

13/90

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Metallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONCEPTION ET REALISATION
D'UNE CELLULE DE
POLISSAGE ELECTROLYTIQUE

Proposé par :

Etudié par : Idir

Dirigé par :

Bouabdallah

Cherfaoui

M. Bouabdallah

PROMOTION : Juin 90

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Metallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONCEPTION ET REALISATION
D'UNE CELLULE DE
POLISSAGE ELECTROLYTIQUE

Proposé par :

Bouabdallah

Etudié par : Idir

Cherfaoui

Dirigé par :

M. Bouabdallah

PROMOTION : Juin 90

الدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Departement Metallurgie



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

R E M E R C I E M E N T S

- Je tiens à exprimer à mon encadreur Monsieur Mebrouk BOUABDALLAH ma plus vive reconnaissance pour l'aide, la confiance et les conseils qu'il m'a donné et grâce auxquels j'ai pu mener à bien ce travail.

- Mes remerciements vont aussi à tous les étudiants de ma promotion qui n'ont pas hésité une seconde à m'aider dans la réalisation de ce projet ainsi que pour l'ambiance de très chaleureuse.

- J'exprime également ma gratitude à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à l'élaboration de ce sujet.

Idir CHERFAOUI

Application du polissage électrolytique ----- 24

PARTIE PRATIQUE ----- 26

I - TECHNIQUES DE POLISSAGE ----- 27

I-1 - Methodes de polissages -----	27
1-1 - Methode statique -----	27
1-2 - Methode dynamique -----	30
1-3 - Methode de polissage local -----	32
I-2 - Réalisation de la cellule -----	33
2-1 - Appareillage électrique -----	34
2-2 - Présentation de la cellule -----	36
2-3 - Montage de la cellule -- -----	42
2-4 - Mode d'emploi -----	42
2-4-1 - Préparation de l'échantillon-	42
2-4-2 - Précautions d'emploi -----	44
2-4-3 - Lecture de U et de I sur l'ampè-	
remètre et sur le voltmètre --	46
I-3 - Conduite d'un essai de polissage ----	47
3-1 - Détermination du courant et de	
optimums de polissage -----	47
3-2 - Détermination du temps optimum	
de polissage -----	47
II - POLISSAGE DE CERTAINS ALLIAGES METAL-	
LIQUES -----	49
II-1 - Polissage du cuivre -----	49
1-1 - Détermination de U et de I	
optimums de polissage -----	49
1-2 - Détermination du temps optimum	
de polissage -----	49

1-3 -	Interprétation des résultats -----	50
II-2 -	Polissage de l'aluminium -----	54
2-1 -	Détermination de U et de I optimums --	54
2-2 -	Détermination du temps optimum -----	55
2-3 -	Interprétation des résultats -----	55
II-3 -	Polissage de l'acier XC90 -----	59
3-1 -	Détermination de U et de I optimums --	60
3-2 -	Détermination du temps optimum -----	60
3-3 -	Influence de la température -----	63
3-4 -	Interprétation des résultats -----	63
CONCLUSION	-----	70
ANNEXE	-----	73
BIBLIOGRAPHIE	-----	78

INTRODUCTION

I N T R O D U C T I O N

Le polissage électrolytique est une dissolution sélective de métaux ou de certains semi-conducteurs permettant d'obtenir des surfaces lisses et brillantes, les parties en relief étant attaquées plus rapidement que les concavités .

Il n'existe aucun accord général au sujet des propriétés que l'on exige d'une surface pour qu'elle soit parfaitement polie . Pour certains , un bon polissage électrolytique devrait rendre la surface traitée rigoureusement lisse , uniforme et brillante . Certains demandent qu'il fasse apparaître le grain du métal et d'autres détails structuraux . Enfin , d'autres considèrent que le but du polissage est de donner, à la surface , l'aspect le plus brillant possible , même si un examen microscopique révèle des piqûres ou des traces d'oxydes ou de sels . Dans ce dernier cas , cependant , il est préférable de donner le nom de " brillantage " à cette opération . Il faut aussi mentionner l'amincissage et le façonnage par polissage électrolytique .

Ce procédé a été découvert par P-A. Jacquet⁽¹⁾, en 1929 et c'est ainsi que son auteur en fit tout d'abord un procédé capable de mettre en évidence la structure de

la surface de l'électrode . Depuis , le polissage électrolytique est entré dans la pratique de la métallurgie courante .

---- 0000 00 0000 ----

LES REACTIONS ELECTROLYTIQUES

1. Les Reactions de l'Electrolyse

Plongeons dans une solution de...
"C" et "D" que nous supposons...
à l'electrode de l'electrolyse...

PARTIE

THEORIQUE

de la solution, les...
relative à l'electrode "E". Mais dans la solution, les elec-
trons ne peuvent exister à l'etat libre. Il est donc...
fournis par "W" progressivement...
absorption d'electrons :



et les electrons arrivent en "E" en tant que...
de la reaction de reduction :



enfin, à l'electrode de la solution, le passage de...
les charges positives se trouvent...
le phenomene est appele "electrolyse".

Le passage de l'électrode, où les électrons sont libres, à la solution où les charges sont portées par les ions, se fait à la surface de l'électrode par l'intermédiaire des réactions électrochimiques.

L'électrode où a lieu l'oxydation est dite "Anode", celle où a lieu la réduction est dite "Cathode", les électrons circulent, dans le conducteur métallique de l'anode vers la cathode.

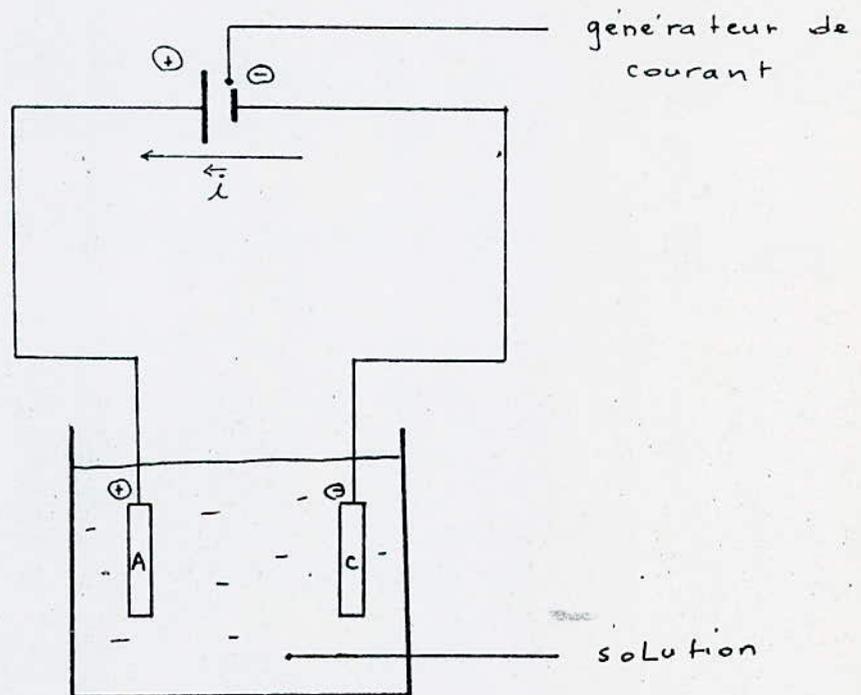


Fig: 1
Cellule d'électrolyse.

1-2/ Processus anodiques :

1-2-1/ Comportement des métaux à l'anode :

En pratique trois cas peuvent être distingués :

- Le métal peut avoir une tension à l'équilibre plus positive que celle qui correspond à la décharge des anions existant dans la solution . Aucun métal ne passe en solution et le processus électrochimique consiste exclusivement en la décharge des anions avec un rendement de courant unité . Ces électrodes sont dites : inattaquables ou inertes .

Les électrodes inertes les plus courantes sont : le platine , l'or et le graphite .

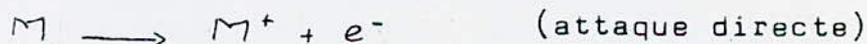
- Le métal bien qu'ayant une tension électrique à l'équilibre moins positive que les tensions de décharge des anions en présence desquels il se trouve, peut néanmoins avoir une surtension suffisamment élevée pour atteindre la tension d'un des anions . Le passage du métal en solution s'effectue alors avec un rendement de courant inférieur à 1 , ou bien ce métal peut ne pas être attaqué , cette surtension peut encore se manifester, soit immédiatement après le début du passage du courant , soit après un certain temps dépendant des conditions expérimentales.

- Les tensions de décharges effectives des anions existant en solution peuvent être plus positives que la tension électrique d'équilibre du métal et encore plus positive que sa tension de dissolution effective, même quand celle-ci s'accompagne d'une surtension. Le processus anodique consistera donc exclusivement à dissoudre le métal de l'électrode, ce métal passe en solution à l'état d'ions.

Tous les processus intervenant dans la décharge des cations métalliques peuvent avoir lieu en ordre et en sens inverse : destruction du réseau cristallin du métal, transfert de charges, hydratation ou complexation des ions formés et leur élimination de l'électrode par convection, migration ou diffusion.

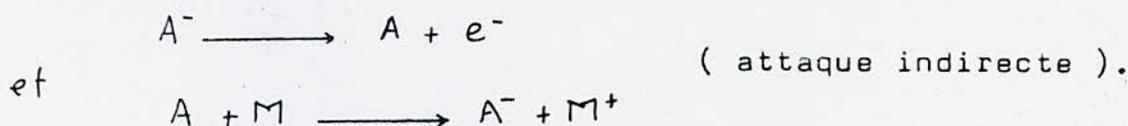
1-2-2/ Mécanisme de l'attaque anodique^(*) :

Les processus suivant lesquels un métal se dissout dans un électrolyte peuvent être extrêmement différents. Dans le cas des métaux situés très haut dans la série des potentiels normaux, on considère que le passage à l'état d'ions s'effectue directement suivant le processus :



Il existe aussi le cas où la réaction de dissolution est

le résultat d'un processus secondaire par décharge préalable de l'anion de la solution et réaction de celui-ci sur le métal, le sel ainsi formé passe en solution suivant :



- Attaque directe :

Dans ce cas les anions ne servent qu'au transport du courant, l'intensité est alors donnée par :

$$I = k_1 S_M \exp\left(-\frac{\omega_1 - \alpha q V}{RT}\right) \quad (\text{Loi de Tafel appliquée à la dissolution anodique})$$

S_M : Activité des atomes métalliques

ω_1 : Energie d'activation du processus de dissolution

α : Coefficient de transfert

V : d.d.p entre les électrodes

q : Charge portée par un équivalent d'ion monovalent

Cette relation est d'autant mieux satisfaite que l'on considère des éléments situés plus haut dans la classification électrochimique.

Lors d'une attaque à potentiel constant, l'intensité ne dépend que de l'activité des ions qui sont liés à celle ci par la relation :

$$\frac{d(M^+)}{dt} = \int I$$

on aura alors :

$$I = k_1 S_M \exp\left(-\frac{\omega_1 - \alpha q V}{RT}\right) ; \quad M^+ = \int k_1 S_M \exp\left(-\frac{\omega_1 - \alpha q V}{RT}\right)$$

Dans ce cas le courant reste constant et l'attaque proportionnelle au temps .

- Attaque indirecte :

L'atome " A " est formé à partir de l'anion A^- pour ensuite réagir avec le métal pour donner :



L'état final est le même que s'il y avait eu dissolution directe du métal à l'état d'ions .

Les équations pour l'attaque du métal et pour le courant sont données par les relations, :

$$I = k_1 [A^-] \exp\left(-\frac{w_1 - dqv}{RT}\right).$$

$$[M^+] = \beta k_1 [A^-] \exp\left(-\frac{w_1 - dqv}{RT}\right) \cdot t$$

Les relations obtenues précédemment permettent de préciser d'une manière très nette le mécanisme de l'attaque. La manière dont interviennent les différents facteurs permet de savoir si un métal passe directement en solution par émission d'ions ou par réactions secondaires.

Dans le premier cas la cinétique d'attaque varie avec le temps suivant une loi exponentielle , alors que

dans le second elle varie proportionnellement au temps .

En réalité quand on considère l'ensemble des processus qui peuvent se produire , il est bien évident que dans certains cas les différents modes d'attaque pourront intervenir , simultanément ; plusieurs processus pourront intervenir , chacun d'eux étant prédominant dans un domaine de champ appliqué .

1-2-3/ Dissolution anodique des alliages :

Au point de vue pratique ce phénomène est extrêmement important mais il est également fort complexe .

La manière dont se comporte un alliage fonctionnant comme anode est pour une part lié à la manière dont varie le potentiel de l'électrode avec la composition de l'alliage et également à la structure de ce dernier . Dans le cas d'un alliage binaire les constituants n'y existent pas toujours à l'état libre , ils peuvent en effet , former une solution solide homogène ou un ensemble de phases distinctes .

Dans le cas d'une solution solide les métaux peuvent se dissoudre simultanément puisque l'électrode renferme une seule phase ; le potentiel anodique dépend de la composition de l'alliage ; en outre , suivant la composition, le métal le plus noble peut exercer un effet protecteur .

Dans le cas d'un alliage polyphasé , le potentiel anodique dépend de la fraction de chacune des phases .

---- oooo 00 oooo ----

2- P R O C E D E S D E P O L I S S A G E

Avant le polissage proprement dit, on commence par dresser le mieux possible la face à polir sur une meule ou une bande de toile émeri , là , il est recommandé de limiter l'échauffement et l'écroissage qui est d'autant plus faible que la meule utilisée est plus abrasive et sa vitesse moins grande . Pour éviter les rayures trop grossières , on choisit une meule assez fine .

Le polissage proprement dit peut être réalisé par plusieurs procédés .

2-1/

2-1/ Procédés de polissage mécaniques :

2-1-1/ Polissage mécanique :

Il consiste à user la surface en faisant subir à l'échantillon des passes de polissage successives au moyen d'abrasifs de grosseurs de grains décroissantes , chaque passe effaçant les rayures laissées par la précédente . Cette abrasion peut se faire suivant plusieurs méthodes .

- Abrasion sur papier :

On emploie généralement les papiers émeris numérotés de 1 à 4 et papiers potées de 0 à 0000. En passant d'un papier à l'autre on a avantage à tourner le

métal de 90° pour croiser les traits (on ne peut éviter complètement l'écaillage superficiel , on peut espérer le réduire en évitant de trop appuyer sur l'échantillon).

- Abrasion sur disque :

On use alors la surface sur un disque très plan sur lequel on répand à plusieurs reprises une suspension de poudres abrasives . Le disque peut être soit en fonte pour les métaux durs , soit en plomb ou bien revêtu d'une couche très plane (environ 6mm d'épaisseur) de paraffine à haut point de fusion pour les métaux doux ou adoués .

On continue à user la surface par des abrasifs de plus en plus fins jusqu'à ce que le poli soit satisfaisant , la technique la plus courante consiste à utiliser plusieurs disques successifs recouverts de poudre ou de velours fins , sur lesquels on répand une suspension de poudre abrasive dont la finesse croît du premier au dernier disque (pâte de diamant) .

La prolongation exagérée d'une passe de polissage peut conduire soit à l'arrachement de certains constituants de duretés très différentes de celle du fond, soit à la naissance de piqûres dues à des phénomènes complexes (déchaussement partiel d'inclusions , corrosion de nature électrochimique) .

- La pâte diamantée :

Elle est constituée par de très fines particules de diamant dispersées dans un support gras . On l'utilise sur un disque de très faible diamètre afin d'éviter les gaspillages . Il s'agit évidemment de poudres de diamant naturelles provenant du polissage de pierres précieuses ou de poudres de diamant artificielles .

2-1-2/ Polissage à l'alumine :

La meule à l'alumine est un disque horizontal ou vertical sur lequel est collé un support mou comme la peau de buffle , du drap de billard etc ,... que l'on imprègne à l'aide d'un pulvérisateur par une suspension d'alumine dans l'eau . Le disque est animé d'un mouvement de rotation rapide . L'échantillon est appliqué sur le disque soit à la main soit à l'aide d'un bras mécanique exerçant une pression constante . On le fait constamment pivoter sur lui-même de façon à éviter une direction de rayure privilégiée .

Les grains d'alumine utilisés sont obtenus par broyage suivi d'un tamassage puis d'une séparation par sédimentation .

Tous ces procédés de finition permettent d'obtenir un poli tel que le système de stries qui a été engendré par le dernier abrasif utilisé possède une période très inférieure à la longueur d'onde de la lumière utilisée . Cette période de striation est souvent inférieure au 1/100 du micron et permet de réfléchir parfaitement la lumière naturelle . Elle est également très inférieure au pouvoir de résolution du microscope optique .

2-2/ Polissage chimique :

On entend par polissage chimique des procédés de polissage d'un métal placé au contact d'un électrolyte sans qu'aucune tension extérieure ne soit appliquée . L'attaque est provoquée uniquement par la force électromotrice de dissolution du métal dans l'électrolyte .

Le polissage chimique peut être utilisé concurremment au polissage électrolytique dans le cas de l'aluminium et de ses alliages , du cuivre et de ses alliages , du fer et des aciers . Il est très efficace dans le cas des métaux oxydables qui se passivent facilement en milieu acide et permet de polir des métaux comme le beryllium , le cadmium , le zinc , le plomb , le germanium , le zirconium , le silicium etc... auxquels le polissage électrolytique s'applique mal .

2-3/ Polissage électrolytique :

2-3-1/ Description et mécanisme du phénomène :

Lorsqu'une électrode métallique fonctionne comme anode dans des électrolytes appropriés , pour une densité de courant élevée et bien fixée , elle acquiert un

degré de poli très particulier qui ne peut en aucune manière être comparé aux résultats connus du polissage mécanique.

L'échantillon dont la surface a été préalablement dégrossie par un procédé mécanique est placé en anode dans une cellule à électrolyse . La cathode est une électrode inattaquable en platine , or ou graphite . Sous l'effet de la tension imposée aux bornes des électrodes , du courant qui y circule et de la température imposée , l'échantillon est attaqué suivant un processus bien défini .

Les auteurs P.A.Jaquet⁽¹⁾ , Grahame⁽²⁾ et Darmois . et Epelboin⁽³⁾ proposèrent différentes théories pour expliquer le mécanisme , ces mêmes auteurs sont d'accord pour reconnaître le rôle joué par une couche visqueuse formée à la surface à traiter . Cette couche est souvent visible à l'oeil nu et disparaît instantanément si les conditions du polissage sont supprimées .

René FAIVRE⁽⁴⁾ écrit dans son édition " Cours de métallurgie " que le mécanisme de nivellement électrolytique est réglé par les propriétés de la couche visqueuse. C'est en effet cette couche relativement épaisse et relativement isolante qui établit , au voisinage de l'anode , un champ électrique pratiquement uniforme . Alors le facteur essentiel de la dissolution devient la géométrie de la surface.

Les zones en relief se dissolvent plus vite que les zones en creux par suite d'un effet de pointe . C'est ainsi que les irrégularités à la surface disparaissent progressivement . (fig 3) .

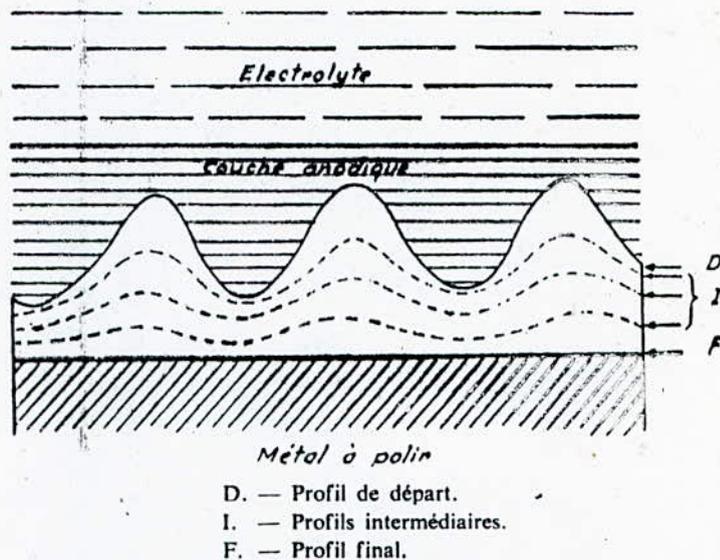


Fig:3 — Mécanisme du polissage électrolytique

N. B. — L'épaisseur enlevée peut atteindre plusieurs centièmes de millimètres

Simultanément à cette couche visqueuse , se forme un film d'oxyde ou d'hydrate très mince à la surface du métal , ce film se forme en toutes circonstances, c'est à dire aussi bien en période d'électrolyse que lorsqu'un dégagement gazeux abondant se produit à l'anode .

Des considérations théoriques développées d'une part par Grahame et ses collaborateurs⁽²⁾, et d'autre part par Darmois , Epelboin et leurs collaborateurs⁽³⁾, montrent qu'il se forme en outre sur la surface du métal une couche monomoléculaire d'ions absorbés . Cette couche , très

conductrice , expliquerait les valeurs élevées de la chute de tension anodique . Ils ont montré que le mécanisme de nivellement est lié au processus de diffusion qui s'établit à travers la couche visqueuse . Puisque la densité de courant est proportionnelle au gradient de concentration , elle est plus faible dans les concavités et plus élevée sur les reliefs . Il, en résulte une dissolution sélective qui produit un nivellement de la surface considérée , à l'échelle macroscopique , d'abord , puis à l'échelle microscopique .

2-3-2/ Electrolyte :

Pour qu'on puisse utiliser un électrolyte , il est nécessaire qu'à certaines tensions électriques , il puisse provoquer la formation d'une couche compacte de diffusion . De plus cette couche doit se dissoudre dans le bain à une vitesse proportionnelle à celle de sa formation tout au moins après qu'elle a atteint une épaisseur optimum . Il faut tenir compte encore d'autres facteurs pour choisir la solution servant au polissage . Comme il a déjà été expliqué , il est essentiel , avant toute chose, de préciser quel état de surface on désire obtenir ; le bain ne sera pas le même pour une opération de lustrage ou pour un polissage en vue d'un examen métallographique. Enfin il est nécessaire de tenir compte de la vitesse de dissolution , de la facilité de régulation , du prix de

l'installation et du bain, de la facilité de régénération de ce dernier et des normes de sécurité .

On peut classer les bains d'après les substances entrant dans leur composition, ce qui permet d'en distinguer un nombre assez réduit . Néanmoins , les concentrations de leur constituants peuvent différer selon le métal ou l'alliage à polir . Ainsi , les tableaux que l'on trouve dans les ouvrages spécialisés indiquent un assez grand nombre de compositions . Cependant même ces formules ne sont pas rigoureusement déterminées et peuvent varier légèrement suivant la composition chimique de la substance à traiter ; celle-ci n'est pas toujours constante quand il s'agit d'un alliage et quand il n'existe des impuretés .

Les solutions à base de ClO_4^- forment un groupe important de bains pour polissage électrolytique . Le plus anciennement connu , inventé par P.A.Jaquet , est constitué d'acide perchlorique et d'anhydride acétique . Il est encore utilisé , mais le groupe s'est enrichi, depuis lors des solutions d'acide perchlorique - d'acide acétique, de perchlorate - anhydride acétique et de perchlorate - alcool . Tous ces bains exigent une tension anodique élevée (10 - 50 V) et présentent l'important avantage de ne pas passiver la surface traitée . Le polissage est généralement réaliser sans dégagement gazeux .

D'autres mélanges sont à base d'acides phosphorique, sulfurique et chloridrique. Ce sont des bains industriels qui ont été utilisés pendant ces vingt dernières années. En comparaison des précédents, ils offrent l'avantage de nécessiter une faible tension anodique (quelques volts), mais ils doivent être utilisés à une température de 60 à 90°C et la densité de courant doit être élevée. Le polissage s'accompagne d'un dégagement de gaz et les surfaces sont toujours passivées.

Si la surface est correctement lavée après l'électrolyse, il ne subsiste aucune trace d'impuretés.

2-3-3/ Courbe I-U :

Lorsqu'on construit la courbe de tension-courant du phénomène, on obtient des résultats souvent peu reproductibles dans la première partie correspondant aux faibles densités de courant, inférieures à $0,5 - 1 \text{ A/dm}^2$, mais toutes les courbes présentent un palier parfaitement défini et toujours reproductible. Le palier d'intensité correspondant au domaine d'apparition du polissage électrolytique.

Dans la portion (ab) de la courbe (voir fig:4), il y a attaque normale du métal puis le phénomène se régularise et l'anode commence à briller (brillantage) dans la portion (bc) , enfin en "c" apparaît le phénomène d'attaque caractéristique du polissage électrolytique . Après la fin du palier la courbe présente un relèvement (en d) brutal caractéristique d'un dégagement abondant d'oxygène .

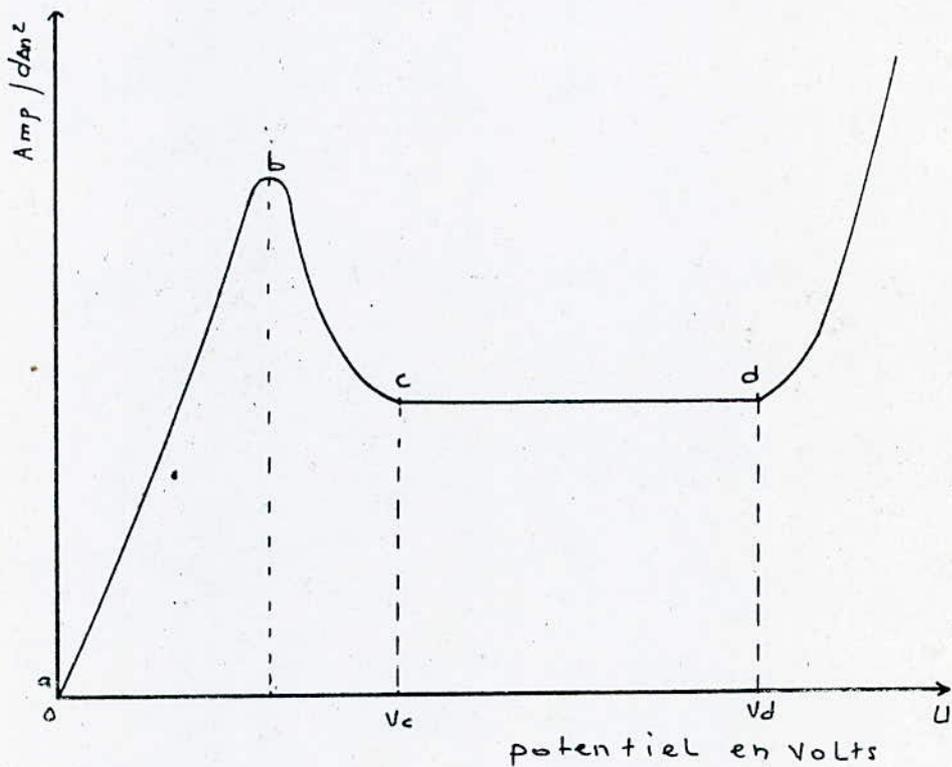


Fig: 4: courbe intensité-tension

Avec la courbe I-U , la formation de la couche anodique peut être suivie . Le courant varie pendant la formation de la couche , puis se stabilise (ce qui se traduit par le plateau sur la courbe) . On peut dire que le polissage a lieu pour les valeurs de la tension correspondant à ce plateau , mais les meilleurs résultats s'obtiennent vers l'extrémité droite de ce palier , c'est à dire pour les tensions électriques qui donnent la résistance apparente U/I maximum .

Aux tensions électriques encore supérieures , le courant augmente à nouveau , la couche est détruite et l'anode est attaquée irrégulièrement en surface .

2-3-4/ Avantages et applications du polissage électrolytique :

Grâce à sa qualité de polissage , le polissage électrolytique permet d'observer la structure du métal dans son état de pureté physique d'origine , comme il permet d'éviter la présence de toute impureté chimique . Le lavage des échantillons est facile et ne laisse pas de grains d'abrasifs comme cela peut se produire lors du polissage mécanique . La surface est exempte de toute trace de couche superficielle d'oxyde dès l'instant que

l'on opère dans le domaine de l'électrolyse invisible .
Le polissage électrolytique permet l'observation correcte
des lignes de glissement qui se produisent au cours de
la déformation plastique des métaux . Il permet aussi
d'obtenir des figures d'attaques régulières avec les réac-
tifs convenables . Ces lignes de glissement et ces figu-
res d'attaque permettent de déterminer les orientations
relatives des cristaux et fournissent une bases expérimen-
tale sûre à l'interprétation des propriétés mécaniques .

Le polissage électrolytique est recommandé pour
la préparation des surfaces à recouvrir par galvanoplas-
tie , pour la finition des pièces fabriquées mécaniquement
et l'amélioration des propriétés physiques des sur-
faces par élimination des couches gênantes .

----- oooo 00 oooo -----

PARTIE

PRATIQUE

T- T E C H N I Q U E S D E P O L I S S A G E

T-1/ METHODES DE POLISSAGE :

Pour obtenir le polissage électrolytique, on constitue, avec un électrolyte généralement riche en acides concentrés, une cellule dans laquelle l'anode est la pièce à polir et la cathode un métal inattaquable.

Le circuit électrique comprend une source de courant continu réglable (accumulateurs avec potentiomètre ou redresseur avec autotransformateur). On établit aux bornes de la cellule une tension définie, variable suivant le métal et la composition du bain, à laquelle correspond une certaine intensité.

Le montage du circuit varie suivant la méthode utilisée. On distingue trois méthodes de polissage.

- Méthode statique
- Méthode dynamique
- Méthode de polissage local.

1-1/ Méthode statique :

Ce sont les méthodes où le bain de polissage est statique. Elles se distinguent les unes des autres par le procédé d'alimentation de la cellule. On

peut utiliser soit une alimentation potentiométrique , soit une alimentation en série (fig:5) .

Le montage potentiométrique convient mieux si l'on doit utiliser des tensions élevées et des courants faibles , et le montage en série , convient mieux si l'on doit utiliser des courants intenses .

La structure de la cuve à électrolyse peut varier . On peut utiliser des électrodes planes disposées verticalement (fig:6a) , des électrodes planes horizontales avec l'anode en haut (fig:6.c) , des électrodes planes horizontales avec l'anode en bas (fig:6.b) . Dans le cas d'un fil ou d'un petit échantillon , le dispositif le plus rationnel est celui de la cathode cylindrique (fig:6.d) dans lequel l'échantillon se trouve sur l'axe de révolution de la cathode .

Les cellules de ce type peuvent posséder un agitateur constitué par une pale d'hélice . On peut aussi soutirer le bain au voisinage de l'anode et le renouveler en ajoutant un bain neuf .

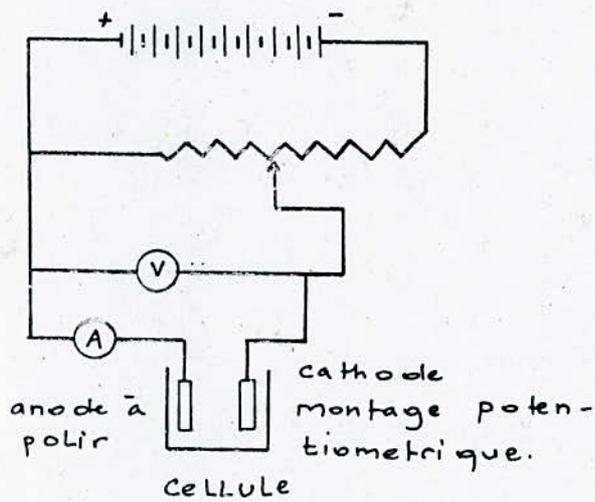


Figure: 5. a
Alimentation potentiométrique.

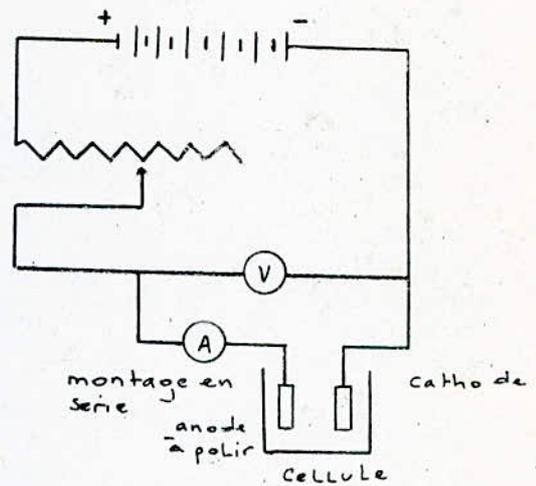


fig: 5. b
Alimentation en Série

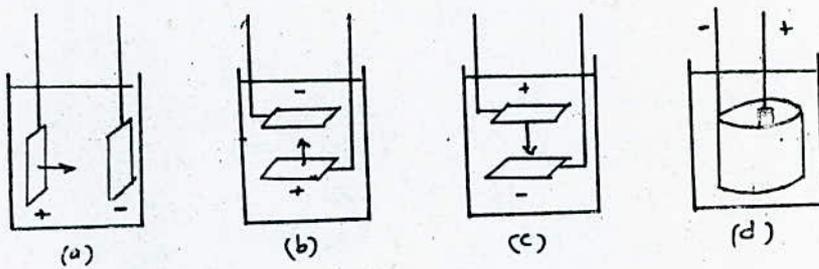


Figure: 6
Dispositif de cellules d'électrolyse différentes.

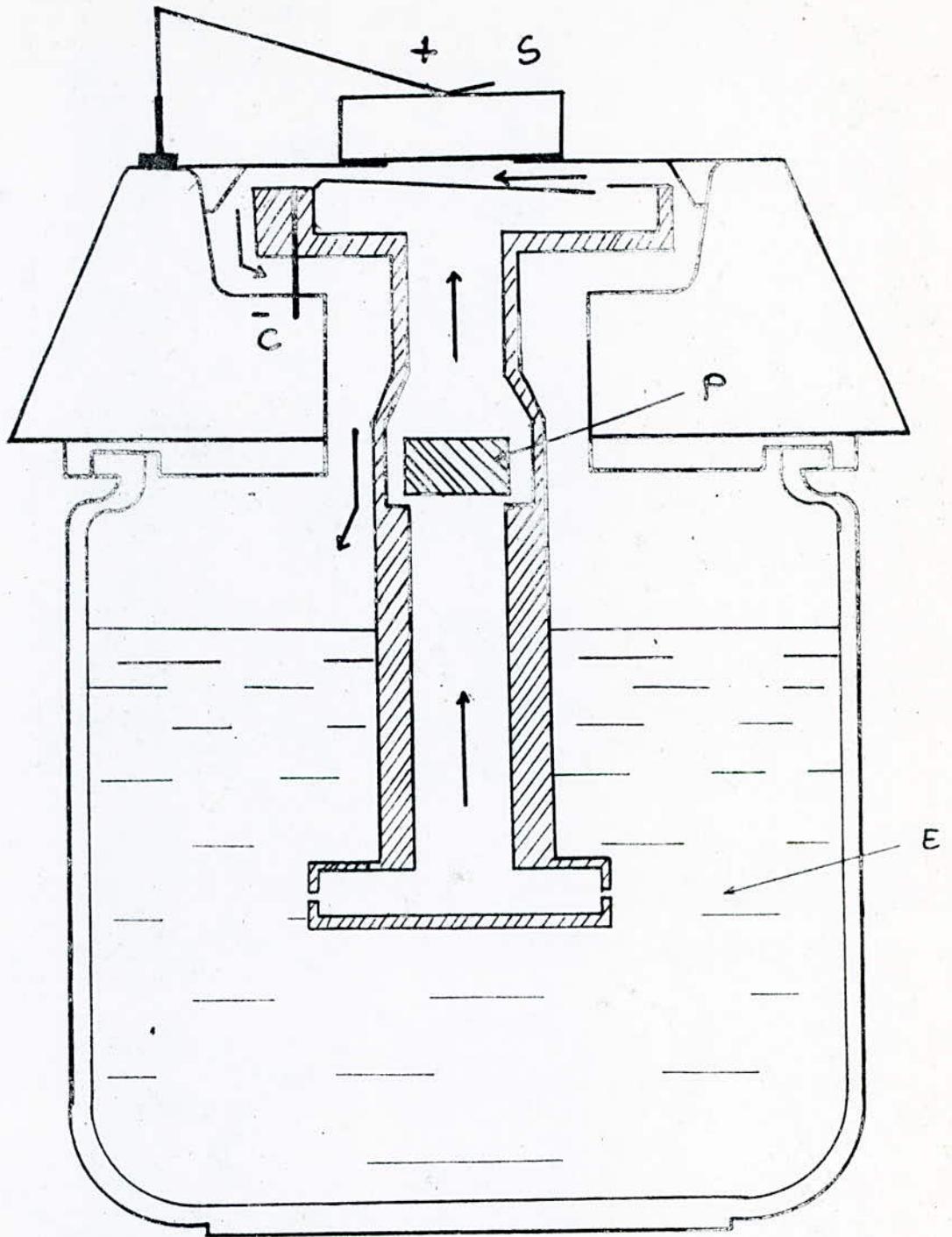
1-2/ Méthode dynamique :

Ce sont des méthodes automatiques dans lesquelles l'électrolyte est constamment renouvelé . On le fait souvent opérer en circuit fermé , une pompe de circulation assurant son mouvement .

Dans le procédé Disa-Electropol (fig: 7) l'échantillon , horizontal , est placé sur un couvercle dans lequel est ménagée une ouverture permettant le passage de l'électrolyte qui est constamment renouvelé sur la surface de l'échantillon .

La durée d'application de la tension est fixée à l'avance par une minuterie . On peut effectuer , dès que le polissage est terminé , une attaque dont la durée peut être également minutée ?

Ce procédé permet d'effectuer des électrolyses à très fortes densité de courant donc d'obtenir un polissage très rapide .



S: échantillon à polir
P: pompe de circulation

E: reserve d'electrolyte
c: cathode.

fig: 7 Schéma de l'appareil de polissage
 au jet Disa - Electropol.

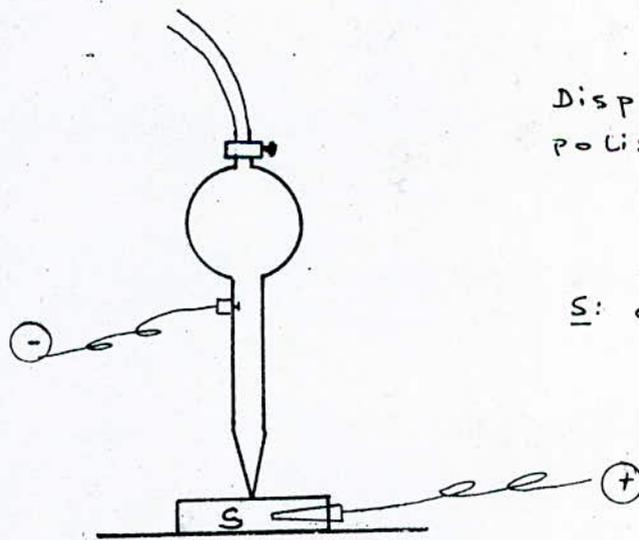
1-3/ Méthode de polissage local :

Ce sont des procédés utilisés surtout dans l'industrie pour l'observation de la structure des grosses pièces .

Le dispositif est semblable à celui de la fig:8 . Dans cet appareil , un tompon , à tête conductrice recouverte d'une coiffe en tissu spécial , joue le double rôle cathode mobile et receptacle d'électrolyte . Une pince reliée à la borne positive joue le rôle de fixe échantillon.

Il suffit de mettre une goutte d'électrolyte au contact du métal , qui sert d'anode , alors qu'un simple fil plongeant dans l'électrolyte, qui forme la goutte, fait fonction de cathode pour que le polissage soit réaliser en quelques secondes .

fig : 8



Dispositif de
polissage local

S: échantillon

I-2/ REALISATION DE LA CELLULE :

La figure 9 montre le schéma classique d'une cellule de polissage électrolytique . Une telle réalisation nécessite :

- Une alimentation en courant continu
- Un rhéostat
- Un voltmètre
- Un ampèremètre
- Une cellule de polissage
- Un système de chauffage

le tout monté suivant le circuit donné .

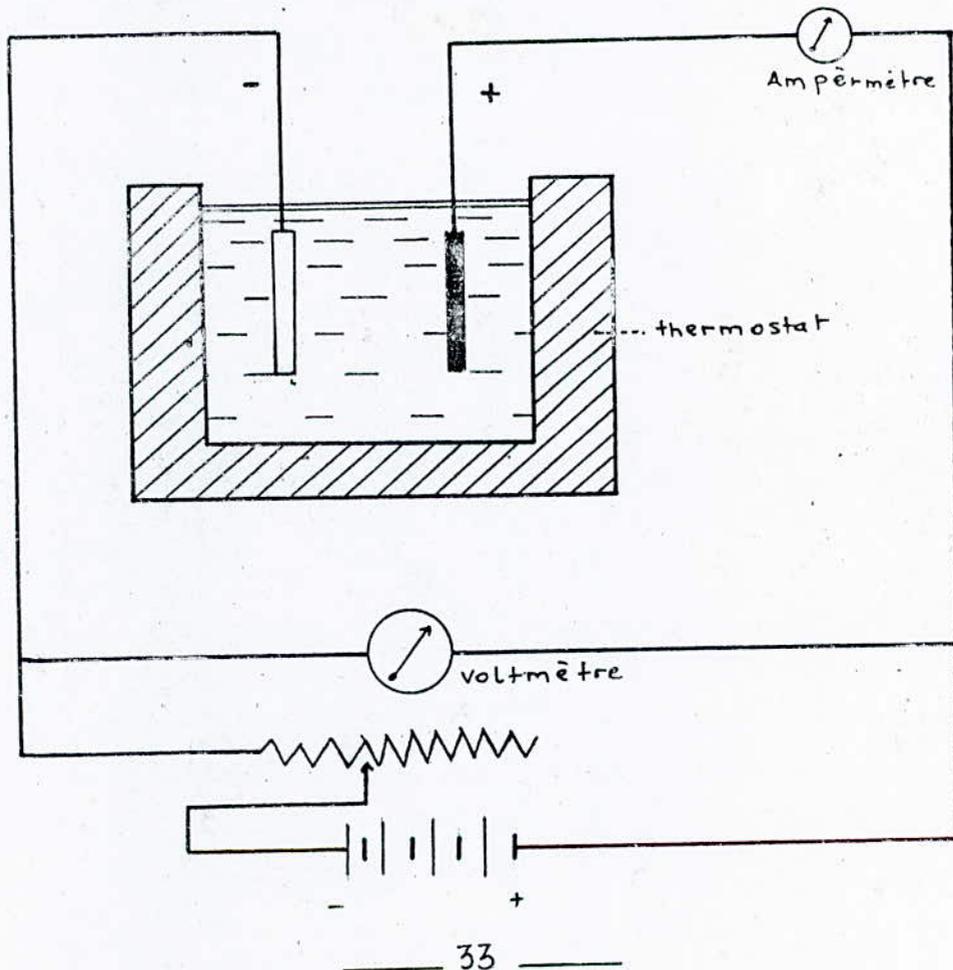


fig: 9
schéma
classique
d'une cellule
de polissage
électrolytique

2-1/ Appareillage électrique :

- L'Alimentation :

C'est un générateur de courant continu à tension variable de 0 à 40V et d'intensité maximum 2A .

La figure 10 de la page 36 montre le schéma complet de cet appareil .

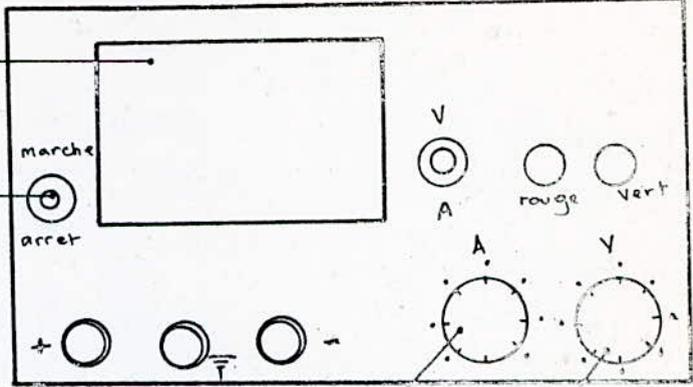
- L'Ampèremètre :

C'est un ampèremètre classique pouvant être utilisé pour la mesure du courant continu comme pour le courant alternatif , il dispose de plusieurs sorties (c'est à dire plusieurs calibres) allant de 0.001 à 0.5A .

La figure 11 de la page 36 indique tous les détails de cet appareil .

- Le Voltmètre :

C'est un voltmètre pouvant mesurer des tensions allant jusqu'à 450V en courant continu aussi bien qu'en courant alternatif . Voir figure 12 page 36 .



Cadrant de contrôle

Interrupteur de mise en service

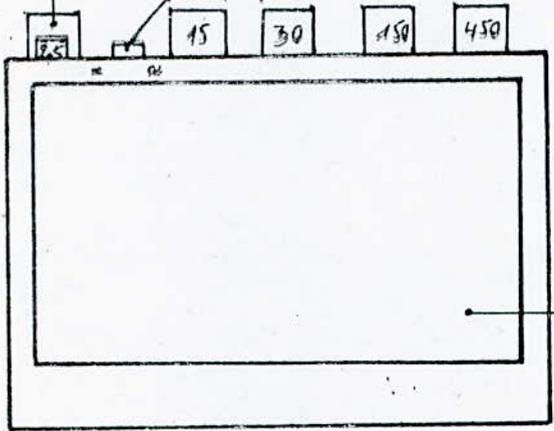
Borne d'entrée Positive

Interrupteur de Changement de Fonction = \approx

Rhéostat de Contrôle de AMP

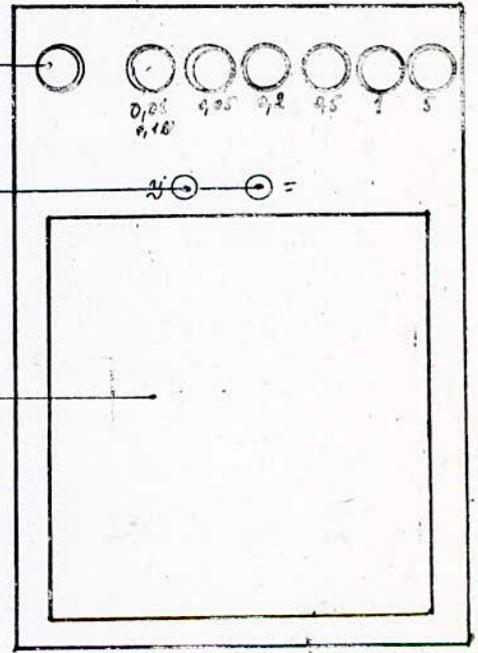
Rhéostat de contrôle de La d.d.P

Fig: : ALimentation



Cadrant de contrôle

Fig: : Voltmètre



Borne d'entrée

Interrupteurs de changement de fonction $\approx =$

Cadrant de contrôle

Fig: : Ampèremètre

2-2/ Présentation de la cellule :

Les figures 13 et 14 des pages 39 et 41 montrent tous les détails du model conçu , il est composé de deux parties: La cellule de polissage et le système de chauffage .

1- La cellule de polissage :

On distingue :

- Le porte électrode : C'est un assemblage de plusieurs barettes en plexiglasse, atteignant une certaine épaisseur , muni de plusieurs brrifices permettant de varier la distance entre les électrodes et de les maintenir verticales .

- Les électrodes :

- . La cathode est une électrode inattaquable en graphite taillé de façon à présenter une face verticale et de surface assez grande pour couvrir tout l'échantillon à polir .

Ce graphite est maintenu vertical grâce aux deux tiges en verre (4) et (6) et à la résine (6) .

- . L'anode est conçue de façon à présenter l'échantillon face à polir verticale et sensiblement parallèle à celle du graphite .

La tige de fixation 16 présente à sa partie inférieure un angle droit où se fixe le porte échantillon grâce au joint (9) . L'échantillon est maintenu fixe à l'aide du joint (15) .

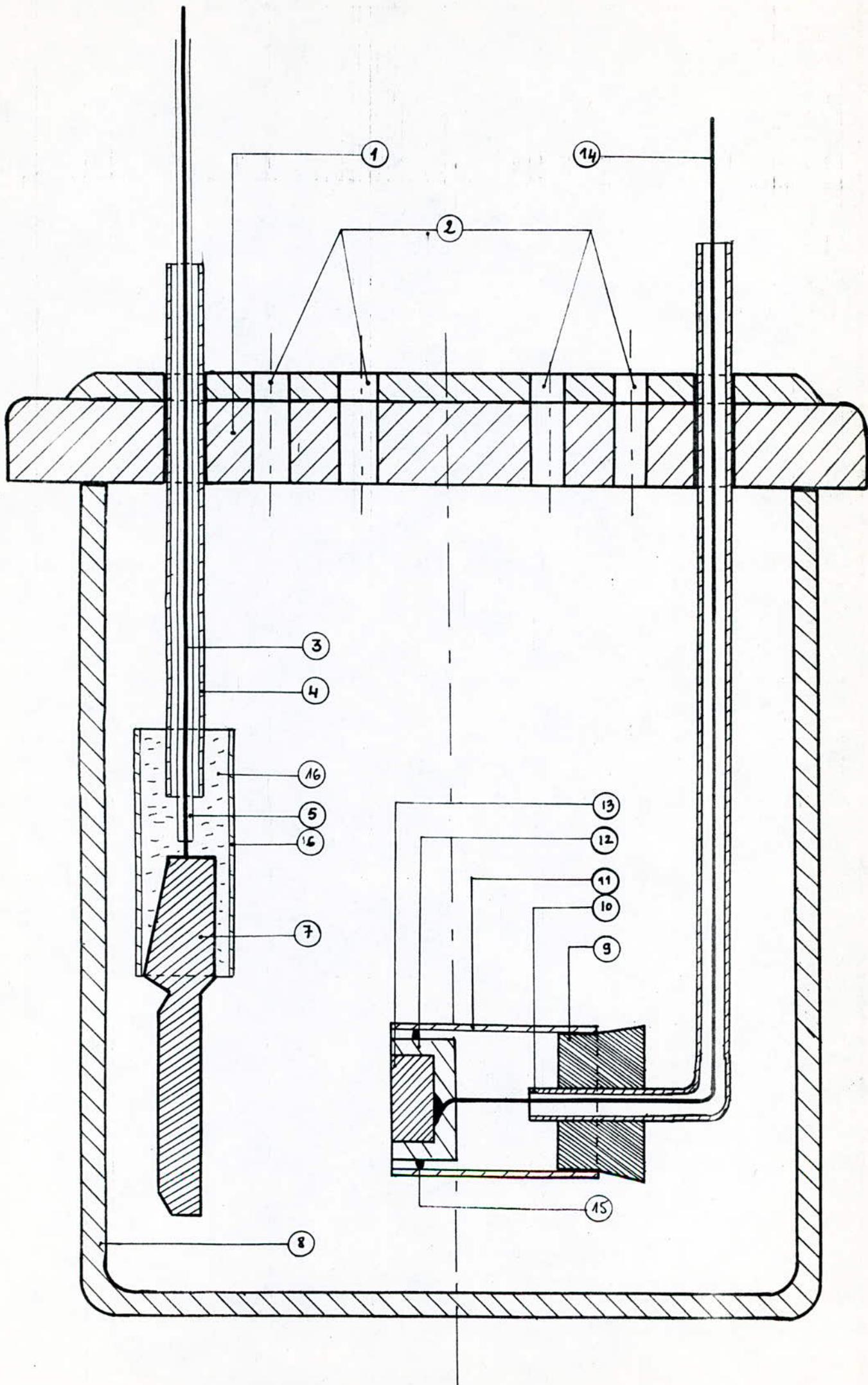
Les électrodes ont été réalisées avec des matériaux ne réagissant pas avec les bains d'électrolyse . Il est recommandé de n'utiliser que 500 ml de solution afin d'éviter son contact avec la résine fixant le graphite .

- La cuve à électrolyse est de forme cylindrique pouvant atteindre une capacité de 1000 ml .

2^e Le système de chauffage :

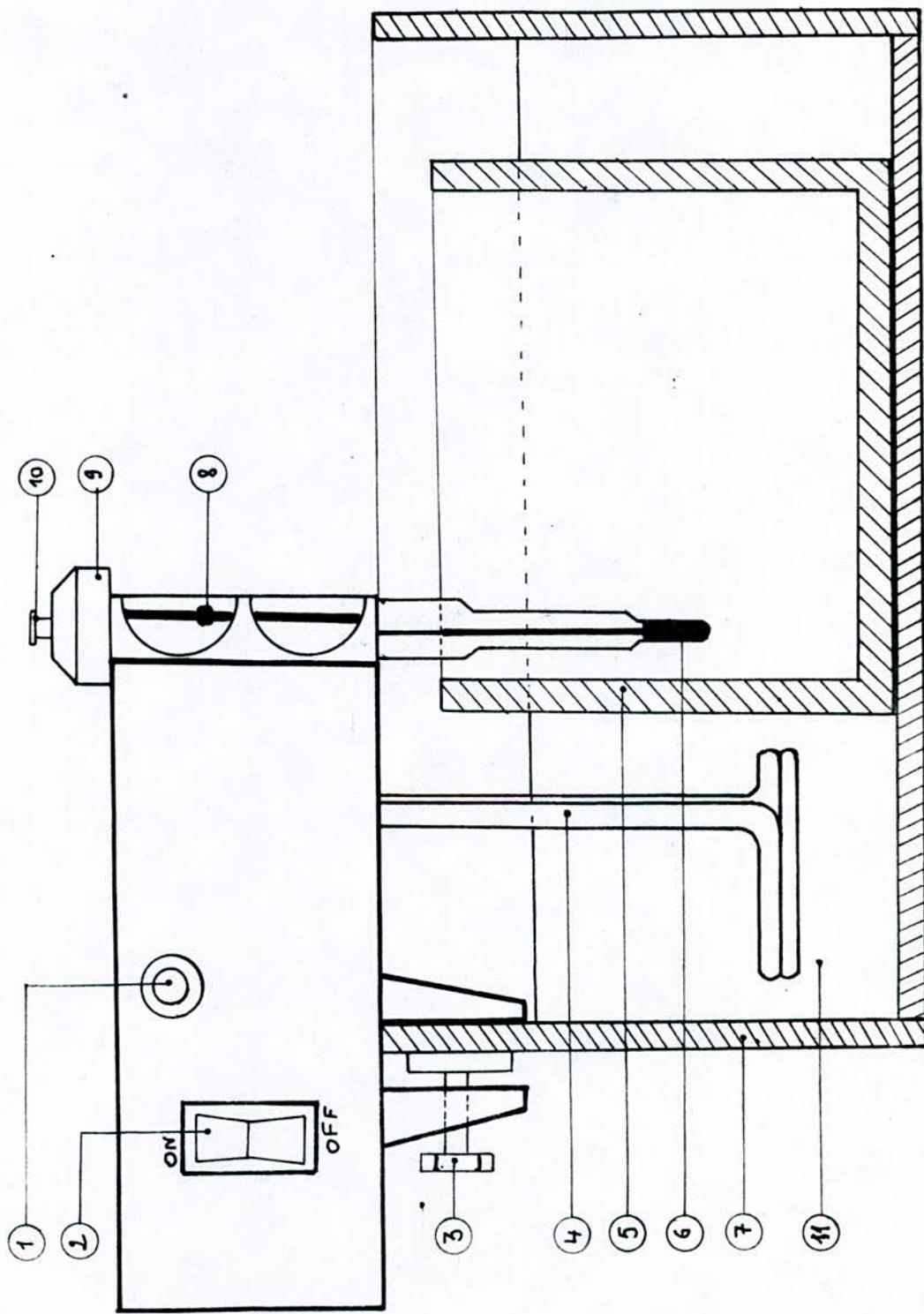
Le chauffage est réalisé à l'aide d'un thermoplongeur pour bain thermostaté , son domaine de température est entre 20 et 140°C .

Le chauffage est réalisé en bain marre . On fixe l'appareil à la cuve en plexiglas de façon à ce que son thermoplongeur soit plongé dans l'eau et son thermocouple dans le bain d'électrolyse (voir fig:14) ainsi la température enregistrée sera celle du bain .



LEGENDE DE LA FIGURE :

- ① Porte électrodes
- ② Orifices pour le réglage de la distance entre les électrodes .
- ③ Fil électrique vers la borne négative
- ④ Tube en verre
- ⑤ Gaine très souple
- ⑥ Résine
- ⑥ Tube en verre
- ⑦ Graphite
- ⑧ Cuve à électrolyse
- ⑨ Joint d'étanchièté
- ⑩ Tube en verre fixant l'anode
- ⑪ Porte échantillon
- ⑫ Résine d'enrobage
- ⑬ Echantillon
- ⑭ Fil électrique vers la borne positive.
- ⑮ Joint fixant l'échantillon .



LEGENDE DE LA FIGURE :

- ① Témoin de mise en service
- ② Intérupteur de mise en service
- ③ Vis de fixation du thermoplongeur
- ④ Résistance chauffante
- ⑤ Cuve à électrolyse
- ⑥ Thermocouple
- ⑦ Bac en pléxiglas
- ⑧ Curseur indiquant la température fixée
- ⑨ Vis de réglage de la température
- ⑩ Vis fixant la température réglée
- ⑪ Eau du robinet .

2-3/ Montage de la cellule :

Le montage est semblable à celui de la figure : 15 .

Le voltmètre est en parallèle avec l'alimentation et l'ampèremètre en série avec la cellule , pour le réaliser on procède comme suit :

A la borne positive de l'alimentation (① sur la figure) on raccorde respectivement les deux bornes d'entrées ② et ③ du voltmètre et de l'ampèremètre .

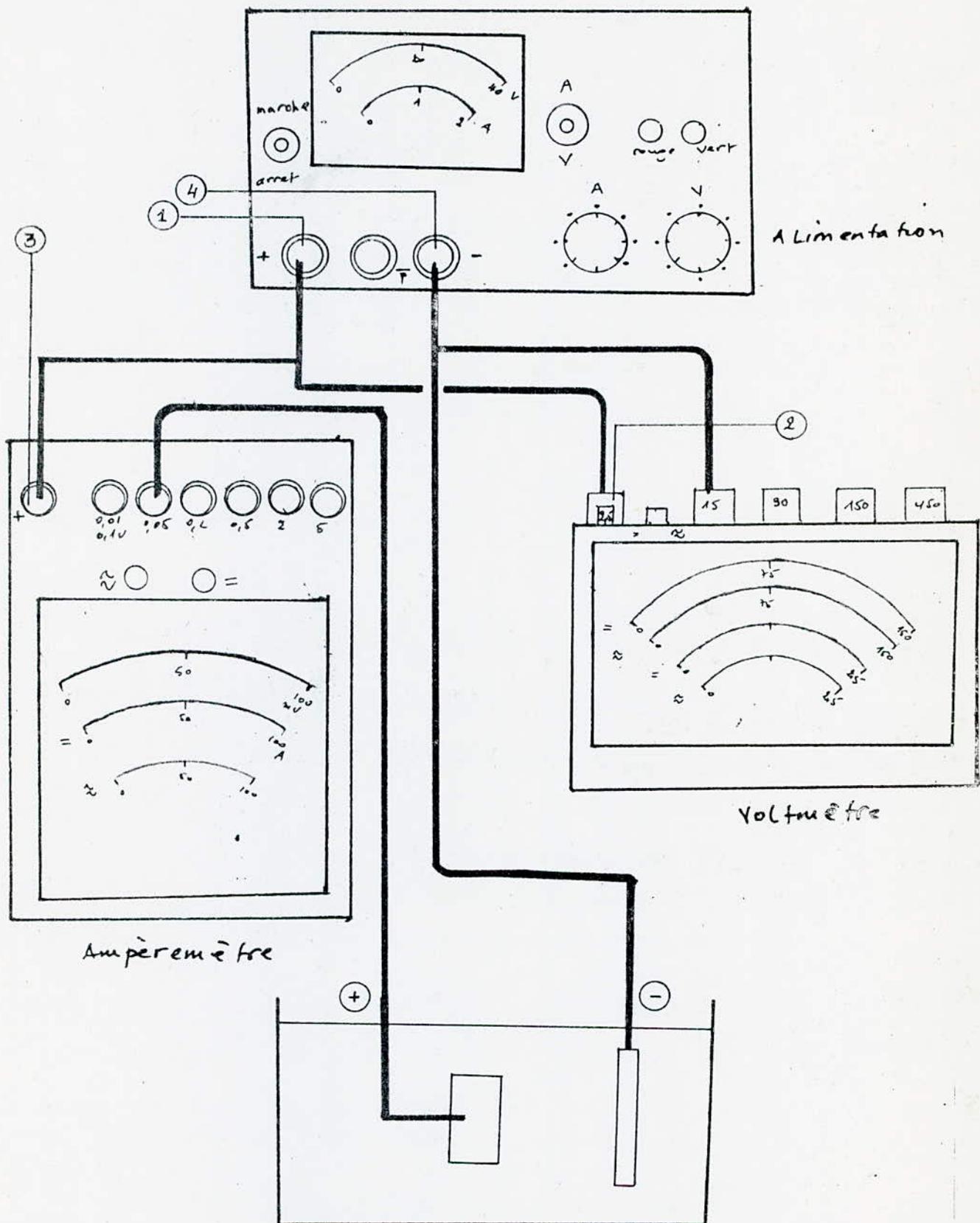
A la borne négative ④ de l'alimentation on fait correspondre l'électrode en graphite ainsi qu'un des calibres du voltmètre et , enfin , on lie l'anode à un des calibres de l'ampèremètre . On a ainsi réalisé le montage désiré.

2-4/ Mode d'emploi :

2-4-1/ Préparation de l'échantillon :

- Sur l'échantillon à polir , on soude un fil électrique , guainé très souple , à l'aide d'étain et d'un fer à souder .

- On procède ensuite à son enrobage (à l'aide de résine pour enrobage à froid) : Dans un moule , cylindrique et flexible , on dépose l'échantillon face à polir



vers la base du moule . Dans un récipient on prépare la résine en mélangeant , en volume , $2/3$ de poudre blanche avec $1/3$ de liquide jusqu'à obtention d'un liquide très visqueux , ensuite on le verse sur l'échantillon . S'assurer que la gaine du fil électrique débute à l'intérieur de l'enrobage .

- 15 mn après , on peut démouler l'échantillon , on le passe ensuite au papier verre (polissage mécanique) afin d'éliminer le maximum de rugosité et de rendre la surface à polir très plane .

- L'échantillon est ensuite placé dans le porte échantillon comme indiqué sur la figure .

2-4-2/ Précautions d'emploi :

Le montage de la figure réalisé on doit avant tout emploi s'assurer des points suivants :

- Le rhéostat de réglage de l'ampérage est au maximum (on le tourne complètement vers la droite) le courant qui traversera la cellule sera alors égal à celui déterminé par la résistance de celle-ci et qu'on lira sur l'ampèremètre .

- Le rhéostat de réglage de la d.d.p est au point zéro .

- Le voltmètre et ampèremètre sont tous les deux sur le mode continu , ceci en mettant le bouton (3) de la figure sur position et en enfonçant le bouton noir de l'ampèremètre .

- Le thermomètre du thermoplongeur est bien plongé dans le bain de polissage . (c'est à dire à l'intérieur de la cuve en verre , voir figure 14 page 41).

- Le niveau de l'eau dans le bac en plexiglace doit être supérieur à celui du bain dans la cuve et ceci pour plus de commodité .

Ces précautions étant prises , on procède comme suit:

- On fixe la température de polissage en tournant la vis de réglage (9) sur la fig:14) le curseur (8) permettra de déterminer la température fixée .

- On bloque cette température à l'aide de la vis de blocage (10) .

- On met le système de chauffage en service (à l'aide de l'interrupteur (2) sur position ON) , le témoin (1) sera alors allumé .

- Lorsque la température désirée est atteinte , le témoin de mise en service s'éteint , on plonge alors

les électrodes dans le bain en s'assurant que les deux faces , électrode en graphite et échantillon , sont sensiblement parallèles, on met immédiatement l'alimentation en service et on fait varier la d.d.p à l'aide du rhéostat de contrôle .

2-4-3/ Lecture de U et de I sur le voltmètre et sur l'ampèremètre :

Le procédé est le même dans les deux cas . Le calibre étant choisi, la lecture se fera sur les graduations devant lesquelles se trouve le signe " = " .

Par exemple , dans le cas de l'ampèremètre , la lecture se fait sur les graduations du milieu .
Si on choisit le calibre 2A et que l'aiguille indique 55 graduations , le courant qui traverse l'ampèremètre sera alors, en faisant la règle de trois :

100 graduations	-----	2A
55 graduations	-----	I

$$I = \frac{55}{100} \cdot 2 = 1.1 \text{ A}$$

Le courant traversant la cellule est de 1.1A .

De la même manière on procède pour lire la d.d.p .

I-3/ CONDUITE D'UN ESSAI DE POLISSAGE :

3-1/ Détermination du courant et de la tension optimum de polissage :

La méthode la plus facile pour la recherche des conditions optimales de polissage consiste à tracer la courbe caractéristique d'électrolyse $I = f(U)$.

Le procédé consiste à faire croître progressivement la tension U appliquée aux bornes de la cuve en tournant le rhéostat de contrôle vers la droite. Le courant traversant la cellule est lu en même temps que U varie. L'opération dure jusqu'à ce que le palier soit atteint puis dépassé.

Le courant et la tension optimum seront les valeurs données à l'extrême droite du palier.

3-2/ Détermination de la durée optimale de polissage:

Le procédé est le suivant :

Les opérations citées au 2-4-2 réalisées, on plonge les deux électrodes dans le bain, on augmente la d.d.p jusqu'à sa valeur optimale (déterminée dans la courbe $I = f(U)$) et lorsque I atteint

à son tour sa valeur optimale on chronomètre , dès qu'une oscillation de l'aiguille de l'ampèremètre est observée , on arrête l'opération et le temps optimum de polissage sera celui écoulé entre le moment où l'aiguille s'est stabilisée et celui où elle a oscillé.

----- 0000 00 0000 -----

II- P O L I S S A G E D E C E R T A I N S A L L I A G E S M E T A L L I Q U E S :

Des essais de polissage ont été effectués pour trois alliages différents : aluminium , cuivre et acier XC90 .

Pour chacun de ces alliages on a tracé la courbe $I = f(U)$ et déterminé le temps de polissage .

II-1/ P O L I S S A G E D U C U I V R E :

L'échantillon à polir est un alliage de cuivre de surface $S = 50.27 \text{ mm}^2$, après enrobage il est dégrossi au papier 600 .

Le polissage est réalisé dans un bain d'acide ortho-phosphorique de densité 1.71 à la température de 60°C .

1-1/ D é t e r m i n a t i o n d u c o u r a n t e t d e l a t e n s i o n o p t i m u m s :

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau "1" de la page 52 .

Le graphe représentant la variation de l'intensité en fonction de la tension est donné dans la figure 16 page 53

L'échelle choisie pour son tracé est la suivante :

pour le courant on a :

1 cm ----- $18 \cdot 10^{-7} A$

pour la tension on a :

1 cm ----- $0,16 V$

1-2/ Détermination du temps optimum :

Dans les mêmes conditions de travail que pour le tracé de la courbe $I = f(U)$, les temps de polissage obtenus pour trois essais différents sont :

1 ^{er} essai	t_1	-----	6' 02"
2 ^{eme} essai	t_2	-----	5' 20"
3 ^{eme} essai	t_3	-----	4' 55"

le temps optimum de polissage est alors la moyenne des trois temps obtenus :

t_m ----- 5' 27"

1-3/ Interprétation des résultats :

Le polissage du cuivre est peut être le cas le plus simple à réaliser, la composition de son bain n'est pas complexe, acide orthophosphorique pur, avec une d.d.p et un courant de polissage très faibles.

1- La courbe obtenue est particulièrement nette. Aux

premières valeurs de la tension , nous avons une augmentation de l'intensité du courant en fonction de la tension , la formation de la couche visqueuse provoque une importante chute de l'intensité traversant la cuve (BC) . Il se produit ensuite un phénomène de sursaturation qui se traduit par l'existence du palier horizontal CD : la mobilité des ions qui constituent la couche visqueuse est limitée par la viscosité du milieu dans lequel ils se déplacent ; un accroissement très sensible de la tension de la valeur V_c à la valeur V_d ne modifie pratiquement pas leur mouvement. Le palier d'intensité CD est interrompu au point D par le dégagement d'oxygène à l'anode qui détruit la couche visqueuse . On passe du régime d'électrolyse invisible au régime d'électrolyse avec départ de gaz .

La valeur optimale d'électrolyse est voisine de V_d et est de l'ordre de 2.2V dans notre cas .

2- Le temps de polissage déterminé renforce le fait que le polissage du cuivre est le cas le plus simple à réaliser (environ 5 mn) . Les quelques variations de temps entre les trois essais sont principalement dues aux conditions expérimentales car lors des essais le chauffage a été réalisé à l'aide de rubans chauffants qui offrent une très grande incertitude quant à la température .

ESSAI POUR LE CUIVRE dans une solution
d'acide orthophosphorique de densité 1.71
Température fixée à 60°C

	0.0	0.1	0.3	0.5	0.7	1.0	1.2	1.4
	65	60	110	105	210	170	170	170
	10	60	75	90	205	180	175	170
	37.5	60.0	92.5	100.0	207.5	175.0	172.5	170.

1.6	1.8	2.0	2.2	2.4	2.6	2.8	3.0
170	170	170	170	185	335	1825	2700
170	170	170	170	175	360	1600	2650
170.0	170.0	170.0	170.0	180.0	347.5	1712.5	2675.

TABEAU : 1 : Résumant les résultats obtenus pour
le cuivre .

Fig : 16 : Graphe de la variation du courant
en fonction de la tension :
Cas du Cuivre.

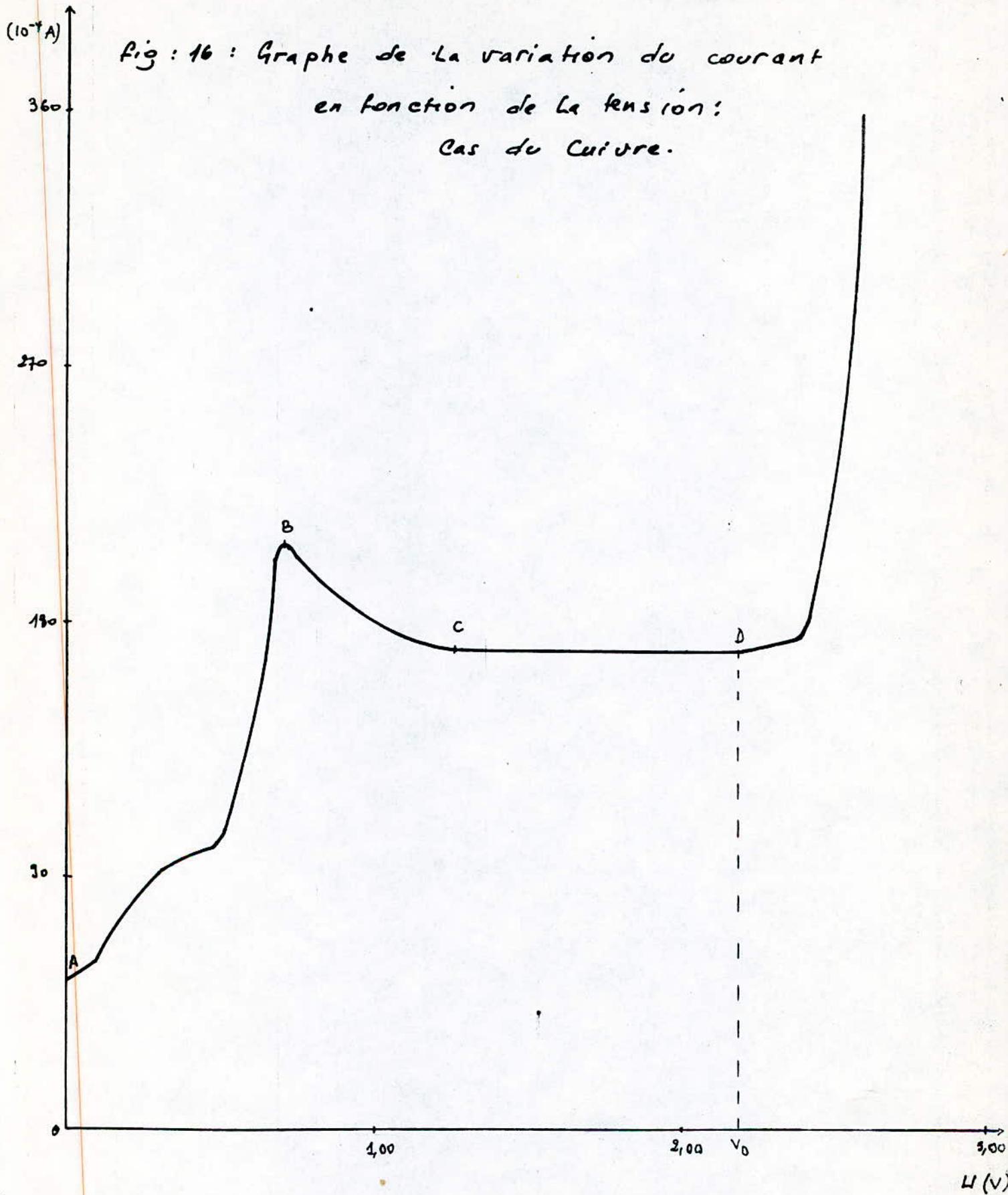


Fig : 16 :

En somme nous pouvons dire que le polissage du cuivre est très réussi et qu'avec le thermoplongeur les résultats seront nettement meilleurs .

II-2 : POLISSAGE DE L'ALLUMIUM :

L'échantillon à polir est un alliage d'allumium de surface $S = 15.90 \text{ mm}^2$ dégrossi au papier 1000 après enrobage .

Le polissage est réalisé dans un bain de composition:

- 200 cm^3 acide orthophosphorique $d: 1.71$.
- 380 cm^3 éthanol $d: 95$.
- 250 cm^3 eau distillé .

à la température de 60°C .

2-1/ Détermination du courant et de la tension optimums:

Les résultats obtenus lors des essais sont résumés dans le tableau "2" de la page 56 .

Le graphe représentant la variation de l'intensité du courant en fonction de la d.d.p est donné dans la figure 17 page 57 .

L'échelle choisie pour son tracé est la suivante :

Pour le courant :

1 cm ----- $10 \text{ (} 10^{-4} \text{) A}$

Pour la tension :

1 cm ----- 1,25V

2-2: Détermination du temps optimum:

Dans les mêmes conditions de travail que pour le tracé de la courbe intensité - tension , les temps de polissage obtenus pour trois essais différents sont :

1^{er} essai : t_1 ----- 18'56"

2^{eme} essai : t_2 ----- 24'21"

3^{eme} essai : t_3 ----- 32'05"

t_m ----- 24'33"

2-3/ Interprétation des résultats :

Le polissage de l'alluminium , avec le matériel dont on dispose , pose beaucoup de problèmes .

Théoriquement , le polissage de l'alluminium, dans un bain de même composition que celle citée , nécessite une d.d.p de 50 à 60V et une densité de courant de 0.35 A/cm^2 , or, notre alimentation ne fournit que 40V .

Pour résoudre ce problème nous avons pris un échantillon de faible surface et nous avons élevée la température jusqu'à 60°C .

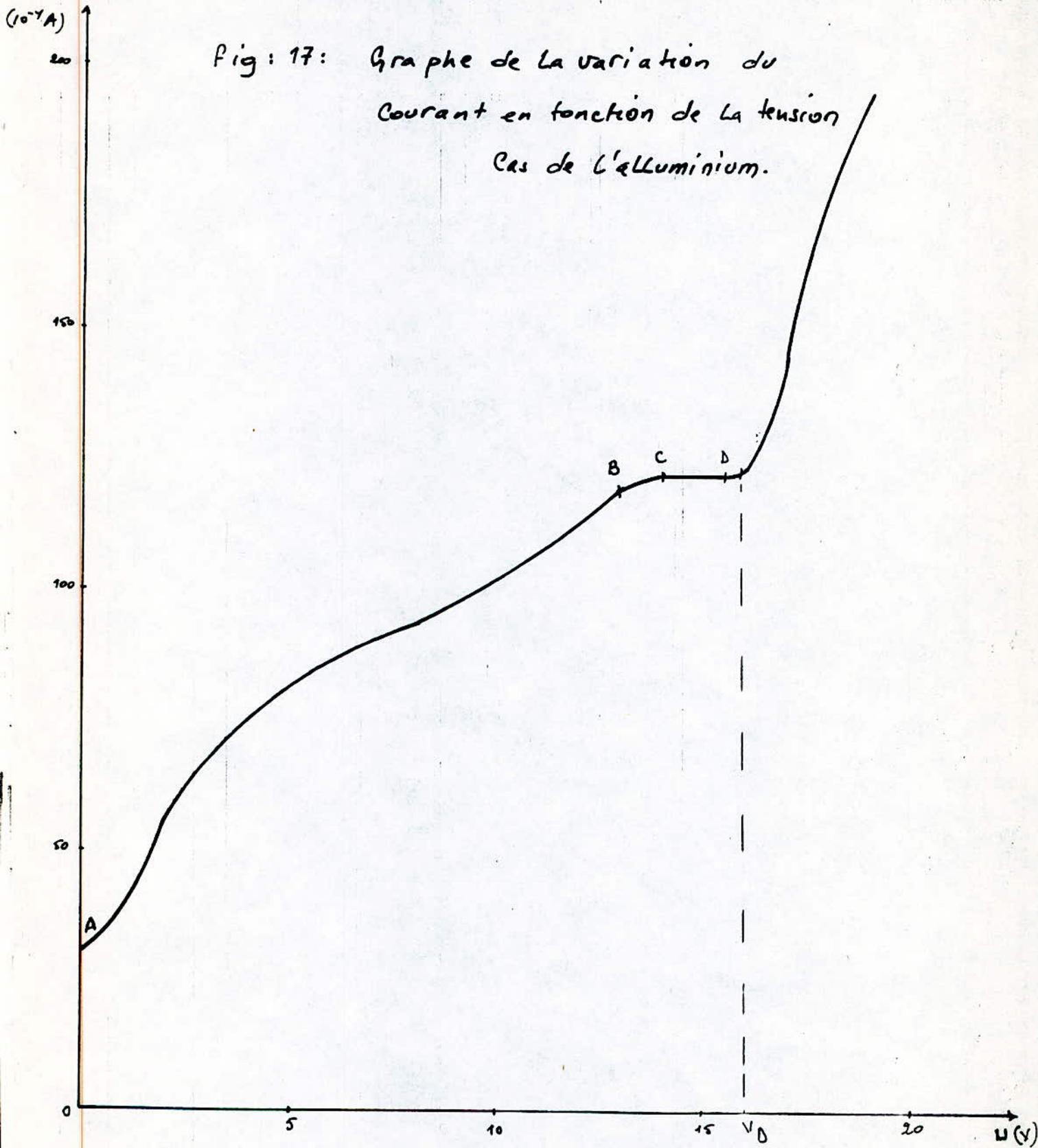
ESSAI POUR L'ALUMINIUM dans un bain de
 composition : - 200 cm³ acide orthophosphorique d: 1.71
 - 380 cm³ éthanol d: 95
 - 250 cm³ eau distillée .
 Température : 60°C

	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0
	28	34	50	60	68	75	81	90
	33	43	65	68	74	76	80	80
	30.5	38.5	57.5	64.0	71.0	75.5	80.5	85.0

8.0	9.0	10.0	11.0	12.0	13.0	14.0	15.0
96	100	108	113	118	120	122	124
85	87	89	93	95	105	118	120
90.5	93.5	98.5	103.0	106.5	112.5	120.0	122.0

16.0	17.0	18.0	19.0	20.0	21.0	22.0	23.0
124	124	160	170	180	195	210	225
120	122	150	185	210	225	230	270
122.0	123.0	145.0	177.5	195.0	210.0	220.0	247.5

TABLEAU : 2 : Résumant les résultats obtenus pour l'alluminium .



1- Le graphe obtenu , quoique pas très exact , présente les caractéristiques d'une courbe de polissage . Dans la première portion de la courbe (AB) , il y a attaque normale de l'aluminium , le courant augmente avec la tension puis cette augmentation est freinée par l'apparition de la couche visqueuse (portion BC) jusqu'à se stabiliser au point C . Le palier, bien que trop petit , est assez net sur la portion CD caractérisant ainsi le domaine du polissage électrolytique . Au point "D" on constate le relèvement brutal correspondant au dégagement d'oxygène et à la destruction de la couche visqueuse .

2- Les temps de polissage déterminés lors des trois essais effectués sont assez différents et ceci pour les raisons suivantes :

- Le chauffage est réalisé à l'aide d'un ruban chauffant , ce qui donne une très grande incertitude quant à la température .

- Nous trouvons une quantité assez importante d'eau dans la solution de polissage , or , cette eau , avec le temps et l'élévation de la température , s'évapore et conduit à un changement de la composition du bain au cours de l'opération .

- Les expériences ont été réalisées avec un seul bain et la dissolution du métal lors des expériences conduit à la présence de certaines impuretés dans le bain ce qui a pour effet de compromettre le bon déroulement de l'opération de polissage .

En dépit de tout cela , nous pouvons dire que le polissage de l'alluminium est assez réussi puisque les résultats obtenus nous permettent de déterminer les conditions optimales de polissage qui sont :

U ----- 17 V
I ----- $122 \cdot 10^{-4}$ A
t ----- 24' 33''

N.B: Ces résultats ne sont applicables que dans des conditions de travail semblables aux nôtres et ne peuvent en aucun cas être généralisées .

II-3/ POLISSAGE DE L'ACIER XC90 :

L'échantillon à polir est acier XC90 de surface $S = 190 \text{ mm}^2$ dégrossi au papier 600 après enrobage .

Le polissage a été réalisé dans un bain pour polissage industriel de composition :

- Acide sulfurique 66° ----- 15%
- Acide phosphorique ----- 63%
- Eau distillée ----- 22%

à la température de 60°c .

3-1/ Détermination du courant et de la tension optimums :

Les résultats obtenus lors des essais sont résumés dans le tableau 3 page 61.

Le graphe représentant les variations de l'intensité du courant en fonction de la tension est donné dans la figure 18 page 62 .

L'échelle choisie pour le tracé du graphe est :

Pour le courant :

1 cm ----- 0,03 (A)

Pour la tension :

1 cm ----- 0,4V

3-2 : Détermination du temps optimum :

Dans les mêmes conditions de travail que précédemment , les temps de polissage obtenus pour trois essais différents sont les suivants :

ESSAI POUR L'ACIER XC90 dans un bain pour
polissage industriel de composition :

Acide sulphurique 66° ----- 15%

Acide phosphorique ----- 63%

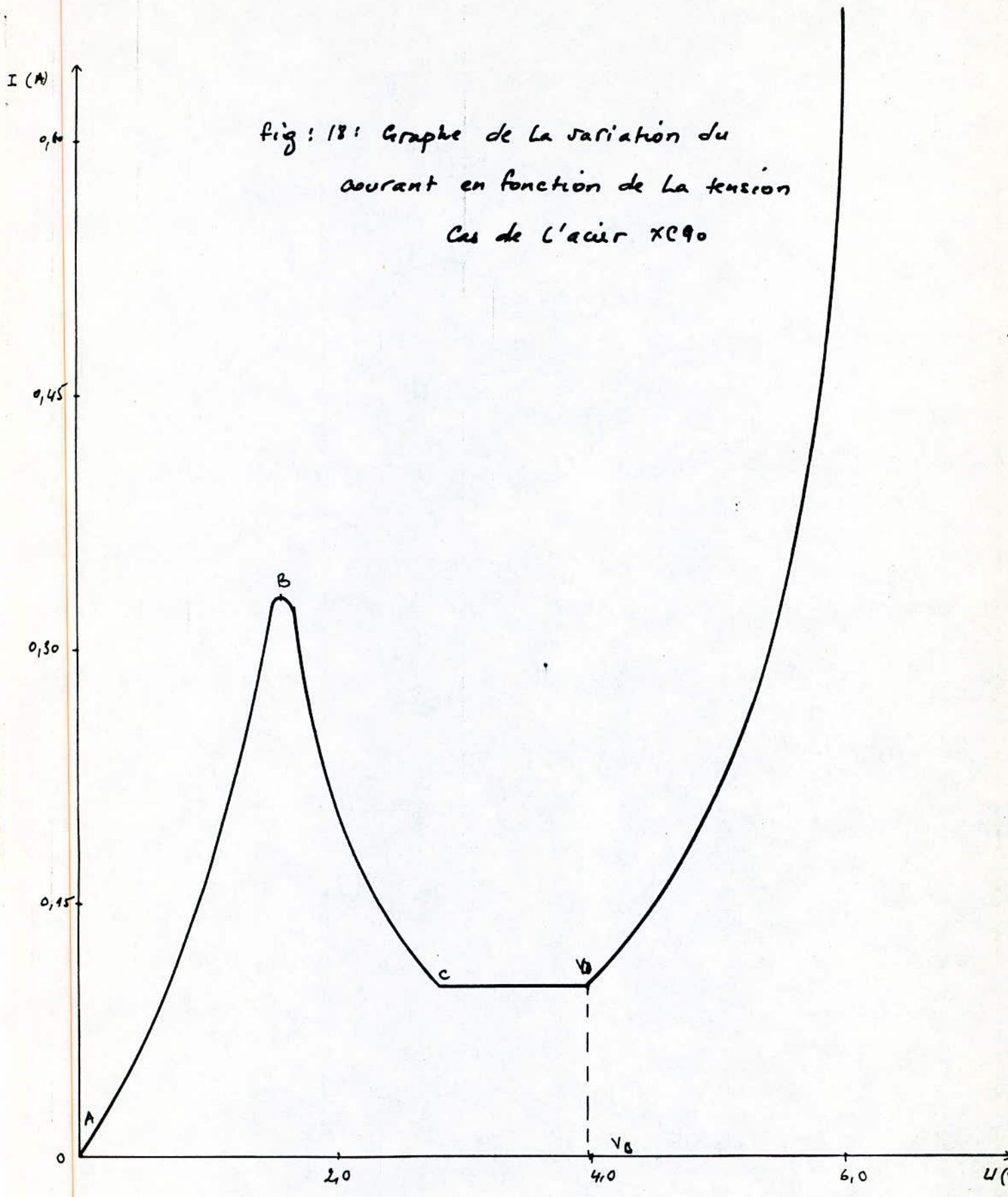
Eau distillée ----- 22%

	0.0	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0	2.4	2.8
	0.00	0.00	0.10	0.25	0.35	0.20	0.10	0.10
	0.00	0.05	0.13	0.25	0.30	0.23	0.15	0.10
	0.00	0.03	0.12	0.25	0.33	0.22	0.13	0.10

3.2	3.6	4.0	4.4	4.8	5.2	5.6	6.0
0.10	0.10	0.10	0.15	0.20	0.28	0.40	0.65
0.10	0.10	0.10	0.13	0.15	0.20	0.35	0.70
0.10	0.10	0.10	0.14	0.16	0.24	0.38	0.68

TABEAU : 3 : Résumant les résultats obtenus pour
l'acier XC90 .

fig: 18: Graphe de la variation du courant en fonction de la tension
Cas de l'acier XC90



1 ^{er} essai	-----	7' 18"
2 ^{eme} essai	-----	7' 30"
3 ^{eme} essai	-----	7' 22"
t_m	-----	7' 24"

3-3/ Influence de la température :

La courbe représentative de la variation du courant en fonction de la tension a été tracée pour trois températures différentes , 60 - 70 et 80°C , les résultats sont résumés dans les tableaux 4 et 5 pages 64 et 65

Les courbes ont été tracés dans un même graphe et avec la même échelle que précédemment .

3-4/ Interprétation des résultats :

Les essais sur l'acier XC90 ont été réalisés à l'aide du thermoplongeur pour bain thermostaté et les résultats obtenus sont très compatibles entre eux .

1- La courbe représentative de la variation du courant en fonction de la tension obtenue lors de ces essais est très nette et est très compatible avec la courbe théorique de polissage .

Dans la portion AB de la courbe nous avons attaque normale de l'acier puis cette attaque se voit freinée

INFLUENCE DE LA TEMPERATURE :

Acier XC90 dans un bain pour polissage industriel de

composition :
 Acide sulphurique 66° ----- 15%
 Acide phosphorique ----- 63%
 Eau distillée ----- 22%

	0.0	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0	2.4	2.8
	0.00	0.10	0.18	0.45	0.25	0.20	0.18	0.18
	0.00	0.05	0.25	0.50	0.40	0.35	0.20	0.18
	0.00	0.08	0.22	0.48	0.33	0.28	0.19	0.18

	3.2	3.6	4.0	4.4	4.8	5.2	5.6	6.0
	0.18	0.18	0.18	0.25	0.30	0.60	0.90	1.10
	0.18	0.18	0.18	0.25	0.40	0.55	1.10	1.25
	0.18	0.18	0.18	0.25	0.35	0.58	1.00	1.18

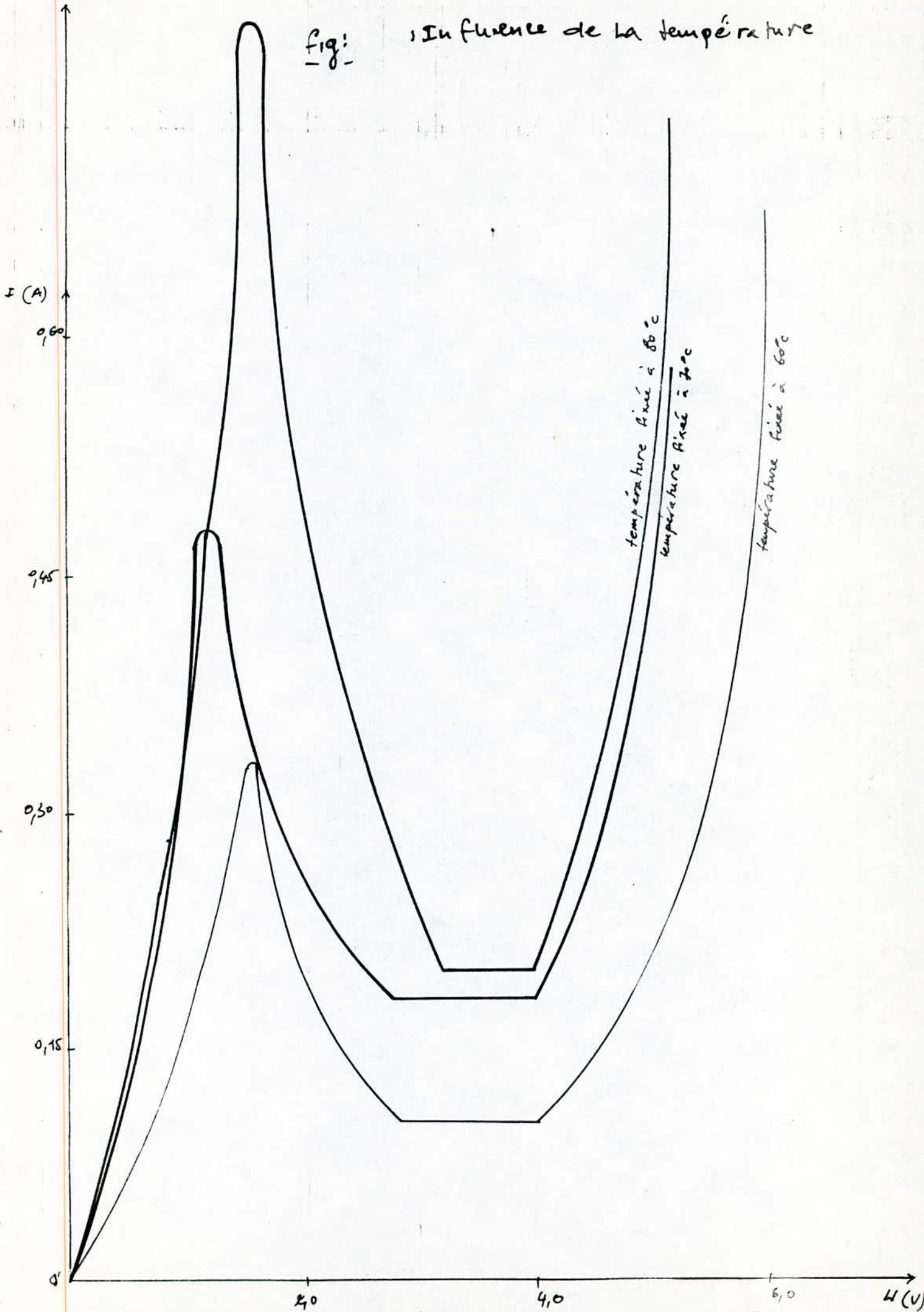
TABLEAU : 4-1 : Résumant les valeurs obtenues pour la température de 70°C

	0.0	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0	2.4	2.8
	0.00	0.20	0.25	0.50	0.80	0.65	0.40	0.30
	0.00	0.18	0.25	0.45	0.60	0.70	0.45	0.25
	0.00	0.19	0.25	0.48	0.80	0.68	0.43	0.28

3.2	3.6	4.0	4.4	4.8	5.2	5.6	6.0
0.20	0.20	0.20	0.23	0.45	0.75	1.00	1.30
0.20	0.20	0.20	0.30	0.50	0.80	1.10	1.30
0.20	0.20	0.20	0.27	0.48	0.78	1.05	1.30

TABLERAU : 4-2 : Résumant les valeurs obtenues pour la température de 80°C .

fig: Influence de la température



par l'apparition de la couche visqueuse (portion BC) qui limite la mobilité des ions . Au point C apparait le domaine du polissage électrolytique qui s'étend jusqu'au point D où un relèvement brutal caractérise le dégagement abondant d'oxygène et la destruction de la couche visqueuse .

Les valeurs optimales de polissage que l'on retrouve dans la courbe sont :

U ----- 4.0 v

I ----- 0.10

2- Les temps optimums de polissage obtenus pour les trois essais sont pratiquement les mêmes (ceci est dû , comme nous l'avons cité précédemment , aux bonnes conditions de travail notamment l'utilisation du thermopipon longueur .) et montrent avec quelle facilité le polissage de cet acier peut être réalisé.

3- D'après les graphes obtenus , on constate que le courant optimum de polissage augmente avec la température tandis que la d.d.p reste sensiblement la même . Ces résultats vérifient bien la relation donnée au 1-2-2 de la partie théorique selon laquelle le courant varie dans le même sens

courant vari dans le même sens que la température .

$$I = K_1 S_m \exp \left(- \frac{w_1 - q_1 U}{RT} \right)$$



CONCLUSION

La technique du polissage électrolytique est devenue à présent de pratique courante dans les laboratoires de métallographie .

Elle est en effet applicable à la quasi-totalité des métaux et alliages et elle présente sur les techniques de polissage mécanique nombre d'avantages , dont le plus décisif est la suppression de tout effet perturbateur sur les structures à étudier .

Avec le polissage électrolytique , aucune transformation de la structure normal du spécimen n'est à craindre . Bien plus , il élimine par simple dissolution les couches oxydées et de structures anormales provoquées par un dégrossissage ou un polissage mécanique antérieurs .

Pour le cas particulier de l'examen micrographique, le polissage électrolytique présente les avantages suivants :

- Possibilité de polir des spécimens de toute taille et de toute forme , dont chaque peut alors être examiné sous le microscope ;

- Mise en évidence directe des plus minimes hétérogénéités , généralement masquées par le polissage mécanique et difficiles à observer après attaque ultérieure , qui provoque des phénomènes de corrosion gênant ;

- Absence de toute trace de rayures et pouvoir réflecteur extrêmement élevé , favorisant l'observation aux forts grossissements ;

- Rapidité d'exécution , certaines techniques électrolytiques permettant le polissage des aciers et des alliages légers en quelques secondes ;

Le modèle réalisé, est conçu de manière à ce que aucun des matériaux, utilisés en contact avec les bains de polissage , ne soit attaqué (sauf le métal à polir) et les résultats qu'il offre sont très satisfaisant .

Les courbes intensité - tension obtenues pour le cuivre et pour l'acier XC90 sont très conformes à celles de la théorie , René FAIVRE⁽⁴⁾ dans son polissage pour le cuivre obtient une tension optimale de 2V , tandis que nous , nous obtenons une tension de 2.2V avec notre cellule , ceci montre à quel point nos résultats sont fiables . De même la compatibilité des résultats obtenus pour l'acier XC90 (lors des essais effectués avec le thermoplongeur pour bain thermostaté) renforce cette fiabilité . Seuls les résultats obtenus pour l'aluminium manquent d'exactitudes , mais on y remédie .

De façon générale , les résultats obtenus peuvent être améliorés en utilisant une alimentation plus

en tension et en courant (60 à 80V et environ 5A) ,
en utilisant le thermoplongeur à chaque essai de polis-
sage , en renouvelant les bains de polissage (après un
certain nombre d'essais) et en utilisant un agitateur
(un agitateur magnétique , avec barreau magnétique ,
serait idéal dans notre cas) pour homogénéiser la solu-
tion de polissage .



A - N - N - E - X - E

TABLEAU N° 11

FORMULES DE BAIN DE POLISSAGE ÉLECTROLYTIQUE

MÉTAL À POLIR	COMPOSITION DE L'ÉLECTROLYTE	TEMPÉRATURE	TENSION	DENSITÉ DE COURANT (A/dm ²)	DURÉE
Aciers à faible teneur en carbone.	Acide sulfurique 66° 15 % Acide phosphorique pur 65 % Acide chromique 5 % Eau 15 %	42 à 55 °C	6 à 15 V	43 à 100 A	2 à 20'
	Acide sulfurique 66° 15 à 20 % Acide phosphorique pur 63 à 67 % Eau 13 à 22 %	50 à 80 °C	6 à 15 V	50 à 80 A	3 à 15'
Cuivre et alliages cuivre/zinc.	Acide arsenique 84 % Acide chromique 10 % Eau 6 %	55 °C		40 A	
	Acide sulfurique 5 à 15 % Acide phosphorique 60 à 75 % Acide chromique 7 % max. Eau 3 à 28 %	40 à 70 °C	12 V environ	16 à 30 A	5 à 20'
Laiton.	Acide arsenique 15 % Acide phosphorique 55 % Acide chromique 3 % Eau 27 %	60 °C		50 A	
	Solution aqueuse acide sulfurique d = 1,6.	20 à 80 °C		20 à 150 A	0,5 à 3'
Nickel.	Cyanure d'argent 35 g/l Cyanure de potassium 38 g/l Carbonate de potasse 37 g/l	18 à 25 °C	1 V max.	2 à 3 A	5'

TABLEAU N° 12
FORMULES DE BAINS DE POLISSAGE ÉLECTROLYTIQUE

MÉTAL À POLIR	COMPOSITION DE L'ÉLECTROLYTE	TEMPÉRATURE	TENSION	A/dm ²	DURÉE	PROCÉDÉ
Aluminium	Acide perchlorique 345 cm ³ Anhydride trisodique 655 cm ³	20 °C	25 à 50 V			Jacquet Br. fr. 707526
Aluminium pur	Carbonate de soude 150 g Phosphate trisodique 50 g Eau distillée 1 000 g	40 à 90 °C	12 à 45 V	4	2 à 10 mn	Brital Br. fr. 798956 798957
Aluminium	Acide sulfurique 25 % froid Acide fluorhydrique 2 %	60 °C		8 à 9		Alzac
Aluminium	Solution aqueuse d'acide fluobor- rique 0,5 à 5 % Acide sulfurique 50 % en froid Acide phosphorique 50 % en froid Acide chromique 50 g/l	20 à 60 °C	5 à 25 V	1 à 8	10 à 15 mn	
Acier inox.	Acide sulfurique 25 % Acide phosphorique 69 % Eau 6 %	60 °C	15 V	5 et plus		
Acier inox 18/8.	Acide sulfurique 10 % Acide arsenique 77 % Eau 13 %	90 °C	3 à 12 V	5 à 11	20 à 90 mn	

CONDITIONS DE POLISSAGE EN VELE D'UNE

OBSERVATION MICROSCOPIQUE

Métaux	ELECTROLYTE	Potentiel (V)	Intensité A/cm ²
Aciers	50 cm ³ HClO ₄ (densité 1,61) + 1000 cm ³ CH ₃ COOH (glacial, densité 1,06).	45 à 60	0,1 à 0,8
ALLIAGES de CUIVRE	Acide orthophosphorique (densité 1,5 à 1,7)	1,8 à 2	0,02 à 0,1
ALLIAGES d'ALUMINIUM	200 cm ³ H ₃ PO ₄ (densité 1,71) + 380 cm ³ C ₂ H ₅ OH (densité 0,95) + 250 cm ³ H ₂ O	50 à 60	0,55

Métaux	ELECTROLYTE	Potentiel (V)	Intensité A/cm ²
Aciers ALUMINIUM	anhydride acétique - acide perchlorique (concentration d'anhydride variant de 65 à 85% suivant la composition chimique du matériau à polir). température ambiante	20 à 50V	3 A/cm ²
Aciers	Acide orthophosphorique 60% Acide sulfurique 40% température 70°C	20 à 50V	3 A/cm ²
Cuivre	Acide phosphorique pur	6 à 8 V	—

CYCLE TYPIQUE D'ELECTROPOLISSAGE

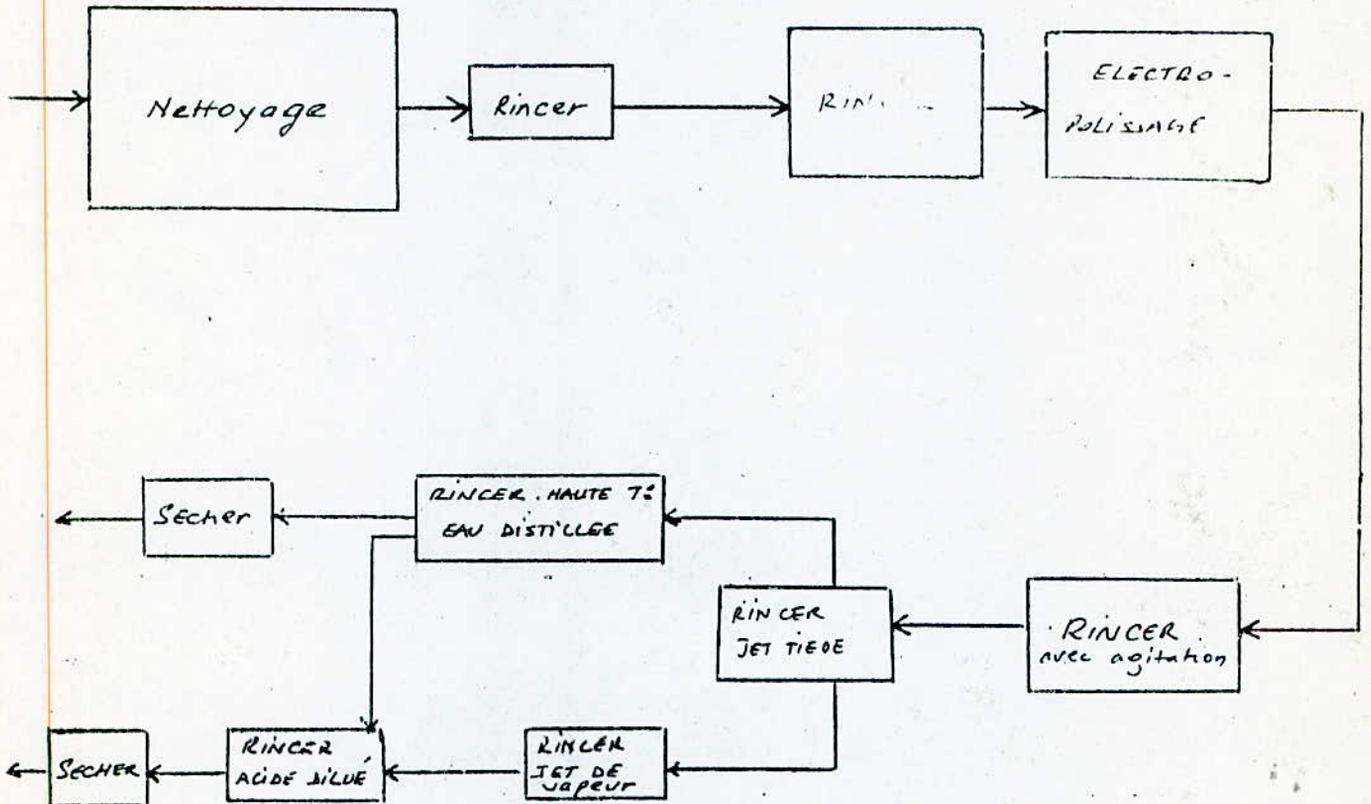


Table 1 Conditions for electropolishing in acid electrolytes

Type of metal (and product)	Purpose of treatment	Bath volume		Installed power		Current density		Polishing cycle, min	Daily production			Oper- ators
		L.	gal	A	V	A/dm ²	A/ft ²		No. of parts	Area m ²	ft ²	
Sulfuric-phosphoric acid electrolytes												
Monel												
(fishline guides)	Smooth	750	200	500	12	5-8	2000	15-25	15-25	2
302 and 430 stainless (job-shop work)	Bright finish	1150	300	1500	15	30	300	3-8	3500	25	250	2
302 and 302 stainless (plumbingware)	Bright finish	1150	300	1500	12	30	300	3-4	1000-2000	1
303 stainless (food- processing equipment)	Bright finish	2650	700	2500	18	20	200	4-10	400-500	190-370	2000-4000	2
Series 300 and 400 stainless (job-shop work)	Various	2250	600	3000	18	10 (avg)	25-400	5-15	50-600	2
304 stainless	Brighten; deburr	1300	350	2000	12	30	300	4	3000	55-75	600-800	1
Stainless steel (air- craft components)												
430 stainless	Bright finish	1500	400	1500	14	1-2	7000	75	800	1
430 stainless (trim items)	Brighten; deburr	1500	400	750	18	3	12000	230	2500	1
430 stainless (automotive trim)	Bright finish	3800	1000	3000	18	30	300	4	250/h	1
430 stainless (auto- motive rain shields)	Bright finish	3800	1000	3000	18	25	250	5	450/h	1
Stainless and carbon steels												
(job-shop work)	Brighten; deburr	1500	400	1500	12	25-40	250-400	Varies	Varies	1
4140 steel	Prepare for chromium plate	3200	850	4000	12	15	150	10	7000-10000	15-75	500-800	3
Phosphoric-chromic acid electrolytes												
Brass (lighting fixtures)	Final finish(a)	1500	400	1500	18	30-40	300-400	8-15	100-1500	9 or 10	100	1
Brass and copper electronics contactors(b)	Smooth	50	10	100	12	5	100	0.2	2	1(c)
Low-carbon steel, Nitalloy, 440 (paper knives)(d)	Smooth; sharpen	5700	1500	4000	18	8	75-80	1
Steel (aircraft instrument and control parts)	1700	450	2000	18	2-4	50	0.5-0.7	5-8	2
Sulfuric-phosphoric-chromic acid electrolytes												
Aluminum	Prepare for anodizing	1900	500	300	18	3-4	5000-6000	35	400	1
Aluminum (nameplates)	Prepare for anodizing	2250	600	1500	18	10	100	6-12	4000	9 or 10	100	2
Aluminum (eyeglass frames)	Prepare for anodizing	1150	300	1000	24	10	100	6-12	9000	12	130	2
302 stainless (surgical instruments)	Smooth; polish	3600	950	3000	18	30	300	5	5000	1
Carbon steel	Smooth; deburr	1500	400	30	300	2	5000	90	1000	1
4130 steel (tools)	Bright finish	950	250	1500	9	175	175	4	2000-5000	2

(a) Some hand coloring after electropolishing. (b) Also electropolished in phosphoric acid bath. (c) Part time. (d) Knives made from all three metals.

B I B L I O G R A P H I E

- 1- Pierre - Armand JACQUET : Electrolytic and chemical Polishing . Metallurgical Reviews 1956 .
 - 2- GRAHAME : Chemical Reviews . U.S.A 1947
 - 3- DARMOIS et EPELBOIN : Journal of Electrochem . Soc . U.S.A 1952 .
 - 4- René FAIVRE : Cours de Métallurgie . Tome 1 La microscopie métallographique .
- * - René AUDUBERT : Electrolyse . Paris . Presse Universitaire de France 1953 .
- MILAZZO -- G : Electrochimie II . Applications Industrielles . DUNOD . Paris 1969 .
- TECHNIQUES de l' INGENIEUR : 10 - 1979 . M90 .

- Dans la dédicace
 - lire ma sœur
- Dans les remerciements
 - .lire je tiens
 - . donnés
 - l'ambiance de travail très chaleureuse
- Dans le sommaire
 - .lire mécanisme
 - . procédés
 - . alumine
 - . description
 - . électrolyte
 - . méthode
 - . du courant et de la tension optimums
 - . interprétation
- Page 5
 - .lire polissage
- Page 7
 - .lire inférieur
- Page 8
 - .lire effectives
- Page 10
 - . [A] concentration des ions A^+ au voisinage immédiat de l'anode .



- Page 11
 - .lire simultanément
- Page 14
 - .lire on répand
- Page 15
 - .lire La meule à alumine
- Page 18
 - .lire supprimées
- Page 21
 - .lire leurs constituants
 - . rigoureusement
 - . réalisé
- Page 22
 - .lire précédents
- Page 25
 - .lire une base
- Page 30
 - .lire les quelles
 - . forte densité
- Page 32
 - .lire réalisé
- Page 36
 - .lire modèle
 - . plusieurs
 - . Plexiglas
 - . orifices

- Page 39
 - .lire étanchéité
- Page 41
 - .lire interrupteur
 - . plexiglas
- Page 42
 - .lire gainé
- Page 44
 - .lire figure 15
 - . gaine
 - . ampèremètre
- Page 43
 - .lire figure 15
- Page 45
 - .lire l'ampèremètre
 - . plexiglas
 - . blocage
 - . interrupteur
- Page 50
 - .lire détermination
- Page 51
 - .lire mouvement
 - . quelques
- Page 54
 - .lire aluminium

- Page 55
 - .lire aluminium
 - . . . élevé
- Page 56
 - .lire aluminium
- Page 57
 - .lire aluminium
- Page 58
 - .lire aluminium
- Page 59
 - .lire aluminium
- Page 67
 - . effacer la dernière ligne
- Page 68
 - .lire varie
- Page 70
 - .lire applicable
 - . . . toutes tailles
 - . . . et
 - . . . toutes formes
 - . . . chacun
 - . . . gênants
- Page 71
 - .lire en contact



.lire satisfaisants

. aluminium

. exactitude

- Page 72

.lire en renouvelant

- Page 77

.lire sur schéma à la 3^{eme} etape bain d'acide dilué

6 Lire sur les tableaux 1 et 2

U (V)		
I (10 ⁻⁴ A)	1 ^{er} essai	
	2 nd essai	
	Imoy	

- Lire sur les tableaux 3et 4

U (V)		
I (A)	1 ^{er} essai	
	2 nd essai	
	Imoy	

