

Attaque et Polissage électrolytiques

P.A. Jacquet, G. Charpy, et al.

O. Hardouin Duparc

LSI CNRS-CEA-X
École Polytechnique 91128 Palaiseau

Plan d'attaque (mal poli)

Pierre-Armand Jacquet

Le polissage : un art ancien

Osmond et Cartaud

L'énigme des météorites

Thomson, Widmanstätten

Sorby

Sorby, Ruskin, Turner

Charpy, Le Chatelier, Sirks

(Miscellanées : mouton d'André LC, PLC)

Adcock

Méthode Jacquet : 1^{ères} applications, contexte

Amincissement, pour MET

Pierre-Armand Jacquet

Saint-Mandé 7 avril 1906

Limitrophe Paris-Est

Méditerranée 6 sept. 1967

Près de Banyuls, France-Espagne

Diplômé de l'Institut de Chimie Appliquée en 1926

Charles Friedel → LCPI 1896, 3 rue Michelet → ICA 1901 →

11 r. P(&M) Curie 1923 → ICP 1930 → ESCP 1948 → CPT 2008

Embauché labo. de recherche à "Le Matériel Électrique"

Mission 1929 : obtenir des surfaces de nickel parfaitement polies

PAJ s'inspire d'une recette empirique →

1^{er} brevet, N°707526, demandé le 14 mars 1930, délivré le 14 avril 1931

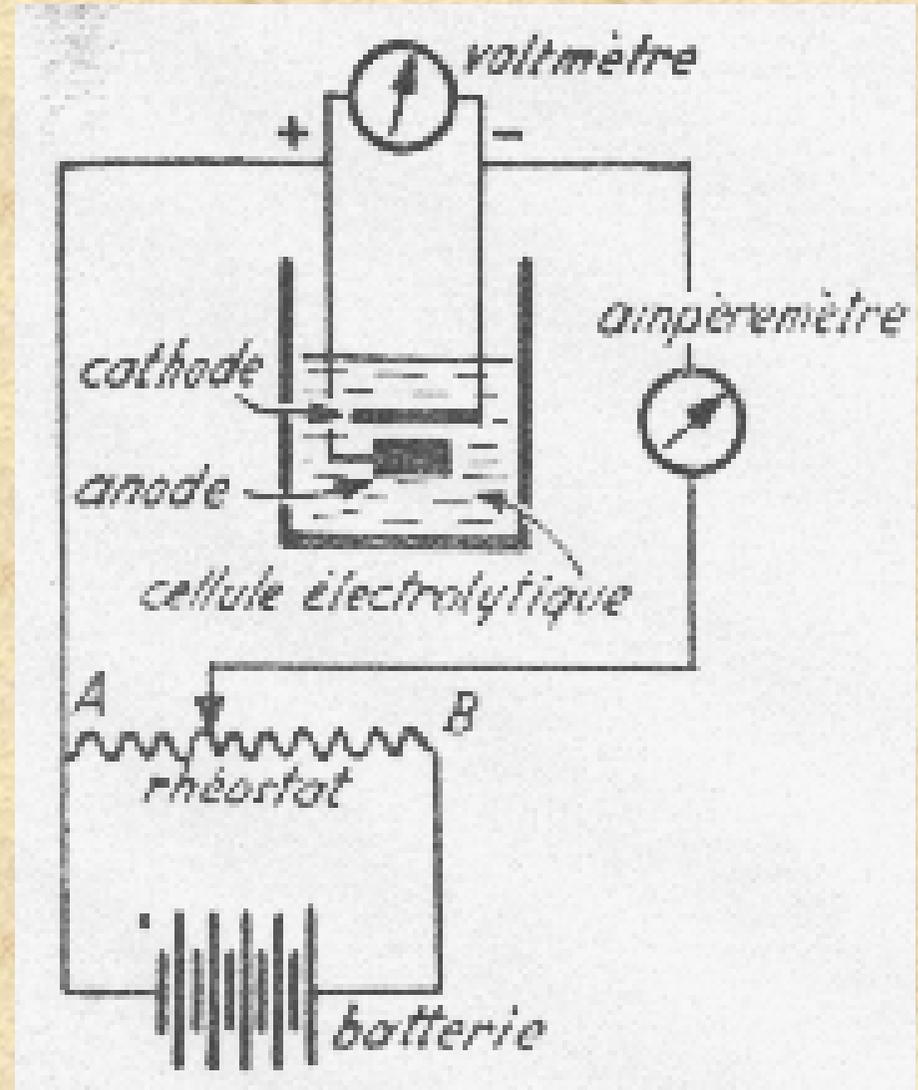
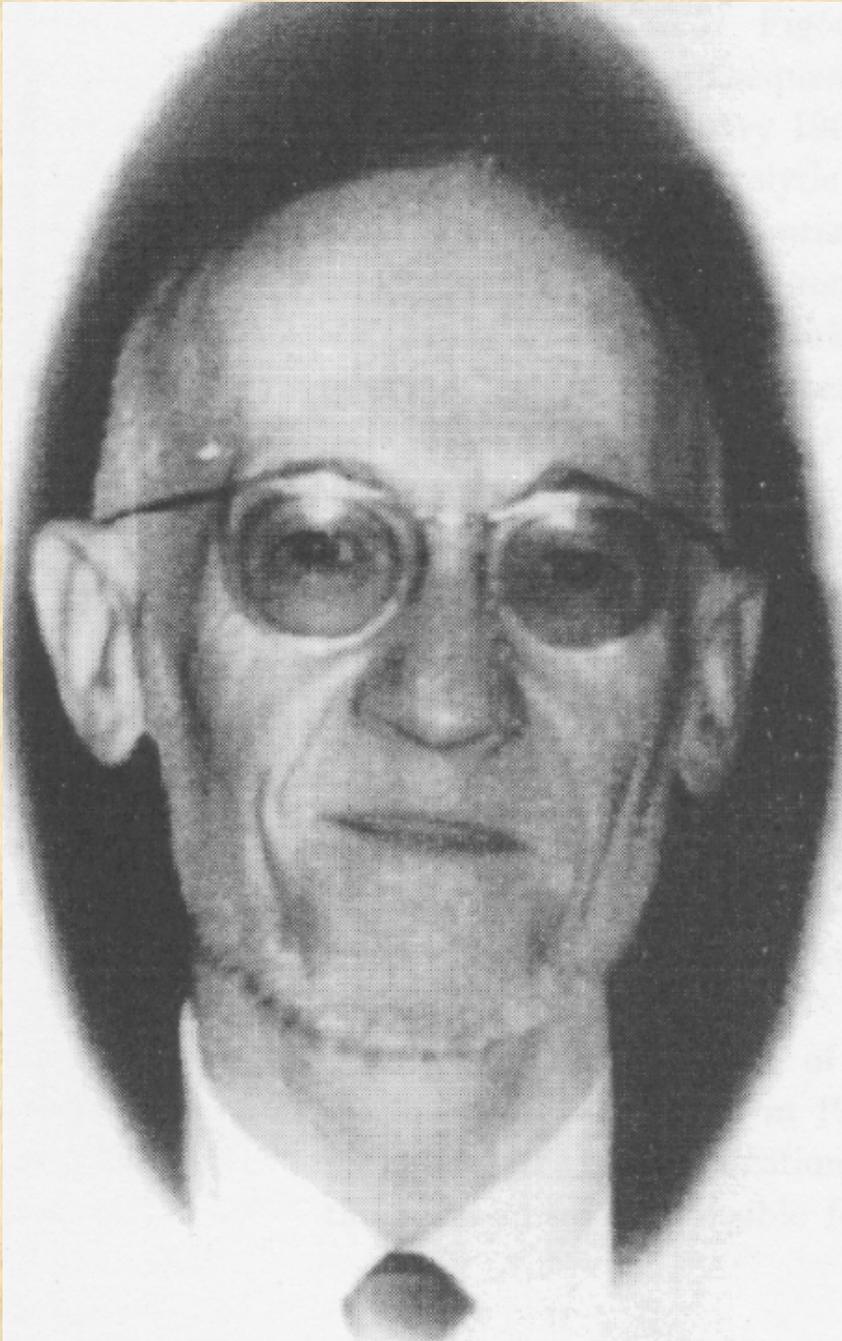
"Perfectionnement aux traitements électrolytiques des métaux"

Juin 1935, Nature : Electrolytic Method for obtaining bright Cu surfaces

Déc. 1935, CRAS : Sur une nouvelle méthode d'obtention de surfaces métalliques parfaitement polies

+ travaille avec Jean Calvet, André Guinier, Adrienne Weill-Brunschvicg

Pierre-Armand Jacquet



Attaque électrolytique ou anodique

Légion d'honneur en 1952

Le polissage : un art ancien

Floris Osmond et Georges Cartaud, en 1905 :

Le polissage est l'un des arts les plus anciens de l'humanité. (...) Quel but poursuivait l'homme en effaçant péniblement les traces de la taille sur ses haches de silex ? (...) Sans doute voulait-il surtout les rendre plus belles, plus brillantes, en faire des objets d'art, de luxe ou de culte, propres à lui concilier l'envie de ses rivaux, l'admiration des femmes et la bienveillance des dieux.

Les enseignements scientifiques du polissage, in "la revue rose" de Louis Olivier

Une surface parfaitement polie permet de garantir la qualité du matériau sous-jacent (wysiwyg. Pas de fissures), voire même contribue à l'efficacité globale du matériau (e.g. épée Viking).

Il y a aussi le polissage pour examen, par exemple l'observation des météorites.

L'énigme des météorites

William/Guglielmo Thomson (1761-1806), 1804 (trad.) :

Je crois que la circonstance du poli que j'avois donné à un de mes échantillons [de Krasnojarsk, via P.S. Pallas] a fort contribué à le préserver de la rouille (...) cependant (...) au bout de sept ans (...) le morceau poli que je conservois (...) avoit contracté quelques taches de rouille ; je voulus le polir de nouveau ; et comme le lapidaire n'enlevoit pas tout de suite les taches [e non riescendo subito a separarne le sporcizie del lapidario, 1808], j'essayai pendant quelques secondes l'action de l'acide nitreux affoibli [procédé que j'ai souvent employé pour découvrir la nature des pierres composées] (...) il me découvrit d'une manière très distincte la structure, soit la disposition interne du métal. (...) L'acide, en détruisant le lustre, qui n'étoit qu'un effet de l'art, me dévoila le tissu lamelleux et cristallisé du fer de Sibérie (etc.)

Carl von Schreibers en 1820

So wurde auch Widmanstätten [en 1808] auf die Meteoriten [de Hraschina=Zagreb] (...), bei denen diese Eisenteile geschliffen oder mit Salpetersäure geätzt und Lamellarmuster erschienen

Météorites ferreuses alliages fer-nickel, kamacite (faible teneur Ni), taenite, plessite

G. Thomson, 1804



Structure, dite de Widmanstätten, grâce à Carl von Schreiber

Sorby, gentleman scientifique, ami du polymath Ruskin

Henry Clifton Sorby (1826-1906) :

It was a natural thing that I should be led from the study of the microscopical structure of rocks to that of meteorites, and in order to explain the structure of meteoritic iron I commenced the study of artificial irons.

I first commenced to carefully study the microscopical structure of iron and steel, in order, if possible, to throw light on the origin of meteoritic iron, but soon found that the results were of even more value in connection with practical metallurgy

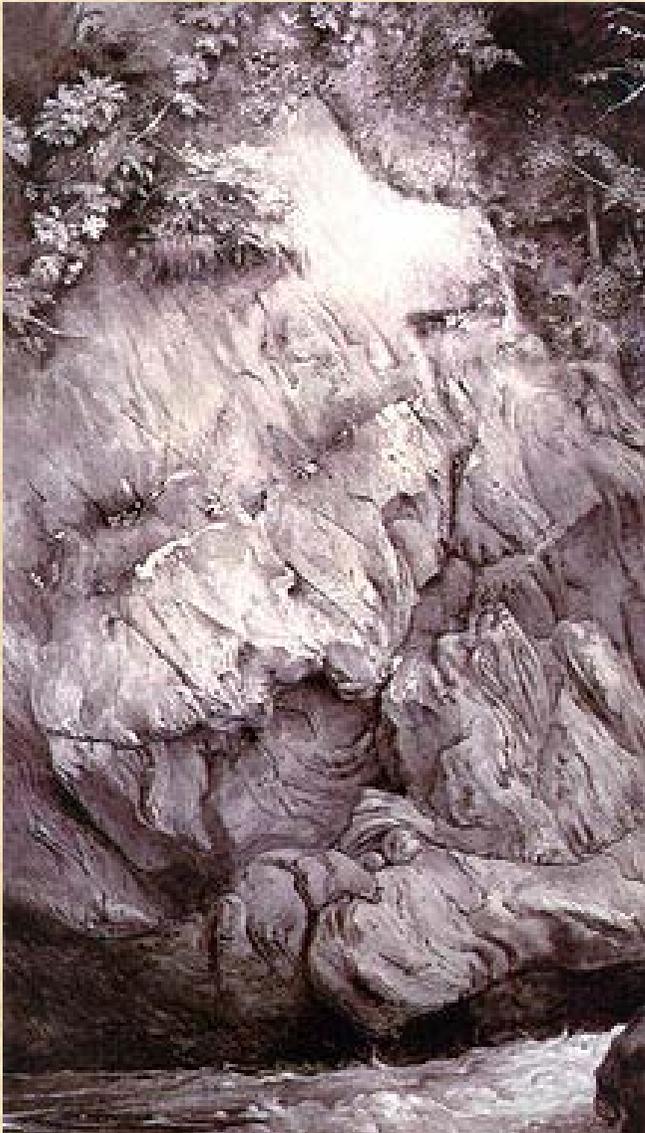
Sorby : deux lignes dans son agenda en 1863, une présentation à Bath avec micrographies en sept. 1864, un "résumé" de dix lignes publié en 1865. Peu d'échos à ce moment là. Sorby s'intéressait à tout et se tourna vers l'analyse spectrale.

Son ami John Ruskin avait commencé en géologie : amoureux des paysages de montagne, de géologie (dès 12-15 ans), d'esthétique, de peinture, de tout ! Fasciné par les spectres que lui montra Sorby en 1872 : the rainbow of the rose, and the rainbow of the violet, and the rainbow of the hyacinth, ...

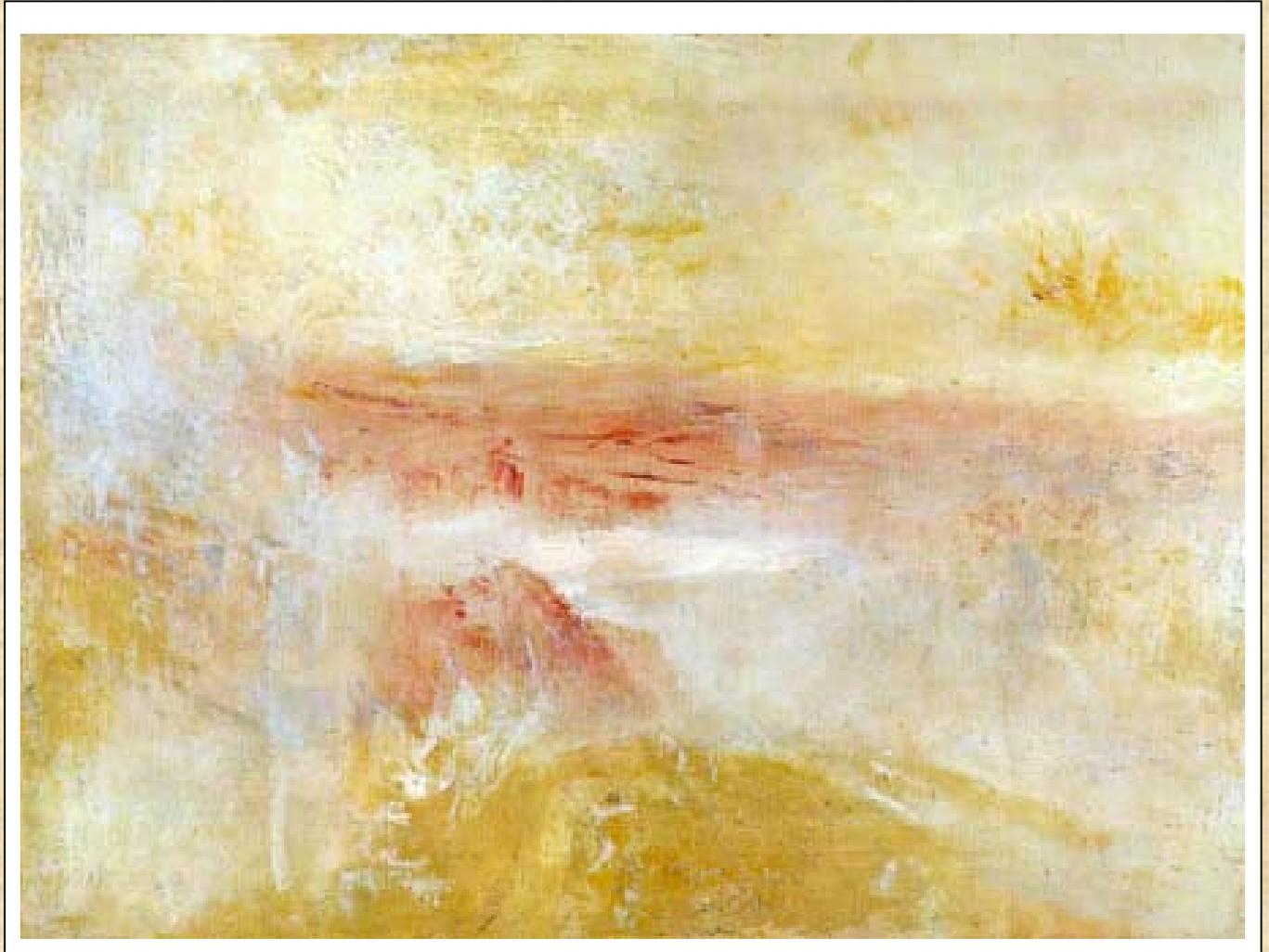
(Mais, un peu plus tard : I hate microscopes and telescopes worse than governesses)

Le fer observé en 1863 était suédois, Sorby était de Sheffield, et la deuxième révolution industrielle (métallurgique) était en route. Sorby reprend ses observations sidérurgiques une quinzaine d'années plus tard, à la suggestion de John Percy.

Montagnes, météorites, métallurgie, esthétique...



John Ruskin, (1819-1900)
Study of Gneiss Rock, 1853



William Turner, Mountain Landscape, 1840
(1775-1851)

La microscopie pétrographique de Sorby, ses analyses spectrales...

G. Charpy, 1891

Henri Gautier et Georges Charpy, en 1891 :

Si l'on place un morceau de fer partiellement oxydé dans une grande masse d'acide, et si l'on agite constamment pour éviter toute élévation locale de température, l'oxyde se dissout peu à peu, et, lorsque la surface du métal est parfaitement brillante, on n'observe plus aucun dégagement gazeux en abandonnant le liquide au repos. On obtient le même résultat si l'on réduit l'oxyde en reliant le métal au pôle négatif d'une pile dont le pôle positif communique avec une lame de platine, et plongeant le tout dans l'acide azotique.

Georges Guillemin, en 1892 :

Si l'on attaque une surface polie d'un de ces alliages [alliages industriels de métaux autres que le fer : bronzes, laitons, ...], soit par l'acide azotique dilué et froid, soit par l'acide sulfurique aux 1/10 sous l'influence d'un courant électrique faible (2 volts et 1/10 d'ampère), et qu'on examine au microscope cette surface ainsi dérochée, on obtient des images qui varient selon la nature de l'alliage, mais qui sont toujours invariablement les mêmes pour un alliage déterminé.

G. Charpy, Le Chatelier, Sirks, 1893-1902

Georges Charpy, en 1893, 1896 :

Si l'on veut employer l'examen micrographique comme moyen de caractériser un métal d'après le dessin que présente sa surface, il est absolument indispensable que cette surface soit toujours préparée suivant un procédé rigoureusement défini. (...) une attaque électrolytique et employons le procédé suivant bien qu'il ait été basé sur des idées théoriques que nous avons reconnues depuis inexactes, parce qu'il est très facile à régler et à appliquer dans des conditions toujours identiques.

Henry Le Chatelier, 1896

H. Le Châtelier cherche à généraliser, systématiser, simplifier, pour rendre la technique sûre et facilement utilisable (à la F.W. Taylor : Org. Sci. Travail)

A.H. Sirks, 1902 :

Sirks, qui travaillait à La Haye (Den Haag), a appliqué sa méthode sur des laitons et des bronzes, mais aussi sur du fer et différents types d'acier. Dans la conclusion de son article Sirks mentionne qu'il vient de prendre connaissance du travail de Charpy (de 1896, republié SEIN 1901). À son avis le procédé de Charpy ne permettra pas d'étudier efficacement le fer ou les aciers.

Le mouton de Charpy

C'est André Le Chatelier qui invente l'essai de choc sur barreaux entaillés (1892, ainsi que Considère). Frémont, Charpy et Guillery codifient cet essai avec leurs machines : mouton vertical de Frémont (1897), mouton-pendule de Charpy (1901), mouton rotatif de Guillery.

En 1897, Russel, ingénieur américain, met au point en 1896 une machine de rupture semblable au mouton pendule sauf qu'il n'accorde pas d'importance à l'entaille, à la différence de Charpy.

L'objectif de Charpy est de classer les matériaux (et en particulier les métaux) en fonction de leur résilience. Mais il n'envisage pas l'étude du type de rupture (ductilité, fragilité), ce qui est le cas aujourd'hui.

L'effet Portevin - Le Chatelier :

André Le Chatelier 1909, observé dans l'acier doux. (frère cadet d'Henry)

Albert Portevin et François Le Chatelier, sur aluminium(cuivre) en 1923. (fils)

Walter Rosenhain et Sidney Archbutt 1912, sur alliages aluminium(zinc)

Charpy, Guillemin, Le Chatelier, Sirks, 1891-1902, et ...

Frank Adcock 1921

The Electrolytic Etching of Metals J. Inst. Metals 1921 9 pages
+ 4 pages discussions & communications

Frank Adcock travaillait sous la direction de Cecil Desch à Sheffield.

Dans les 'communications' qui suivent les discussions, W.E. Hughes, de Londres, rappelle les noms de Le Chatelier et Sirks et dit que lui-même utilise cette méthode avec de l'acide perchlorique pour le plomb.

Frank Adcock : ingénieur britannique, connu pour l'antenne Adcock (pour recevoir et émettre des ondes radios directionnelles, 1919), pour l'établissement du diagramme de phases Fe-Cr (sans la phase σ) en 1931.

Il cofonda le département de métallurgie indien en 1945/6 à Calcutta.

Puis plus rien..., jusqu'à **Jacquet**, brevet 1930 "publié" 1931, et son *Nature* 1935

Peu d'échos chez les métallurgistes industriels qui ont leurs habitudes..., davantage chez les chercheurs physiciens pour des études sur l'oxydation, les constantes optiques et les propriétés magnétiques.

L'énigme de la nature de la couche de surface produite par écrouissage, amorphe selon George Beilby (depuis 1903, d'où un modèle de durcissement des métaux... Sir George Beilby en 1916, livre Aggregation and flow of solids en 1921)

Il n'en est rien mais cette couche écrouie est gênante et Jacquet est le premier à prendre conscience qu'on s'en débarrasse par attaque chimique ou électrolytique.

L'énigme du durcissement des Duralumins de Wilm : trouver les "nœuds" de Merica

En pouvant enlever de la matière par la surface de manière contrôlée et propre, PA Jacquet espère, avec Jean Calvet, chez Joliot, au Collège, arriver à dévoiler les "nœuds" de Merica qui durcissent les Duralumins Al(Cu), par l'observation des répliques de ces surfaces obtenues doucement.

Hélas... rien n'est vu...

... Jusqu'à la visite d'un jeune thésard de Mauguin, André Guinier qui a construit une caméra à rayons X à petits angles pouvant détecter des particules très petites → 1938 : CRAS Guinier, CRAS Calvet, Guinier, Jacquet → les ZGP

Lire O. Hardouin Duparc : Met. Mat. Trans. A 2010, sur Preston et Guinier

Contexte militaire dès 1939

Dixit PA Jacquet en 1953 (revue Atomes dont il fut un des créateurs) :

L'ouverture des hostilités en Europe eut pour effet d'accroître beaucoup l'intérêt que le polissage électrolytique commençait à susciter dans le monde.

Sans le polissage électrolytique, l'étude métallographique de l'uranium, fondamentale pour le développement de l'énergie atomique, aurait été très difficile.

Contexte scientifique aussi

Parmi les progrès les plus spectaculaires de la physique des métaux qui ont été rendus possibles grâce à un emploi judicieux de la nouvelle méthode, signalons les mécanismes de la déformation plastique et de la recristallisation, la vérification expérimentale par les physiciens des Bell Laboratories de la théorie moderne des domaines magnétiques du savant français Louis Néel. D'autre part, soit qu'il serve à la fabrication d'éprouvette, soit qu'il intervienne dans ... *etc.*

Amincissement, pour MET

En pouvant enlever de la matière par la surface de manière contrôlée et propre, la technique Jacquet contribue à l'amincissement ultime des échantillons pour l'observation par microscopie électronique en transmission.

(William Nicol vers 1815 : Amincissement mécanique pour microscopie optique polarisée)

Robert Heidenreich 1949

An electrolytic method of preparing thin metal sections for electron microscopy and diffraction is introduced and its application to the structure of cold-worked aluminum and an aluminum-copper alloy demonstrated.

Raymond Castaing et Paul Laborie proposent autre chose en 1953 (Castaing 1955)

Nous avons repris les expériences de Heidenreich (...) Les bords de la pastille sont protégés par un anneau d'aluminium pour limiter le polissage à la partie centrale (...) Tous ces inconvénients peuvent être évités par une nouvelle méthode d'amincissement utilisant un bombardement ionique.

Walter Bollmann, en 1956

Il élabore un bain électrolytique pour les aciers chrome-nickel (18/10), 60% acide phosphorique, 40% acide sulfurique, courant 3 Amp. → il voit des lignes de dislocations mais n'explique pas le contraste de diffraction, et se fait dépasser par Peter Hirsch et ses étudiants (Whelan). David Brandon convertira Bollmann aux joints de grains...

Conclusion (bien polie ?)

MERCI de votre attention

Mais attention aux bains, même en Méditerranée

Remerciements :

Service Bibliothèque de l'École polytechnique

Pierre Guiraldenq (ECP, Lyon)

Bibliothèque du CEA