

# Traitement d'alliages métalliques à haute pression Oxydation micro-arc de l'aluminium :

Flore JASPARD-MECUSON, Thierry CZERWIEC, Gérard HENRION , Thierry BELMONTE

Laboratoire de Science et Génie des Surfaces – UMR CNRS-INPL ; NANCY ( France)

Laurence DUJARDIN, Alain VIOLA

Messier-Bugatti ; MOLSHEIM (France)

*contrat RNMP "PROXY3A"*

# Programme

---

Introduction

L'expérience

Caractérisation optique du procédé

*vidéo rapide*

*spectroscopie d'émission*

Mécanismes et cinétique de croissance

Corrélations entre spectroscopie et croissance

Conclusion

# Introduction

Du fait de leurs propriétés intrinsèques, les alliages d'Al sont très utilisés

Cependant, des traitements de surface sont souvent nécessaires pour améliorer certaines de ces propriétés et/ou pour élargir les champs d'application

*Légèreté*

*Bonne conductivité électrique*

*" thermique*

*etc...*

*Dureté*

*Coefficient de frottement*

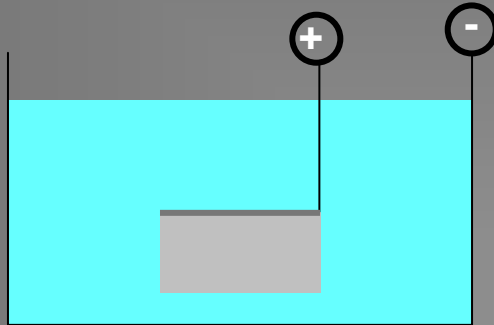
*Résistance à la corrosion*

*Tenue à l'usure*

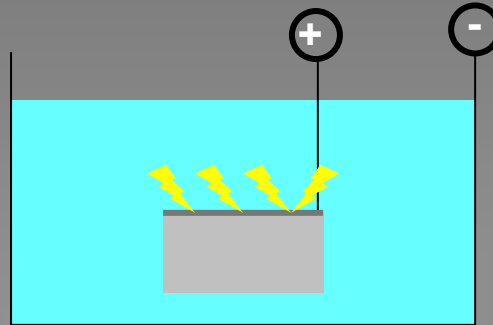
*etc...*

<b>Anodisation poreuse</b>	<b>Oxydation par plasma électrolytique</b>
oxydation électrolytique de l'aluminium en milieu acide	oxydation électrolytique de l'aluminium par décharges
film d'oxyde amorphe (quelques $\mu\text{m}$ )	film d'oxyde cristallin (quelques dizaines de $\mu\text{m}$ )
traitement en milieu acide concentré	traitement en milieu alcalin faiblement concentré
plusieurs étapes (anodisation, colmatage et/ou peinture)	une seule étape de traitement

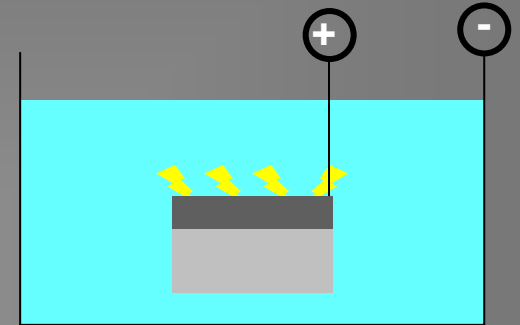
# Principe



**1. anodisation**  
⇒ élaboration d'un  
film d'oxyde  
diélectrique



**2. claquage du  
diélectrique**  
⇒ décharges à la surface  
de la pièce traitée



**3. oxydation se  
poursuit** ⇒  
élaboration d'un film  
épais et cristallin

Que se passe-t-il pendant le procédé PEO ?



Analyse optique  
des décharges

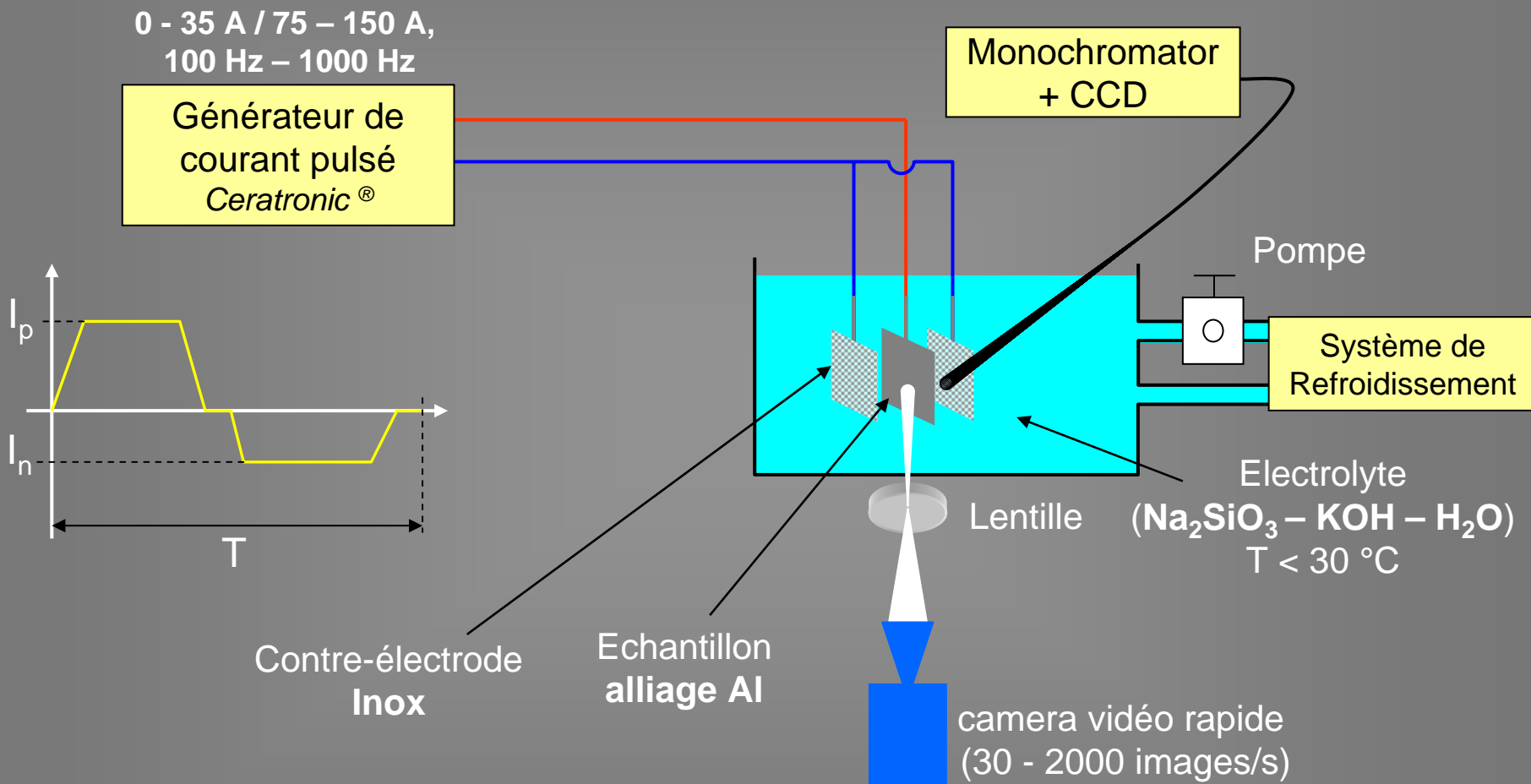


Caractérisation des couches



mécanismes et cinétiques de croissance

# L'installation expérimentale



# Aspect audio-visuel d'un traitement PEO



Début du traitement (2 min)

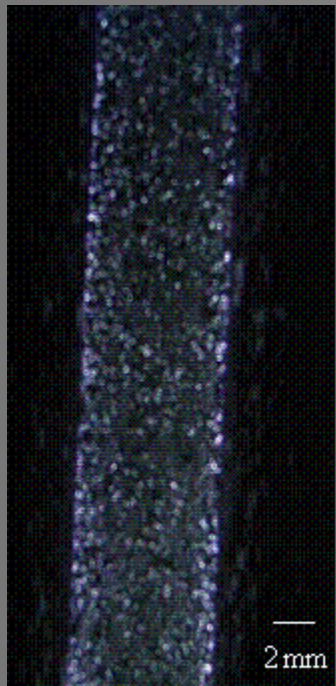


Plus tard (40 min)





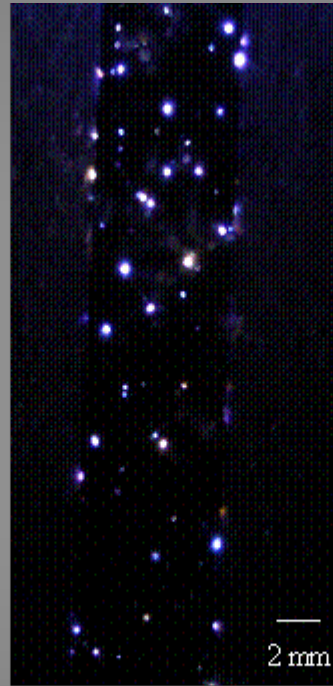
## aspect des décharges pendant un traitement "type"



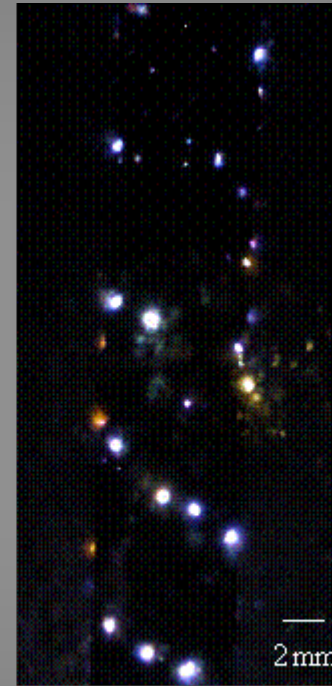
quelques secondes  
de traitement



1 minute de traitement



15 minutes de traitement



45 minutes de traitement



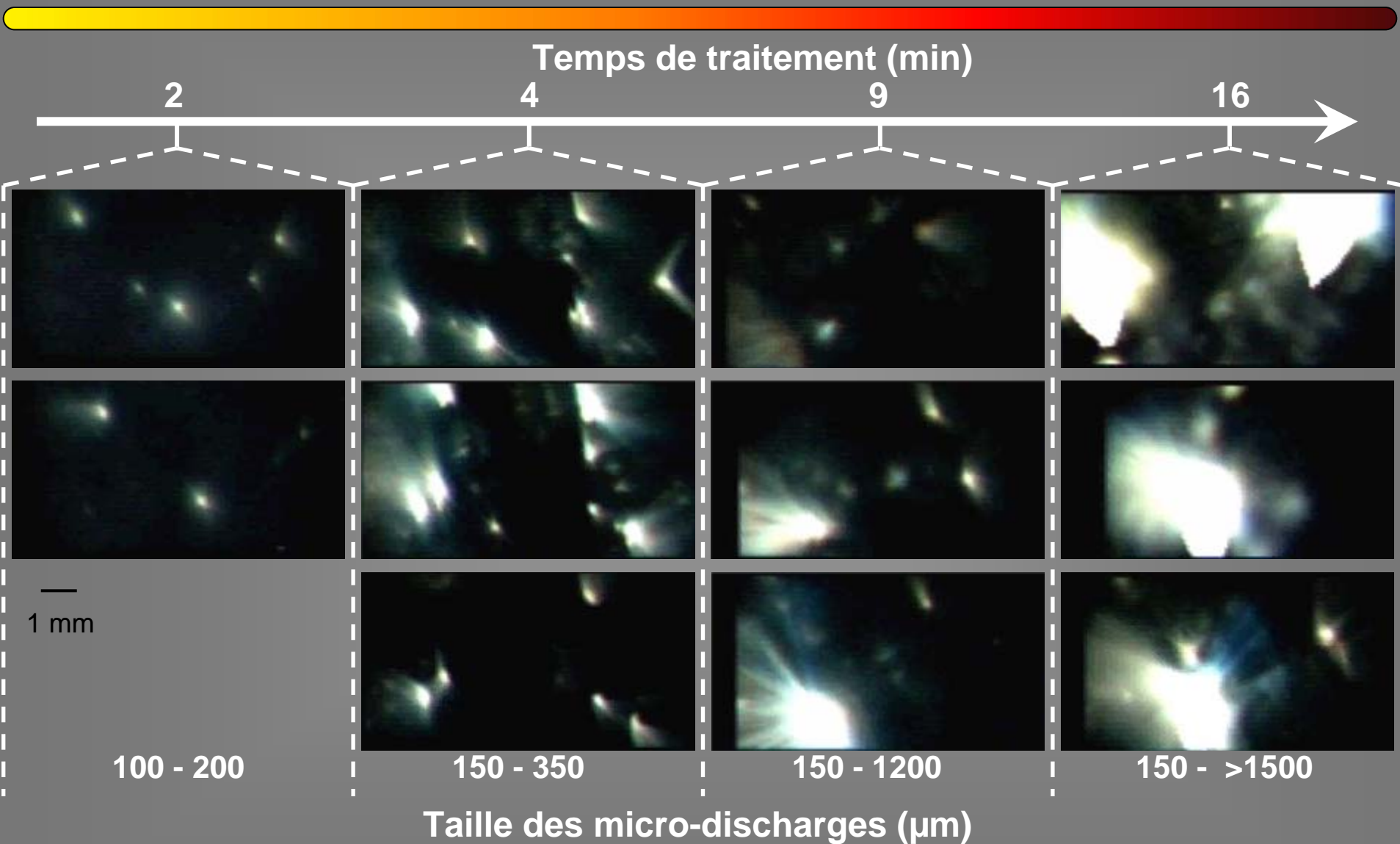
100 minutes de traitement

temps de pause : 8-10 ms

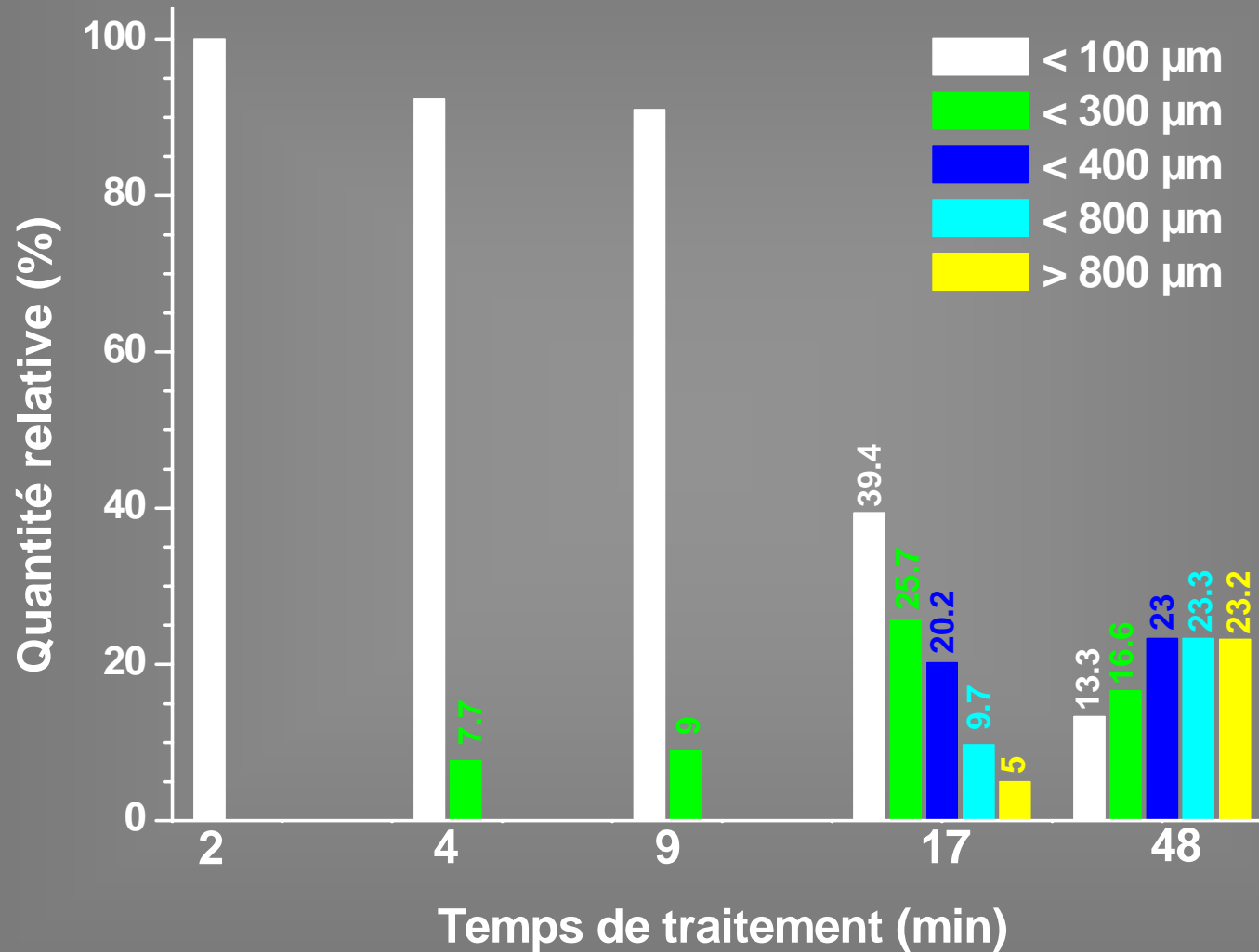
( $I_p = 38 \text{ A/dm}^2$ ,  $I_n = 18 \text{ A/dm}^2$ , 100 Hz)

# Caracterisation optique

vidéo rapide  
500 images/seconde

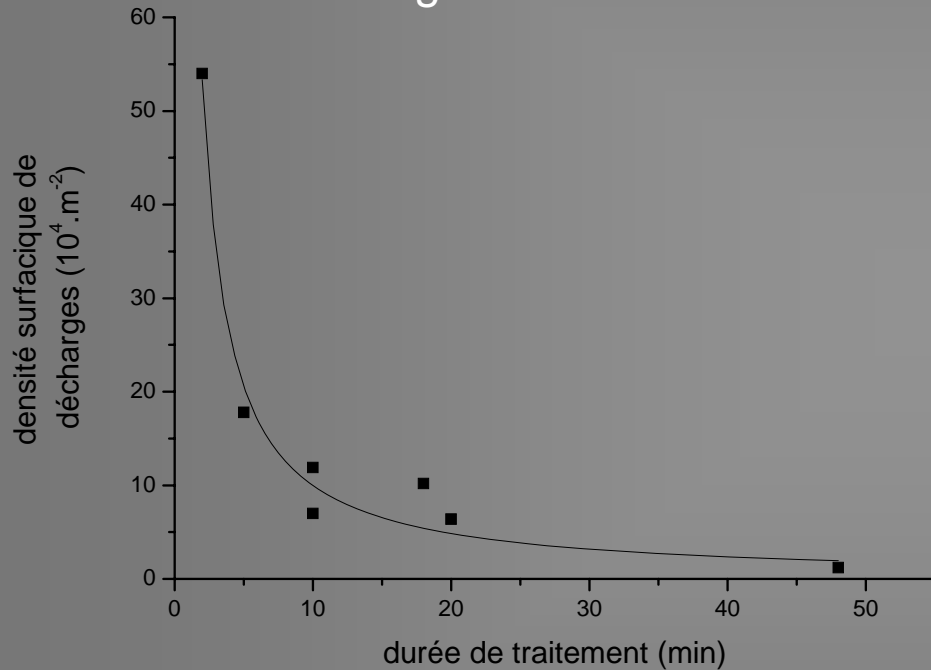


## Taille des micro-discharges

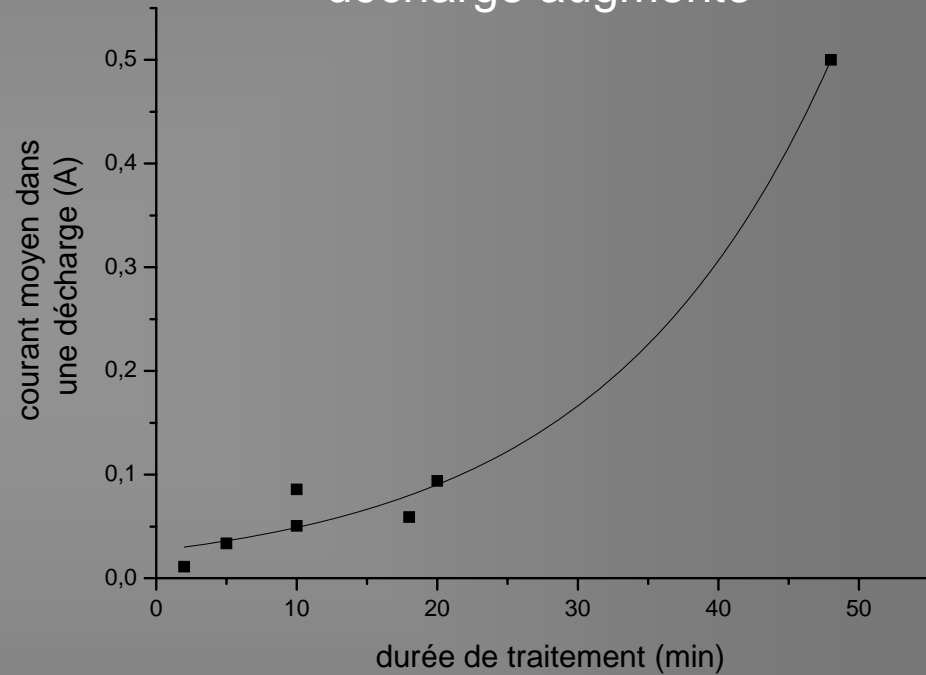


lorsque la durée de traitement augmente :

⇒ la densité surfacique de décharges diminue

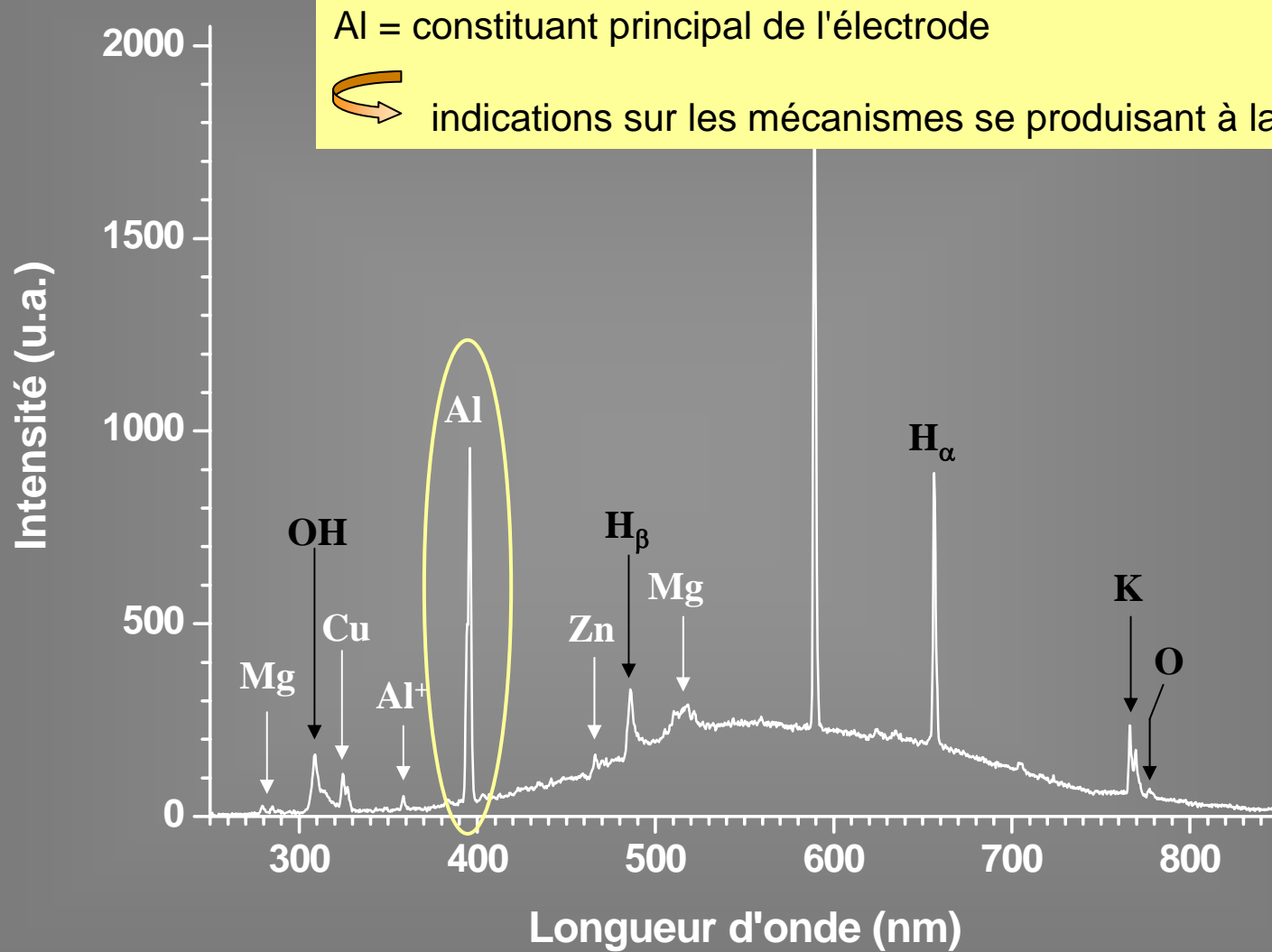


⇒ le courant moyen par décharge augmente

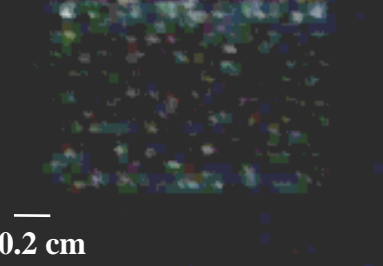


**fin de traitement : courant par décharge élevé**

**⇒ décharges "violentes"**



# 1 - Etincelles (888 V)



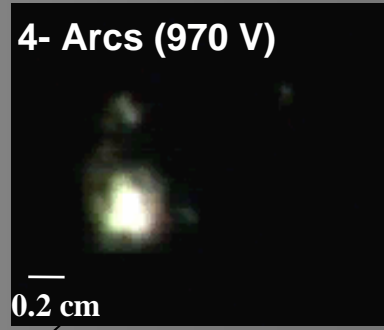
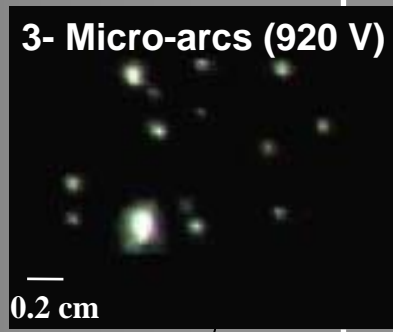
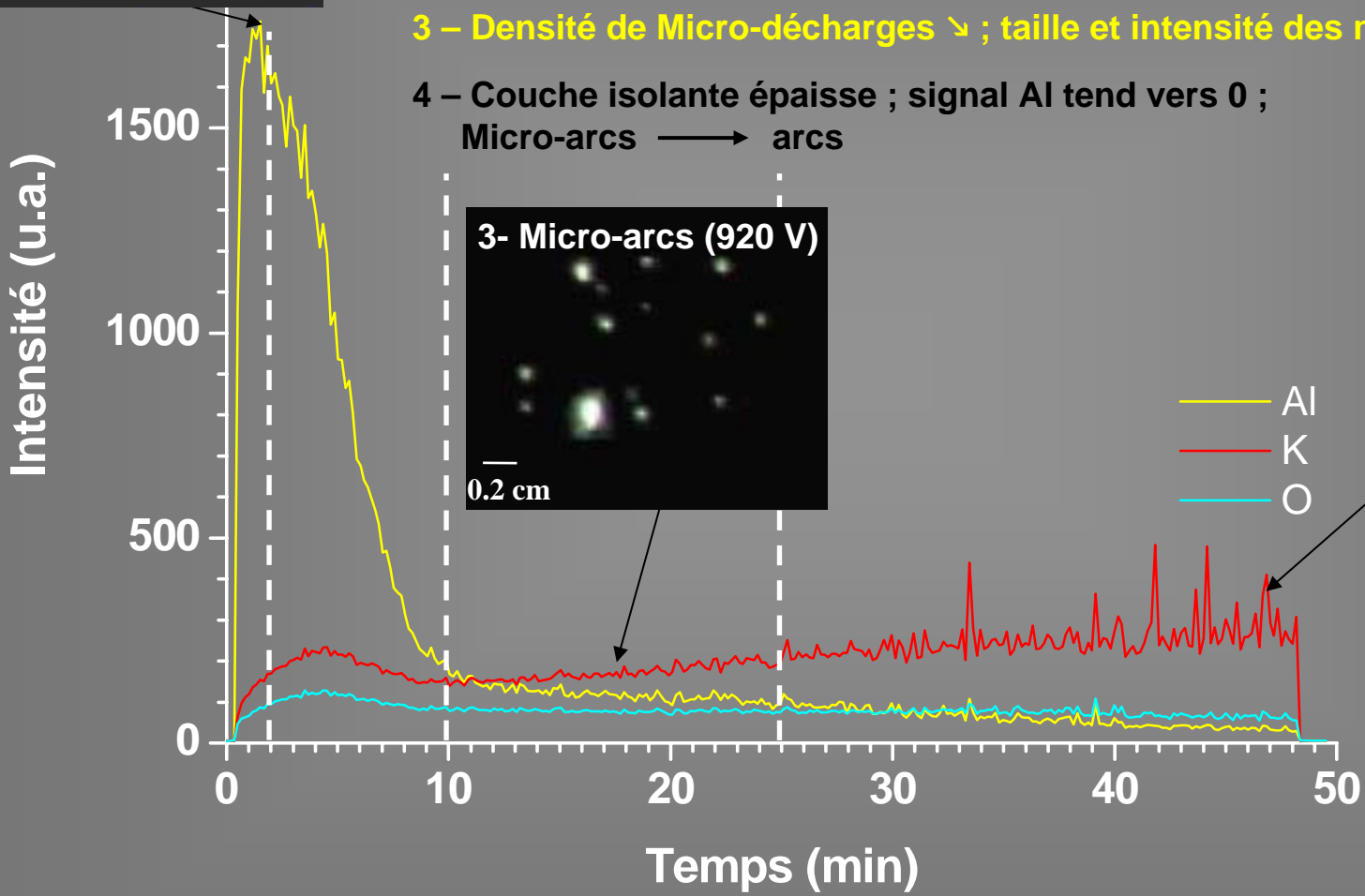
# 4 étapes

1 – Claquage de la fine couche d'oxyde (formée par anodisation) ; étincelles distribuées régulièrement ; atomes de surface évaporés

2 – Début de formation de la couche d'AlO<sub>x</sub> (sous l'effet des étincelles) ; signal Al décroît ; croissance continue ; Etincelles → micro-arcs

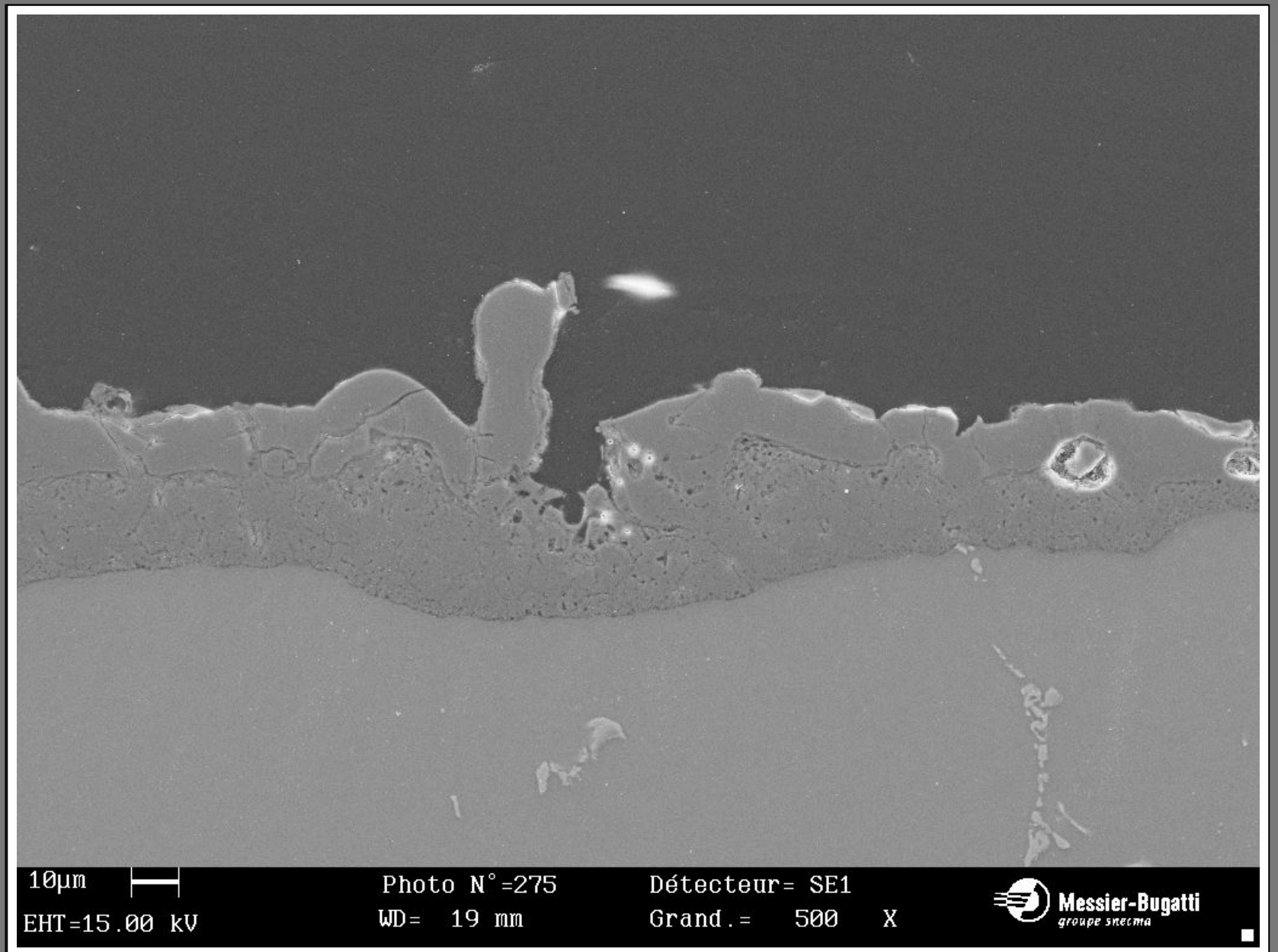
3 – Densité de Micro-décharges ↘ ; taille et intensité des micro-décharges ↗

4 – Couche isolante épaisse ; signal Al tend vers 0 ; Micro-arcs → arcs



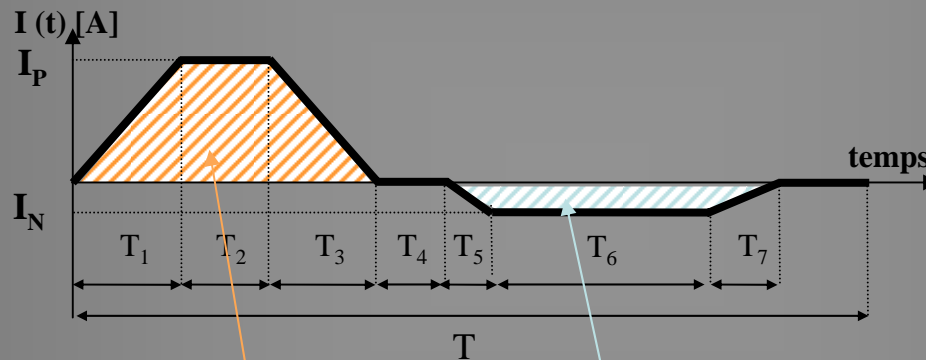
38 A/dm<sup>2</sup>





# "Optimisation" des conditions de traitement

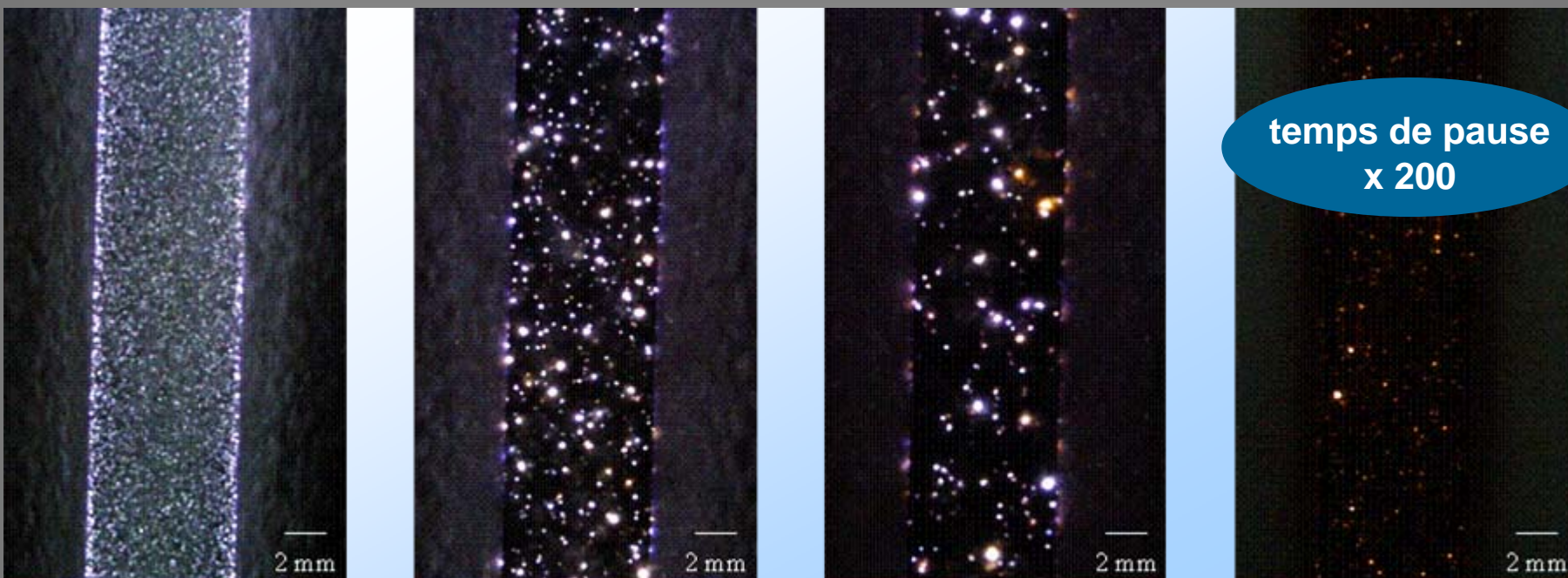
- ✓ Rapport des courants positif et négatif
- ✓ Amplitude du courant positif
- ✓ Rapport cyclique



$$q_p = \int_0^{T_1+T_2+T_3} I_p \cdot dt$$

$$q_n = \int_{T_1+T_2+T_3}^T I_n \cdot dt$$



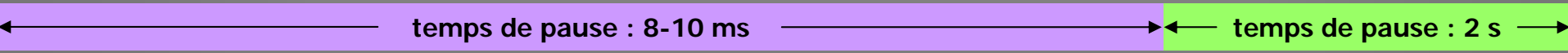


quelques secondes de traitement

15 minutes de traitement

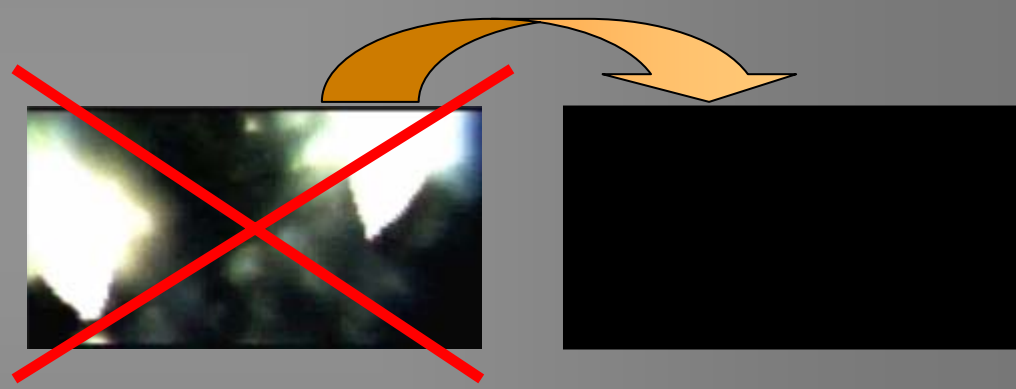
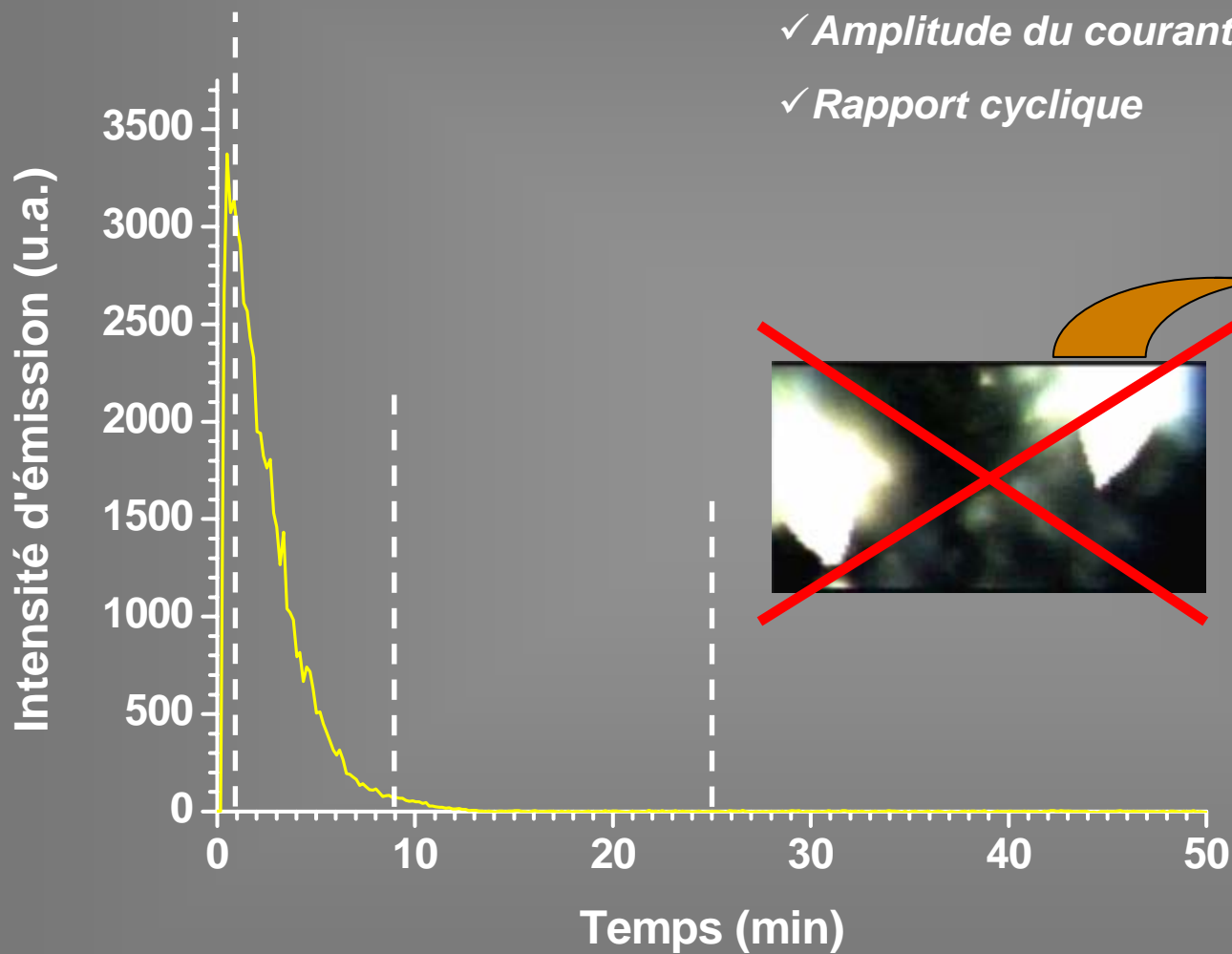
30 minutes de traitement

45 minutes de traitement



# "Optimisation" des conditions de traitement

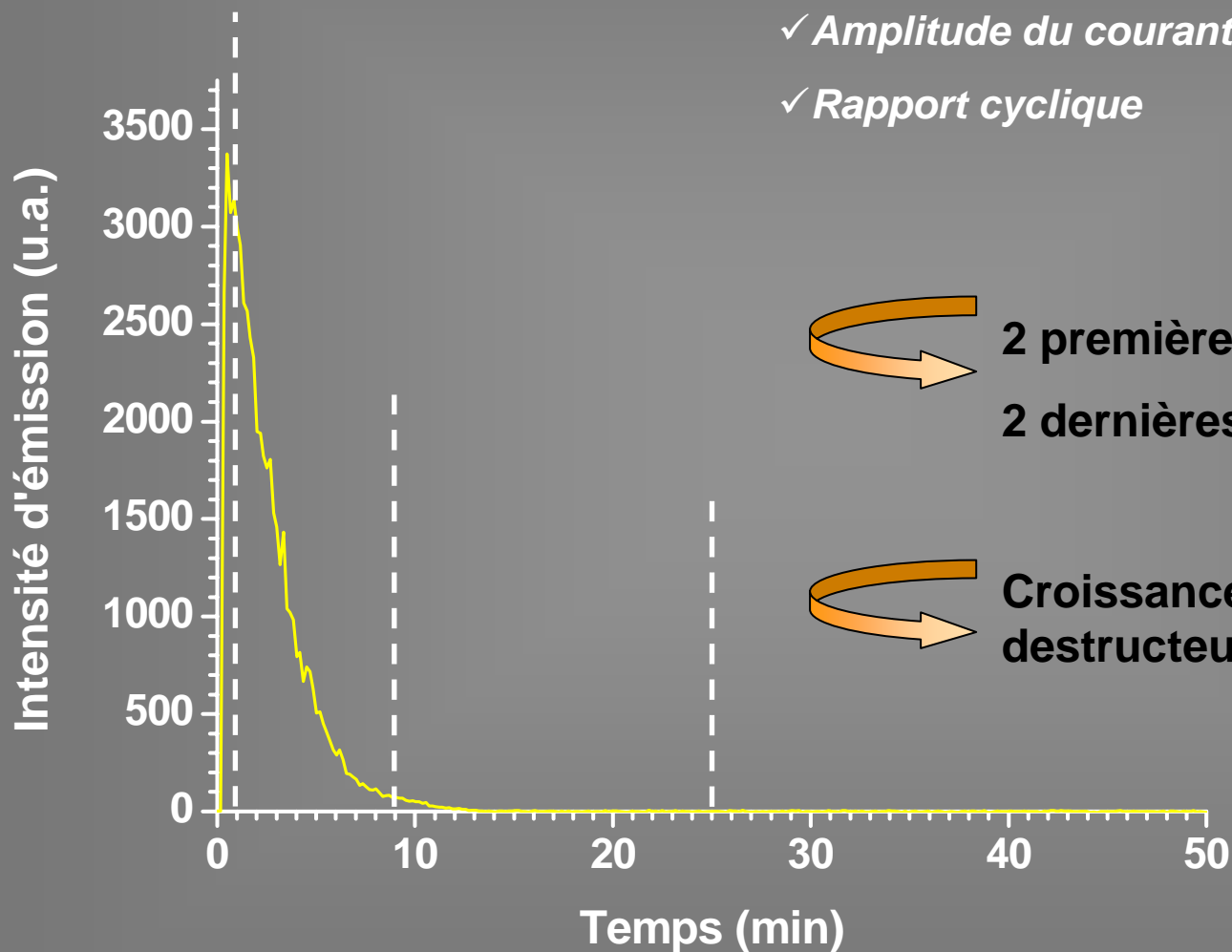
- ✓ Rapport des courants positif et négatif
- ✓ Amplitude du courant positif
- ✓ Rapport cyclique



38 A/dm<sup>2</sup>

# "Optimisation" des conditions de traitement

- ✓ *Rapport des courants positif et négatif*
- ✓ *Amplitude du courant positif*
- ✓ *Rapport cyclique*



2 premières étapes sont réduites  
2 dernières étapes plus "douces"

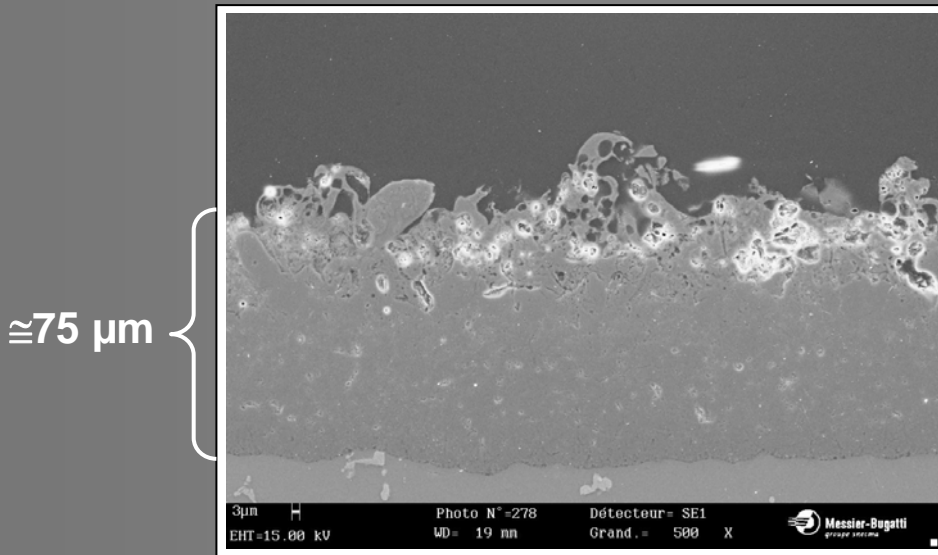
Croissance se poursuit sans arc destructeur

38 A/dm<sup>2</sup>

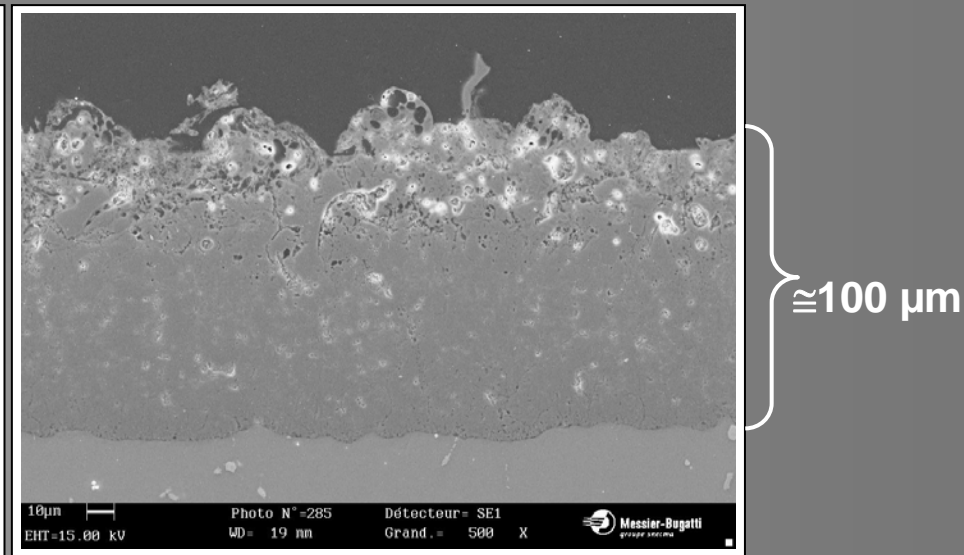
Dans ces conditions



Couche plus homogène en épaisseur



Durée de traitement = 60 min

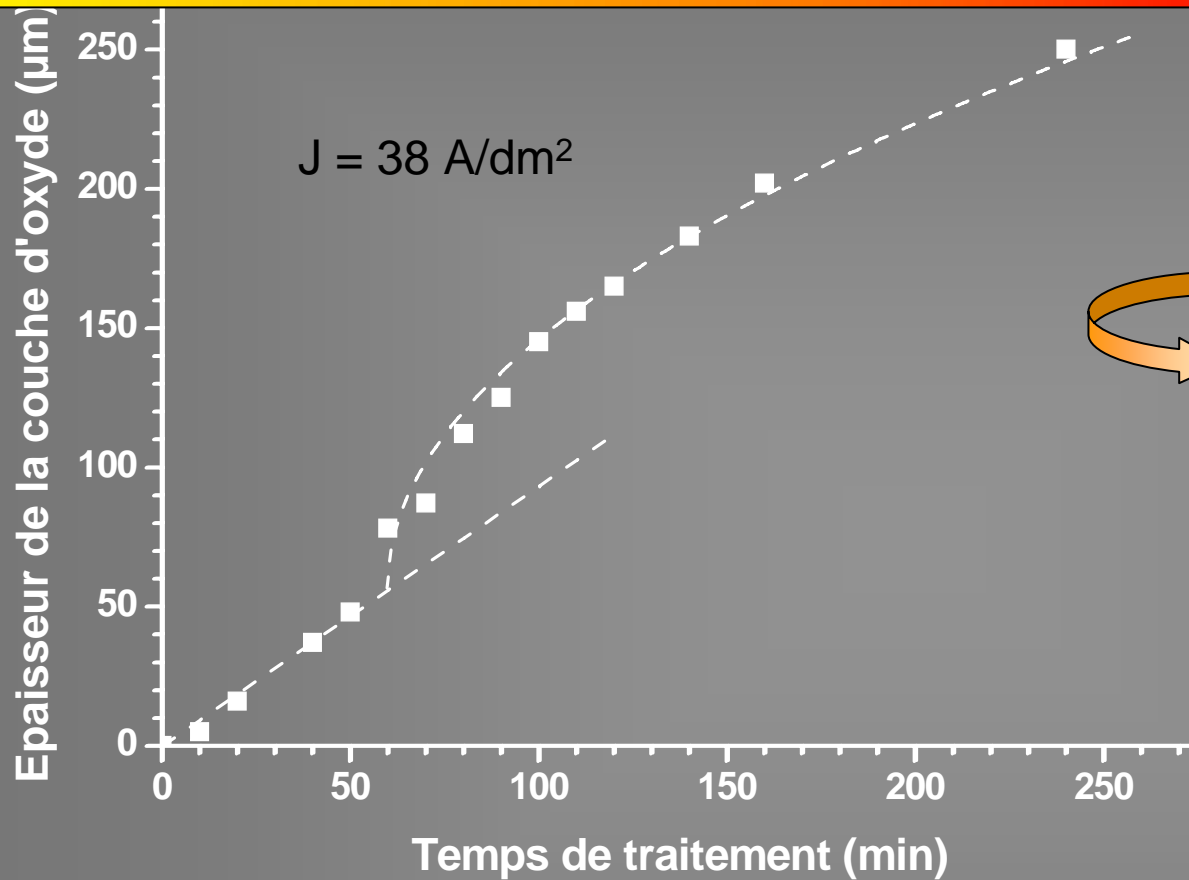


Durée de traitement = 90 min



Etude des mécanismes et de la cinétique de croissance

# Mécanismes et cinétiques de croissance



2 régimes de croissance

Début de traitement

linéaire  $\longrightarrow$  dépôt

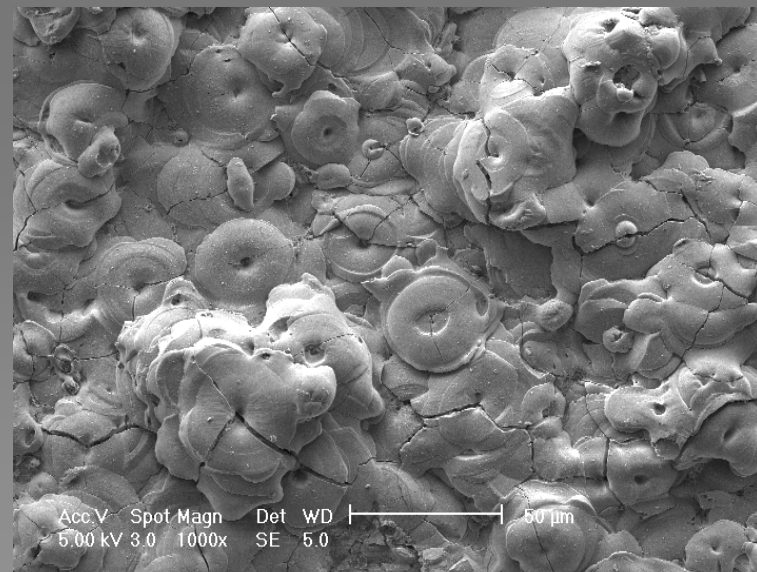
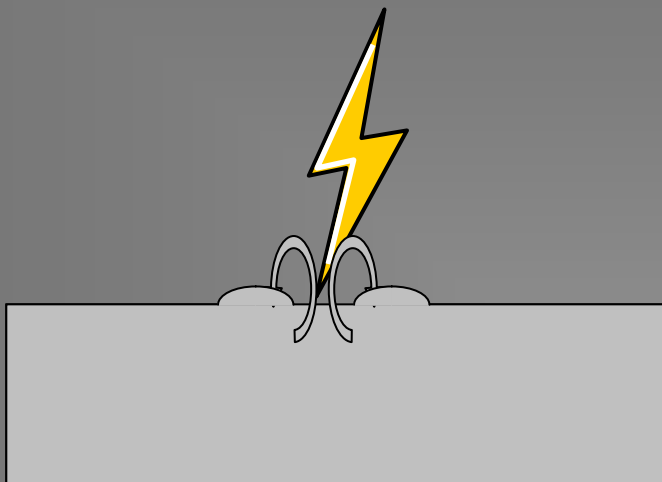
$$e \cong 0.9 \cdot t$$

Changement de régime

parabolique  $\longrightarrow$  diffusion

$$e \cong 57 + 14 \sqrt{t - 60}$$

# Premier régime – type dépôt



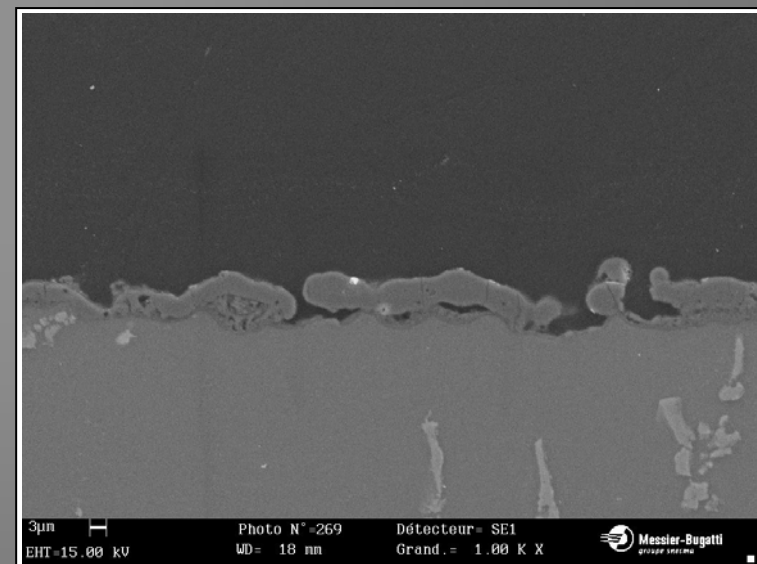
Micro-arc → fusion de la surface

i) éjecté vers l'électrolyte

Al fondu est

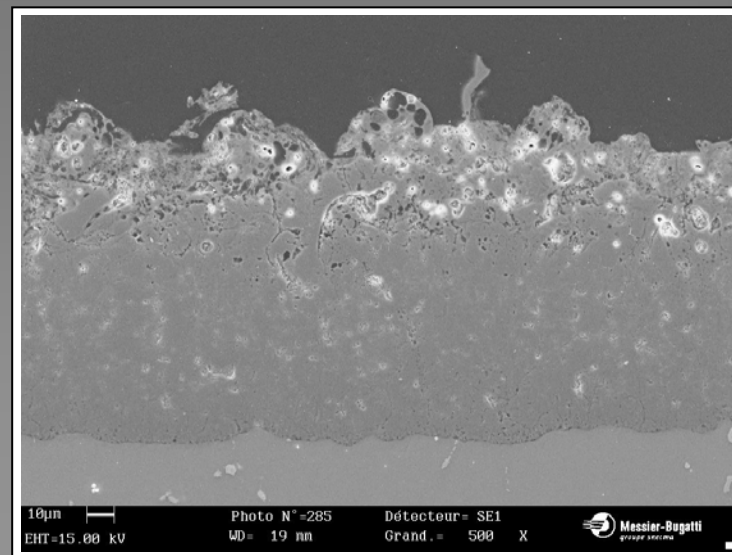
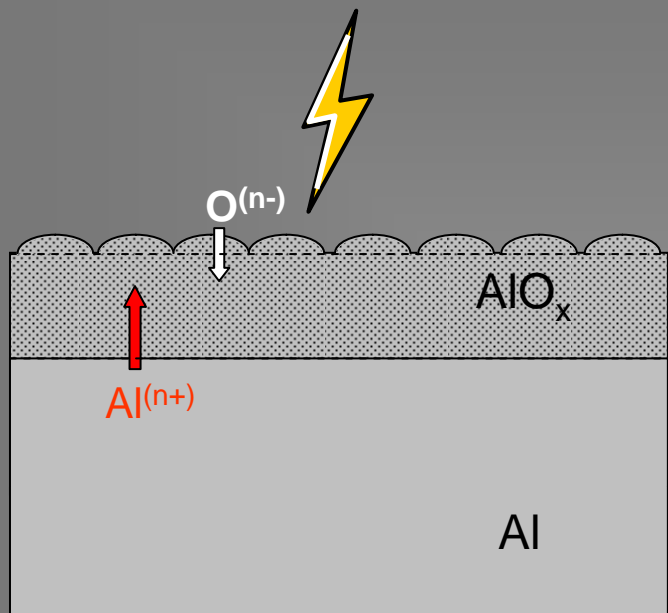
ii) oxydé

ii) condensé sur la surface



Aspect "volcanique" de la couche de surface

## Second régime – dominé par la diffusion



**Effets thermiques**  
(pointes thermiques) ?



**O<sup>(n-)</sup> diffuse vers le substrat**  
**Al<sup>(m+)</sup> diffuse vers la couche d'oxyde**

**+ premier mécanisme**



**Croissance dans les  
deux directions**

# Conclusion

## Deux régimes de croissance des couches d'oxyde d'aluminium

croissance linéaire au début



couche est formée à partir de Al fondu puis condensé à la surface

passage à une croissance parabolique



essentiellement dominé par les phénomènes de diffusion



Par où circule le courant ?

Y a t'il une limite à la croissance ?

Oui, probablement → Laquelle ?  
Phénomène limitant ?

Croissance dominée par des phénomènes de diffusion ?

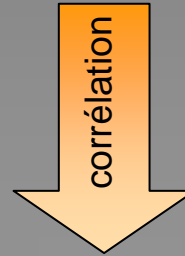
Quelles sont exactement les espèces qui diffusent ?



Evolution de l'aspect des micro-décharges

+

variations de l'intensité spectrale de la raie d'aluminium au cours du temps



mise en évidence des différentes étapes du procédé

+

établissement d'une relation linéaire entre les temps caractéristiques du procédé



**Possibilité de contrôler le procédé par spectroscopie d'émission**

# Remerciements



**Jacques BEAUVIR (Ceratronix)**

développement du générateur de courant

**Eric TILLOUS (LSGS)**

**Theresa TOLL-DUCHANOY (LSGS)**

**Elisabeth BAUER-GROSSE (LSGS)**

} analyses MEB et discussions

**ANRT**

financement de F. JASPARD-MECUSON