantillons obéit aux lois générales d’usure et le volume d’usure peut être régi par la loi d’Archard [73]. Nous remarquons que la pente des courbes augmente quand l’épaisseur des couches diminue. Ce qui montre que l’usure s’accélère et que l’enlèvement des débris devient plus facile. Ceci prouve que lorsque la couche est épaisse, elle se consolide et résiste mieux au détachement des débris. En effet, la couche d’alumine devient dense, la porosité diminue et les cellules d’alumine résistent à l’effondrement devant la force normale. D’autre part, l’allure linéaire de la variation de la perte de masse laisse penser que l’usure est contrôlée par un seul mécanisme malgré la possibilité de détachement simultané des débris de la couche d’alumine et les débris du substrat quand la couche d’anodisation est faible.

Tab. IV : Variation de la perte de masse (mg) pour différentes forces normales au cours de tests d’usure du substrat anodisé et une bille 100Cr6 de 12mm de diamètre

Epaisseur moyenne de la couche (µm)	0.5N	1N	5N
22	0.4	0.8	3.5
15	5.6	8.9	27
10	8.3	10.3	28
Substrat nu	20	60	149



a – Représentation histogramme

b – Représentation courbe

Fig. 9 : Variation de la perte de masse en fonction de la force normale pour différentes épaisseurs de la couche d’anodisation – Sub : Substrat ( $v=12\pi\text{mm/s}$ ,  $r=6\text{mm}$ , bille en acier 100Cr6  $\Phi 12$ )

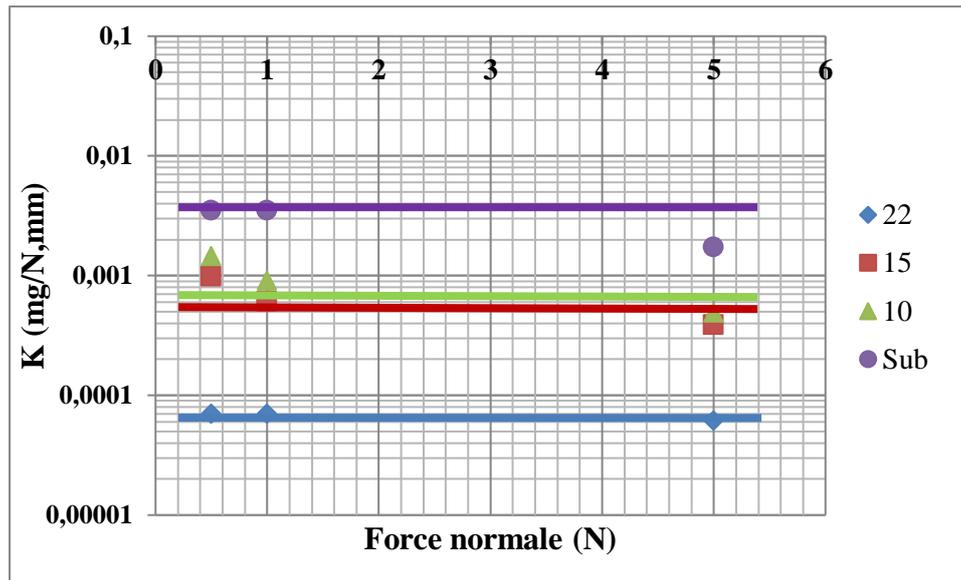


Fig. 10 : Constante d'usure  $K$ (mg/N.mm) en fonction de la force normale pour différentes épaisseurs de la couche d'anodisation ( $\mu\text{m}$ )

Par comparaison avec l'usure du substrat, nous disons que la tenue à l'usure de l'alliage 6061 est fortement améliorée par anodisation.

Obéissant à la loi d'Archard, nous avons calculé la constante d'usure  $K$ (mg/N.mm) des quatre types d'échantillons ; trois composites d'épaisseurs 10, 15 et 22  $\mu\text{m}$  et le substrat nu. Cette fois, la constante est donnée par mg/N.mm étant donnée que la densité du composite est mal définie. La figure 10 donne cette constante en fonction de la force normale. Nous déterminons ainsi  $K$  comme suit :

- composite à revêtement d'épaisseur 22mm :  $8.10^{-5}$  mg/N.mm,
- composite à revêtement d'épaisseur 15mm :  $6.10^{-4}$  mg/N.mm,
- composite à revêtement d'épaisseur 10mm :  $7.10^{-4}$  mg/N.mm,
- substrat d'aluminium 6061 sans revêtement :  $4.10^{-3}$  mg/N.mm.

Donc, d'après ces valeurs de  $K$ , nous associons la plus faible valeur de  $K$  ( $8.10^{-5}$  mg/N.mm) à l'usure de la couche d'alumine et la plus grande valeur de  $K$  ( $4.10^{-3}$  mg/N.mm) à l'usure du substrat. Les valeurs intermédiaires de  $K$  se trouvent alors associées à l'usure simultanée de la couche d'alumine et le substrat 6061. Cette différence de valeur de la constante d'usure  $K$  peut être attribuée au changement du mécanisme d'usure. Mais d'une manière générale, la cohérence des valeurs de  $K$  en fonction de la force normale nous laisse penser que le détachement de débris est qualifié d'usure douce.

## 2 – 2 – Observation métallographique

Les observations métallographiques ont été effectuées dans le but d'identifier le type de mécanisme qui contrôle les détachements de débris et de qualifier le type d'usure. Elles servent aussi à la caractérisation directe de l'endommagement des surfaces. D'autre part, ces observations seront corrélées avec les différents calculs donnés ci-dessus.

Les figures 11-16 montrent les différentes formes d'endommagement par usure. Un aperçu général des différentes figures conduit aux constatations suivantes :

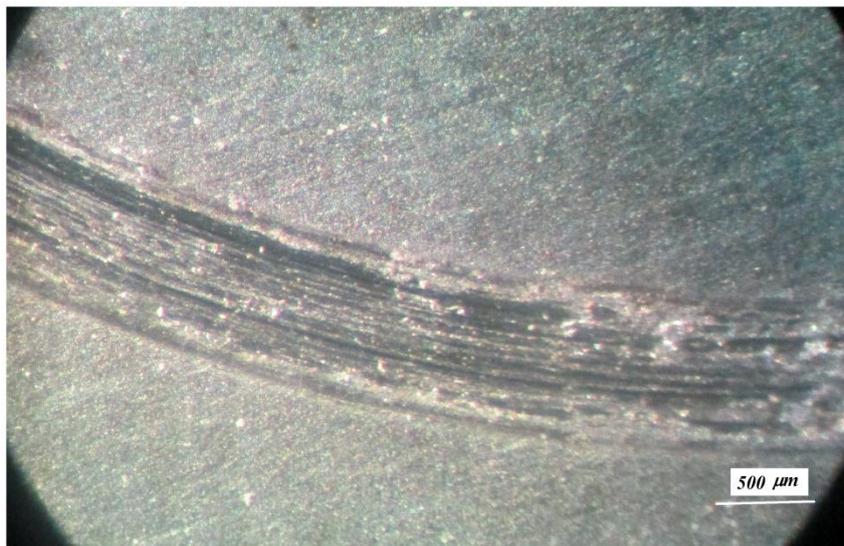
- pour une couche d'anodisation d'épaisseur importante ( $22\mu\text{m}$ ) et une faible force normale ( $0.5\text{N}$ ), seule la couche d'alumine est touchée. Tous les débris détachés sont des oxydes d'aluminium. Avec cette force normale, un fin film d'alumine persiste encore au fond de la piste d'usure (Fig. 11).
- pour une couche d'anodisation d'épaisseur importante ( $22\mu\text{m}$ ) et une grande force normale ( $5\text{N}$ ), la couche d'alumine est grièvement endommagée avec des rayures d'abrasion qui apparaissent sur le substrat, signe d'un détachement simultané de débris de la couche d'alumine et du substrat (Fig. 12).
- pour une couche d'anodisation d'épaisseur faible ( $10\mu\text{m}$ ) et une grande force normale ( $F=5\text{N}$ ), la couche d'alumine est complètement rasée et ne reste que le substrat avec des rayures d'abrasion (Fig. 13). C'est l'usure du substrat qui prédomine étant donné que la couche ne prouve aucune résistance devant la pression de contact induite par la force normale.
- pour une couche d'anodisation d'épaisseur faible ( $10\mu\text{m}$ ) et une faible force normale ( $F=0.5\text{N}$ ), nous remarquons la présence simultanée des plages de la couche d'alumine et des plages du substrat nu, signe d'une usure simultanée des deux matériaux (Fig. 14).
- pour une couche d'anodisation d'épaisseur moyenne ( $15\mu\text{m}$ ), nous remarquons dans la plupart des cas un concours entre l'usure de la couche et/ou du substrat et c'est la force normale qui conditionne l'usure du composite. La figure 15, correspondant à l'échantillon de couche  $15\mu\text{m}$  et une faible force normale ( $0.5\text{N}$ ), montre une usure non homogène de la couche et un accès au substrat.

En conclusion, les micrographies optiques montrent que le mécanisme général qui contrôle l'usure est l'abrasion. Si cette abrasion est confirmée par l'apparition des rayures continues et homogènes sur le substrat, il n'est pas aussi évident avec l'usure de la couche d'anodisation. Cependant, les faciès d'endommagement conduisent à qualifier l'usure de douce. Cette observation confirme bien la constance des constantes d'usure  $K$  en fonction de

la force normale (Fig. 10). Nous devons ajouter aussi, qu'un éventuel type d'usure autre que l'usure abrasive n'est pas exclu.



Fig. 11 : Micrographie optique de l'usure de l'aluminium 6061 anodisé avec une épaisseur  $e=22\mu\text{m}$  et  $F=0.5\text{N}$



Micrographie optique de l'usure de l'aluminium 6061 anodisé avec une épaisseur  $e=22\mu\text{m}$  et  $F=5\text{N}$

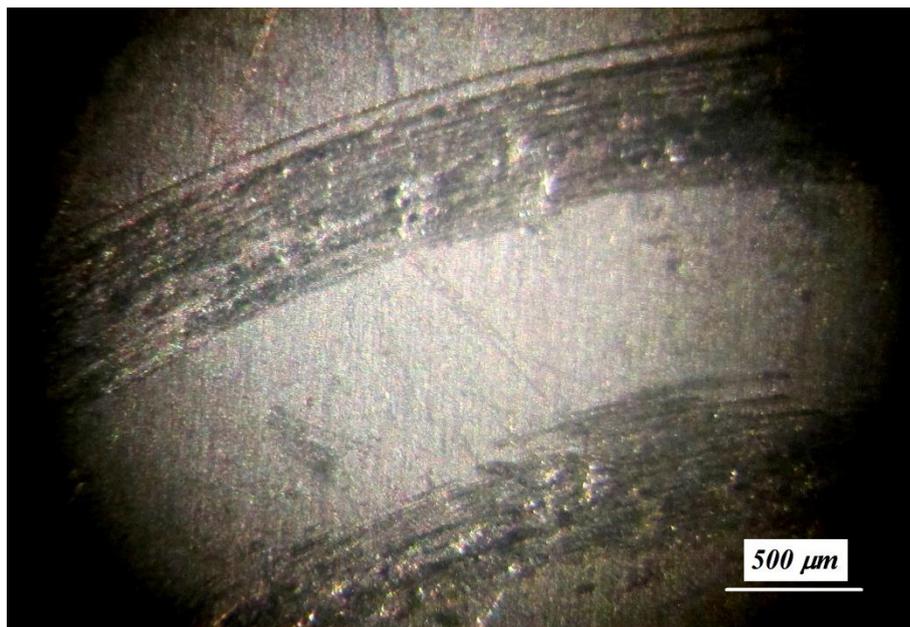


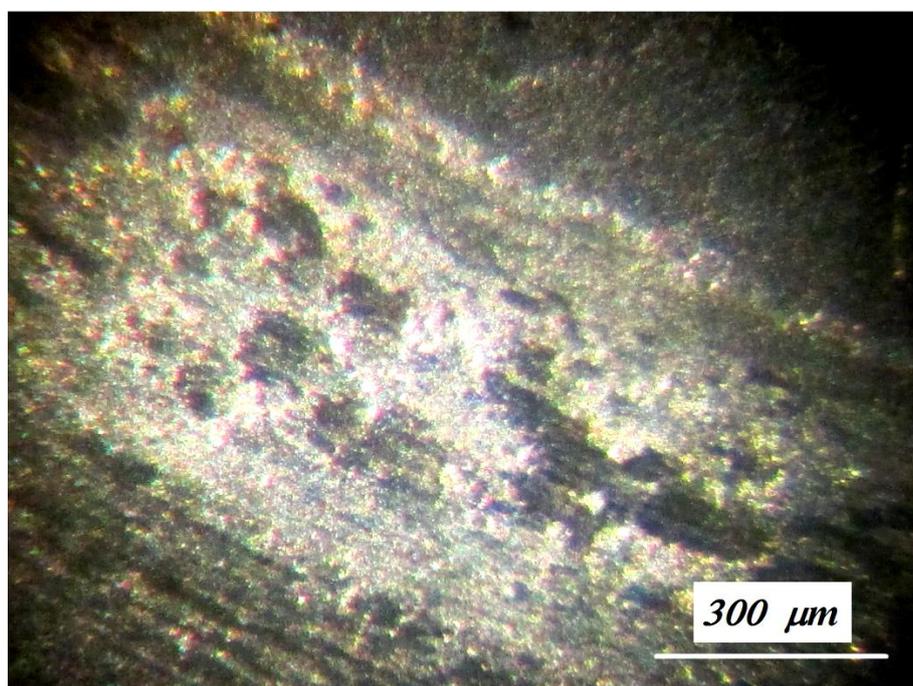
Fig. 13 : Micrographie optique de l'usure de l'aluminium 6061 anodisé avec une épaisseur  $e=10\mu\text{m}$  et  $F=5\text{N}$



Fig. 14 : Micrographie optique de l'usure de l'aluminium 6061 anodisé avec une épaisseur  $e=10\mu\text{m}$  et  $F=0.5\text{N}$



a -  $e=15\mu\text{m}$ ,  $F=0.5\text{N}$



b -  $e=15\mu\text{m}$ ,  $F=0.5\text{N}$

Fig. 15 : Micrographie optique de l'usure de l'aluminium 6061 anodisé

## CONCLUSION GENERALE

L'objectif du présent travail est de caractériser par la mesure de dureté et la tenue à l'usure l'alliage d'aluminium 6061 revêtu d'une couche d'alumine par anodisation. La méthodologie de travail s'est basée sur l'adoption d'un modèle de mesure de la dureté vickers des couches minces et le concours de chacun du substrat et de la couche sur la dureté du composite. Cette mesure a été accompagnée par la proposition de deux modèles de calcul moyennant des formes particulières des indenteurs.

Le deuxième volet du travail traite la tenue à l'usure du composite comparativement avec le substrat nu. Ce travail a été soutenu par des observations métallographiques afin d'identifier les mécanismes contrôlant l'usure dans les différentes conditions d'essais balayés.

Cette étude nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- La microdureté vickers du composite demeure très vulnérable à l'influence de l'épaisseur de la couche déposée. Cela est dû à la plasticité significative du substrat, d'une part et la forme angulaire de la pointe de l'indenteur qui malgré son angle obtus, elle engendre toujours une concentration de contrainte au centre de l'empreinte.

- La présente étude a été couronnée par la proposition de deux formes particulières de l'indenteur. Des formes qui pallient l'effet de la pointe de l'indenteur et réduit l'influence de la plasticité du substrat et élargissant l'empreinte superficiellement. Il s'agit d'un indenteur de forme ellipsoïde allongée ou aplatie. Le choix de la forme dépendra, en effet, de la nature de la couche et du substrat. L'astuce réside dans le rapport étendu de l'empreinte sur sa profondeur sans accéder à une éventuelle déformation du substrat.

- Pour la mesure de la dureté, le modèle de Jonsson et Hogmark paraît le plus adéquat pour ce type de revêtement. Il donne des mesures dépendant de l'épaisseur de la couche de revêtement et cadre efficacement la dureté vickers. Par ailleurs, ce modèle fixe convenablement la force appliquée à l'essai.

- La tenue à l'usure a été fortement améliorée par la couche d'anodisation. Dans les conditions d'essais choisies, la perte de masse a été régie par la loi d'archard. Par calcul du coefficient d'archard  $K(\text{mg/N.m})$ , nous pouvons attribuer la perte de masse à chacun des composants du composite :

$K=8.10^{-5} \text{ mg/N.mm}$  à l'usure de la couche d'alumine,

$K=4.10^{-3} \text{ mg/N.mm}$  à l'usure du substrat,

$K$  intermédiaire à l'usure combinée du substrat et de la couche.

- Les mesures du coefficient de frottement n'ont pas montré une différence significative entre le substrat et l'alliage anodisé dans les conditions d'essais balayés. C'est pour cette raison que cette étude n'a pas été effectuée sur l'alliage anodisé.

- Les observations métallographiques nous ont permis de qualifier l'usure d'abrasion dans les conditions d'essais présentes. Cette abrasion est douce d'une manière générale, cependant l'existence d'un autre mécanisme d'usure n'est pas complètement exclue.

- En perspective, une étude plus approfondie sur les mécanismes d'usure sur des échantillons de couche d'alumine plus épaisse mérite d'être effectuée.

## Références bibliographiques

- [1] Vargel, *Propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages*, Techniques de l'Ingénieur
- [2] R. Develay, *Données numériques sur l'aluminium non allié*, Techniques de l'ingénieur, Traité Matériaux métalliques, section : M443
- [3] M. Dupeux, *Aide-mémoire science des matériaux*, éd. Dunod, Paris (2005) 336p
- [4] J.-P. Bailon, J.-M. Dorlot : *Des Matériaux*, Presse Internationales Polytechniques, Montréal, 2000, 3ème éd., 736p
- [5] J. Bénard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot : *Métallurgie générale*, Masson éd., Paris, 1984, 2ème éd., 651p
- [6] M.F. Ashby, D.R.H. Jones : *Matériaux, 2. Microstructure et mise en œuvre*, éd. Dunod (1991) 385p
- [7] B.R. VALDES LOPEZ, *Etude de transformations de phases dans des alliages d'aluminium par la technique des couples de diffusion*, Thèse de doctorat, INP Toulouse (2006) 104p
- [8] P. Merle, F. Fouquet, J. Merlin, P.F. Gobin, *Signification du maximum de durcissement apparaissant durant la précipitation de  $\theta'$  dans un alliage d'aluminium à 4% en poids de cuivre (AU4)*, Materials Science and Engineering, Volume 26, Issue 2, December 1976, pp. 277-282
- [9] M. Adel. *Effet des additifs sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium-silicium*. Thèse de doctorat, Université du Québec à Chicoutimi. (2008) 314p
- [10] C.M. Toma, *Maîtrise des interfaces hétérogènes lors d'une opération de soudo-brasage : application au couple aluminium – magnésium*, Thèse de doctorat, Université de Bourgogne (2012)117p
- [11] S.P. Ringer, K. Hono, *Microstructural evolution and age hardening in aluminium alloys: atom probe field-ion microscopy and transmission electron microscopy studies*, Materials characterization 44 (2000) pp. 101-131
- [12] S.P. Wen, W. Wang, W.H. Zhao, X.L. Wu, K.Y. Gao, H. Huang, Z.R. Nie, *Precipitation hardening and recrystallization behavior of AlMgErZr alloys*, Journal of Alloys and Compounds 687 (2016) pp. 143-151
- [13] M. Werinos, H. Antrekowitsch, T. Ebner, R. Prillhofer, P.J. Uggowitzer, S. Pogatscher, *Hardening of Al–Mg–Si alloys: Effect of trace elements and prolonged natural aging*, Materials and Design 107 (2016) pp. 257–268
- [14] K.R. Van Horn, *Aluminium : properties, physical metallurgy and phase diagrams*, American Society for Metals (1971) .....p
- [15] D.J. Chakrabarti, D.E. Laughlin, *Phase relations and precipitation in Al-Mg-Si Alloys with Cu additions*, Progress in Materials Science 49 (2004) pp. 389-410
- [16] B. Chenal, J. Driver, *Ecrouissage d'alliages d'aluminium*, Techniques de l'ingénieur Traité Matériaux métalliques, M230 (2000).
- [17] A. Wilm, *Recherche sur la métallurgie physique des alliages d'aluminium-magnésium*, *Métallurgie* 8 (1911) pp. 225-.....
- [18] J.K. Park, A.J. Ardell, *Precipitation at grain boundaries in the commercial alloy 7075*, *Acta Metallurgica* 34 (1986) pp. 2399-2409
- [19] J.K. Park, A.J. Ardell, *Effect of retrogression and reaging treatments on the microstructure of Al7075-T651*, *Metallurgical Transactions A* 15A (1984) pp. 1531-1543
- [20] D. Racine, *Effet du temps et de la température sur l'homogénéisation d'un alliage d'aluminium AA6061 destiné au forgeage à chaud*, Mémoire de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi (2009) 121p
- [21] M. Kubota, J. F. Nie and B. C. Muddle, *Characterisation of Precipitation Hardening Response and As-Quenched Microstructures in Al-Mg(-Ag) Alloys*, *Materials Transactions*, Vol. 45, No. 12 (2004) pp. 3256-3263

- [22] O. R. Myhr, O. Grong and S. J. Andersen, *Modelling of the age hardening behavior of Al–Mg–Si alloys*, Acta materialia 49 (2001) pp. 65–75
- [23] I. Westermann, K.O. Pedersen, T. Børvik, O.S. Hopperstad, *Mechanics of Materials Work-hardening and ductility of artificially aged AA6060 aluminium alloy*, 97(2016) pp. 100–117
- [24] D. Yin, Q. Xiao, Y. Chen, H. Liu, D. Yi, B. Wang, S. Pan, *Effect of natural ageing and pre-straining on the hardening behaviour and microstructural response during artificial ageing of an Al–Mg–Si–Cu alloy*, Materials & Design, Volume 95 (5 April 2016) pp. 329-339
- [25] H. Dong, *Surface engineering of light alloys : aluminium, magnesium, and titanium alloys*, éd. CRC Press (2010) 662p
- [26] J. Rigaud, L.M. Girard, *Traitement de surfaces*, Epuration des eaux, éd. SITS (1998) pp. 287-.....
- [27] C. Pignet, C. Pelouin, *Etat de la technique dans l'industrie du traitement de surface dans le bassin Rhin-Meuse*, Synthèse bibliographique, Agence de l'Eau Rhin Meuse (1990) 47p
- [28] J.M. Kape, *Pretreatment of aluminum by cleaning and etching*, Product Finishing (London), V26 N°8 (1973) pp. 12-16
- [29] J.S. Safrany, *Anodisation de l'aluminium et de ses alliages*, Techniques de l'Ingénieur Traité des Matériaux métalliques (2008) Section M1630
- [30] J.C. Bara, *Traitement de surface*, Environnement et compétitivité, éd. Eyrolles (1988) 193p
- [31] L. Lacourcelle, *Traité de galvanoplastie*, Galva-conseils éd. Lavoisier Paris (1997) 569p
- [32] A.A. Girginov, A.S. Zahariev and M.S.Machkova, *Kinetic formation of complex anodic oxide films on aluminium*, Mater. Chem. Phys. V76 (2002) pp. 274-278
- [33] V. Moutarlier, *Contribution au remplacement du chrome hexavalent dans les procédés d'anodisation: électrolytes d'acide sulfurique contenant des inhibiteurs de corrosion*, Thèse de Doctorat, Université de Franche-Comté (2003) 135p
- [34] L. Markowitz, *Hard anodic coatings on aluminum alloys: evaluation and control of porosity*, Metal Finishing 90 (12) (1992) pp. 19-24
- [35] G.E. Thompson, *Porous anodic alumina: fabrication, characterization and applications*, Thin Solid Films 297 (1997) pp. 192-201
- [36] C. Vargel, *Le comportement de l'aluminium*, éd. Dunod (1999) 289p
- [37] Turns, *Thin Film Sulfuric Acid Anodisation*, Anodizing Workshop, AAC, Dallas, Texas, (1999) 223p
- [38] M. Wrzecian, *Non-sulfuric acid baths for aluminum anodizing*, Galvano-Organo Traitements de Surface 51(531) (1982) pp. 1071-1073
- [39] K. Wefers, *Mechanism of sealing of anodic oxide coatings on aluminium; Reasons for reinvestigation, literature, experimental, and results*, Aluminium 49(8) (1973) pp. 553-61
- [40] P. Neufeld, H.O. Ali, *Development of pore and cellular structures in anodic aluminum oxide films*, Transactions of the Institute of Metal Finishing 48(5) (1970) pp. 175-81
- [41] C. Brault, *Hard anodic oxidation of aluminum alloys and SPC*, Galvano-Organo, 68(693) (1999) pp. 302-306
- [42] T. Wei, F. Yan, J. Tian, *Characterization and wear- and corrosion-resistance of microarc oxidation ceramic coatings on aluminum alloy*, J. Alloys Compd. 389 (2005) pp.169–176
- [43] E.J.W. Verwey, *The structure of the electrolytical oxide layer on aluminium*,

- Zeitschrift fuer Kristallographie 91 (1935) pp. 317-320
- [44] Y. Repelin, E. Husson, *Etudes structurales d'alumines de transition. I-Alumines gamma et delta*, Materials Research Bulletin 25 (1990) pp. 611-621
- [45] E. Husson, Y. Repelin, *Structural studies of transition aluminas*, Theta alumina, European Journal of solid state organic chemistry 33 (1996) pp. 1223-1231
- [46] R.E. Newnham, Y.M de Haan, *Refinement of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-alpha, Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> structures*, Zeitschrift fuer Kristallographie 117 (1962) pp. 235-237
- [47] H. Weiss, *Adhesion of advanced overlay coatings: mechanisms and quantitative assessment*, Surface and Coating Technology 71 (1995) pp. 201-207
- [48] L. Pauling, *The nature of the Chemical Bonding*, 3ème éd., Cornell University Press, New-York (1960)
- [49] J.W. Diggle, T.C. Downie, C.W. Goulding, *Anodic Oxide Films on Aluminum*, Rutherford College of Technology, Newcastle upon Tyne, (1968) pp. 365-405
- [50] S. Kawai, *Anodizing and coloring of aluminium alloys*, ASM (2002)
- [51] A. Pernot, *Colmatage de l'aluminium anodisé par des dérivés d'acides carboxyliques linéaires saturés*, DEA de l'UHP de Nancy (2003) 85p
- [52] E. John, *Properties and physical metallurgy*, HATCHE ASM (1983) 653p
- [53] D. Altenpohl, *Corrosion protection of aluminum by natural or fortified oxide coatings*. New investigations, Metall 9 (1955) pp. 164-71
- [54] X. Yu, *Study of the Rare Earth Sealing Procedure of the Porous Film of Anodized 2024 Aluminum alloy*, Journal of Materials Science Technology 19(1) (2003) pp. 51-53
- [55] C. le Pen and N. Pébère, *Characterization of protective coatings on aluminum alloys*, Electrochimica acta 44(24) (1999) pp. 4259-4267
- [56] P. Shulman and A.J. Bauman, *Organic acid sealants for anodized aluminum - a new method for corrosion protection*, Metal finishing 93 (7) (1995) pp. 16-19
- [57] L. Hao, B.R. Cheng, *Sealing Processes of Anodic Coatings—Past, Present, and Future*, Metal finishing 98(12) (2000) pp. 8.....
- [58] S. Wernick et R. Pinner, *Les traitements de surface et la finition de l'aluminium et de ses alliages*, éd. Eyrolles (1962) 384p
- [59] R. Segond, *Colmatage des films d'alumine obtenus par anodisation*, Revue de l'Aluminium (1968) pp. 209-215
- [60] B.R. Cheng, *Comparative study of the Effects of Sealing Processes on the wear Resist. and the Sealing Quality of Hard Anodic Coatings*, Metal Finishing (2000) pp.48-55
- [61] C.T. Speiser, *Theory and practice in dyeing and sealing anodized aluminium*, *Electroplating and Metal Finishing*, 9 (1956) pp. 109-116
- [62] Kape, J.M., *Hard Anodizing of Aluminum*, , Technicopy Ltd., Stonehouse U.K. (1987) pp. 77-90
- [63] J.A. Gonzalez, S. Feliu Jr, A.K Bautista, E. Otero, S.Feliu, *Changes in cold sealing aluminum oxide films during ageing*, Jour. of App. Electrochem. 29 (1999) pp. 845-854
- [64] A. Dito, P. Cavallotti, *Cold sealing of anodized aluminum with metal salt solutions*, Galvano-organo-traitements de surface 552 (1985) pp. 81-83
- [65] A. Dito, F. Tegiacchi, *Cold sealing of anodized aluminum with nickel salt solutions*, Plating and surface finishing (2003) pp. 72-78
- [66] E.P. Short, A. Morita, *The mechanisms of cold sealing of aluminum*, Galvanoorgano-traitements de surface 588 (1988) pp. 677-682
- [67] M.R. Kalantary, D.R.Gabe, D.H.Ross, *Sealing tests and the aging of cold sealed anodized aluminium*, Plating and surface finishing (1991) pp. 24-46
- [68] A. Pernot – Cohen, *Etude des procédés de colmatage d'alliages d'aluminium anodisé*,

- thèse de doctorat, Université Henri Poincaré (2007) 178p
- [69] N. Tsyntsaru, B. Kavas, J. Sort, M. Urgan, J.P. Celis, *Mechanical and frictional behaviour of nano-porous anodized aluminium*, Materials Chemistry and Physics 148 (2014) pp. 887-895
- [70] Ying Wang, Li Xia, Jianning Ding, Ningyi Yuan, *Effect of pore depth on tribological behavior of anodic alumina films under nano-thin film lubrication*, Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 468 (2015) pp. 226–233
- [71] R.B. Chang, L. Hao, *Comparative Study of the Effects of Sealing Processes on the Wear Resistance and the Sealing Quality of Hard Anodic Coating*, Metal Finishing 98 (5) (2000) pp. 48-55
- [72] M. Cartie, *Guide d'emploi des traitements de surface appliqués aux problèmes de frottement*, éd. Tec&Doc (2000) .....p
- [73] J.F. Archard, *Contact and rubbing of flat surfaces*, Journal of Applied Physics, V 24, N°8 (1953) pp.981-988
- [74] M. CARTIER, P. KAPSA, *Usure des contacts mécaniques*, Techniques de l'Ingénieur, BM5065 à BM5061 (2001)
- [75] G. R. Yantio Njankeu Sabeya, *Comportement tribologique d'alliage de titane traité et/ou revêtu en fretting à débatement libre*, thèse de doctorat, Institut nationale polytechnique de Toulouse (2007) 163p
- [76] S. Thibault, *Modifications des propriétés physico-chimiques et de la microstructure de l'aluminium après nitruration par implantation d'ions multichargés*, thèse de doctorat, U.F.R. de Sciences (2009) 235p
- [77] Vissers R., van Huis M.A., Jansen J., Zandbergen H.W., Marioara C.D., et Andersen S.J., *The crystal structure of the  $\beta'$  phase in Al–Mg–Si alloys*, Acta Mater., 55, (2007) pp. 3815-3823
- [78] Buha J., Lumley R., Crosky A., et Hono K., *Secondary precipitation in an Al–Mg–Si–Cu alloy*, Acta Mater., 55,(2007) pp. 3015-3024
- [79] Gaber A., Gaffar M.A., Mostafa M.S., et Zeid E.A., *Precipitation kinetics of Al–1.12 Mg2Si–0.35 Si and Al–1.07Mg2Si0.33Cu alloys*, J. Alloys et Comp., 429,(2007) pp. 167-175,
- [80] S. Vincent, J. Garnier, C. Toffolon, L. Allais, T. Guilbert, D. Menut, D. Sornin, P. Wident, C. Gasqueres, J.L. Bechade, *Evolutions microstructurales de deux alliages d'aluminium 6061 lors des étapes d'élaboration*, 20ème Congrès Français de Mécanique Besançon, 29 août au 2 septembre 2011
- [81] Y. Takahashi, T. Shikama, R. Nakamichi, Y. Kawata, N. Kasagi, H. Nishioka, S. Kita, M. Takuma, H. Noguchi, *Effect of additional magnesium on mechanical and high-cycle fatigue properties of 6061-T6 alloy*, Materials Science & Engineering A 641 (2015) 263–273
- [82] Y.T. Cheng, C.M. Cheng, *Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation*, Applied physics letters **73**(5) (1998) pp 614.....
- [83] L. Robert, *Etude des propriétés mécaniques du nickel utilisé dans la technologie, LIGA – Réalisation d'un micropréhenseur*, Thèse de doctorat Université de Franche Comté (1997)
- [84] G. Casalino, E. Ghorbel, C. Pappalettere, *Parametric analysis of the indentation needed to a fixator for the correction of human rachis* », International Conf. on Material Eng., Gallipoli – Lecce (4-7 September 1996) pp. 217-226
- [85] F. Tancret, F.F. Osterstock, *Indentation des milieux poreux : phénomènes et application aux matériaux fragiles*, Colloque SF2M Section - Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers (16-17 mars 2005)
- [86] A.E. Giannakopoulos, S. Suresh, *Determination of elastoplastic properties by*

- instrumented sharp indentation*, Scripta Materiala, **40**(10) (1999) pp. 1191-1999
- [87] P.S. Follansbee, G.B. Sinclair, *Quasi-Static Normal Indentation of an ElastoPlastic Half-Space by a Rigid Sphere*, Part I: Analysis, Int. J. Solids Structures V20 N°1(1984) pp. 81-91
- [88] E.R. Kral, K. Komvopoulos, D.B. Bogy, *Elastic-Plastic Finite Element Analysis of Repeated Indentation of a Half-Space by a Rigid Sphere*, ASME Journal of Applied Mechanics V60 (1993) pp. 829-841
- [89] E.R. Kral, K. Komvopoulos, D.B. Bogy, *Finite Element Analysis of Repeated Indentation of an Elastic-Plastic Layered Medium by a Rigid Sphere Part I : Surface results*, Transactions of the ASME, V62 (March 1995)
- [90] C. Barlier, L. Girardin, *Matériaux et usinage*, éd. Casteilla (Paris 1999)
- [91] D. Tabor, *The Hardness of Metals*, éd. Clarendon Press (Oxford 1951)
- [92] E.Felder, *Analyse mécanique des essais d'indentation avec des Cônes*, Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers (16-17 mars 2005)
- [93] P. Lavel, E. Felder, *Caractérisation de l'adhérence des revêtements par indentation normale*, Matériaux et techniques N°1-2 (1993)
- [94] S. Wu, *Polymer interface and adhesion*, éd. Marcel Dekker (1982)
- [95] A.V. Pocius, *Adhesion and Adhesives Technology*, éd. Hanser Publishers (1997).
- [96] Giannakopoulos A. E., Larsson. P. L., Vestergaars R., "*Analysis of Vickers Indentation*", Int. J. Solids Structures, Vol. 31, N° 19 (1994) pp. 2679-2708
- [97] Gubicza J., Juhasz A. et Voros G., "Determination of the hardness and elastic modulus from continuous Vickers indentation testing", *Journal of materials science*, **31**(12),1996 p. 3109
- [98] Loubet J.L., Georges J.M., Marchesini O., Meille G., "*Vickers Indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO)*", Journal of tribology, **106**, p. 43, 1984
- [99] W. C. Oliver and G. M. Pharr, *An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments*, Journal of Material Research, Vol. 7, No. 6 (1992) pp. 1564-1583
- [100] K.wadwo, O. Kese , *Relaxation and Nanomechanical Studies of the Vickers Residual Stress Field in Glass*, Doctoral Thesis Department of Materials Science and Engineering Royal Institute of Technology SE-100 44 Stockholm, Sweden, 2004
- [101] Larsson P. L., Giannakopoulos A. E., Söderlund E., Rowcliffe D.J., Vestergaard R., *Analysis of Berkovich Indentation*, Int. Jour. Solids Structures, Vol. 33, N°2 (1996) pp. 221- 248
- [102] J.Tuck, Alexander M. Korsunsky, Steve. J, Rob D, *On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation experiments in coated systems*. Surface and Coatings Technology 137 (2001) 217-224
- [103] A.Boudilmi, K.Loucif , *Hardness Measurements via an Ellipsoid-Shaped Indenter*, Strength of Materials, vol 48,N°3 (2016) pp .419-425
- [104] G. Olivier, L. Bernard, B. Jean-Michel, O. Laetitia, *Caractérisation mécanique de reconstitutions osseuses après comblement par un Biomatériau injectable*, Matériaux 2002
- [105] A.Thomas, *Microhardness measurement as a quality control technique for thin, hard coatings*, Surface Engineering 1987 Vol 03 N°:02
- [106] D. Chicot, J. Lesage, *Dureté des matériaux déposés en couches minces*, Matériaux et techniques, N°10-11 (1994) pp. 19-23
- [107] H. Bückle, *L'essai de micro dureté et ses applications*, Publications scientifiques et techniques du ministère de l'air, NT90 Paris (1960)
- [108] H. Buckle, *Les possibilités et les limites d'application des essais de microdureté pour*

- les revêtements métalliques*, La Machine Outil Française, volume 206, (1965), pp.125-147
- [109] B. Jönsson, S. Hogmark, *Hardness measurements on thin films*, Thin Solid Films, 114 (1984) 257
- [110] O.Vingsbo,S.Hogmark,B.Jonsson ,A.Ingemarsson, *Indentation Hardness of Surface-Coated Materials*,Philadelphia,1986,pp,257-271
- [111] ] F.-H. Leroy, B. Passilly, J.-P. Culié. *Estimation d'un comportement local par micro-indentation Vickers* . Journée Scientifique Barrières thermiques (ONERA, 23Janvier 2001)
- [112] I.J.Ford, *A cavity model of indentation hardness of a coated substrate*, Thin Solid Films, 24 (1994)122-131
- [113] A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page, *On the hardness of coated systems*,Surf. Coat. Techn., 99 (1998) 171
- [114] A. Iost, R. Bigot, *Hardness of coatings*, Surf. Coat. Techn., 80 (1996) 117
- [115] A. Perriot, E. Barthel, *Elastic contact to a coated half-space - Effective elasti modulus and real penetration*, Ccsd-00001402, Version 1 - 2 Apr 2004
- [116] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, *The mechanical proprieties of wear – resistance coatings II: Experimental studies and interpretation of hardness*, Thin Solid Films, 148 (1987) pp. 51-65
- [117] J. Lesage, D. Chicot, *Vers une optimisation des modèles de dureté de films minces*, Revue de Métallurgie, (1999), pp.1121-1130
- [118] D. Chicot, L. Gil, K. Silva, F. Roudet, E.S. Puchi-Cabrera, M.H. Staia, D.G. Teer, *Thin film hardness determination using indentation loading curve modeling*, Thin Solid Films 518 (2010) pp. 5565-5571
- [119] Y. Benarioua, *Contribution à l'étude des propriétés physiques et mécaniques de films minces et de surfaces implantées*, Thèse de doctorat, IOMP, Univ. F.A. Sétif 1 (2002) 132p
- [120] A. Boudilmi, *Etude théorique et expérimentale des essais de dureté pour matériaux massifs et revêtus*, Mémoire de Magister, Université M. Boudiaf, Msila (2007) 109p
- [121] O. Kiyoshi, H. Akiyoshi, T. Taketoshi, N. Akihiko, *Effect of divalent cation additives on the  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, phase transition*, J. Am. Ceram. Soc. 83 (2000) pp. 928–932
- [122] T.C. Chou, T.G. Nieh, *Nucleation and concurrent anomalous grain growth of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> during  $\gamma$ -  $\alpha$  phase transformation*, J. Am. Ceram. Soc. 74 (1991) pp. 2270–2279
- [123] T.C. Chou, T.G. Nieh, *Interface-controlled phase transformation and abnormal grain growth of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in thin  $\gamma$ -alumina films*, Thin Solid Films 221 (1992) pp. 89–97
- [124] K.B. Gan, C.I. Madsen, G.J. Hockridgea, *In situ X-ray diffraction of the transformation of gibbsite to  $\gamma$ -alumina through calcination: effect of particle size and heating rate*, J. Appl. Cryst. 42 (2009) pp. 697–705.

## ملخص :

لسبائك الألومنيوم جاذبية كبيرة للمصممين الميكانيكيين و البناء. هذه الميزة تكمن في الخواص الميكانيكية والفيزيائية والكيميائية لهذه السبائك. ومع ذلك، يجب تحسين خصائص السطح. قمنا بتليبس سطح سبيكة 6160 بأوكسيد الألومنيوم كيميائيا ولقد سلط الضوء على التحسينات المطلوبة. لقد أظهرنا زيادة صلابة السطح وتحسين مقاومة التآكل. وعلاوة على ذلك، قمنا بتحديد آلية التآكل بأنه كشط يرافقه تشوه بلاستيكي. كما قمنا بالمقارنة بين الصلابة الحجمية و السطحية للوصول إلى الصلابة المركبة

**الكلمات المفتاحية :** الألومنيوم ، النمش ، الصلابة ، التآكل ، الإحتكاك ، التليبس

## Résumé :

Les alliages d'aluminium ont un attrait considérable sur les concepteurs mécaniques et de bâtiment. Cette caractéristique réside dans les propriétés mécaniques et physicochimiques de ces alliages. Cependant, les propriétés de surfaces doivent être améliorées. Nous avons effectué une anodisation de l'alliage 6061 et nous avons mis en évidence les améliorations voulues. Nous avons montré l'augmentation de la dureté superficielle et l'amélioration de la tenue à l'usure. D'autre part, nous avons identifié le mécanisme d'usure par abrasion accompagné par un écoulement plastique. Nous avons adopté une approche géométrique entre la dureté en volume et en surface pour déterminer la dureté du composite.

**Mots clé :** Aluminium, anodisation, dureté, usure, frottement, revêtement

## Abstract :

Aluminum alloys have a considerable appeal on mechanical and building designers. This characteristic resides in the mechanical and physicochemical properties of these alloys. However, the surface properties need to be improved. We performed an anodization of the 6061 alloy and highlighted the desired improvements. We have shown the increase of the surface hardness and the improvement of the resistance to wear. On the other hand, we have identified the mechanism of wear by abrasion accompanied by a plastic flow. We have adopted a geometric approach between volume and surface hardness to determine the hardness of the composite.

**Passwords :** Aluminium, anodization, hardness, wear, friction, coating