

Élaboration d'un référentiel d'état de surface pour l'évaluation de la performance du procédé d'électropolissage dédié aux alliages d'or à 18 carats.

Dans des domaines à haute exigence esthétique tels que la maroquinerie, la bijouterie, la joaillerie et l'horlogerie, l'évaluation des pièces fabriquées à partir de métaux précieux ou revêtues de fines couches de ces matériaux repose fréquemment sur des critères visuels ou des paramètres tels que la rugosité, la couleur et la brillance. D'une manière générale, une rugosité plus faible conduit à l'obtention d'une surface plus réfléchissante, car elle diffuse moins la lumière et réfléchit davantage de manière spéculaire^[1]. Cependant, dans le cas de traitements de finition tels que l'électropolissage, cette relation n'est pas toujours linéaire : il est possible d'obtenir des niveaux de brillance élevés, sans réduction complète de la rugosité. Ce phénomène s'explique par les mécanismes propres à l'électropolissage qui combine deux phases distinctes : le nivelage (ou macro-smoothing) réduisant la rugosité à l'échelle micrométrique (> 1 µm), et le brillantage (ou micro-smoothing) qui agit sur des échelles plus fines^[2].

Julymar Rodriguez, Nesly Ziza Ahmadi, Marie-Laure Doche, Jean-Yves Hihn

Université Marie et Louis Pasteur, CNRS, Institut UTINAM UMR 6213, Besançon France

Pour vérifier les exigences des clients ou pour encadrer les relations entre fournisseurs et donneurs d'ordre, plusieurs méthodes existent, faisant souvent l'objet de discussions. Des normes encadrent toutefois ces évaluations, mais aucune méthode universelle ne permet d'établir une correspondance directe entre les différentes grandeurs de surface, en particulier la brillance et la rugosité. Cela s'explique probablement par l'influence de nombreux facteurs tels que la diversité des matériaux, des techniques de mesure et des instruments utilisés.

C'est dans ce contexte que ce travail se propose de créer un référentiel pour évaluer de manière reproductible et quantifiable l'efficacité de l'électropolissage appliqué aux alliages d'or 18 carats utilisés en joaillerie, en se basant sur des mesures objectives de rugosité, brillance et couleur. Pour cela, des pièces en or alliés ont subi des étapes successives de polissage mécanique de plus en plus fins. Pour chaque étape, l'état de surface a été caractérisé pour suivre l'évolution des paramètres de rugosité, brillance et couleur jusqu'au poli miroir. Ces valeurs peuvent alors servir de base de comparaison avec des surfaces traitées par d'autres techniques, dont l'électropolissage, permettant ainsi d'établir des repères quantitatifs pour une évaluation plus rigoureuse et moins subjective des traitements de surface appliqués à ces matériaux.

MATÉRIAUX ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

Pour cette étude, des échantillons en or jaune, or rouge et or gris palladié de 6 mm de diamètre ont été utilisés (compositions **Tableau 1**). Après chaque étape de polissage mécanique, les substrats ont été nettoyés par ultrasons, d'abord dans l'eau déminéralisée, puis dans l'éthanol, avant d'être caractérisés en termes de rugosité, couleur et brillance. Une analyse par microscopie optique (Zeiss) au grossissement x5 (images de 1,6 mm x 2,3 mm) a également été conduite.

La procédure a été mise au point pour s'adapter à une large palette de rugosités. Le processus a démarré avec un niveau de rugosité plus élevé, correspondant à un polissage au grain SiC600, afin de mieux suivre l'évolution de ce paramètre.

Le **Tableau 2** présente les draps de polissage utilisés, les tailles de grains abrasifs respectives ainsi que le lubrifiant employé. L'ultime étape de polissage au grain de ¼ de µm correspond à un rendu visuel parfaitement réfléchissant.

MESURE DE LA RUGOSITÉ DE SURFACE

Les mesures de rugosité ont été obtenues à l'aide d'un interféromètre optique (Profilom 3D de Filmetrics) en considérant les paramètres d'amplitude surfacique ou le long d'un profil défini. Ainsi, nous avons suivi l'évolution de la rugosité arithmétique moyenne d'une ligne (Ra) et son équivalent surfacique (Sa), ainsi que le paramètre d'amplitude maximale du profil (Rz)^[3], conformément aux normes ISO 25178 et ISO 4287. Ces paramètres sont définis ci-après :

Rugosité arithmétique moyenne linéaire (Ra) : représente l'écart moyen entre les pics et les creux d'une surface sur une longueur de mesure donnée.

Alliage	Au (% m/m)	Ag (% m/m)	Cu (% m/m)	Pd (% m/m)
Or jaune 3N	75,1	12,5	12	---
Or rouge 5N	75,1	4,5	20,4	---
Or gris palladié	75,1	---	11,0	12,5

Tableau 1. Composition des alliages d'or 18 carats.

Draps de polissage						
	SiC x600	SiC x1200	6 µm	3 µm	1 µm	0,25 µm
Taille de grains (µm)	25,8 ± 1	15 ± 1	6 ± 1	3 ± 0,5	1 ± 0,3	0,25
Lubrifiant	Eau	Eau	Eau	Liquide diamanté 3 µm	Liquide diamanté 1 µm	Liquide diamanté ¼ µm

Tableau 2. Draps et lubrifiants utilisés pour le polissage mécanique.

$$Ra = \frac{1}{L} \int_L |Z(x)| dx$$

Avec: L : longueur de mesure.

$Z(x)$: déviation de la surface à chaque point x par rapport à la ligne moyenne.

Rugosité arithmétique moyenne de surface (Sa):

ce paramètre correspond à l'extension du paramètre Ra appliqué à une surface. Il est calculé comme la moyenne arithmétique absolue de la différence de hauteur de chaque point par rapport au plan moyen de la surface.

$$Sa = \frac{1}{A} \int \int_A |z(x, y)| dx dy$$

Avec: A : surface de mesure.

$z(x, y)$: déviation de la surface à chaque point (x, y) par rapport à la surface moyenne.

Hauteur maximale du profil (Rz):

c'est la hauteur moyenne des cinq plus hauts pics et des cinq plus bas vallées de la surface, calculée sur une longueur de mesure donnée.

$$Rz = Rz1 + Rz2$$

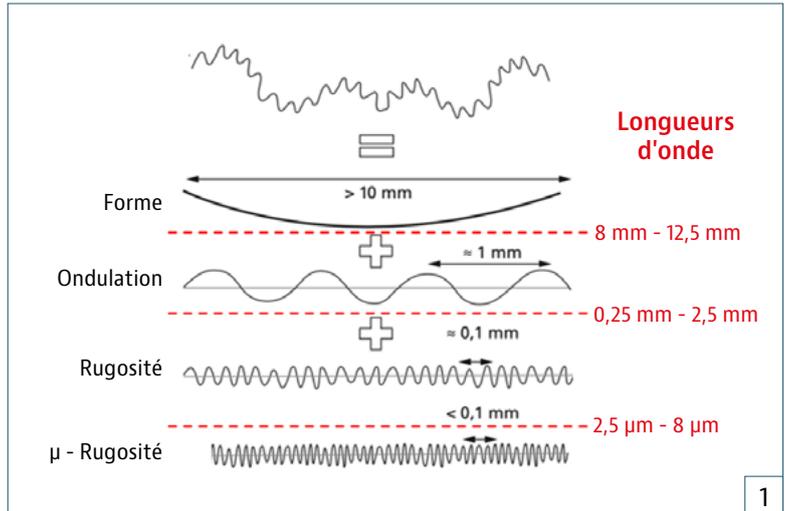
Avec: $Rz1$: hauteur moyenne des 5 plus hauts pics.

$Rz2$: profondeur moyenne des 5 plus bas vallées.

L'acquisition des images de surface (0,8 mm x 1,0 mm) a été réalisée en lumière verte au grossissement x 20. Avant la mesure de rugosité, les images subissent un prétraitement numérique en trois étapes:

- Interpolation des points non valides: remplacement des données manquantes par la moyenne des zones adjacentes pour assurer la continuité du signal.
- Aplatissement de la surface: suppression de la topographie macroscopique (ondulations de la surface) par ajustement polynomial d'ordre 3.
- Filtrage des valeurs aberrantes: les points avec une pente > 85° ont été remplacés par interpolation.

Pour la mesure des paramètres Ra et Rz , l'application d'un filtre appelé cut-off (λc) permet de s'affranchir de la forme du substrat, de l'ondulation et éventuellement de



la macrorugosité (voir Figure 1). Ce traitement isole ainsi la composante de microrugosité, dont la valeur peut être corrélée à la brillance de la surface.

Par défaut, l'appareil utilisé applique un cut-off de 80 μm selon la norme ISO 4288:1998. Pour obtenir une valeur complémentaire de microrugosité, nous avons également appliqué un cut-off de 8 μm aux profils extraits par l'appareil (le plus petit filtre disponible pour cet équipement). Un exemple de l'application de ce filtre est présenté en Figure 2.

MESURE DE LA BRILLANCE

La mesure de la brillance à l'aide de brillancemètres conventionnels présente des limitations lorsqu'il s'agit de substrats de très petite taille, comme c'est le cas dans cette étude (diamètre de 6 mm). Afin de surmonter cette contrainte, un paramètre alternatif a été proposé avec la mesure de la brillance à 8° réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre CM-26d (Konica Minolta).

Cette mesure correspond à la réflexion spéculaire de la surface évaluée à un angle d'incidence de 8°. Bien qu'elle soit sans unité et non plafonnée, cette valeur peut être utilisée à des fins comparatives entre échantillons similaires, avec une incertitude estimée à ± 10 dans notre configuration.

Pour l'évaluation visuelle, des images de la surface ont été capturées à l'aide d'un microscope numérique portable (Bysameyee™). Dès que l'état de surface devenait suffi-

Figure 1.

Profils de différents composants de rugosité qui constituent l'état de surface d'un échantillon (adapté de [1],[4]).

Figure 2.

Exemple de l'application d'un filtre (cut-off) de 8 μm sur un substrat en or pur: a) Image sans filtre, b) Image filtrée c) Comparaison des profils de rugosité Ra extraits de chaque image.

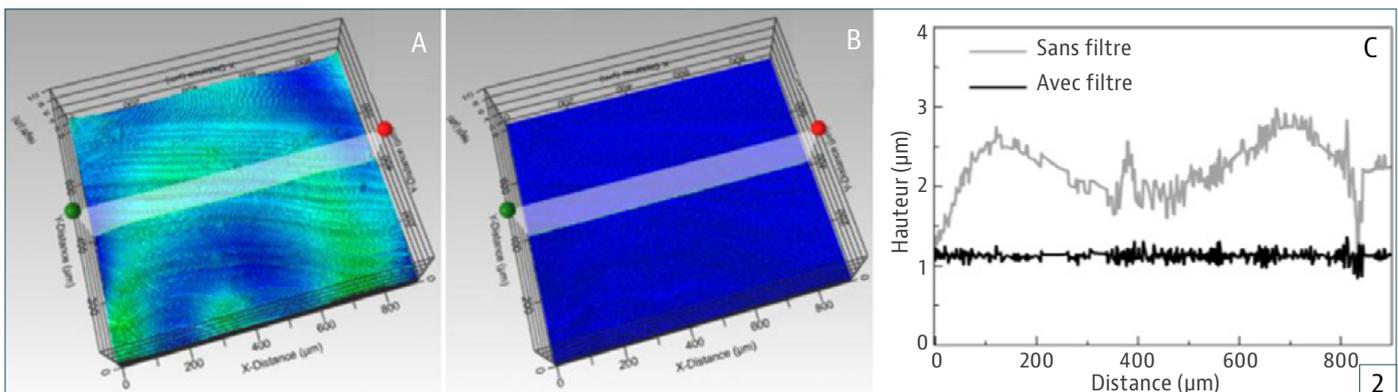




Figure 3. Exemple de l'évaluation qualitative des substrats

samment réfléchissant, la réflexion d'un réglet métallique placé à proximité pouvait être observée à la surface de l'échantillon (Figure 3).

ÉVALUATION DE LA COULEUR

Le système CIELAB permet de déterminer les couleurs quantitativement à l'aide d'un spectrophotomètre et d'assigner une position à chaque couleur dans un espace tridimensionnel (L^* , a^* , b^*). Dans ce système, la clarté L^* prend des valeurs entre 0 (noir) à 100 (blanc de référence) et les paramètres a^* et b^* représentent la chromaticité sur deux axes allant respectivement, pour a^* du vert (-100) au rouge (+100) et pour b^* du bleu (-100) au jaune (+100).

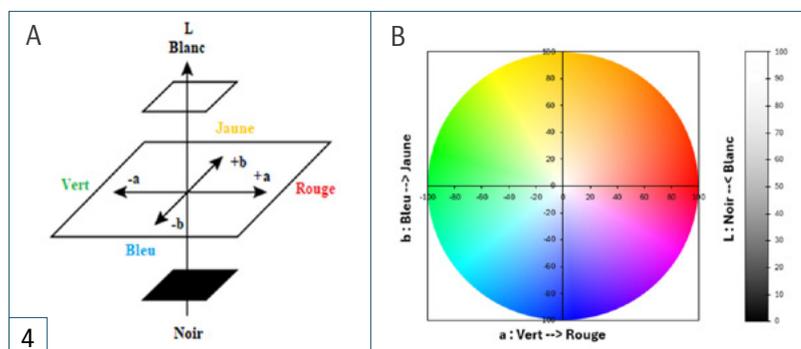


Figure 4. a) Système tridimensionnel CIELAB de couleur à coordonnées orthogonales (adapté de [5])
b) Représentation en 2D de l'échelle en couleur et en clarté.

La norme ISO 8654:2018/DAM 1:2018 (E)^[6] définit actuellement les paramètres colorimétriques utilisés pour l'évaluation des principaux alliages d'or. Pour les alliages d'or blanc, les valeurs des composantes a^* et b^* sont comparées aux seuils proposés par l'étude de Henderson *et al.*^[6].

En complément, un autre indicateur, l'indice de jaunissement ASTM D1925 (Yellow index value), est utilisé pour quantifier la blancheur de l'alliage^[7]. Pour qu'un alliage soit considéré comme de l'or blanc, il doit ob-

tenir une valeur maximale de 32 sur cet indice (voir Tableau 3). L'ensemble des mesures colorimétriques de cette étude a été réalisé à l'aide du spectrophotomètre CM-26d (Konica Minolta).

Cet appareil propose également un paramètre qui permet d'évaluer la différence de couleur entre deux échantillons, le CIEDE2000 (ΔE_{00}).

- $\Delta E_{00} < 1$ signifie que la différence de couleur est imperceptible à l'œil humain, même pour des observateurs entraînés.
- $1 < \Delta E_{00} < 2$ sont perceptibles uniquement dans des conditions de test strictes ou par des professionnels.
- $\Delta E_{00} > 2$ indiquent une différence notable pour la plupart des utilisateurs.

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Création du référentiel

La Figure 5 présente l'aspect des substrats après chaque étape de polissage mécanique. Pour l'ensemble des alliages étudiés, l'apparition d'un caractère réfléchissant des surfaces est observée à partir du polissage effectué avec une suspension diamantée de granulométrie 3 μm , moment à partir duquel le reflet du réglet devient perceptible.

La Figure 6, relative à l'évolution de la rugosité arithmétique et de la brillance en fonction de la granulométrie du polissage, permet d'extraire les informations suivantes (Cf. Figure 6).

Pour la brillance et la rugosité (Figures 6a, 6b et 6c): une augmentation significative de la brillance à 8° est observée à partir du polissage effectué avec le drap à 3 μm , ce qui correspond avec l'amélioration visuelle de la surface.

Toutes les surfaces réfléchissantes possèdent:

- Des valeurs de brillance à 8° supérieures à 1000.
- Des valeurs de rugosité S_a comprises entre 100 nm et 200 nm.
- Des rugosités R_a ($\lambda_c = 8 \mu\text{m}$) inférieures à 100 nm.

Concernant les couleurs, la clarté (Figures 6d, 6e et 6f) et l'indice de jaunissement (YI) de l'or gris palladié 18k (Figure 6f):

Au début du processus de polissage, les valeurs de L^* , a^* et b^* des échantillons d'or jaune et d'or rouge se situent en dehors des tolérances spécifiées par la norme ISO 8654:2018/DAM 1:2018 (E). Cependant, après plusieurs étapes de polissage, ces valeurs se stabilisent et rentrent dans les limites définies par la norme.

Pour l'échantillon d'or gris palladié, les valeurs de a^* et b^* correspondent au grade 3 du classement établi pour les alliages d'or blanc. Cependant, la plupart des valeurs obtenues pour l'indice de jaunissement sont inférieures à 19, ce qui correspond au grade 1.

Application à un procédé d'électropolissage

Les valeurs ainsi obtenues, spécifiques à chaque alliage, servent de référence et peuvent être comparées aux résultats des traitements d'électropolissage réalisés sur les mêmes substrats. Un exemple est présenté ci-après. La figure 7 montre les images optique et microscopique d'un substrat en or jaune 3N lors de son

Grade	Catégorie	YI: D1925	Tolérance maximale
Grade 1	Qualité supérieure	< 19,0	$\pm 2,0$
Grade 2	Qualité standard	19,0 < YI < 24,5	$\pm 2,0$
Grade 3	Blanc non pur ou coloré	24,5 < YI < 32,0	-3,0

Tableau 3. Classification des alliages d'or blanc en fonction de l'indice de jaunissement D1925 et leurs tolérances^[6].



Figure 5. Aspect des surfaces des alliages d'or jaune 18k 3N, or rouge 18k 5N et d'or gris palladié 18k après les différentes étapes du polissage mécanique. a) Image obtenue avec la caméra numérique et b) Image obtenue avec le microscope optique (grossissement x5).

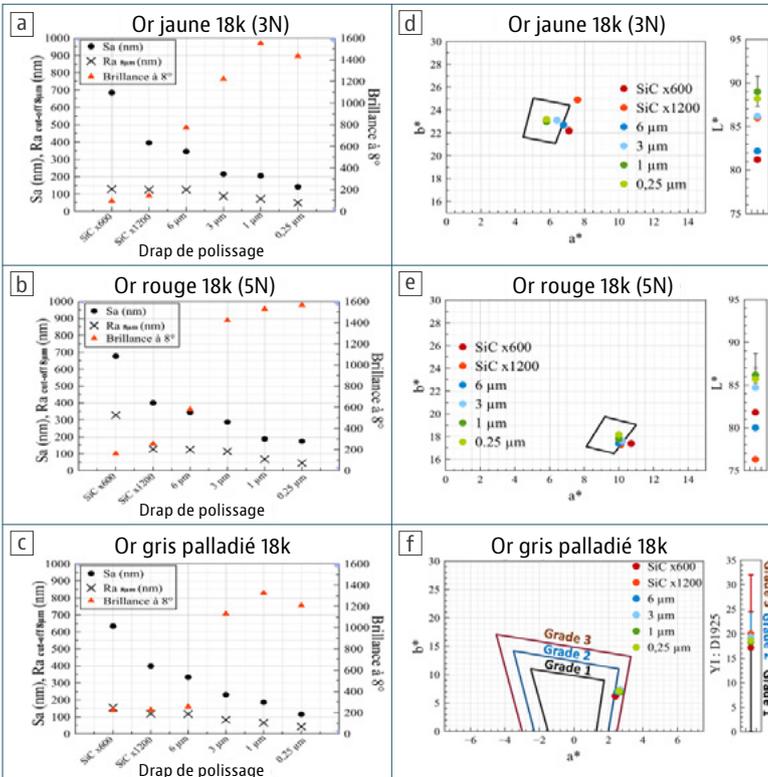


Figure 6. Évolution de la rugosité Sa et de la brillance à 8° pour a) l'or jaune 18k (3N), b) l'or rouge 18k (5N) et c) l'or gris palladié 18k. Évolution des paramètres CIELAB (L^* , a^* , b^*) pour d) l'or jaune 18k (3N) et e) l'or rouge 18k (5N) (Le carré noir correspond aux plages de tolérances d'après la norme ISO 8654 : 2018/DAM 1 : 2018 (E)). f) Évolution de a^* , b^* et de l'indice de jaunissement pour l'or gris palladié 18k (tolérances indiquées sur le graphique d'après Gold Bulletin et la norme ASTM D1925)^[6].

électropolissage avec une solution de chlorure de choline (ChCl) : glycérol en proportion molaire 1 : 2^[8].

Les conditions utilisées pour l'électropolissage ont été les suivantes : $T = 50^\circ\text{C}$, vitesse de rotation du substrat : 1000 rpm, potentiel de travail : 4,0V/ECS, temps de traitement : 120 minutes, réparties en intervalles consécutifs de 10 minutes. Il est observé que la surface commence à être réfléchissante à partir de 80 minutes de traitement.

La **Figure 8** compare l'évolution des paramètres de rugosité durant l'électropolissage par rapport aux valeurs obtenues par polissage mécanique. Les valeurs de Sa diminuent rapidement durant les 10 premières minutes, atteignant un niveau équivalent à un polissage mécanique à 6 µm ($Sa \sim 350 \text{ nm}$). Après 100 minutes, elles sont comparables à celles obtenues avec un polissage à 1 µm, tandis qu'une dégradation de la surface apparaît à 120 minutes. La micro-rugosité ($Ra_{\lambda c = 8\mu\text{m}}$) diminue également de façon significative atteignant, après 100 minutes, des niveaux équivalents, voire inférieurs, à ceux d'un polissage à 0,25 µm. La brillance, quant à elle, correspond à celle observée pour un polissage à 1 µm.

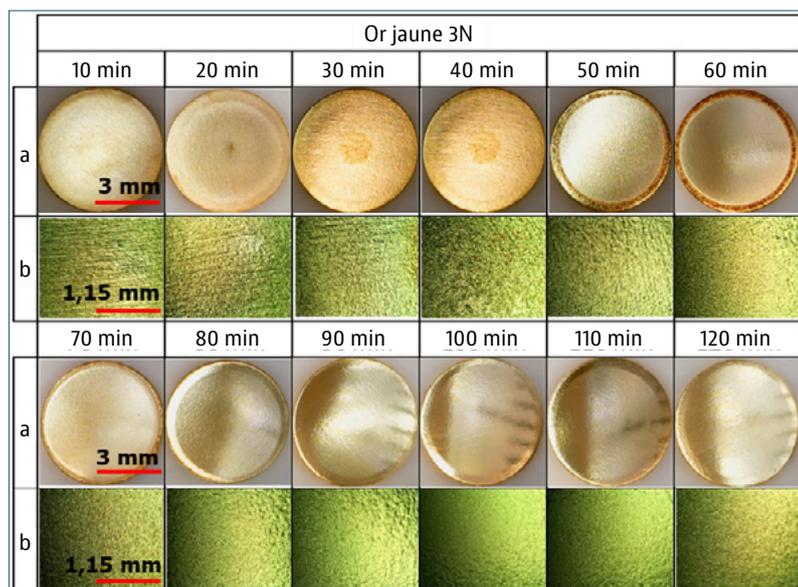
Concernant la couleur présentée jusqu'à 60 minutes de traitement en **Figure 9**, les valeurs de a^* et b^* se rapprochent progressivement des tolérances définies par la norme ISO 8654 : 2018 / DAM 1 : 2018 (E), sans toutefois atteindre celles obtenues par polissage mécanique. Au-delà de 60 minutes, elles s'en écartent de nouveau, tendant vers des teintes plus rougeâtres.

Une évaluation du paramètre ΔE_{00} (voir **Figure 10**) entre les valeurs mesurées et la norme, a permis de constater qu'il devient inférieur à 2 après 50 minutes de traitement et continuent de diminuer jusqu'à 110 minutes. Cela suggère que les variations de teinte obtenues restent faibles et pourraient être acceptables, selon les exigences de l'évaluation des pièces. Il est important de noter que de telles variations de couleur sont courantes dans l'industrie, et un avivage final est souvent mis en place pour obtenir la brillance et la finition souhaitées.

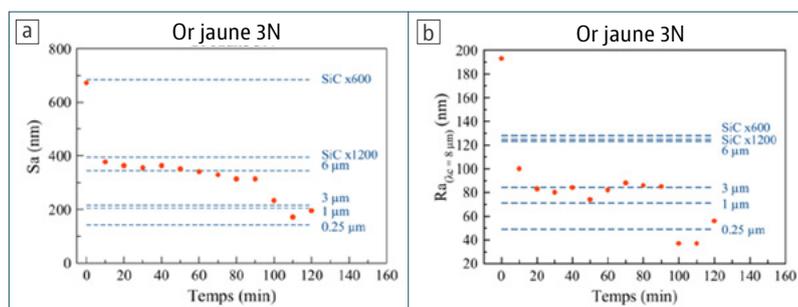
Les résultats obtenus permettent d'établir que les conditions utilisées pour l'électropolissage de l'alliage d'or jaune 3N sont capables d'apporter une amélioration significative de son état de surface. La pièce traitée présente des propriétés comparables à celles obtenues par un polissage mécanique à grain de 1 µm, notamment en termes de brillance et de rugosité, tout en maintenant l'intégrité de la couleur de l'alliage. La comparaison directe avec le polissage mécanique offre un cadre de référence pertinent pour évaluer et mieux décrire la performance des procédés d'électropolissage. Elle permet également d'identifier les conditions opératoires optimales selon les exigences spécifiques définies dans les cahiers des charges industriels, telles que la réduction du temps de traitement, notamment lorsque des états de surface moins poussés sont jugés suffisants.

CONCLUSION

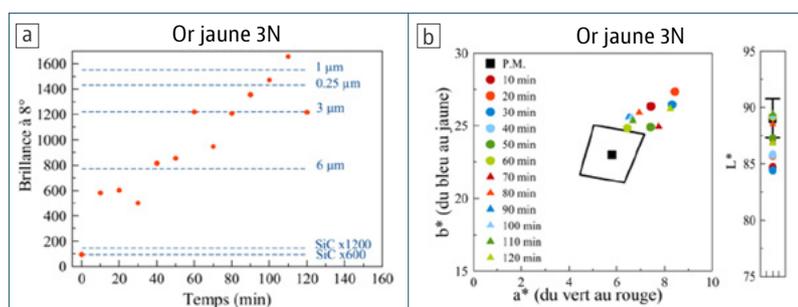
La méthodologie développée dans cette étude fournit un référentiel pour évaluer l'efficacité des traitements d'électropolissage appliqués aux alliages d'or 18 carats. Contrairement aux évaluations traditionnelles, souvent



▲ **Figure 7.** Aspect de surface de l'or jaune 3N après électropolissage dans ChCl: Glycérol (1:2) à 1000 rpm et 4 V/ECS. a) Vue optique et b) Vue microscopique, zoom x5.

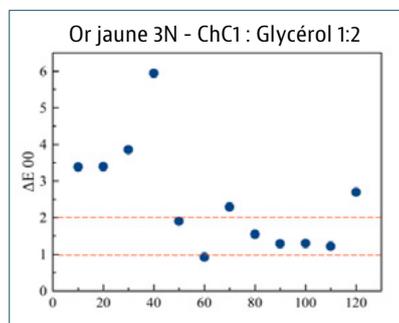


▲ **Figure 8.** Évolution de: a) la rugosité Sa, b) la rugosité Ra avec un cut-off $\lambda_c = 8 \mu\text{m}$.



▲ **Figure 9.** Évolution de a) la brillance à 8° et b) les coordonnées $L^*a^*b^*$ pour un substrat d'or jaune 3N lors de son électropolissage et comparaison avec des valeurs correspondantes à un polissage mécanique (P.M) (lignes pointillées en bleu et carré noir).

► **Figure 10.** Évolution du paramètre ΔE_{00} avec le temps d'électropolissage.



basées sur des observations visuelles et donc fortement subjectives, cette approche repose sur des paramètres quantifiables et reproductibles liés à l'état de surface. Elle permet ainsi de disposer d'un outil d'analyse objectif, facile à mettre en œuvre, et adap-

té à une utilisation comparative entre différents procédés ou conditions de traitement, indépendamment de l'opérateur.

Bien que l'établissement d'un référentiel nécessite, dans un premier temps, la caractérisation fine de chaque alliage considéré, la constitution d'une base de données structurée permet ensuite une évaluation systématique et cohérente des résultats. Une fois cette base constituée, l'analyse des performances des traitements d'électropolissage peut être standardisée, facilitant l'intégration de cette méthode dans un cadre industriel ou de recherche appliquée.

REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier le ministère de l'Enseignement supérieur, de la Recherche et de l'Innovation (bourse de doctorat Doctoral School ED 553), et très chaleureusement le groupe Richemont pour l'approvisionnement en alliages d'or et particulièrement M. Brouillet.

Les auteurs remercient également la plateforme de chimie UTINAM PCU et la plateforme MIFHySTO pour la mise à disposition de moyens de caractérisations.

BIBLIOGRAPHIE

[1] Fletcher, David, « *The Precious Project: Polishing and Finishing of Additive Manufacturing (AM) Jewelry* », présenté à The Santa Fe Symposium, 2018.

[2] Doche, Marie-Laure et Hihn, Jean-Yves, « *Revue des électrolytes et procédés pour le traitement des pièces de fabrication additive* », Tech. Ing., no M1635 V1, Art. no M1635 V1, oct. 2021, Consulté le: 4 mars 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/traitements-de-surface-des-metaux-en-milieu-aqueux-42359210/electropolissage-m1635/revue-des-electrolytes-et-procedes-pour-le-traitement-des-pieces-de-fabrication-additive-m1635niv10005.html>

[3] Leach, Richard, *Characterisation of Areal Surface Texture* | SpringerLink. Springer, 2013. [En ligne]. Disponible sur: <https://link.springer.com/book/10.1007/978-3-642-36458-7>

[4] « *Rugosité* », Bodson Quality Control. Consulté le: 16/09/2024. [En ligne]. Disponible sur: www.bqc.be/fr/metrologie/rugosite/g-10000041

[5] « *ISO 8654: 2018* », ISO. Consulté le: 13 août 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.iso.org/standard/65409.html>

[6] S. Henderson et D. Manchanda, « *White gold alloys* »: Gold Bull., vol. 38, no 2, p. 55-67, juin 2005, doi: 10.1007/BF03215234.

[7] E12 Committee, *Practice for Calculating Yellowness and Whiteness Indices from Instrumentally Measured Color Coordinates*, 2 septembre 2024. doi: 10.1520/E0313-20.

[8] J. Rodriguez, N. Z. Ahmadi, M.-L. Doche, et J.-Y. Hihn, « *Gold and Gold Alloys Electropolishing in Choline Chloride-Glycerol Deep Eutectic Solvents* », ECS Trans., vol. 114, no 6, p. 207, sept. 2024, doi: 10.1149/11406.0207ecst.