

## SPECTRO-M-10-MIR

### Contrôle en ligne de minces couches d'huile sur du métal

Le procédé MIR qui a été mis en œuvre dans les capteurs SPECTRO-M a été développé par Sensor Instruments afin de pouvoir détecter de très minces couches organiques sur des surfaces métalliques. C'est la raison pour laquelle les capteurs SPECTRO-M sont justement prédestinés à la détection et au contrôle en ligne de minces films d'huile sur du métal.

Il s'agit dans la pratique de contrôler le processus de déshuilage de pièces, resp. l'homogénéité d'une application d'huile. Nous avons également constaté pendant les tests qui accompagnaient le développement que ce système permet aussi de très bien enregistrer les caractéristiques d'évaporation et les résidus d'huile de coupe sur des surfaces métalliques dans des conditions d'application réalistes (couches minces).

Nous avons en outre également effectué des tests sur des huiles d'estampage spéciales de la série CLF de Raziol, dont les résultats sont résumés dans la section 6 du document.

Le présent document décrit le principe de capteur du capteur en ligne SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) de Sensor Instruments. D'autres capteurs SPECTRO-M de ce type avec d'autres géométries de mesure sont en développement. Nous sommes en outre, en tant que développeurs de capteurs spéciaux, également en mesure d'adapter la technologie pour des applications spéciales et des souhaits de clients.

Sommaire :

1	Introduction.....	4
2	Principe fonctionnel du SPECTRO-M-10-MIR .....	4
3	Méthodes de référence pour déterminer la tension superficielle.....	9
3.1	Tension superficielle et tension superficielle limite .....	9
3.2	Détermination de la tension superficielle par mesure de l'angle de contact .....	12
3.3	Détermination de la tension superficielle au moyen de la méthode de l'encre de test.....	14
3.4	Procédé de référence et mesure en ligne .....	16
4	Champs d'application par les capteurs SPECTRO-M .....	16
5	Mesures de test sur différentes huiles .....	17
5.1	Motivation pour la mesure de couches d'huile sur des surfaces métalliques .....	17
5.2	Méthode de l'encre de test – un procédé de référence largement répandu pour le contrôle d'huile résiduelle.....	19
5.3	Structure de mesure et méthodes .....	20
5.4	Liste des types d'huile testés.....	22
5.5	Contrôle de résidus d'huile avec le SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2).....	24
5.5.1	<i>Capteur MIR et application.....</i>	24
5.5.2	<i>Comparaison de la sensibilité des différentes huiles à environ la même épaisseur de couche d'huile.....</i>	25
5.5.3	<i>Dépendance du signal de mesure MIR par rapport au temps.....</i>	26
5.5.4	<i>Corrélation du signal MIR et de la tension superficielle mesurée par sorte d'huile .....</i>	26
5.5.5	<i>Comparaison des valeurs de mesure MIR en fonction de la tension superficielle.....</i>	31
5.5.6	<i>Comparaison de la méthode MIR avec des capteurs UVA et UVC.....</i>	32
5.5.7	<i>Résumé du contrôle de résidus d'huile .....</i>	33
5.6	Contrôle en ligne de l'épaisseur de la couche d'huile.....	34
5.7	Mesure d'évaporation d'applications d'huile.....	37
6	Mesures de test sur la série CLF 11.....	40
6.1	Méthode de test et méthode de référence .....	40
6.2	Indications du fabricant à propos de la série CLF 11 .....	41
6.3	Raziol CLF 11 L.....	44
6.3.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile.....</i>	44
6.3.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré .....</i>	45
6.3.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle .....</i>	46
6.4	Raziol CLF 11.....	47
6.4.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile.....</i>	47
6.4.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré .....</i>	47
6.4.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle .....</i>	48
6.5	Raziol CLF 11 W 10.....	49
6.5.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile.....</i>	49
6.5.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré .....</i>	50
6.5.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle .....</i>	50
6.6	Raziol CLF 11 W 25.....	51
6.6.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile.....</i>	51
6.6.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré .....</i>	52
6.6.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle .....</i>	52

6.7	Raziol CLF 11 SE .....	53
6.7.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile</i> .....	53
6.7.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré</i> .....	54
6.7.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle</i> .....	54
6.8	Raziol CLF 11 S.....	55
6.8.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile</i> .....	55
6.8.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré</i> .....	56
6.8.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle</i> .....	56
6.9	Raziol CLF 11 SB .....	57
6.9.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile</i> .....	57
6.9.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré</i> .....	58
6.9.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle</i> .....	58
6.10	Raziol CLF 11 SD.....	59
6.10.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile</i> .....	59
6.10.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré</i> .....	60
6.10.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle</i> .....	60
6.11	Raziol CLF 11 SF .....	61
6.11.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile</i> .....	61
6.11.2	<i>Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré</i> .....	62
6.11.3	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle</i> .....	62
6.12	Raziol CLF 11 SG.....	63
6.12.1	<i>Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile</i> .....	63
6.12.2	<i>Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle</i> .....	64

## 1 Introduction

La série SPECTRO-M se fonde sur un principe de mesure qui est connu de la spectroscopie vibrationnelle et d'absorption.

On entend par spectroscopie vibrationnelle au sens le plus large l'analyse de matériaux par exposition à la lumière avec différentes longueurs d'ondes (énergie). La lumière projetée est partiellement convertie (absorbée) en vibrations moléculaires, conversion qui enregistre à son tour le rayonnement qui s'échappe sous forme de spectres. Les spectres de vibrations permettent d'obtenir des informations sur la structure moléculaire de substances organiques. Vous pouvez en outre, pour la détermination et le contrôle, également faire appel aux propriétés chimiques et physiques.

Dans le cas de la spectroscopie IR, les degrés de liberté de vibration des molécules connus de la physique quantique sont stimulés par la lumière infrarouge. On observe à cette occasion les bandes d'absorption dans le spectre IR. Les bandes des vibrations de base se situent dans l'infrarouge moyen (MIR, ~ 2500 nm – 16000 nm), celles des vibrations de combinaison et supérieures peuvent être trouvées dans l'infrarouge proche (IRP, ~ 800 nm – 2500 nm). Les bandes d'absorption IRP sont généralement de larges structures se chevauchant mutuellement tandis que l'absorption MIR est représentée dans les plages de bandes étroites.

L'absorption des bandes IRP est certes de plusieurs ordres de grandeur inférieure aux vibrations de base, mais fournit suffisamment d'informations pour classer des polymères. Le procédé d'absorption IRP est aujourd'hui utilisé dans le recyclage de plastiques. L'absorption MIR convient bien pour caractériser les couches organiques de métaux.

La famille SPECTRO-M de Sensor Instruments est une famille de capteurs en ligne qui évaluent les différents comportements d'absorption de matériaux organiques dans l'MIR afin d'obtenir des informations qualitatives et quantitatives sur des couches organiques sur des métaux pendant le processus de production.

Un domaine intéressant du contrôle de couches organiques sur des métaux est le contrôle et la mesure de couches d'huile. Dans la transformation des métaux, on utilise des huiles spéciales qui optimisent la procédure d'estampage ou d'emboutissage en soi, mais qui doivent être éliminées sans résidu après le processus de transformation.

Le contrôle en ligne de l'huilage de pièces métalliques et l'élimination de cet huilage est une exigence de technique de mesure qui n'a cessé de devenir de plus en plus complexe avec des couches toujours plus minces et des recettes et des fonctions d'huile plus spécifiques.

L'évaluation de surfaces est souvent réalisée à travers le contrôle de la tension superficielle ou de la tension superficielle limite. Deux procédés courants pour mesurer la tension superficielle sont la méthode de l'encre de test et la mesure de l'angle de contact, dont le présent document traite brièvement pour cette raison

Nous avons pour finir également repris un résumé de nos examens d'huile d'estampage et d'étréage avec le SPECTRO-M-10-MIR et comparé les résultats avec méthode de l'encre de test rouge. Il s'agit ici de détecter les moindres résidus d'huile ou d'enregistrer différentes épaisseurs de couches en termes de technique de mesure. Il existe en outre des huiles qui s'évaporent dans une fenêtre de temps définie à cet effet, mais qui laissent plus ou moins de résidus sur la surface. La mesure reproductible de la capacité d'évaporation devrait être intéressante pour les fabricants de tels produits huileux.

## 2 Principe fonctionnel du SPECTRO-M-10-MIR

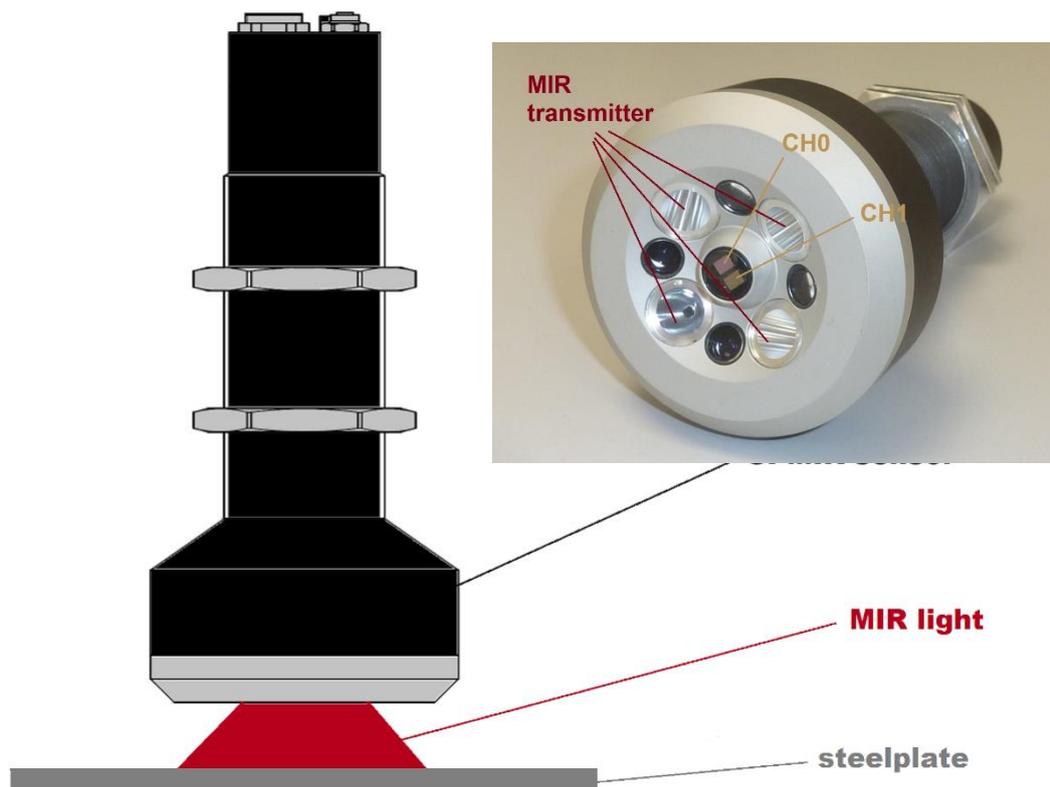
Un système de mesure en ligne dépend en premier lieu de la capacité à mesurer sans contact. Le temps nécessaire pour détecter la valeur de mesure doit bien entendu tenir le temps d'alimentation en composants. Le système de mesure doit en outre être robuste et compact, et disposer de plusieurs interfaces afin que les données de mesure puissent être alimentées en temps réel au système de contrôle supérieur ou bien à un API.

Le **SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2)** est un capteur équipé d'un éclairage à large bande pour la plage MIR. Du côté des récepteurs, on dispose de deux fenêtres de mesure (plages de longueurs d'ondes), qui sont

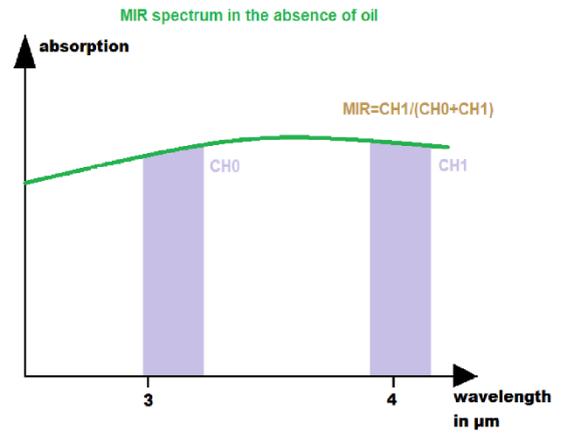
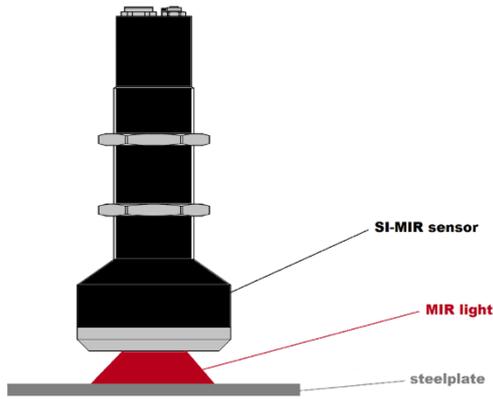
comparées l'une à l'autre de façon normée. Une de ces fenêtres sert ici de référence et se comporte, dans une première approche, de façon neutre vis-à-vis des huiles, tandis qu'il est possible de constater l'absorption provoquée par l'huile dans la deuxième fenêtre. Le logiciel Windows® SPECTRO MIR Scope V1.0 livré avec l'ensemble permet, outre le paramétrage du capteur, d'effectuer des mesures de test et d'enregistrer des valeurs de mesure. Il existe pour le fonctionnement en ligne un logiciel de surveillance qui permet d'afficher les valeurs de mesure actuelles à l'écran et d'enregistrer les données de mesure dans des fichiers ASCII.

En accompagnement du développement du SPECTRO-M-MIR, nous avons testé toute une série d'huiles d'estampage et d'étirage avec nos capteurs optiques. Nous avons à cette occasion également analysé et comparé les effets de mesure dans la plage UVC (255 nm, SPECTRO-1-UVC), la fluorescence UVA (SPECTRO-3-UV) et l'absorption dans la plage MIR (5µm).

L'ensemble des types d'huile d'estampage et d'étirage testées jusqu'ici ont pu être mesurées d'après le procédé MIR. Pour le SPECTRO-M-10-MIR, une fenêtre de mesure située entre 3 µm et 4 µm s'est détachée ici comme étant la plage spectrale de travail optimale. Le procédé comparatif de deux plages spectrales délivre ici des résultats de mesure MIR normés dans lesquels les propriétés de réflexion de la surface de contact peuvent déjà être en très grande partie compensées. Comme les différentes huiles présentent des absorptions MIR de différentes intensités, un calibrage sur la surface métallique sans huile s'impose (MIR<sub>reff</sub>). Si on voulait convertir les valeurs de mesure dans les unités d'un système de référence, par exemple si les valeurs de tension superficielle doivent être, en faisant appel à la méthode de l'encre de test, sorties en tant que valeur de mesure en mN/m, il faut commencer par établir un calibrage de référence correspondante (CONVERSION). Les croquis suivants représentent le mode de fonctionnement de principe des capteurs MIR :

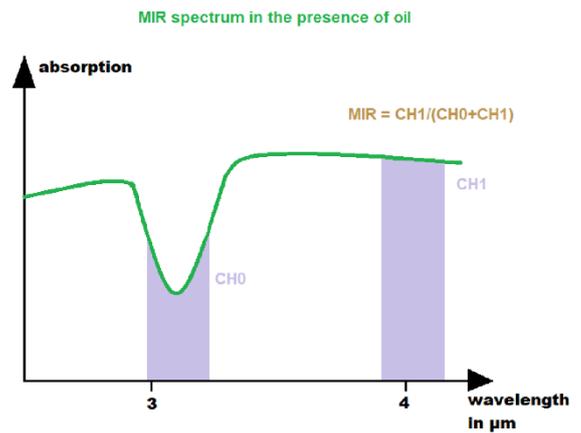
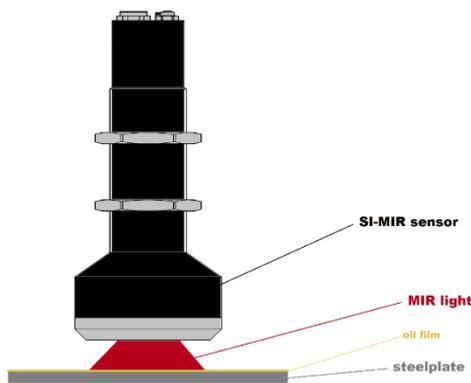


Les émetteurs MIR à large bande couvrent ici la plage spectrale nécessaire pour les deux fenêtres de mesure CH0 et CH1. Une partie de la lumière réfléchi par la surface métallique touche à cette occasion les deux fenêtres de mesure, une fenêtre de mesure (CH0) réagit à cette occasion à la présence d'un film d'huile, tandis que l'autre fenêtre de mesure (CH1) n'affiche pratiquement aucune réaction à la présence d'un film d'huile (fenêtre de référence). Une évaluation normée permet d'obtenir une valeur de mesure indépendante de l'intensité :

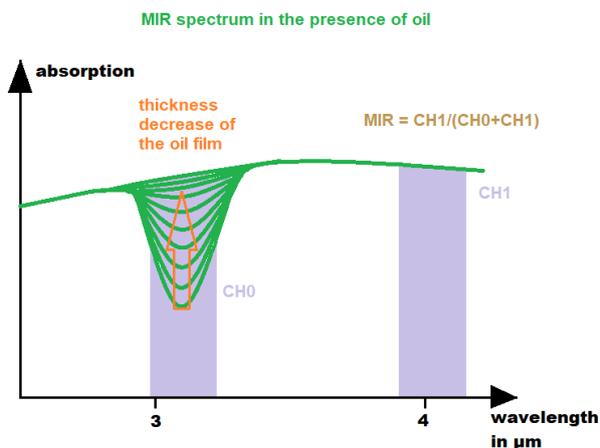


$$MIR = CH1 / (CH0 + CH1)$$

Aucun film d'huile ne se trouve sur la surface métallique dans le croquis ci-dessus. Les deux fenêtres de mesure délivrent à peu près le même niveau de signal (valeur normée = MIRref). Dans le croquis suivant au contraire, le niveau de signal de la fenêtre de mesure CH0 se diffracte régulièrement, ce qui conduit à un décalage de la valeur normés MIR.



Plus la couche d'huile est épaisse, et plus la diffracton du signal est prononcée dans la fenêtre de mesure :

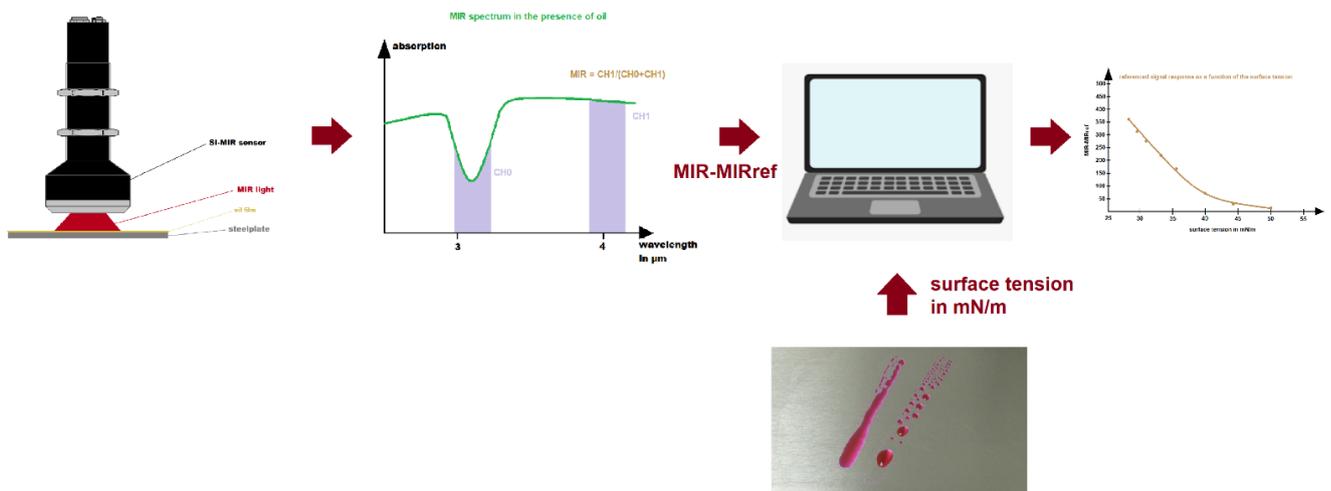


Des deux signaux peut être déduite par calcul une valeur normée,  $MIR = CH1 / (CH0 + CH1)$ , qui représente les deux canaux. Cette valeur normée est d'abord une valeur propriétaire qui est déterminée par les paramètres du capteur, l'huile et la surface métallique. Le logiciel du capteur permet cependant de corrélér cette valeur normée

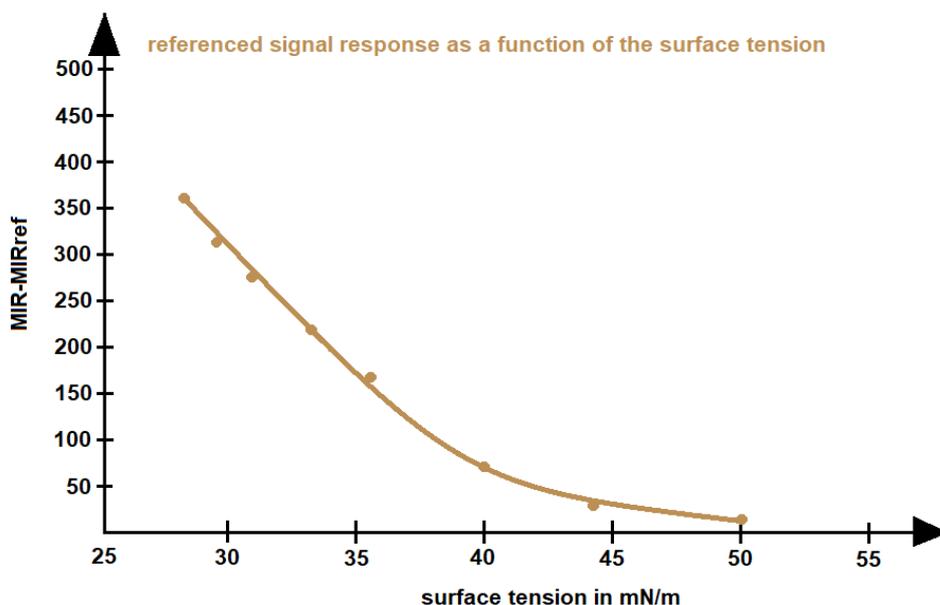
avec une procédure de mesure de référence, et de la sortir au format de référence et en tant que « valeur de mesure calibrée ».

**Exemple : Méthode de l'encre rouge (mN/m) à titre d'exemple pour un calibrage de système de référence:**

Afin que la valeur de tension superficielle de la couche d'huile métallique, et non la valeur normée (MIR), puisse être remise à l'interface du capteur, il faut tout d'abord établir la relation avec la méthode de l'encre de test (calibrage) :



À cet effet, une des pièces métalliques à contrôler est d'abord dégraissée, puis la valeur de référence normée (MIRref) est déterminée au moyen du capteur MIR et la valeur de la tension superficielle correspondante est déterminée en mN/m à l'aide de la méthode de l'encre de test. Une pièce métallique dégraissée est maintenant à chaque fois ci-après soumise à la même procédure, à la différence qu'à chaque procédure (valeur de mesure avec présence d'huile : MIR) une couche d'huile de plus en plus prononcée est appliquée de façon homogène sur le composant dégraissé (les épaisseurs de couche d'huile se situent ici d'expérience entre 100nm et 5µm). Les valeurs de mesure (MIR-MIRref) sont ensuite résumées dans un tableau et ce dernier est alors utilisé dans la mémoire non volatile du capteur en tant que tableau de conversion. Il en résulte à cette occasion la relation suivante sous forme graphique :



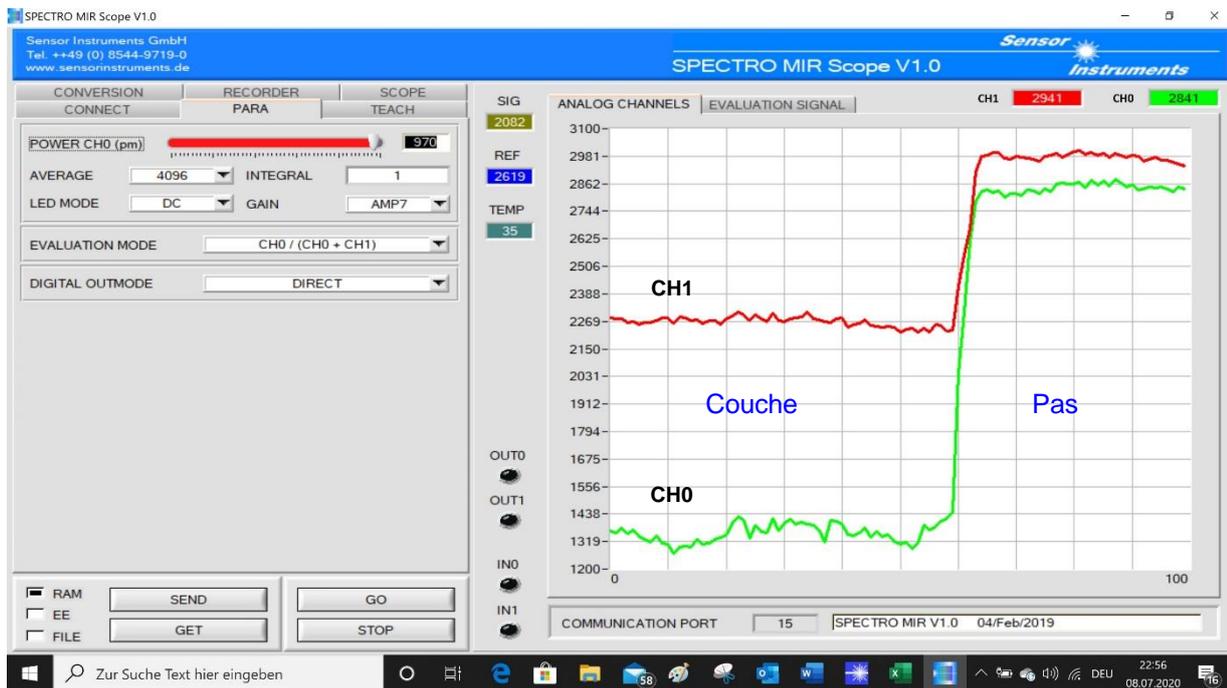
On dispose d'un écarteur pouvant être posé pour la mesure hors ligne dans la production ou au laboratoire. La mesure s'effectue à cette occasion en continu. La distance de travail des capteurs de la surface à mesurer est de 10 mm.



SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) - tête de capteur



Pièce de rehausse hors ligne pour des mesures en laboratoire



Logiciel Windows® SPECTRO MIR Scope pour la configuration des capteurs, les mesures de test et le calibrage du capteur sur un procédé de mesure de référence.

### 3 Méthodes de référence pour déterminer la tension superficielle

#### 3.1 Tension superficielle et tension superficielle limite

Pourquoi est-ce que la connaissance de la tension superficielle de surfaces métalliques est-elle si importante dans la pratique ?

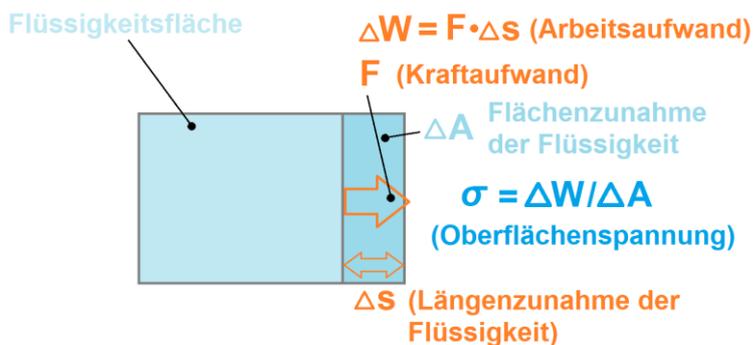
Un exemple à ce sujet : La valeur de tension superficielle de sa surface métallique doit être contrôlée avant d'appliquer des peintures de couleur sur une pièce métallique. Car si celle-ci devait se situer en dessous de la valeur de tension superficielle de la peinture, celle-ci perlerait de la surface métallique.

La même chose se produit lors de l'application de colles ou d'autres types de revêtements. Il n'y a d'adhérence suffisante que lorsque la tension superficielle de la surface métallique est supérieure à celle de la colle ou du matériau de revêtement.

#### Comment se définit la tension superficielle ?

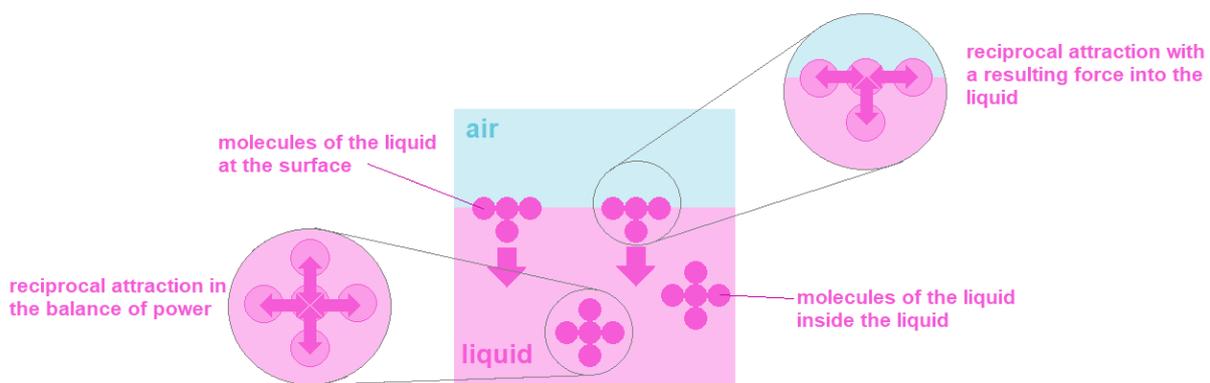
Il est nécessaire de déployer une certaine force pour agrandir la surface d'un liquide. Cela nécessite donc un certain effort. On désigne maintenant par le terme de tension superficielle le rapport découlant du travail qui doit être accompli pour gagner la surface (augmentation de surface du liquide) obtenue grâce au travail accompli :

$$\sigma = \Delta W / \Delta A \text{ (unité SI : N/m)}$$



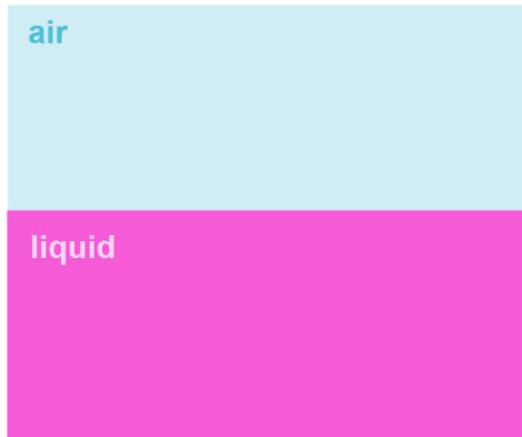
La tension superficielle a pour effet que les liquides ont tendance à réduire leur surface au minimum, ce qui conduit en fin de compte à une surface sphérique du liquide respectif (une sphère possède la plus petite surface parmi toutes les formes de corps ayant le même volume).

#### Qu'est-ce qu'une tension superficielle limite ?



À l'intérieur d'un liquide, toutes les molécules sont entourées de la même manière par des molécules voisines, ce qui fait que les forces d'attraction réciproques s'équilibrent. Au bord du liquide au contraire (surface limite), il apparaît une force résultante qui est dirigée vers l'intérieur du liquide par manque de répartition symétrique des forces d'attraction réciproques.

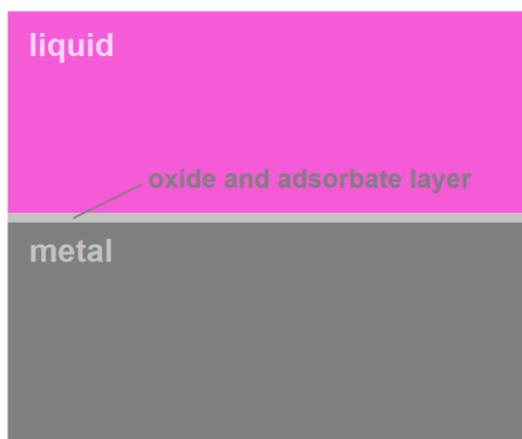
C'est la raison pour laquelle on désigne la tension superficielle également par le terme de tension superficielle limite. Le terme de tension superficielle limite est utilisé dans le cas de la transition d'un liquide avec un substrat, par exemple une surface métallique, tandis qu'on parle de tension superficielle dans le cas de la transition d'un liquide avec l'air.



Transition air / liquide : on utilise ici le terme de tension superficielle



Transition liquide / métal : on désigne les processus qui se déroulent à la transition par le terme de tension superficielle limite



Dans le cas de cette transition (liquide / métal), il faut cependant faire remarquer qu'il s'agit *stricto sensu* de la transition d'une couche d'oxyde métallique resp. d'une couche d'adsorbat (dioxyde de carbone et hydrocarbures sur la surface métallique) vers le liquide.

**Qu'est-ce qu'un mouillage de surfaces métalliques ?**

Une mesure du mouillage d'une surface métallique par un liquide appliqué (par exemple sous forme de gouttes mais aussi de coups de pinceau) est l'angle de contact  $\Theta$ . Le mouillage de la surface métallique augmente ici au fur et à mesure que l'angle de contact  $\Theta$  diminue.

Le processus de mouillage est décrit par l'équation de Young :

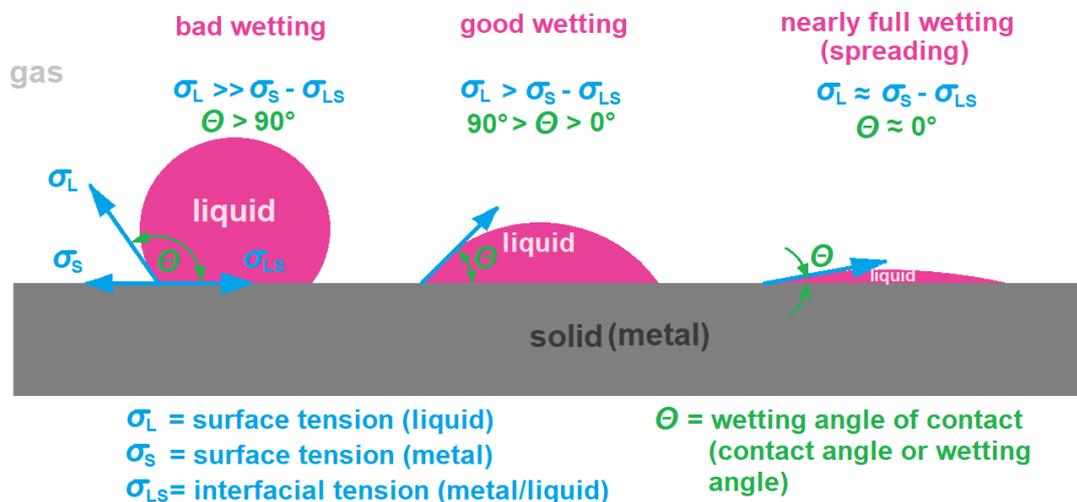
$$\cos \Theta = (\sigma_s - \sigma_{LS})/\sigma_L$$

avec

$\sigma_L$  = tension superficielle du liquide

$\sigma_s$  = tension superficielle du métal

$\sigma_{LS}$  = tension superficielle limite entre métal et liquide



$\Theta$  = angle de contact (angle de contact resp. angle de mouillage) du liquide vers le métal

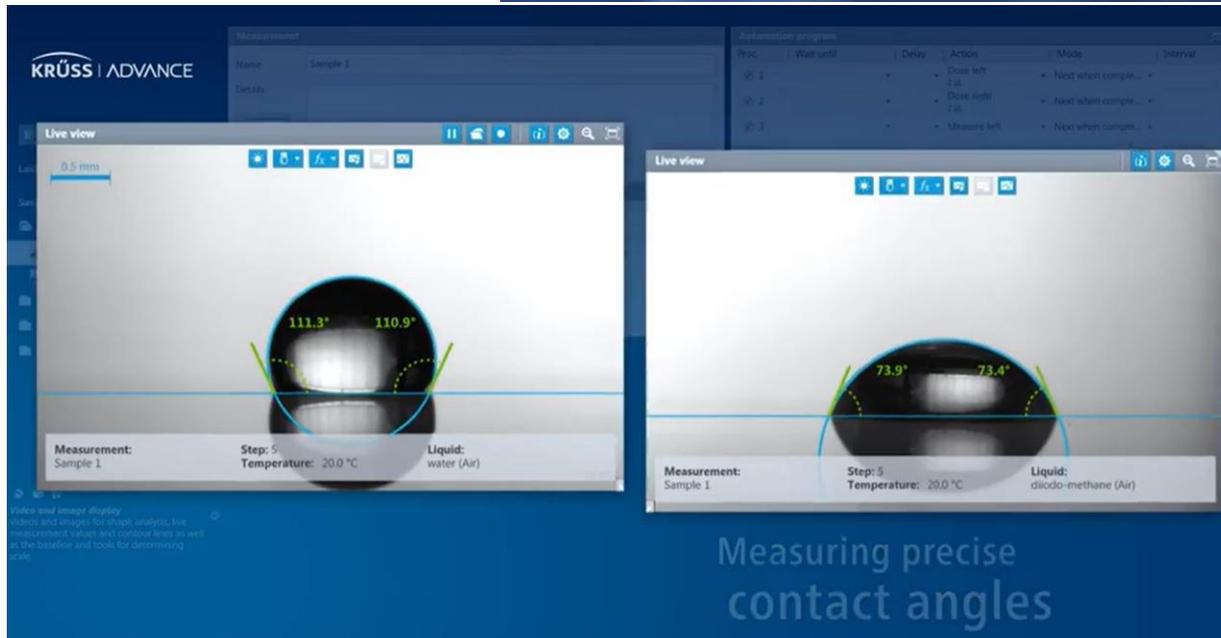
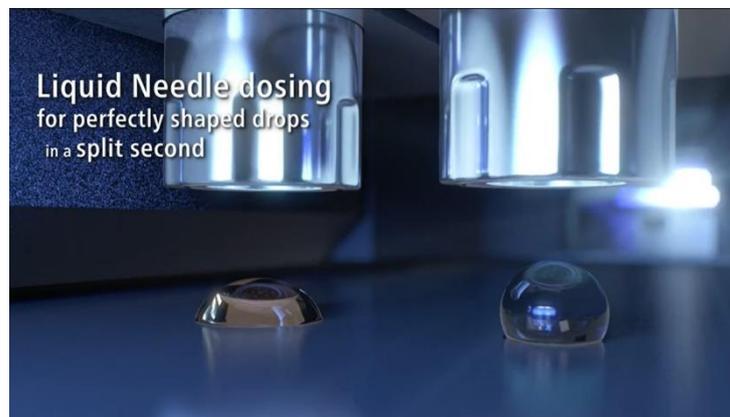
La répartition spontanée du liquide sur la surface métallique (étalement du coup de pinceau ou de la goutte, également désignée par le terme de **diffusion**) est atteinte avec un angle de contact de  $\Theta = 0^\circ$  (correspond à  $\cos \Theta = 1$ ). L'équation de Young donne dans ce cas:  $\sigma_L = \sigma_s - \sigma_{LS}$  est en outre  $\sigma_{LS} \ll \sigma_s$ , il vaut pour le liquide qui doit humecter une surface métallique :  $\sigma_L < \sigma_s$ . Il en résulte ce qui suit : si la tension superficielle du liquide est inférieure à la tension superficielle du métal, le métal est humecté par le liquide, si au contraire la tension superficielle du liquide est supérieure à la tension superficielle du métal, aucun mouillage ne se produit.

### 3.2 Détermination de la tension superficielle par mesure de l'angle de contact

Les valeurs de tension superficielle nommées dans la littérature technique se réfèrent en premier lieu à des métaux à l'état liquide, proches de leur température de fusion respective. Pour déterminer le mouillage, c'est au contraire la tension superficielle des surfaces métalliques recouvertes de couches d'oxyde et d'adsorbat à température ambiante qui est importante.

Une méthode de mesure pour la détermination locale de la tension superficielle de surfaces métalliques est la mesure d'angle de contact. Dans ce cadre, une goutte de liquide d'une tension superficielle définie est appliquée à la surface métallique et les angles de contact des gouttes sont évalués au plan optique.

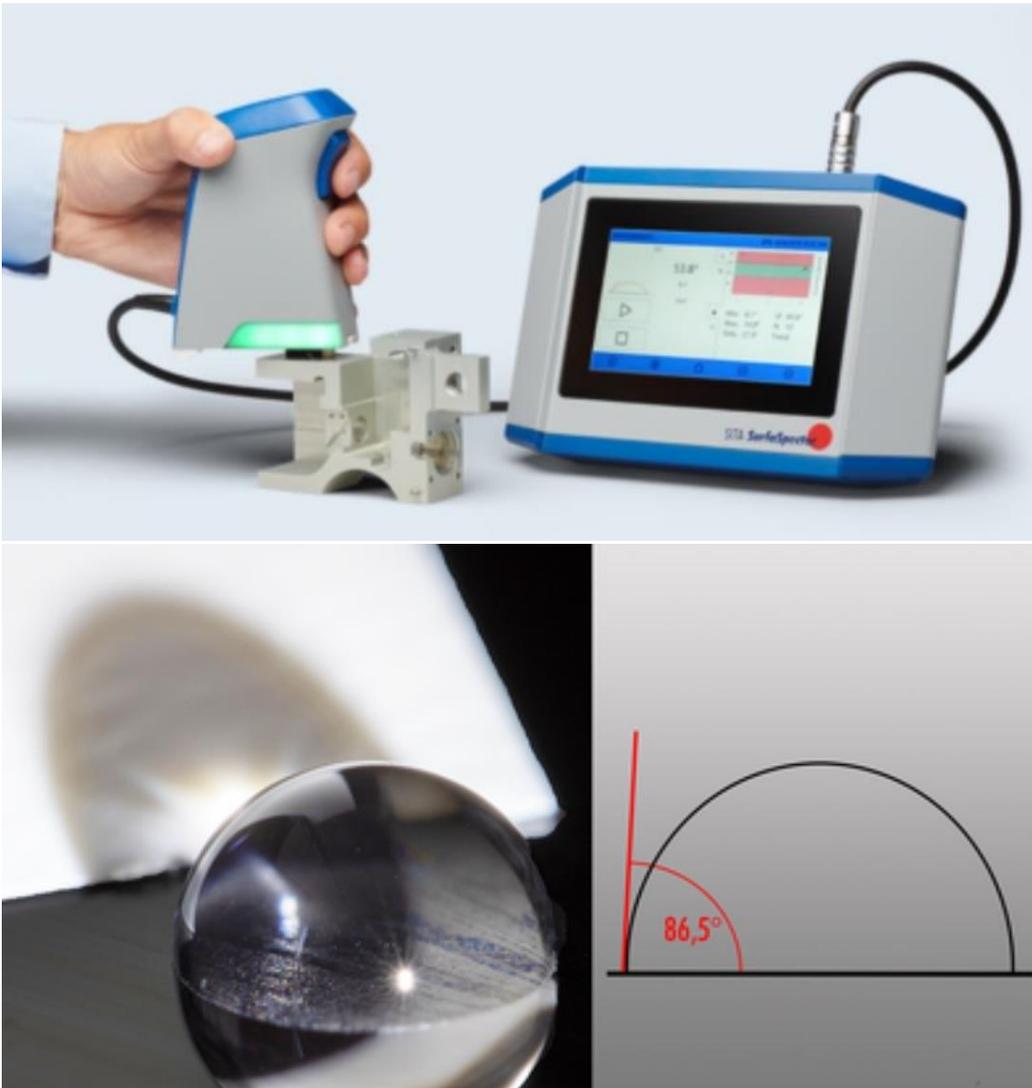
On dispose de différents appareils de mesure pour ces tâches de mesure. La valeur de tension superficielle (énergie de surface libre) pourrait par exemple être déterminée à l'aide du Mobile Surface Analyzer – MSA de la société KRÜSS GmbH [www.kruss-scientific.com](http://www.kruss-scientific.com). On applique dans ce cadre, au moyen de deux liquides de test (ayant des tensions superficielles différentes), deux gouttes sur le métal à examiner, et la tension superficielle du métal peut alors être déduite de l'angle de contact.



Copyright : Krüss GmbH

Citons ici comme autre fournisseur la société SITA Messtechnik GmbH [www.sita-process.com](http://www.sita-process.com). SITA propose un système de mesure destiné à « évaluer rapidement la capacité de mouillage d'une surface dans le cadre d'un processus de fabrication par mesure de l'angle de contact ». Le SITA SurfaSpector est un appareil de mesure manuel destiné à contrôler la capacité de mouillage, par exemple de surfaces métalliques avant et après le traitement de surface resp. le nettoyage. Dans cette méthode, une goutte (1µl) d'eau extra pure est appliquée sur la surface à mesurer au moyen d'une unité de dosage intégrée dans la tête du capteur. Une

caméra haute résolution permet d'enregistrer le contour de goutte dans le frontend du capteur, dont l'angle de contact peut ensuite être déduit.



Source : SITA Messtechnik GmbH

### 3.3 Détermination de la tension superficielle au moyen de la méthode de l'encre de test

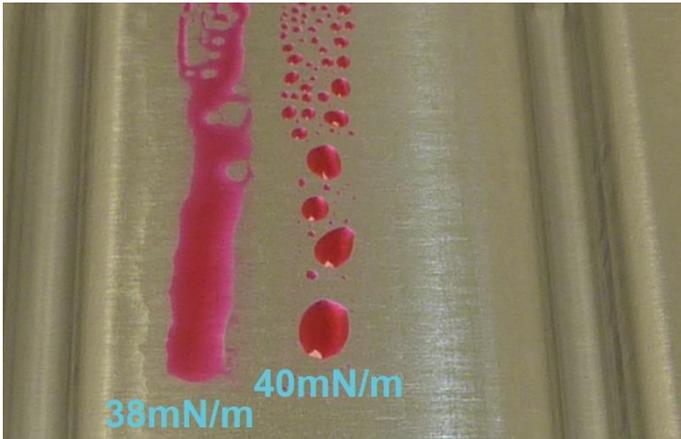
Une méthode très répandue pour déterminer la tension superficielle de métaux à température ambiante est la méthode de l'encre de test. Dans ce cadre, l'encre de test est appliquée avec une tension superficielle définie, par exemple avec un pinceau sur la surface métallique à examiner. Si l'encre de test mouille la surface métallique, la tension superficielle (tension superficielle limite), la surface métallique correspond la valeur de l'encre de test voire se situe au-dessus de cette valeur. Si, au contraire, l'encre de test perle de la surface métallique, c'est que la tension superficielle (tension superficielle limite) de la surface métallique est inférieure à la tension superficielle de l'encre de test.



Des encres de test sont par exemple proposées par la société arcotest GmbH [www.arcotest.info](http://www.arcotest.info). Les encres de test PINK couvrent ici une plage une plage de tensions superficielles comprise entre 22 mN/m et 60 mN/m en pas de 2 mN/m.



Comme cela a déjà été évoqué, une tension superficielle définie du substrat représente un facteur très important des processus de revêtement. Mais quelle est la cause d'une trop faible valeur de tension superficielle dans le cas d'une surface métallique ?



Comme déjà évoqué, il s'agit en pratique, dans le cas d'une surface métallique, en fait d'une couche d'oxyde métallique et d'adsorbat. Les atomes d'oxygène et les atomes de carbone sont à cette occasion également intégrés dans la surface métallique. Les mesures ont eu ici pour résultat qu'une surface métallique chimiquement dégraissée (plus précisément surface d'oxyde métallique et d'adsorbat) présente une valeur de tension superficielle > 60mN/m. Mais si on considère par exemple des pièces estampées qui sont, dans le processus d'estampage et de pliage, d'abord mouillées avec de l'huile et ensuite nettoyées dans une installation de nettoyage usuelle du commerce,

on arrive à une valeur de tension superficielle des pièces estampées d'environ 38 mN/m, au cas par cas à environ 44 mN/m. - Avant le processus de nettoyage, la valeur de tension superficielle sur la surface métallique des pièces estampées se situe en général, en fonction de l'huile d'estampage et d'étréage utilisée, en dessous de 30 mN/m. –

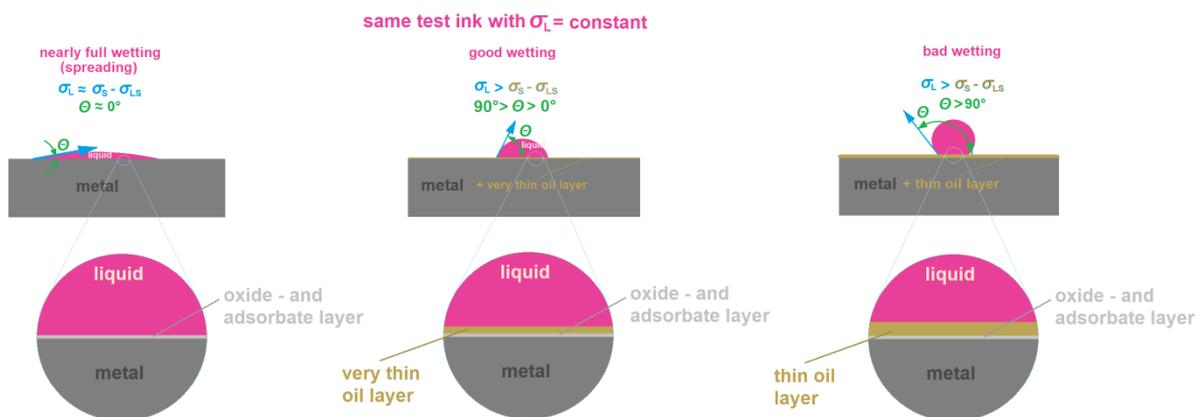
Mais cela dépend, notamment dans le cas des pièces estampées et ici en premier lieu des pièces de contact enfichées, d'une valeur de tension superficielle élevée (> 38mN/m), du fait que cette valeur signale la part d'huile résiduelle sur la surface métallique. La part d'huile résiduelle augmente la résistance de contact, ce qui peut conduire à une réduction de la performance lors de la transition du enfiché.

On a, au moyen de deux encres de test (38mN/m et 40mN/m), pu prouver que la valeur de tension superficielle se situe entre 38mN/m et 40mN/m dans le cas de cette surface de contact.

Dans le cas de l'encre de test de 40 mN/m utilisée, il n'y a plus de mouillage correct, l'angle de contact  $\Theta$  diverge en conséquence de  $0^\circ$ , alors qu'on obtient presque une diffusion à 38 mN/m.

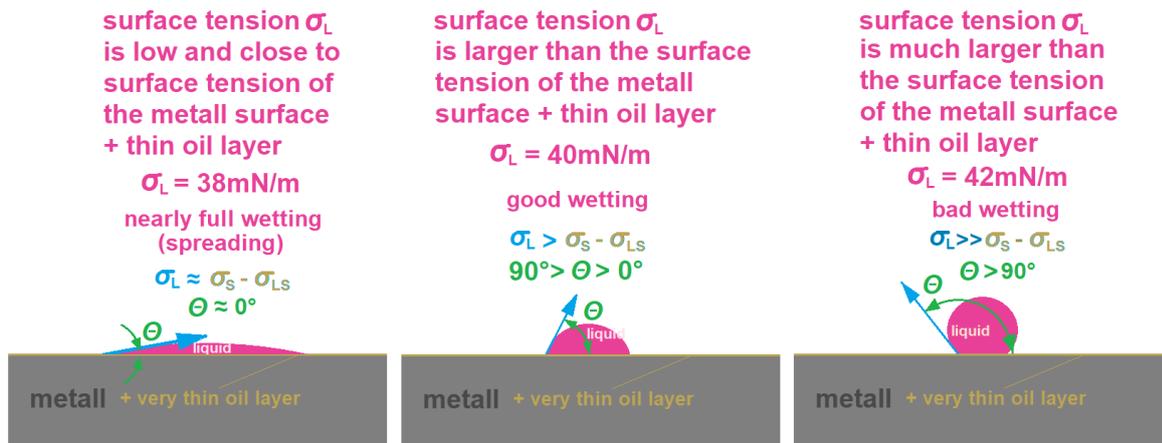
Le diagramme représente schématiquement comment la tension superficielle de la surface de contact diminue au fur et à mesure que l'épaisseur de la couche d'huile augmente (le contrôle se fait à chaque fois avec la même encre de test) :

Le mouillage de la surface de contact diminue au fur et à mesure que l'épaisseur de la couche d'huile augmente.



Pour déterminer la tension superficielle d'une surface de contact, on utilise tour à tour des encres de test ayant différentes tensions superficielles. Si la tension superficielle de la pièce de contact devait ici avoir au moins 38mN/m, on pourrait par exemple commencer avec une encre de test ayant la même valeur de tension superficielle : Une encre de test de 38mN/m mouille, une encre de test de 40mN/m ne mouille déjà plus complètement, une encre de test de 42mN/m perle de la surface de contact.

**same metall surface with same thin oil layer**  
(constant surface tension of the metal surface and the thin oil layer)



La méthode de l'encre de test est un procédé de contrôle facile à mettre en œuvre en pratique, qui peut être utilisée pour le contrôle aléatoire de composants. Il serait certes souhaitable d'obtenir directement des renseignements sur l'épaisseur de la couche d'huile résiduelle, ce qui s'est toutefois par le passé avéré une entreprise difficile dans la pratique.

La méthode de l'encre de test s'est entretemps établie pour le contrôle de la présence de minces couches d'huile dans un environnement industriel.

C'est également la raison pour laquelle nous avons également utilisé la méthode de l'encre de test comme méthode de référence dans les mesures de test suivantes.

### 3.4 Procédé de référence et mesure en ligne

Les procédés de référence présentés pour déterminer la tension superficielle sont des procédés de contrôle dans lesquels des échantillons aléatoires individuels sont prélevés du processus de production et fournissent une information sur la qualité de surface à titre de représentants de tout un lot. Ces méthodes de test sont souvent utilisées dans le cadre du contrôle en laboratoire ou en ligne.

On ambitionne cependant de plus en plus un contrôle à 100 % des composants produits, ce qui rend un procédé de mesure en ligne nécessaire.

Dans l'idéal, une procédure en ligne sortirait les valeurs de mesure pouvant être comparées avec un procédé de référence déjà établi, p. ex. celui de la méthode de l'encre de test. Le système de mesure en ligne devait par exemple afficher les valeurs de la tension superficielle du composant en mN/m.

Les capteurs en ligne SPECTRO-M proposent une fonction de calibrage (CONVERSION), qui permet de convertir sans problème les MIR internes en valeurs du système hors ligne (méthode de l'encre de test).

## 4 Champs d'application par les capteurs SPECTRO-M

Tous les composés organiques s'affichent en principe, p. ex. les polymères, huiles, ..., absorption de vibrations dans la plage MIR. Tout procédé MIR atteint cependant ses limites lorsque la couche organique est si épaisse que l'ensemble des énergies de stimulation sont absorbées et que pratiquement plus aucun signal utile n'est réfléchi.

Le système fonctionne cependant très bien lorsque de minces couches organiques sont appliquées sur des substrats non-organiques, c'est-à-dire des substrats que ne présentent aucune absorption MIR. La détection de

minces couches d'huile sur des métaux (dans la transformation des métaux, notamment dans le domaine de l'estampage) est de la même manière prédestinée à une utilisation du procédé de mesure MIR.

Les capteurs de la famille SPECTRO-M conviennent particulièrement aux applications suivantes :

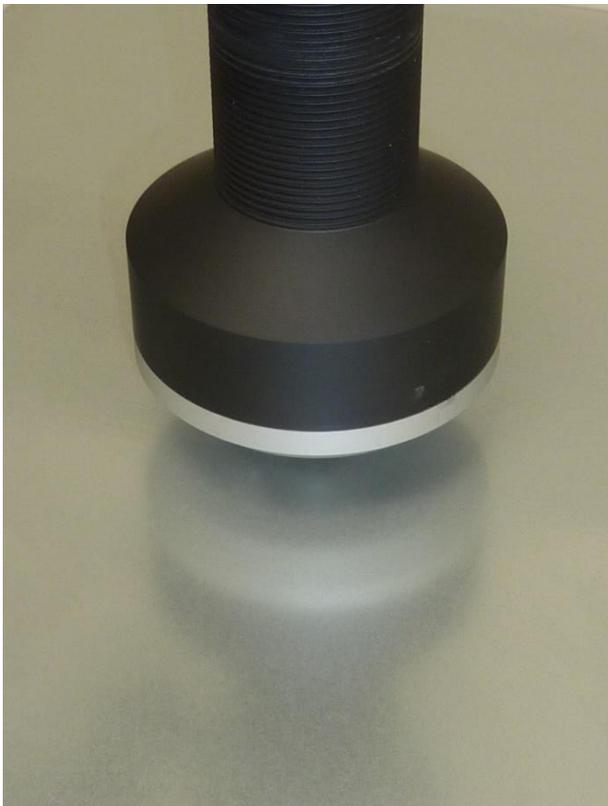
- Le contrôle en ligne de la tension superficielle de surfaces métalliques après le nettoyage
- Contrôle en ligne de l'épaisseur de la couche de minces applications d'huile sur des surfaces métalliques
- Analyse en laboratoire de l'évaporation d'huiles sur des métaux et détermination de l'application résiduelle.

Les sections suivantes décrivent nos mesures de test sur différents produits huileux et les méthodes appliquées.

## 5 Mesures de test sur différentes huiles

### 5.1 Motivation pour la mesure de couches d'huile sur des surfaces métalliques

L'utilisation d'huiles lors de la transformation de métaux pendant le processus de formage est indispensable. Les huiles de coupe, par exemple, appliquées sur des bandes métalliques, assurent une faible usure sur les outils d'estampage. Mais dans le cadre de processus d'enlèvement de copeaux, les huiles de forage apportent une contribution indispensable à la protection des outils de forage et de fraisage. Les huiles servent en outre de protection contre la corrosion de produits semi-finis tels que les tôles, mais également les feuilles métalliques. Après la transformation ultérieure en revanche, il est nécessaire d'éliminer les résidus d'huile des produits finis avec le moins de résidus possibles. On se sert à cet effet d'installations de nettoyage spéciales, dans lesquelles les pièces métalliques sont lavées et séchées.



Afin que les directives de protection de l'environnement puissent désormais être respectées pendant l'application de l'huile et que les aspects économiques soient également pris en considération, il est recommandé de déterminer la quantité de l'application d'huile. La détermination de la quantité d'huile peut désormais également avoir lieu en ligne, en cours de processus. On fait souvent appel à cet effet à des procédés de mesure de fluorescence UVA. Toutes les huiles ne présentent cependant pas toutes les propriétés de fluorescence nécessaires à cet effet, et les additifs UV supplémentaires renchérissent les coûts.

Le contrôle de qualité de processus de nettoyage pourrait également se faire au moyen de capteurs. L'exigence est cependant ici d'enregistrer en ligne de façon sûre des quantités de résidus d'huile aussi faibles soient-ils. Les résidus d'huile font baisser la tension superficielle et perturbent le processus de revêtement commuté en aval.

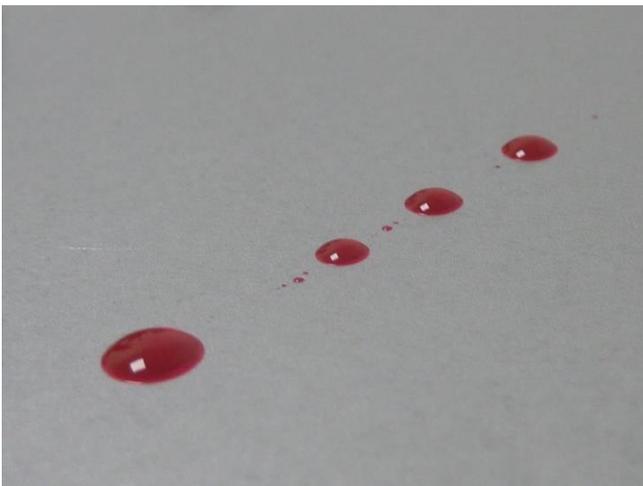
Les composants électriquement conducteurs, comme p. ex. les rails en cuivre ou des câbles haute tension, exigent une résistance de transition aussi faible que possible. Mais une couche d'huile résiduelle présenterait ici un problème du fait que l'efficacité de

leur puissance s'en trouverait considérablement réduite.

## 5.2 Méthode de l'encre de test – un procédé de référence largement répandu pour le contrôle d'huile résiduelle

Lors de la mesure de couches d'huile, on pense en premier lieu à une certaine épaisseur de couche, par exemple mesurée en  $\mu\text{m}$ . Une possibilité consisterait à déterminer le grammage du film d'huile. Pour le déterminer, le poids de l'ensemble du composant doit cependant être déterminé. Une balance précise, à la condition d'avoir un composant exactement identique non recouvert d'huile pour déterminer la différence de poids, peut rendre ici de bons services. Afin de déduire maintenant l'épaisseur de couche du grammage, il est en outre nécessaire d'avoir l'information concernant la densité de chaque huile, que la surface du composant respectif. La différence de poids relativement grande entre la couche d'huile effective et le poids du composant n'aide pas précisément à déterminer de façon exacte l'épaisseur de la couche d'huile. La différence de poids des deux composants, l'un et l'autre non huilé, se révèle en outre être une autre source d'erreur.

Le manque de possibilités effectives et économiques pour mesurer l'épaisseur de couche d'huile résiduelle devrait être la raison pour laquelle une méthode de contrôle simple jouit dans la pratique d'une popularité croissante pour déterminer la tension superficielle de pièces métalliques. La présence d'une mince couche d'huile sur une surface métallique provoque une réduction de la tension superficielle  $> 50\text{mN/m}$  lorsque celle-ci n'est pas mouillée, à moins de  $40\text{mN/m}$  avec une couche d'huile (en fonction de l'épaisseur de couche et du type d'huile). Pour prouver la tension superficielle respective, on utilise ce qu'on appelle des encres de test, qui couvrent en tout une plage de  $30\text{ mN/m}$  à  $50\text{ mN/m}$  par pas de deux ( $30\text{mN/m}$ ,  $32\text{mN/m}$ ,  $34\text{mN/m}$ , ...). L'encre de test est ici appliquée par traits à l'endroit à examiner avec le pinceau livrée dans le flacon. Si l'encre de test perle de la surface, la prochaine encre de test supérieure est utilisée de la même manière jusqu'à ce que l'encre de test adhère plus longtemps sur la surface et ne perle donc plus. La tension superficielle se situe alors entre les deux encres de test utilisées en dernier. Le principe consiste en ce que la tension superficielle diminue au fur et à mesure que l'épaisseur de la couche d'huile augmente.



L'encre de test perle de la surface métallique mouillée par de l'huile, ce qui signale une tension superficielle qui est inférieure à la valeur présentée par l'encre de test.



Dans cette illustration, l'encre de test adhère à la surface métallique mouillée d'huile ou bien dégraissée. La tension superficielle de la surface métallique est par conséquent supérieure à la valeur de l'encre de test indiquée.

### 5.3 Structure de mesure et méthodes

Pour les mesures en laboratoire, le SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) a été équipé d'un écarteur ou d'une pièce de rehausse hors ligne. (Voir à droite)

Le capteur a été, à l'aide du logiciel pour PC-Software SPECTRO MIR Scope v1.0, configuré pour les tests, la fonction RECORDER a permis l'enregistrement et l'exportation en Excel® de la valeur de mesure qui a été utilisée pour préparer les données.

Une plaque en acier fin dégraissé, sur la surface de laquelle des couches d'huile de différentes (les couches d'huile devraient à cette occasion se situer dans une plage comprise entre <math><1\mu\text{m}</math> et env.



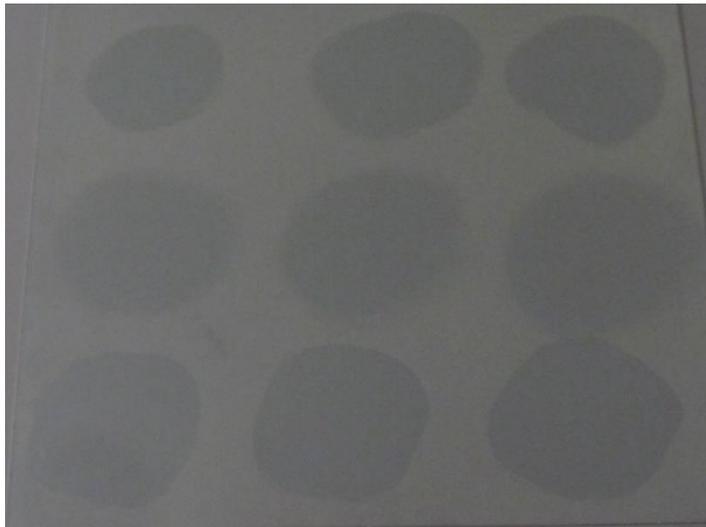
Remarques à propos des tôles échantillons :

1, 2 et 3 : épaisseurs de couches moyennes (décroissantes de 1 à 3)

4, 5 et 6 : épaisseurs de couches faibles (décroissantes de 4 à 6)

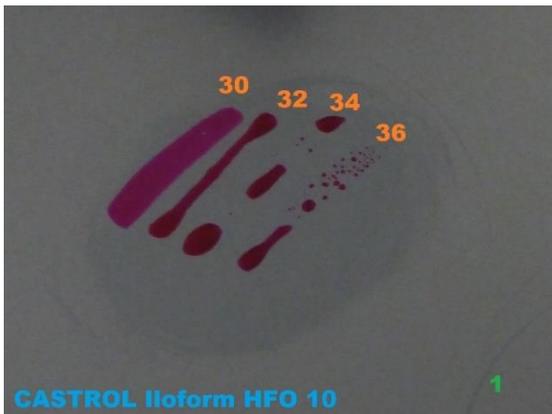
7, 8 et 9 : épaisseurs de couches grandes (décroissantes de 7 à 9)

10,11,12 et 13 : Secteurs servant à la mesure de référence (secteurs sans application d'huile).



Plaque en acier fin avec ses 9 différents secteurs. Après les différents tests avec une certaine sorte d'huile, la plaque métallique a été débarrassée de son huile (dégraissée) pratiquement sans résidu. Afin de pouvoir contrôler si l'huile de tests précédents a été éliminée de la surface métallique, on a également entre les différentes applications d'huile (secteurs 1-9). Ces zones ont été désignées comme secteurs 10-13.

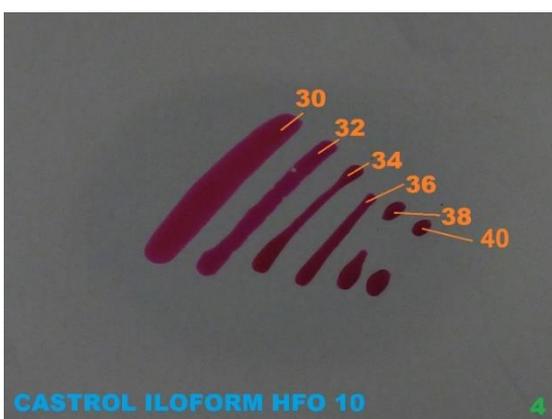
Comme cela a déjà été évoqué au début, le contrôle de la tension superficielle en recourant à la méthode de l'encre de test dans les différents secteurs sert de référence pour les différentes mesures. Celle-ci a été déterminée à l'aide des différentes encres de test disponibles (de 30 mN/m à 50 mN/m) pour chaque sorte d'huile. Ces dernières ont été déterminées à l'aide des encres de test disponibles (de 30mN/m à 50mN/m) et des types de capteurs par sorte d'huile. Cela s'est produit après la mesure avec trois différents systèmes de capteurs SI, du fait que l'encre de test appliqué influencerait avec les résultats de mesure optiques.



Échantillon d'huile : CASTROL Iloform HFO 10

Encres de test : 30 mN/m, 32 mN/m, 34 mN/m et 36 mN/m

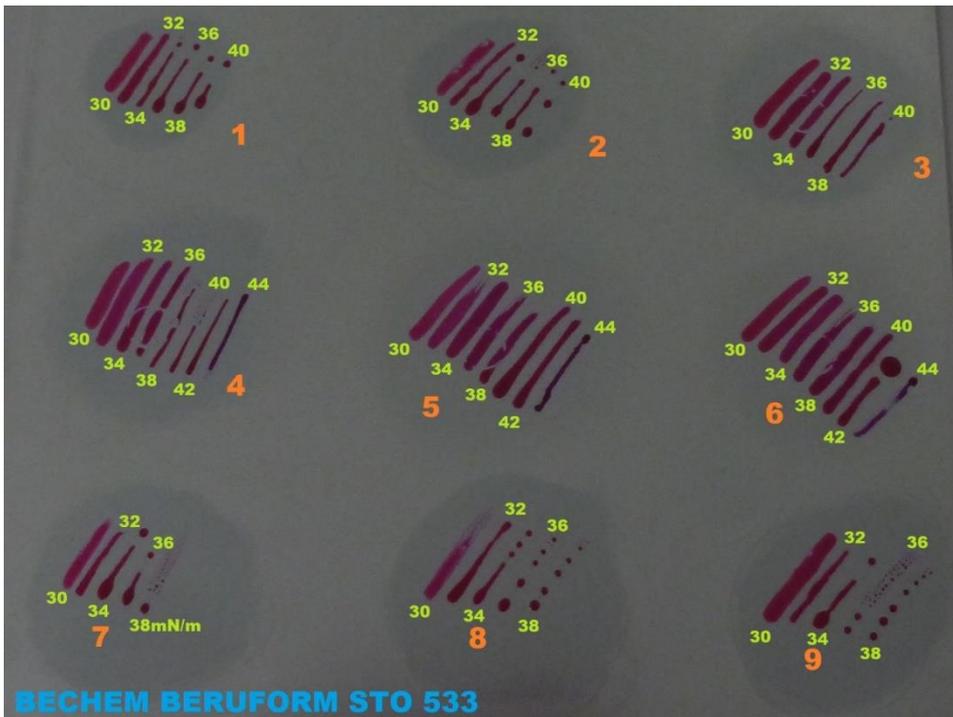
Secteur : 1



Échantillon d'huile : CASTROL Iloform HFO 10

Encres de test : 30 mN/m, 32 mN/m, 34 mN/m, 36 mN/m, 38 mN/m et 40mN/m

Secteur : 4



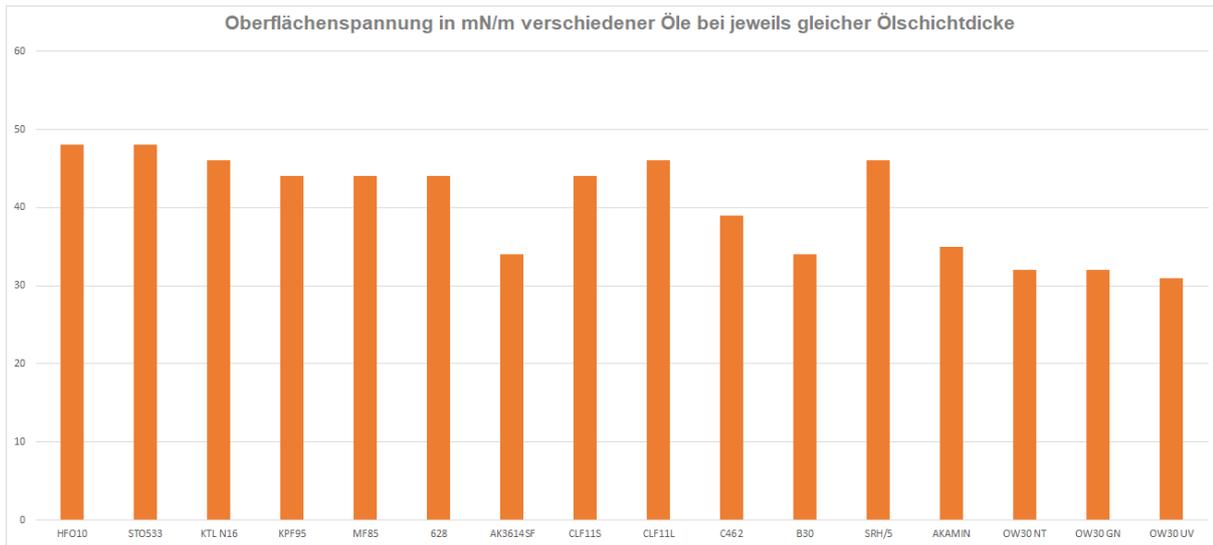
Échantillon d'huile : BECHEM BERUFORM STO 533, encres de test utilisées : 30 mN/m à 44 mN/m dans les 9 différents secteurs

#### 5.4 Liste des types d'huile testés

On disposait des huiles suivantes pour les tests :

- CASTROL HFO10
- BECHEM STO533
- Z+G KTL N16
- BECHEM KFP95
- BECHEM MF85
- WILKE 628
- WISURA AK3614SF
- RAZIOL CLF11S
- RAZIOL CLF11L
- TRUMPF C462
- TRUMPF B30
- TRUMPF SRH/5
- TRUMPF AKAMIN
- OW 30 NEUTRAL
- OW 30 0.01% GRÜN
- OW 30 0.01% UV-FARBE

Comparaison de la tension superficielle des différentes huiles à environ la même épaisseur de couche d'huile



L'examen des différentes huiles a révélé que la tension superficielle pour environ la même épaisseur de couche d'huile prend différentes valeurs en fonction de l'huile respective :

Ont été comparées à cette occasion les valeurs de tension superficielle à chaque fois dans le capteur 6, c'est-à-dire de la plus faible quantité d'huile appliquée (épaisseur de couche environ  $<1\mu\text{m}$ ). Il est donc impossible de déduire l'épaisseur de couche d'huile de la tension superficielle sans connaître l'huile.

## 5.5 Contrôle de résidus d'huile avec le SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2)

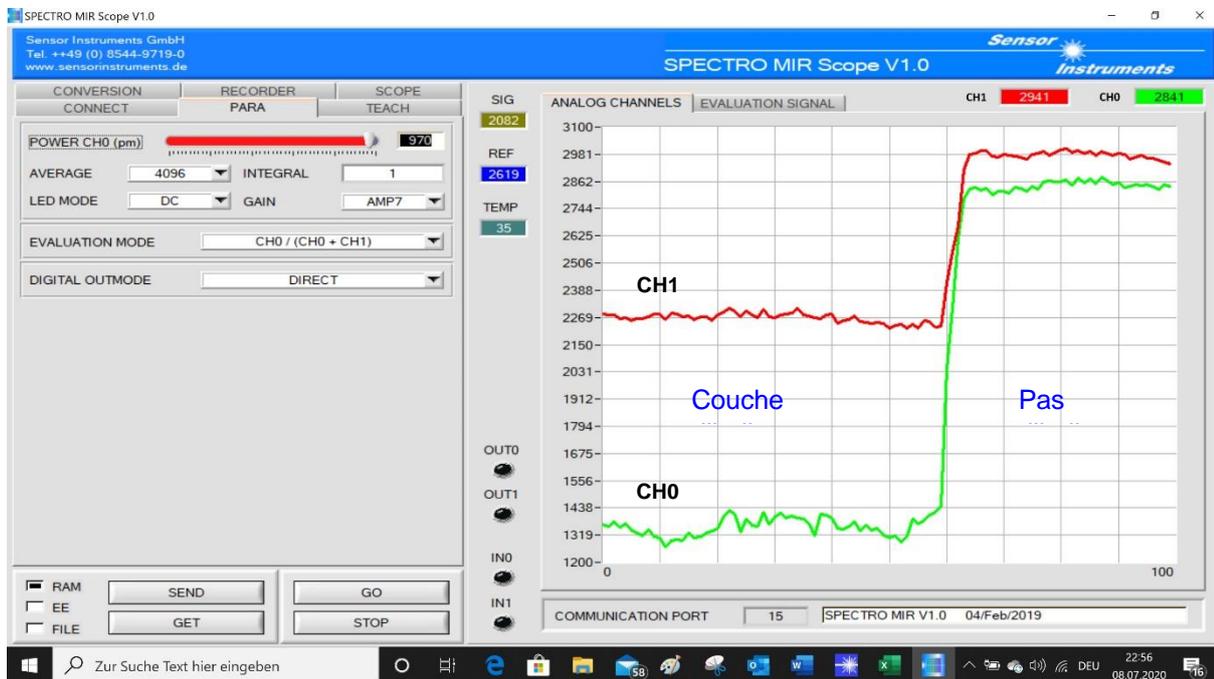
### 5.5.1 Capteur MIR et application

Les points de mesure 1-9 ont été mesurés les uns après les autres à une distance de travail de 10 mm avec le SPECTRO-M-10-MIR/(MIR/MIR1), pendant que les positions 10-13 servaient de lieux de référence. La valeur normée résulte des deux valeurs de mesure déterminées des deux fenêtres de mesure dans l'MIR –



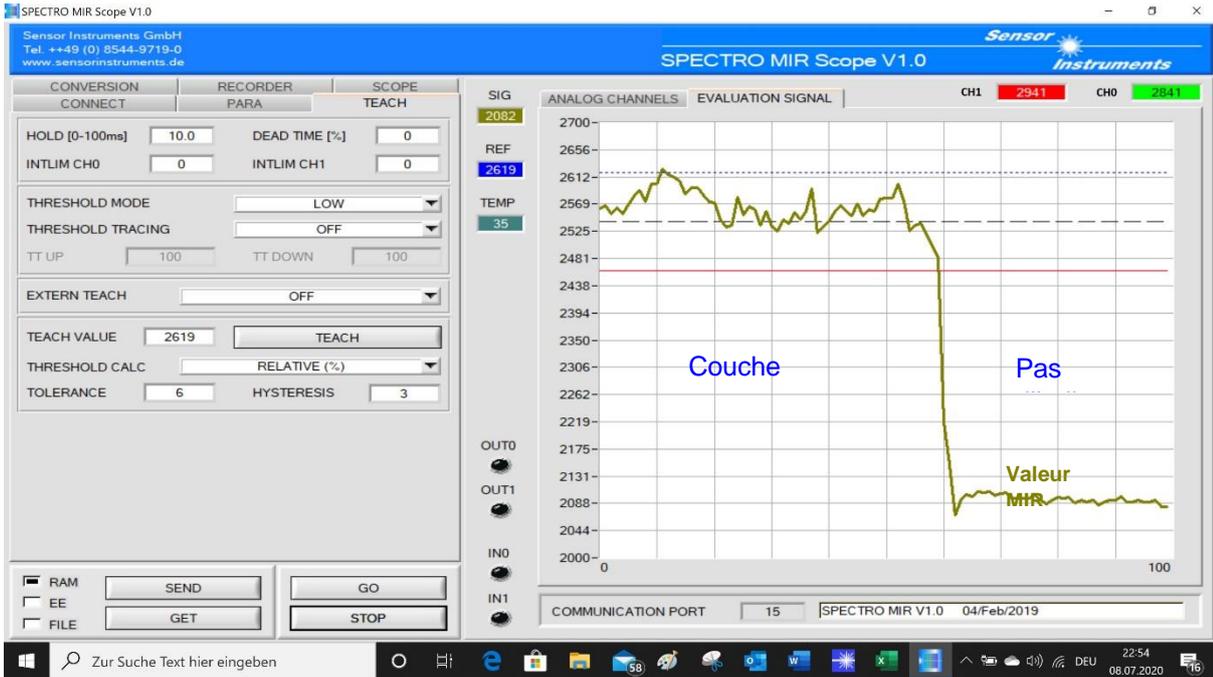
Une connexion au PC a été établie pendant les mesures à l'aide d'un port série. Le paramétrage des capteurs ainsi que l'affichage numérique et graphique des données de mesure a été ici réalisé à l'aide du logiciel Windows®e **SPECTRO MIR Scope V1.0**.

Le logiciel permet, à l'aide de l'EVALUATION MODE, de choisir la manière dont le signal normé :  $MIR = CH0/(CH+CH1)$  ou  $MIR = CH1/(CH0+CH1)$



La couche d'huile modifie également les propriétés optiques de la surface métallique, la surface devient plus sombre en réduisant ainsi aussi la réflexion optique sur les deux canaux.

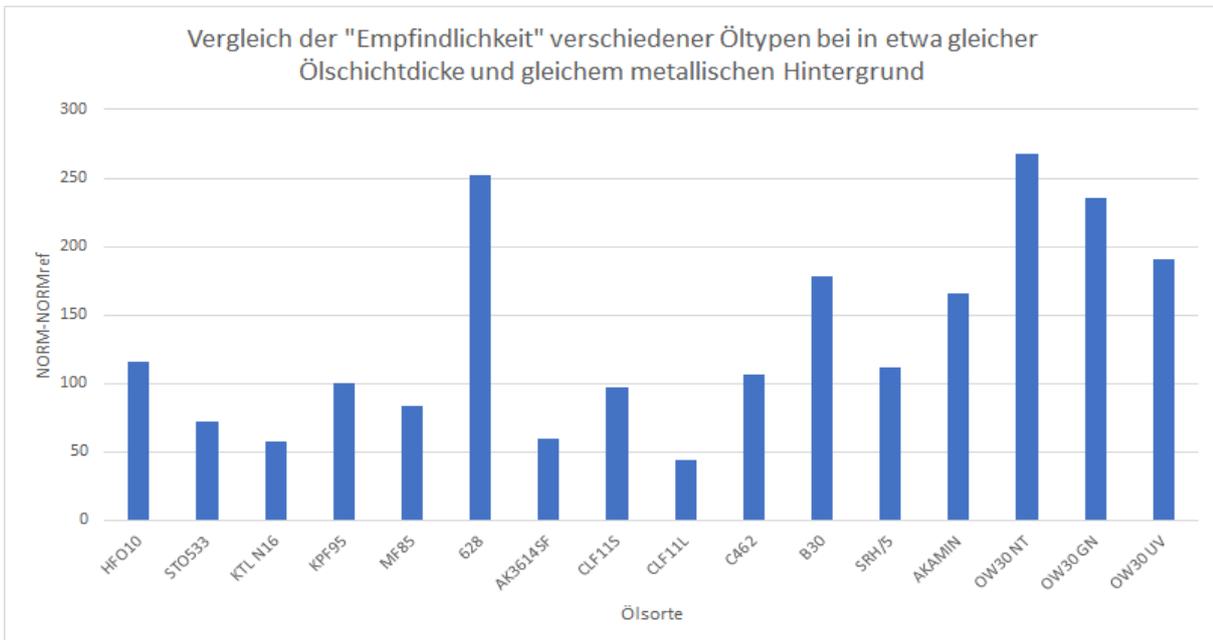
Outre l'affichage des deux valeurs de mesure CH1 (valeur de référence pour 4 µm) et CH0 (valeur de mesure pour 3 µm), la valeur normée SIG = valeur MIR =  $CH1/(CH0+CH1) \times 4095$  est représentée.



Affichage de la valeur MIR normée =  $SIG = CH1 / (CH0 + CH1)$

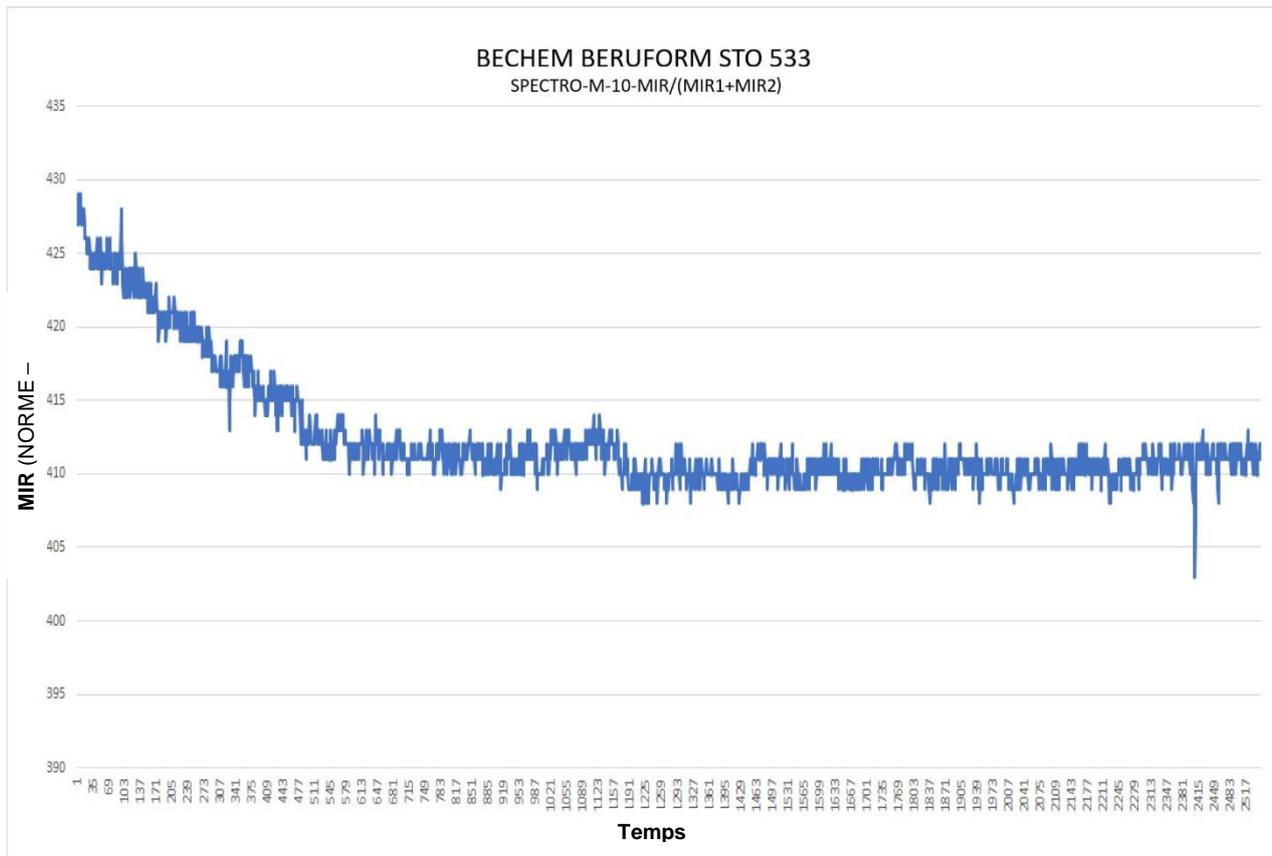
Il est également possible au logiciel pour PC « MIR Monitoring (Surveillance MIR » pour mesurer en ligne. L'opérateur de l'installation peut ainsi se voir afficher la situation actuelle de la qualité ainsi que la tendance pendant la production sur un moniteur de PC par le biais d'un diagramme de colonnes. Il y a en outre la possibilité d'enregistrer et de sauvegarder en mémoire les données de mesure au format ASCII de façon à pouvoir ensuite évaluer ces dernières avec un tableur, p. ex. Excel®.

### 5.5.2 Comparaison de la sensibilité des différentes huiles à environ la même épaisseur de couche d'huile



Des différences de sensibilité ont également pu être constatées entre les différentes sortes d'huile (avec des épaisseurs de couche comparables) avec la méthode MIR. Par comparaison aux deux méthodes de mesure UV, il a cependant été possible ici de détecter toutes sortes d'huile et la différence entre les échantillons les plus sensibles est tout juste de facteur 7.

### 5.5.3 Dépendance du signal de mesure MIR par rapport au temps



Certaines des huiles examinées affichent des propriétés d'évaporation. Cela veut dire que, dans le cadre d'une observation sur une période prolongée, le signal mesuré s'est affaibli jusqu'à se stabiliser à une certaine valeur. Dans le cas de ces huiles, nous avons réalisé des mesures de test sur une période prolongée afin d'examiner ce comportement. Dans ce cadre, les capteurs ont été placés sur un point de mesure qui a été pourvu d'un film d'huile d'une certaine sorte d'huile, avant que les données ne soient mesurées sur une période prolongée (env. 43 min.).

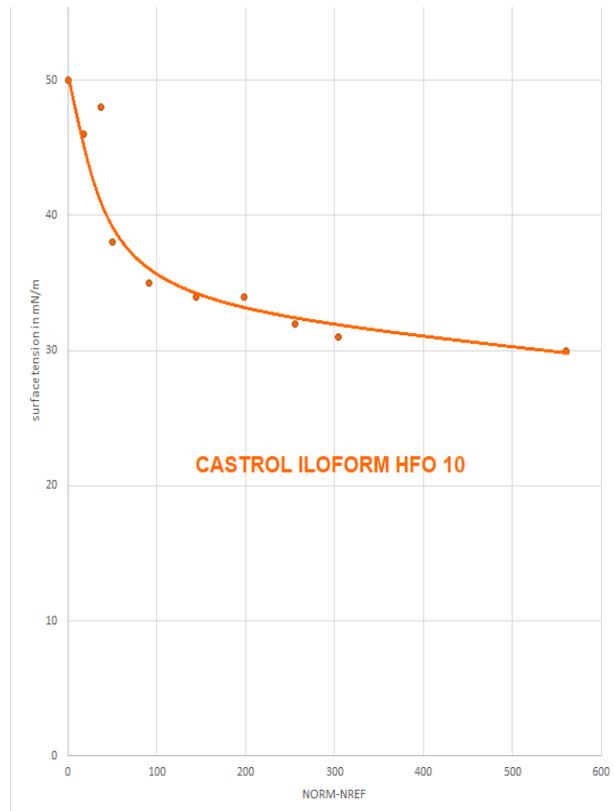
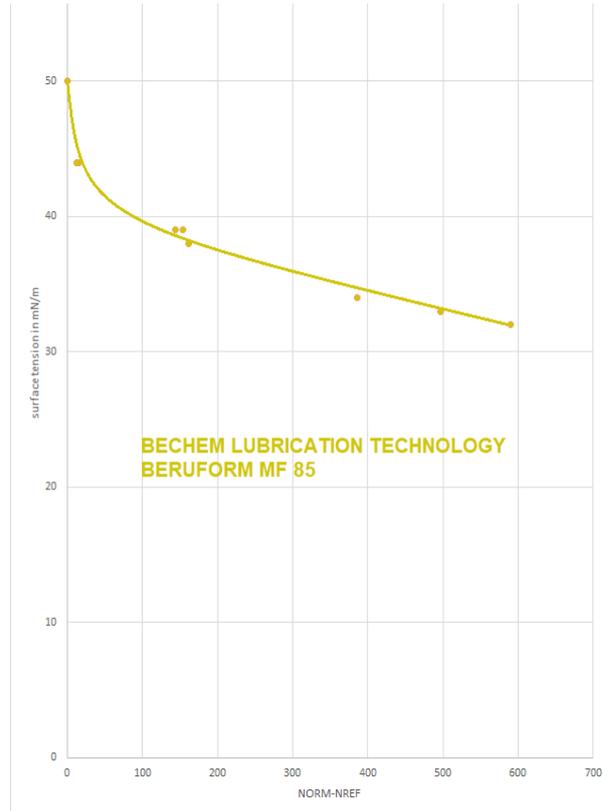
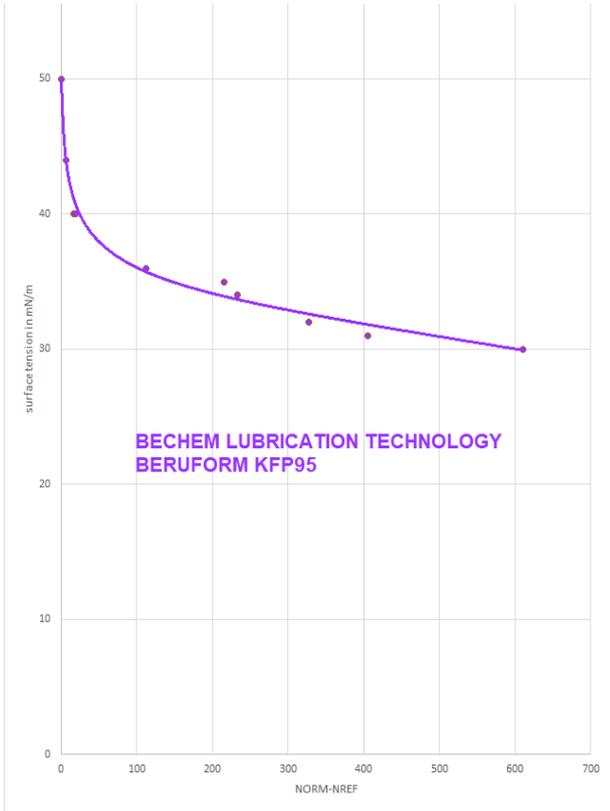
Dans le cas de l'huile BECHEM BERUFORM STO 533, on a pu observer une baisse de la plage normée d'env. 5 % au niveau du signal initial (ce qui correspond à un facteur d'environ 1.05). L'effet observé doit sans doute être attribué au fait qu'une partie de l'huile s'évapore et qu'un équilibre s'établit alors.

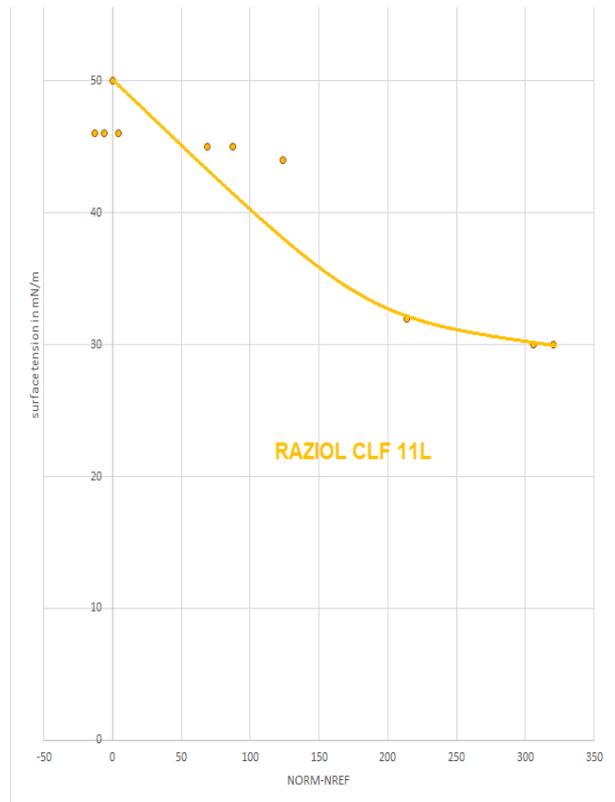
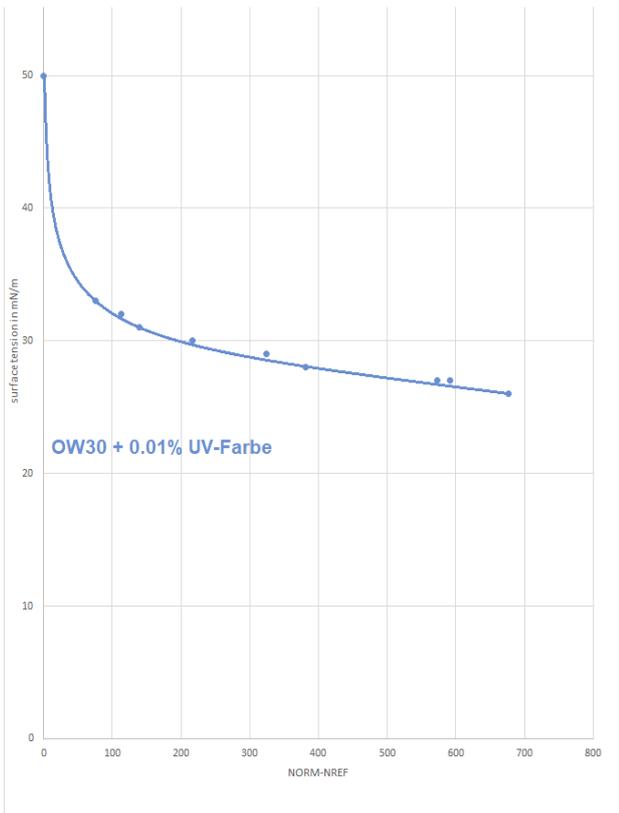
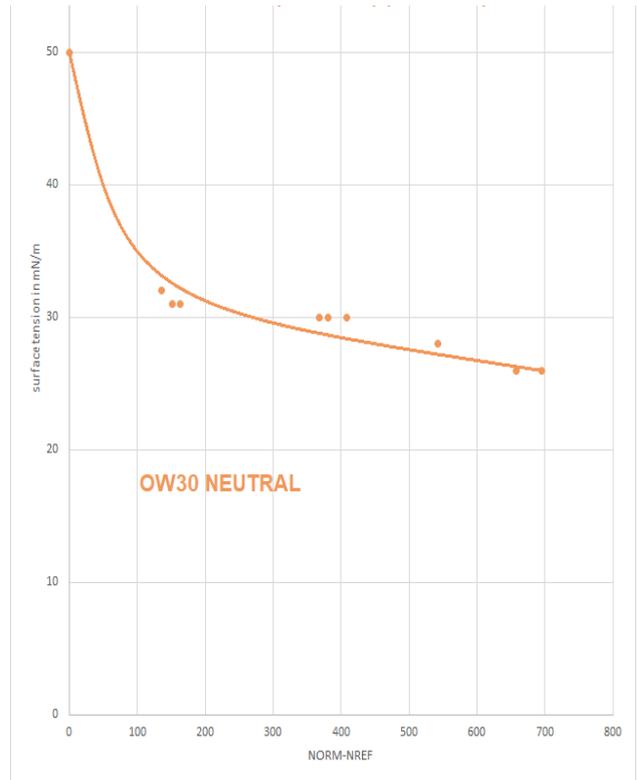
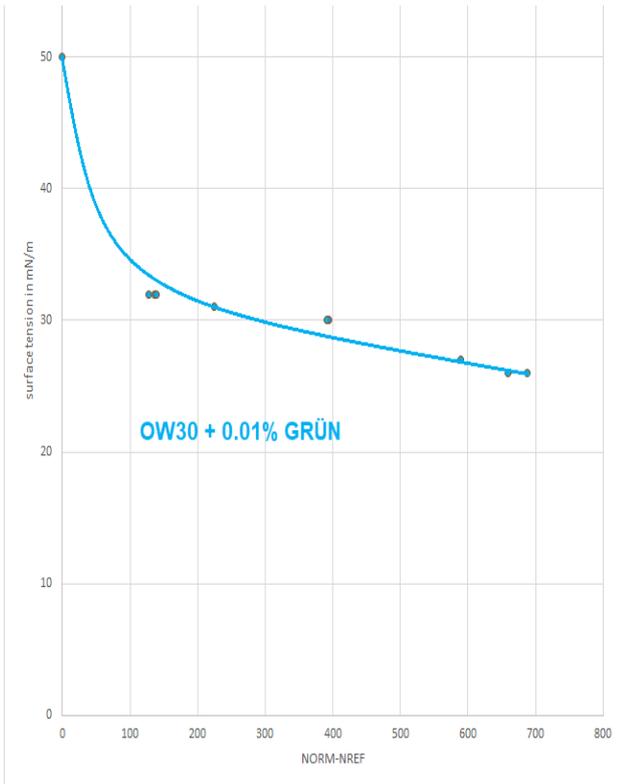
Comme, dans la plage MIR, l'énergie de stimulation est plus faible d'un facteur 10 que dans les procédés avec UVA et UVC, l'influence de la stimulation MIR sur les composés de polymères et par conséquent sur la mesure devrait être bien moindre que dans le cas d'une stimulation UV comparativement plus énergétique.

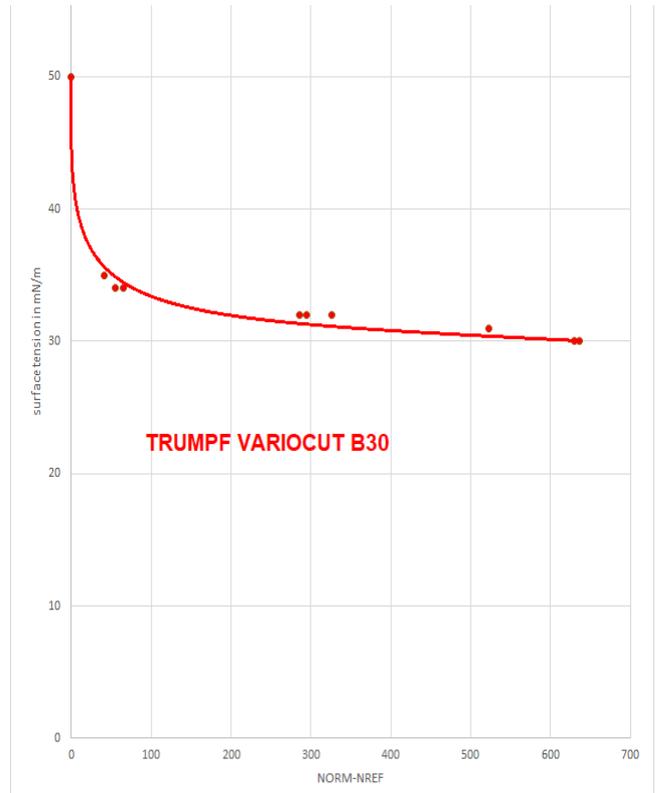
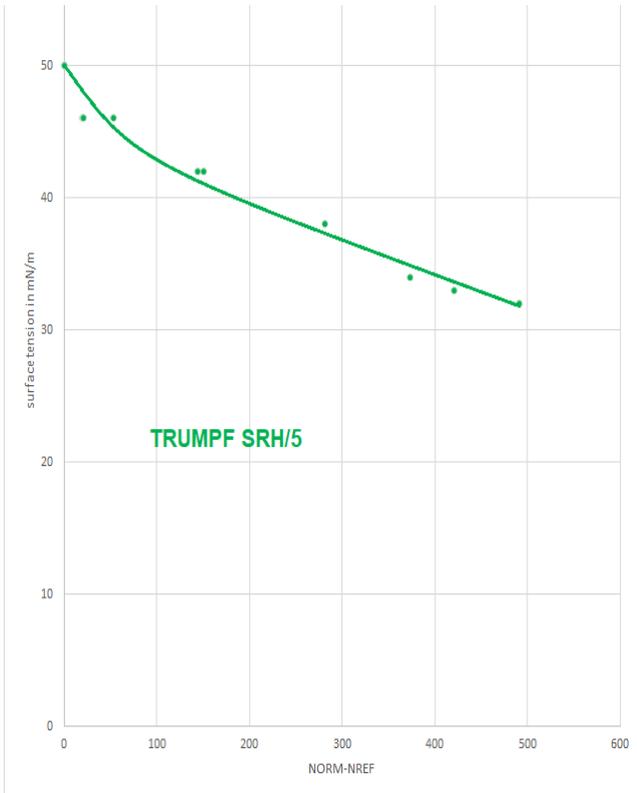
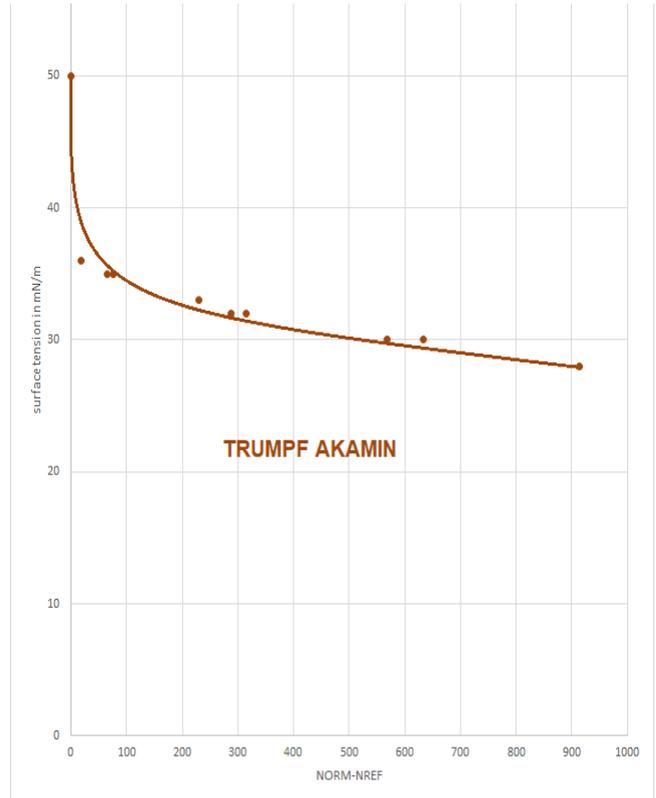
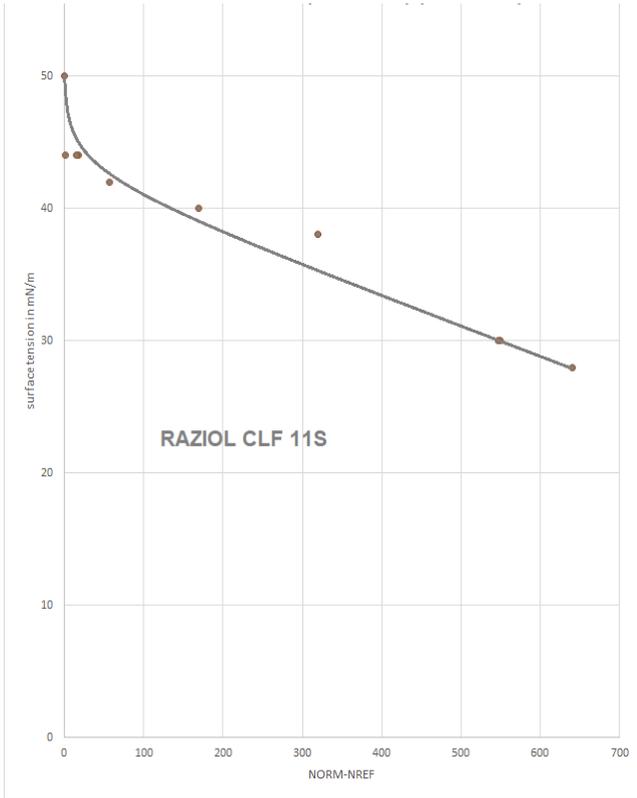
### 5.5.4 Corrélation du signal MIR et de la tension superficielle mesurée par sorte d'huile

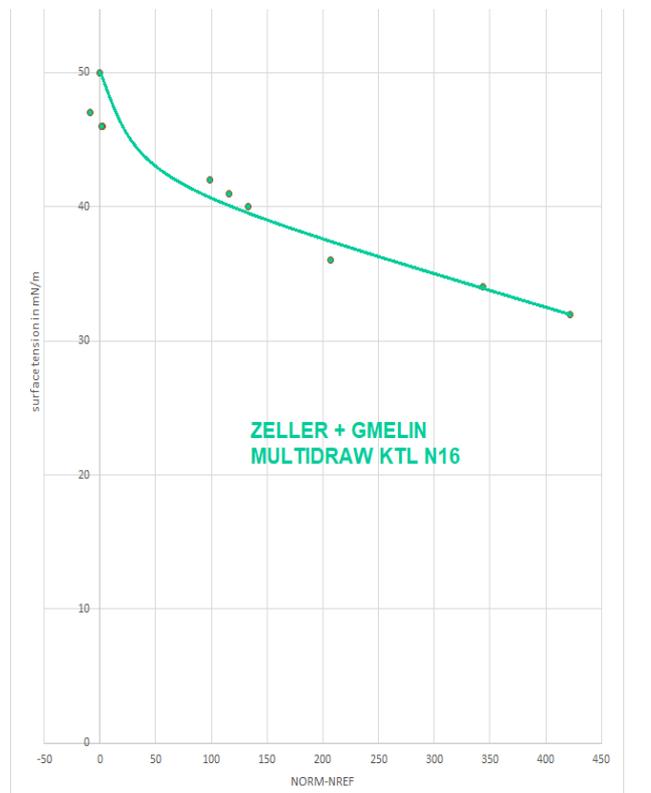
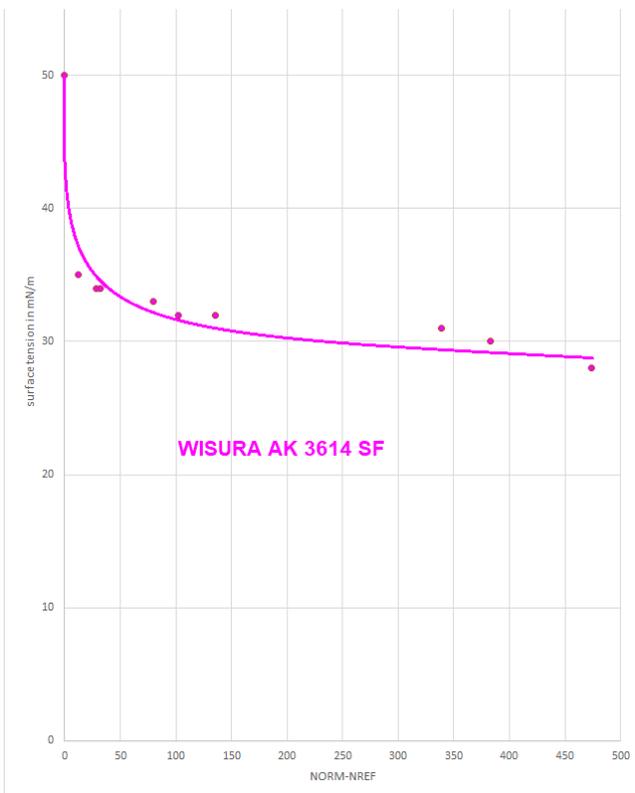
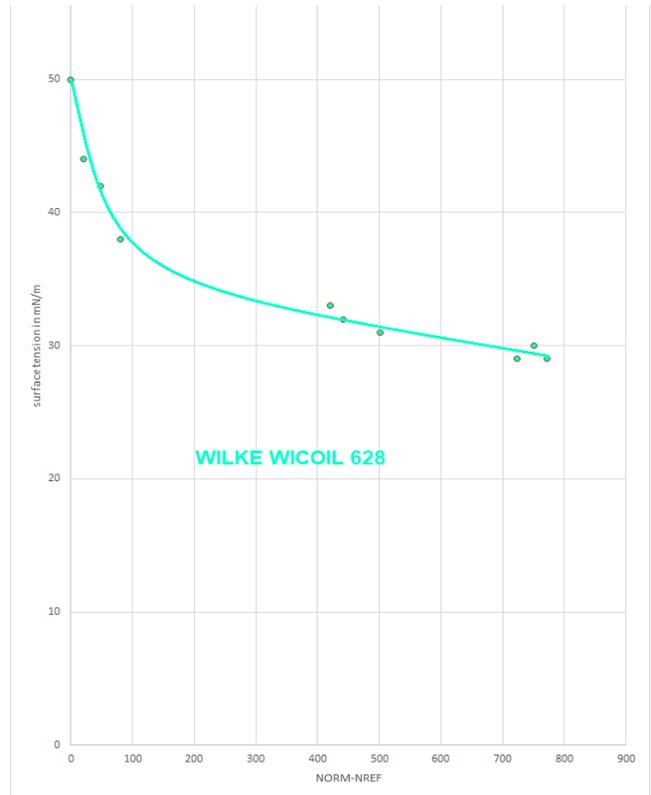
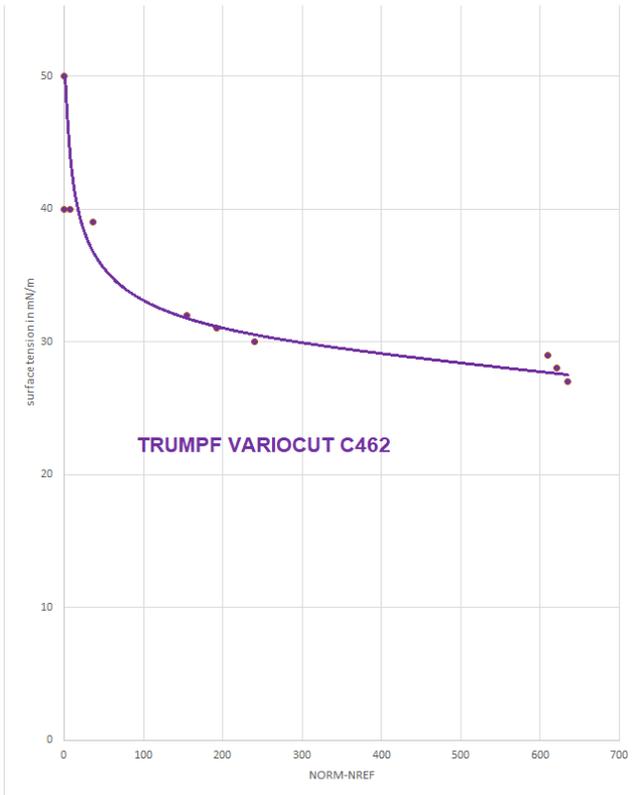
Les sortes d'huile ont été mesurées sur les positions 1 - 9 (NORME) après qu'une valeur de référence moyenne (NORMEref) a d'abord été formée sur les quatre positions de référence (position 10, 11, 12, 13). La différence des deux valeurs **NORME - NORMEref** sert de mesure pour la tension superficielle.

Les graphiques suivants documentent les résultats des mesures. Sur les ordonnées (axe x) ont été appliquées les MIR-valeurs mesurées = NORME - NORMEref du SPECTRO-M-10-MIR, sur les coordonnées (axe y) les valeurs de la tension superficielle en mN/m qui ont été déterminées avec la méthode de l'encre de test rouge.

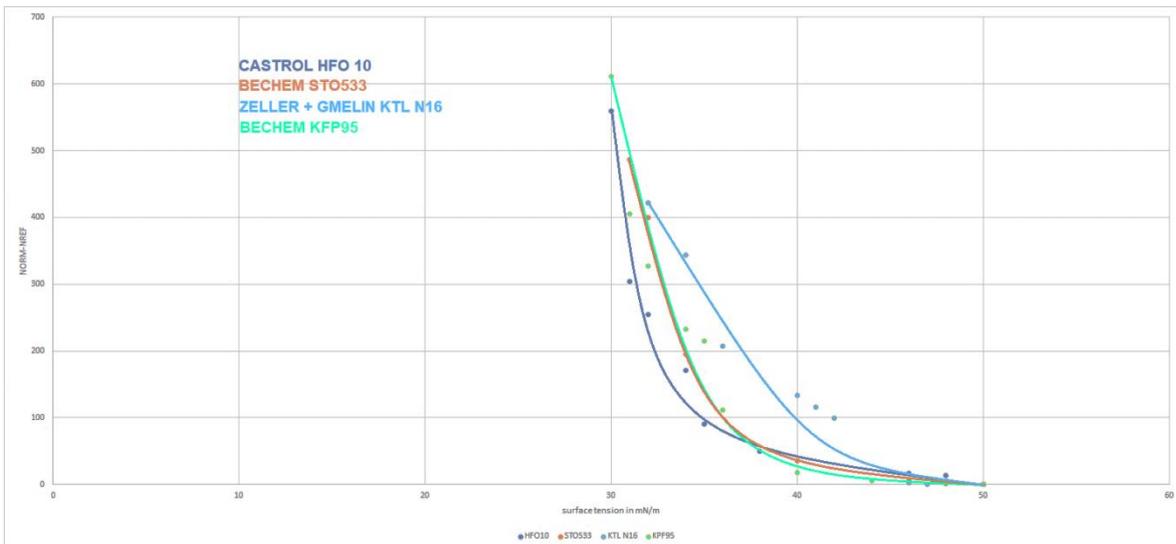
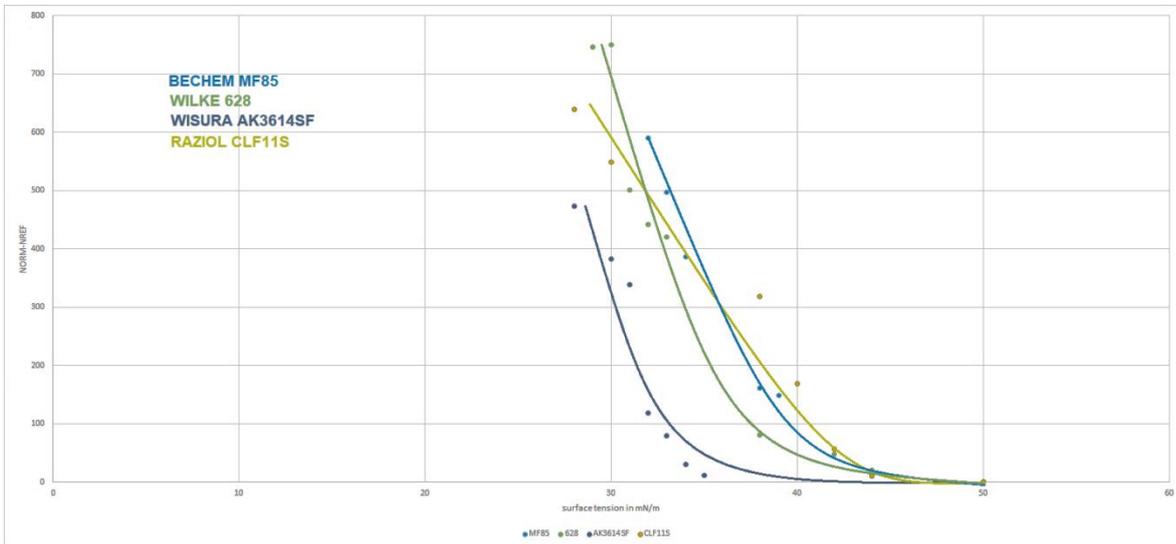
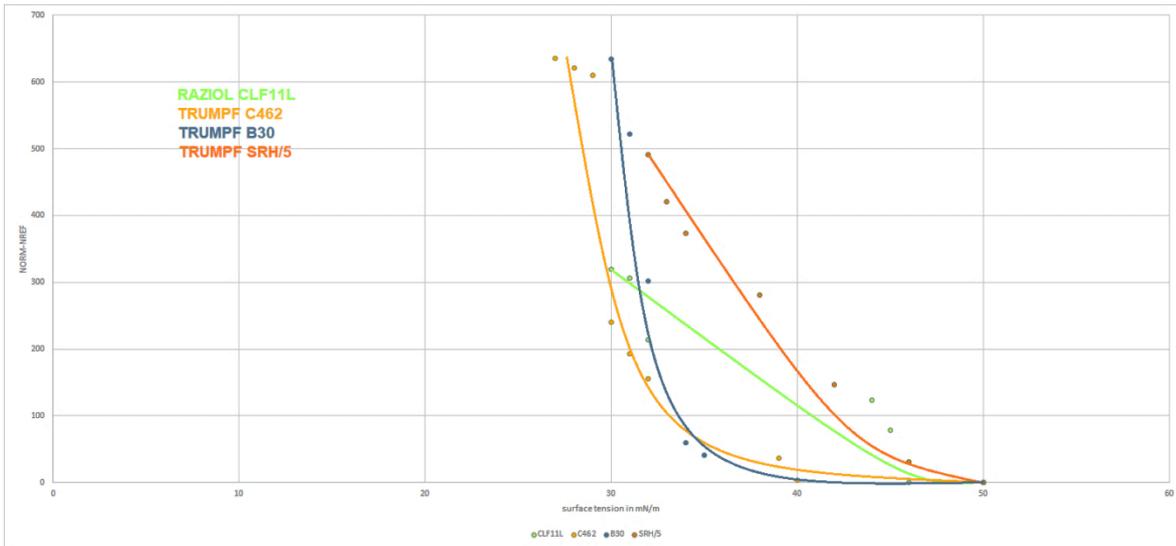


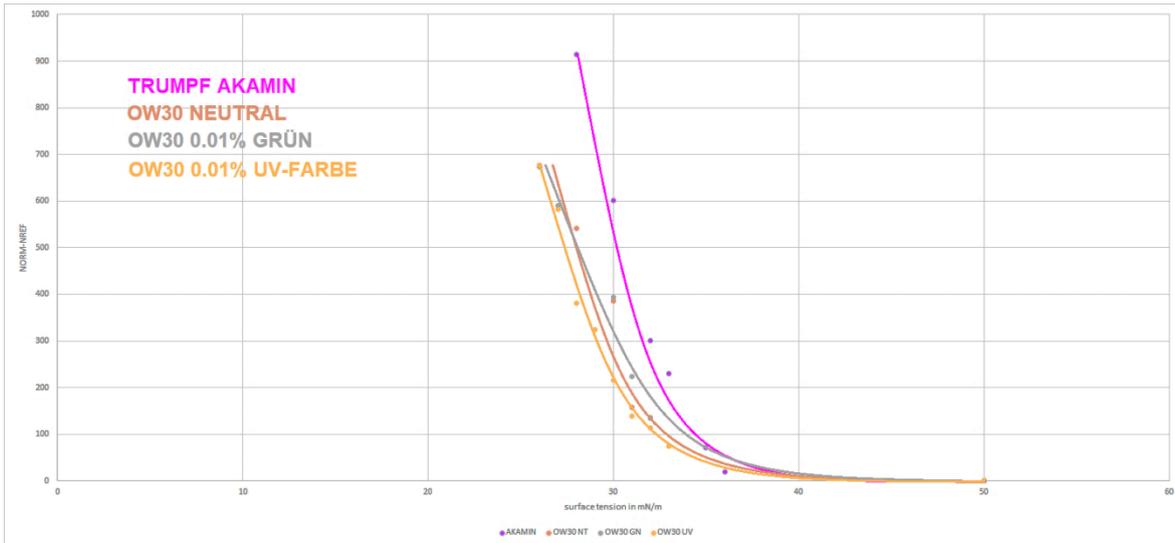






### 5.5.5 Comparaison des valeurs de mesure MIR en fonction de la tension superficielle





On voit en observant les courbes de mesure que même avec la méthode de mesure MIR, il est recommandé de procéder à un calibrage d'arrière-plan (Normeref) sur la surface métallique sur laquelle on se base. Pour calibrer alors le procédé de mesure de référence, des applications d'huile doivent alors être mesurées avec les deux méthodes et les valeurs rentrées dans l'outil de CONVERSION du logiciel SPECTRO MIR Scope.

Les deux calibrages peuvent être ici réalisés par l'utilisateur au moyen du logiciel Windows® **SPECTRO MIR Scope V1.0**. Outre chaque valeur de NORME est alors également affichée la valeur de la tension superficielle.

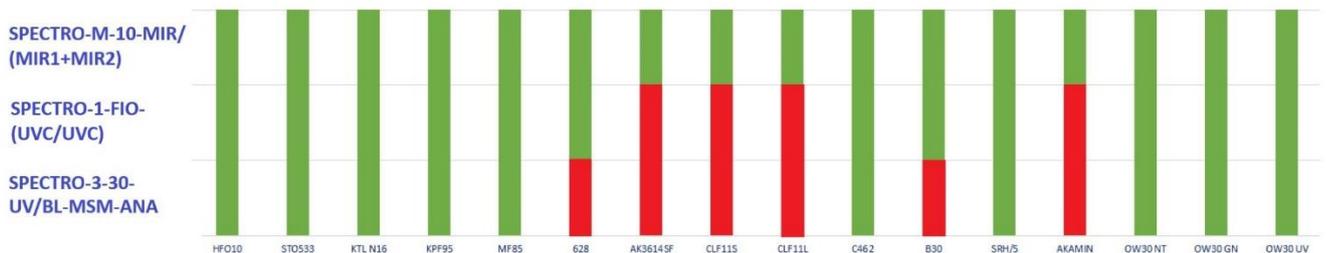
### 5.5.6 Comparaison de la méthode MIR avec des capteurs UVA et UVC

Parallèlement aux mesures avec le système MIR, les mêmes huiles ont également été testées avec des capteurs UV (UVA et UVC) de Sensor Instruments.

Le SPECTRO-1-FIO-(UVC/UVC) est un capteur à fibres optiques avec stimulation dans la plage UVC (265nm), au moyen duquel la réflexion/l'absorption dans l'UVC est saisie, tandis que le SPECTRO-3-30-UV/BL-MSM-ANA est un capteur de fluorescence avec stimulation UVA (LED haute performance, 365 nm), qui évalue l'émission dans la plage visible (typ. 450 nm – 700 nm).

Du fait des propriétés des types d'huiles testées, les deux capteurs UV n'ont pas pu saisir toutes les huiles, du fait que certaines d'entre elles n'affichaient aucune fluorescence UVA ou pratiquement pas de fluorescence UVA ou d'absorption UVC. Le tableau suivant compare le procédé de mesure MIR avec les deux procédés de mesure UV du point de vue de leur aptitude à mesurer les types d'huiles testées.

**Quelles huiles conviennent pour le procédé de mesure respective (vert : convient, rouge : ne convient pas) :**



**Autres caractéristiques importantes des procédés de mesure utilisés en comparaison :**

Messverfahren	UVC	UVA	MIR
Empfindlichkeitsunterschiedsfaktor der verschiedenen Ölsorten	22	61	7
Signalabschwächungsfaktor bei Langzeitbelichtung	2	3	1.05
Fremdlichempfindlichkeit gegenüber Kunstlicht (LED - Weißlicht)	mittel	stark	gering
Messabstand in mm	5	15 (11)*	10
Detektionsbereich in mm	5	12 (1)*	10

\* für das UVA - Messverfahren gibt es auch eine Lichtleiterversion, womit entsprechend kleine Detektionsbereiche erreicht werden können.

En comparaison du procédé de mesure UV avec des fibres optiques (petite tâche de mesure), le SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) requiert une surface de test un peu plus grande et devant être plane. Au niveau de tous les autres critères, ce procédé obtient cependant de meilleurs résultats par rapport aux procédés d'UV. Un des principaux avantages du procédé de mesure MIR devrait être l'évaluation normée. Celui-ci ne peut pas remplacer le calibrage individuel par sorte d'huile et surface métallique, mais des variations de la surface métallique, ainsi que la dérive d'intensité éventuelle de la source lumineuse utilisée peut être dans une large mesure compensée. En cas d'utilisation de lumière artificielle (lampes LED à lumière blanche) pour éclairer la pièce (lumière ambiante), on ne peut en outre observer aucune influence du résultat de la mesure.

**5.5.7 Résumé du contrôle de résidus d'huile**

La présence de films d'huile sur des surfaces métalliques est en pratique jusqu'ici souvent vérifiée à l'aide d'un procédé hors ligne, comme les encres de test, par contrôle aléatoire d'échantillons. Mais il s'agit ici d'une méthode avec contact, du fait que l'encre de test doit être appliquée sur chaque surface respective. En outre, cette méthode de détermination de la tension superficielle par l'encre de test dépend également du mode d'observation visuelle de l'observateur (formation de gouttelettes oui/non et en combien de temps ?), et du fait qu'il n'y a qu'une gradation relativement grossière des encres de test par rapport à la tension superficielle (en étapes de 2 mN/m), une analyse n'est pas absolument nécessaire. Il est en outre nécessaire d'avoir une certaine taille de surface à tester dans le cas de cette méthode nécessaire (largeur de coup de pinceau x env. 15mm en longueur). Les procédés de mesure déjà expliqués 1 et 2 permettent de très petites surfaces de mesure, mais ont l'inconvénient que toutes les huiles ne réagiront à l'effet physique respectif, se comportent donc de façon quasiment neutre.

Avec la série SPECTRO-M, nous disposons de capteurs en ligne qui, après compensation des références (avec une surface de métal nettoyée), sont capables de détecter des applications d'huile (< 1 µm) sans contact sur des surfaces métalliques, aussi minces qu'elles fussent.

Ce qu'on appelle la fonction de CONVERSION du capteur permet d'ordonner aux valeurs MIR normées du capteur également des valeurs de référence provenant d'autres procédés de mesure de la tension superficielle. Après le calibrage du système de référence, le capteur convertit automatiquement les valeurs en les valeurs du système de référence avant de les afficher ou de les sortir. La sortie des valeurs de mesure peut se faire, via une interface de données ou une sortie analogique (0...10V, resp. 4...20mA), sur une API.

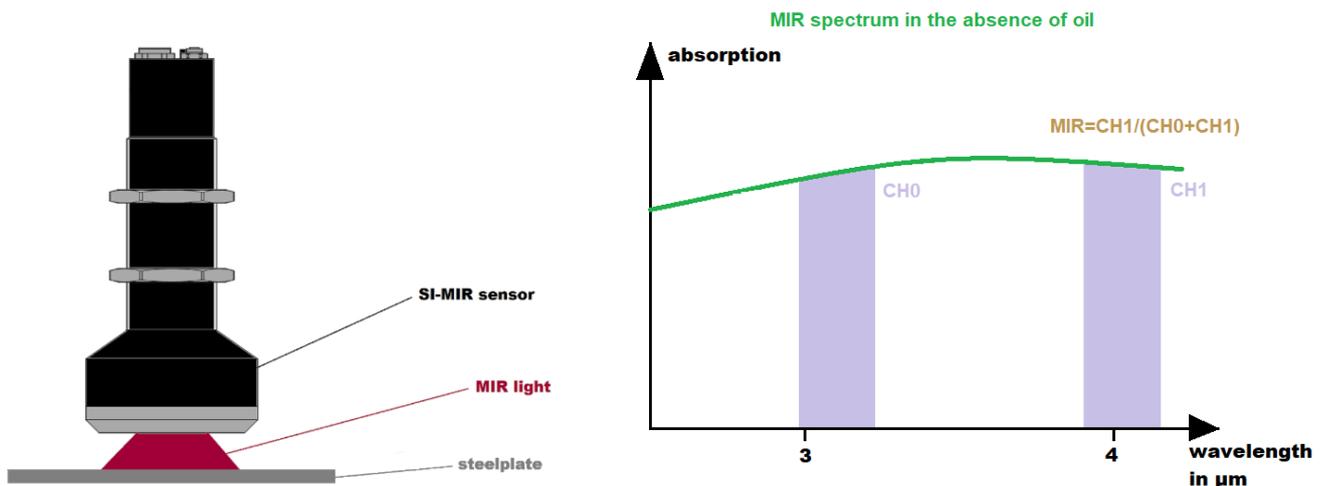
## 5.6 Contrôle en ligne de l'épaisseur de la couche d'huile

Si on souhaitait déterminer l'épaisseur d'un revêtement de papier, p. ex. une peinture d'impression, la méthode du grammage serait sûrement un moyen adéquat pour déterminer cette dernière. Le grammage du revêtement de papier ne devrait pas s'éloigner beaucoup du grammage d'un papier ayant une épaisseur habituellement comprise entre 0.05 mm et 0.2 mm. Des balances ayant une précision en conséquence devraient assurément mener ici à un résultat fiable. Mais que se passe-t-il si, au lieu d'une peinture d'impression et au lieu d'une feuille de papier, on utilise une tôle en acier ayant par exemple une épaisseur d'1mm ? La méthode du grammage devrait ici atteindre ses limites.

Comment peut-on alors tout de même déterminer de façon fiable les épaisseurs de couches d'huile sans de trop grands efforts et sans contact ? Il faudrait d'une part citer la méthode de la fluorescence. La lumière UVA est utilisée ici pour stimuler la fluorescence. L'émission secondaire a ici lieu dans la plage de longueurs d'ondes visibles. L'intensité du signal de fluorescence est ici une mesure de l'épaisseur de la couche d'huile. Mais il existe également des huiles pour lesquelles l'effet de fluorescence est à peine mesurable voire manque complètement, et pour lesquelles la mesure de l'épaisseur des couches de fonctionne pas ainsi. Dans le cas des couches très minces, le signal de fluorescence n'est pas non plus très marqué.

Si on considère la plage infrarouge moyenne (MIR), on peut constater que les revêtements organiques, p. ex. une couche d'huile, affichent une absorption significative dans le cas de CH<sub>0</sub>, tandis qu'aucune absorption n'apparaît dans la fenêtre des longueurs d'ondes de référence (CH<sub>1</sub>).

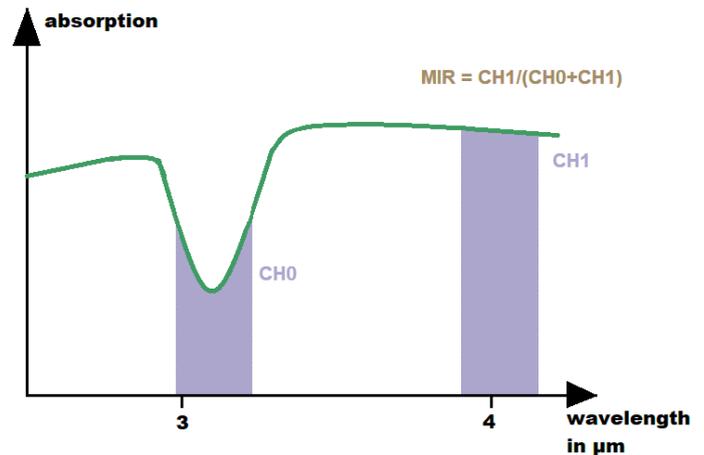
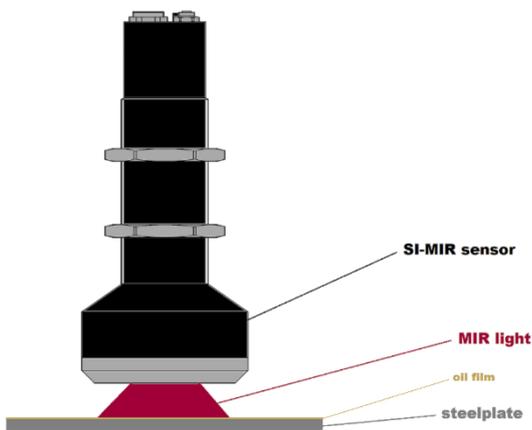
Le signal MIR du SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) montre (dans une première approche) un rapport directement proportionnel entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé.



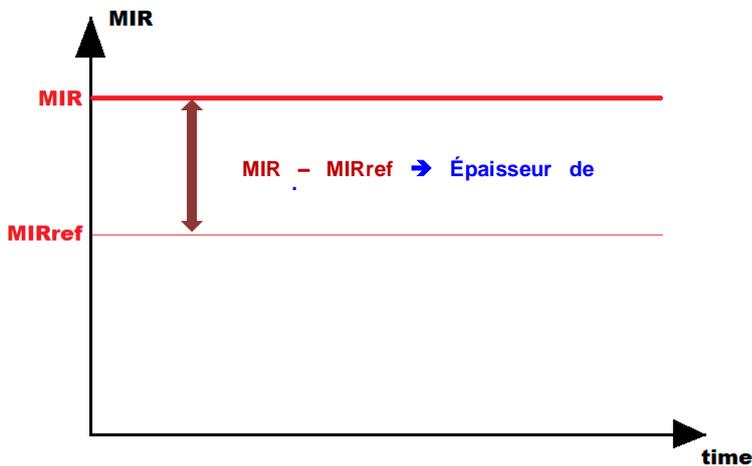
Le capteur SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) dispose de deux fenêtres de longueurs d'ondes pour évaluer le signal réfléchi. L'absorption dans les deux fenêtres de longueurs d'ondes est à peu près comparable en l'absence de couche d'huile. Cette valeur peut être utilisée comme valeur de référence pour la surface métallique déshuilée :  $MIR_{ref} = CH_1 / (CH_0 + CH_1)$  correspond à la valeur de référence normée de la surface métallique sans application d'huile, sachant que CH<sub>0</sub> et CH<sub>1</sub> sont les signaux bruts déterminés des deux fenêtres de longueurs d'ondes.

Si on mouille maintenant la surface en acier avec une couche d'huile homogène, il en résulte une hausse dans le spectre MIR :

MIR spectrum in the presence of oil



Le canal de mesure CH0 (à gauche) détecte l'absorption supplémentaire provoquée par la couche d'huile, tandis que la fenêtre de mesure CH1 (à droite) n'en est dans une large mesure pas affectée :



La valeur de mesure  $MIR = CH1 / (CH0 + CH1)$  se décale dans la fenêtre CH0 vers le haut du fait de l'absorption. Plus l'absorption est intense, c'est-à-dire plus la couche est par exemple épaisse, et plus la valeur MIR continue à s'éloigner de la valeur de référence MIRref (sans couche d'huile).

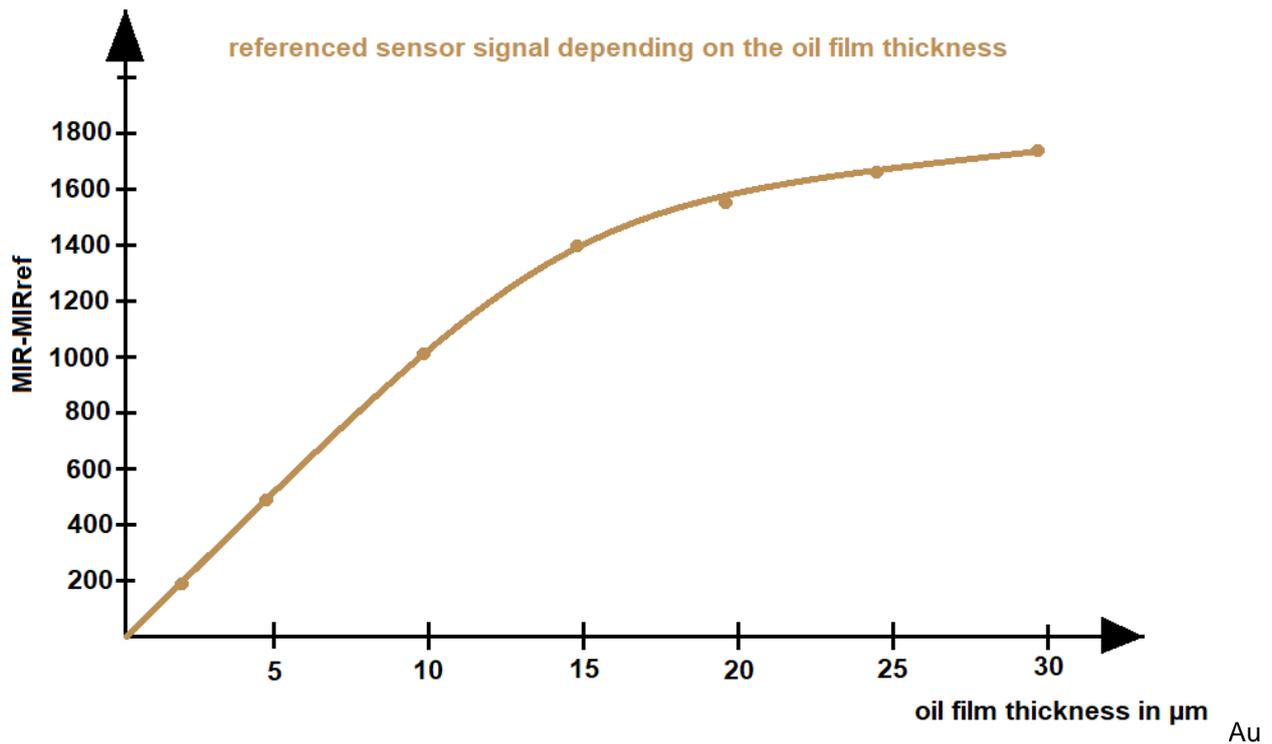
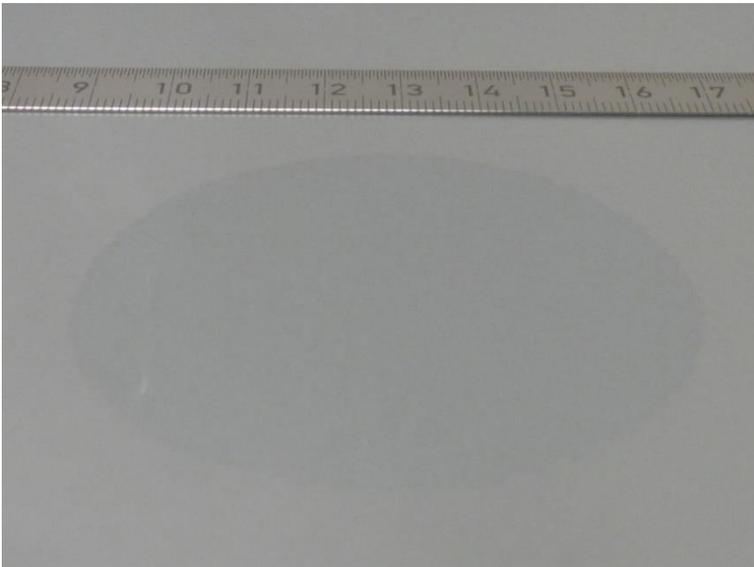
On a pu constater sur la base de différentes huiles qui ont été examinées jusqu'à présent que l'absorption MIR dépend également du type d'huile outre l'épaisseur de la couche d'huile. L'arrière-plan métallique réfléchissant influence un peu le résultat de mesure, raison pour laquelle il faudrait procéder au calibrage par rapport à chaque sorte d'huile respective et au fond respectif avant de déterminer effectivement l'épaisseur de la couche d'huile.

Procédure suivie : Pour les tests, des gouttes d'huile d'un volume de 20  $\mu$ l chacune ont été l'une après l'autre appliquées sur une surface métallique dégraissée du même type. La goutte d'huile a été ensuite étalée de façon homogène sur une surface de 70 mm de diamètre avec une spatule. Ceci permet maintenant de calculer l'épaisseur de la couche comme suit : pour un volume d'huile de 20  $\mu$ l on obtient, lorsque le diamètre de la tâche d'huile est de 70 mm, une épaisseur de couche d'env. 5  $\mu$ m, avec deux gouttes (40  $\mu$ l) en conséquence 10  $\mu$ m, avec 3 gouttes (60  $\mu$ l) 15  $\mu$ m etc.



La série de mesures a pu être démarrée dès que les échantillons ont pu être préparés avec les différentes épaisseurs de couche. La valeur d'arrière-plan moyenne MIRref a d'abord été déterminée (sur des sections sans huile) entre les échantillons d'huile. Après le calibrage, le capteur SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) a

été positionné sur différentes surfaces échantillons l'une après l'autre et les valeurs de mesure ont été enregistrés pour les différentes épaisseurs de couche.



terme de ce processus, on obtient un tableau de valeurs qui est représenté ci-après sous forme de diagramme :

On peut déduire du diagramme que la résolution de la procédure de mesure est d'env. 10 nm (5000nm/500 chiffres), la précision de mesure se situe aux alentours de 50 nm. Jusqu'à une épaisseur de couche, le signal MIR suit un parcours presque linéaire par rapport à l'épaisseur de couche. La limite supérieure pour la mesure de l'épaisseur de couche MIR se situe, dans le cas de l'huile mesurée, à environ 15  $\mu\text{m}$ .

Il n'y a plus qu'à retirer l'écarteur pour mesurer en ligne, et c'est parti ! Les capteurs disposeront également à l'avenir en option d'un bus de campagne en sus des sorties numériques et analogiques. Le système peut confortablement être paramétré et surveillé à l'aide du logiciel Windows® MIR Scope V1.0. La distance du

capteur à la surface du capteur est ici typiquement de 10 mm, la plage de détection étant d'env. 10 mm en diamètre. Pour des objets à mesurer plus petits, on utilise des garnitures, qui restreignent la plage de mesure en conséquence. Comme le système de mesure fonctionne habituellement en mode DC, on peut atteindre des cycles de mesure allant jusqu'à 10 kHz.

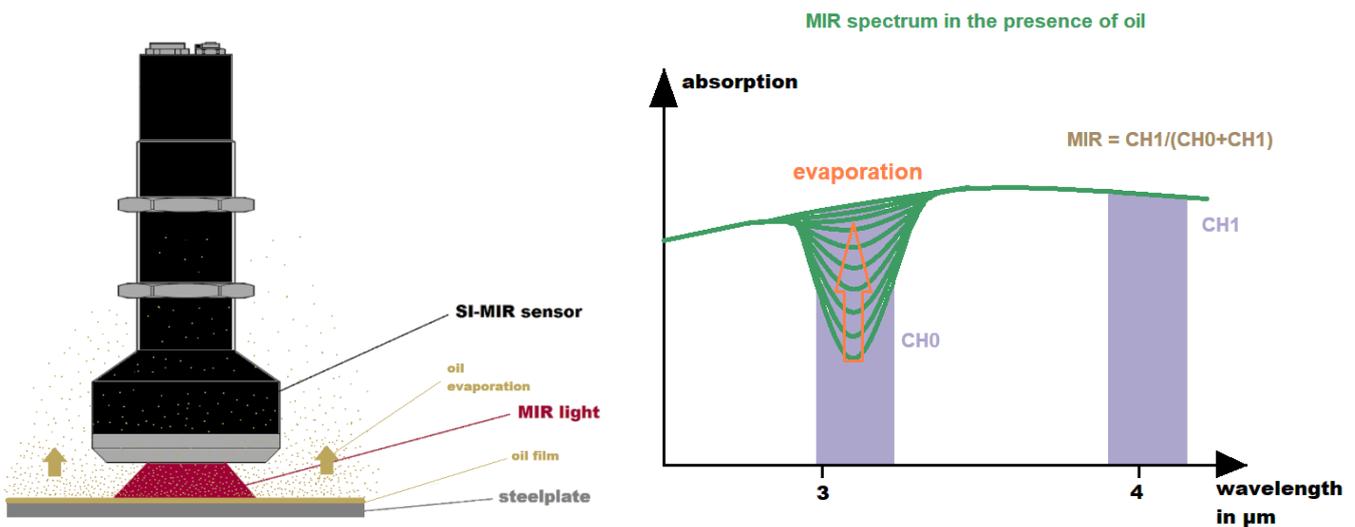
### 5.7 Mesure d'évaporation d'applications d'huile

Lors de la fabrication de pièces estampées et pliées, de plus en plus d'huiles d'estampage et d'étirage sont utilisées, qui doivent s'évaporer après un certain temps. L'idée consiste ici à laisser aussi peu de résidus d'huile que possible sur les pièces métalliques embouties ou formées. On s'épargne ainsi dans de nombreux cas le processus de nettoyage lors de la poursuite de la transformation des pièces métalliques. Mais quelle quantité d'huile appliquée demeure maintenant effectivement sur la pièce et combien de temps le processus d'évaporation dure-t-il ?

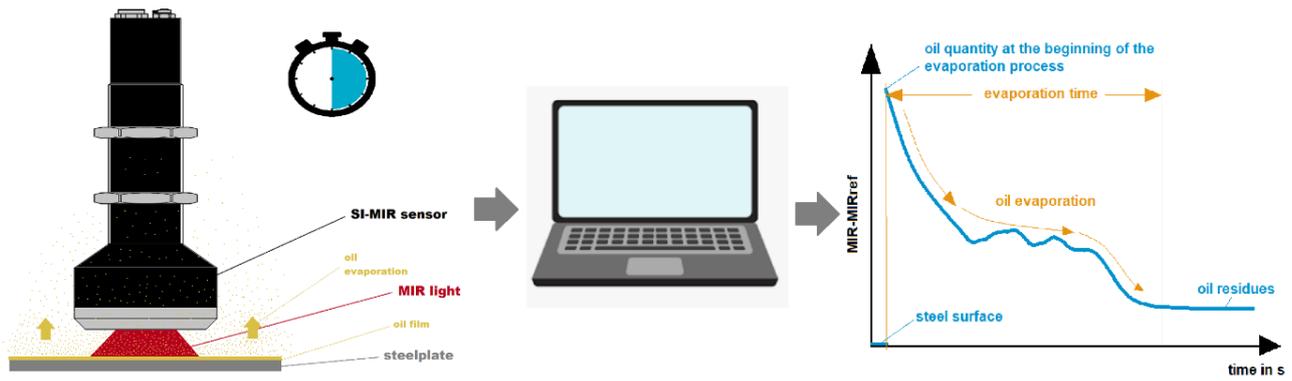
Pour la mesure de l'évaporation, nous avons appliqué à chaque fois 5 gouttes d'huile (5x20 µl) sur une tôle en acier dégraissée et les avons réparties sur une surface ayant un diamètre de 70 mm.

L'épaisseur de la couche d'huile était au début de la procédure de mesure à peu près de 25 µm. Le capteur **SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2)** a ensuite été placé au milieu de la tâche d'huile et la mesure a été démarrée :

Spectre MIR immédiatement après l'application de la couche d'huile de 25 µm d'épaisseur. La plage de longueurs d'ondes CH0 est influencée par la présence d'huile, tandis qu'aucun affaiblissement de signal n'est à observer dans la plage de longueurs d'ondes CH1.

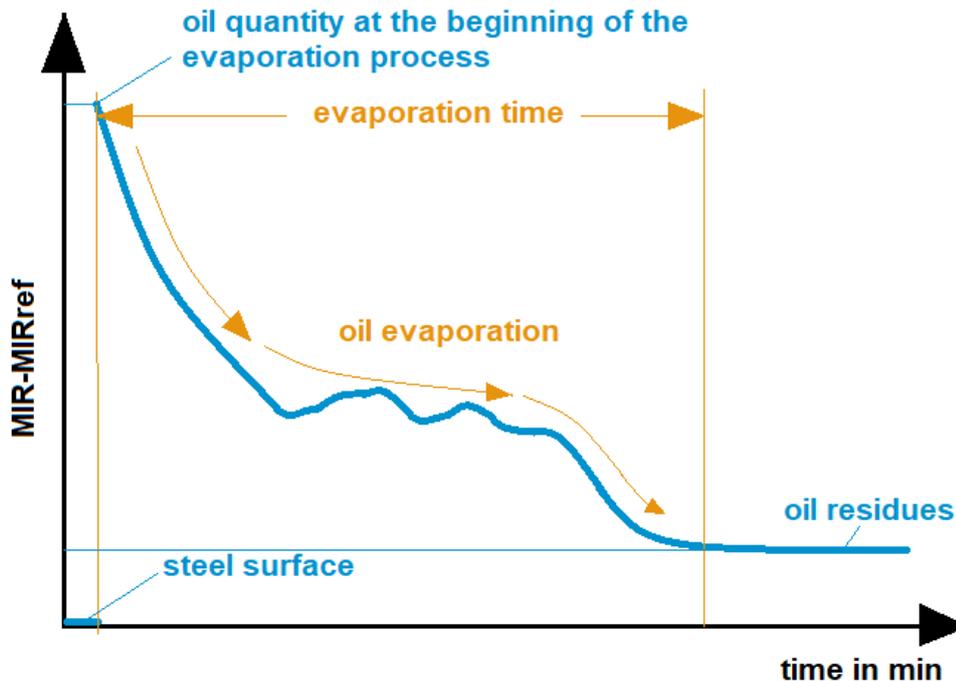


Signal MIR en mouvement rapide : la réduction du signal dans la fenêtre CH0 provoquée par l'huile diminue au fur et à mesure que l'évaporation de l'huile augmente.



La valeur normée MIR, diminuée du signal de référence normé MIRref (MIR-MIRref), est enregistrée à l'aide du logiciel Windows® MIR Scope V1.0 pendant une durée de quelques heures :

Un déroulement similaire a pu être constaté pour l'ensemble des échantillons d'huile testés, comme on peut le voir sur le diagramme suivant :



La durée d'évaporation était alors située dans la plage comprise entre 60 min et 90 min. Le résidu d'huile correspondait, dans le cas de l'échantillon le plus fortement évaporé, typiquement à 1 % de l'épaisseur de couche d'origine et, dans le cas de l'échantillon le moins fortement évaporé, à 50 % de l'épaisseur de couche d'origine.

Le procédé de mesure permet de tester la durée d'évaporation d'huiles rapidement et sans complications en partant d'épaisseurs de couches définies. Le signal résiduel qui reste mesurable après que le signal MIR s'est stabilisé présente des résidus organiques sur la surface qui restent après le processus d'évaporation.

La fonction d'enregistrement du logiciel SPECTRO MIR Scope du capteur SPECTRO-M permet la saisie continue et l'enregistrement des valeurs de mesure sous forme de fichiers ASCII, qui peuvent alors être exportées pour évaluation dans un programme de tableur.



## 6 Mesures de test sur la série CLF 11

Les huiles d'estampage de la série CLF 11 de la société Raziol Zibulla & Sohn GmbH ont été examinées dans une série de tests séparés. Les résultats de la série de tests sont résumés sur les pages suivantes.

### 6.1 Méthode de test et méthode de référence

Comme méthode de référence, nous avons utilisé la méthode « encre rouge » avec les encres de test de la société arcotest ([www.arcotest.de](http://www.arcotest.de)).

Les huiles à examiner ont été ici appliquées sur une tôle métallique dégraissée (p. ex. GARDOBOND de Chemetall), et l'encre de test est ensuite appliquée à une certaine tension superficielle (indication sur le flacon, p. ex. 38 mN/m) sur la surface de l'huile à l'aide du pinceau contenu dans le flacon.

Si l'encre de test perle encore, on poursuit avec la plus proche valeur de tension superficielle la plus basse jusqu'à ce que l'encre de test appliquée mouille la surface de l'huile. La valeur de tension superficielle indiquée sur les flacons d'encres de test correspond alors à peu près à la tension superficielle de la surface métallique y compris la couche d'huile.

Plus la couche d'huile est mince, et plus la tension superficielle est élevée pour les sortes d'huile utilisées à chaque fois.

Pour une série de tests, il s'est avéré nécessaire d'appliquer l'huile respective dans une épaisseur aussi mince que possible sur la surface métallique dégraissée, et de la frotter ensuite aussi intensément que possible au moyen d'un chiffon non pelucheux sur la surface métallique. L'huile a été ici étalée de façon à peu près homogène sur un diamètre d'env. 70 mm.

On obtient habituellement ainsi des épaisseurs de couches d'huile dans une plage comprise entre 0,1 µm et 3 µm, selon le type de répartition: 1X frotter, 2x frotter, 3x frotter pour une quantité d'huile de 20 µl (1 goutte), 40 µl (2 gouttes), 60 µl 3 gouttes. L'application de l'huile se fait au moyen d'une pipette, l'huile est ensuite frottée selon l'épaisseur de couche (pour les épaisseurs de couche comprises entre 0,1 µm et 3 µm) comme déjà décrit, brossée (pour les couches comprises entre 1 µm et 10 µm) ou on les laisse s'étaler (pour les couches comprises entre 5 µm et 50 µm). Comme pour les deux derniers procédés, la quantité d'huile est répartie sur un diamètre d'env. 70 mm. Pour chaque mesure, on a utilisé une tôle d'acier dégraissée, et selon les procédés un chiffon vierge sans peluche, ainsi qu'une lame de spatule en plastique non encore utilisée. Une tôle de contrôle



dégraissée de la société Chemetall type GARDOBOND a en outre été utilisée pour chaque échantillon. La détermination de l'épaisseur de couche a été ici réalisée à l'aide du diamètre et du volume d'huile (env. 20 µl par goutte). Le calcul représente ici une première estimation, du fait que ni le diamètre ni la quantité d'huile n'ont pu être déterminés avec précision. Les échantillons de mesure concernaient en outre des huiles d'estampage et d'étirage s'évaporant, c'est-à-dire qu'une certaine perte était déjà apparue dès le début de l'application ! Lors du badigeonnage, il a été impossible de complètement éviter que de l'huile résiduelle continue à adhérer à la lame en plastique et non à la surface en acier, en dépit de l'insert de lame en plastique. Des quantités d'évaporation supérieures ont dû être tolérées du fait de l'écoulement de la quantité d'huile, parce que la procédure d'écoulement a pris davantage de temps que celle du badigeonnage. Lors du frottement de la quantité d'huile au moyen d'un chiffon non pelucheux, la plus grande partie de l'huile est restée collée à ce dernier. Il n'est cependant plus possible de ce fait de faire un calcul de l'épaisseur de la couche.

Aux fins de notre objectif d'utilisation, nous avons utilisé des tôles en acier en conséquence ainsi que des tôles en aluminium ayant la propriété de surface d'être dégraissée.

La tension superficielle, déterminée d'après la méthode de l'encre de test, devrait se situer sur une surface de test GARDOBOND® restée inutilisée au-delà de 50 mN/m, du fait que même avec l'encre de test la plus élevée(50mN/m) aucune formation de perle de la surface en acier n'a pu être observée.



## 6.2 Indications du fabricant à propos de la série CLF 11

Selon la société Raziol Zibulla & Sohn GmbH, la série CLF 11 consiste en huiles d'estampage et d'étirage à évaporation rapide:

« Tous les produits Raziol CLF 11 ... Les produits W ne contiennent aucun additif de protection anticorrosion temporaire pour le stockage à l'intérieur. Les produits nommés s'évaporent, en fonction de leur teneur en additifs, en relativement peu de temps. Les additifs restent à la surface de la pièce à usiner. »



Raziol Zibulla & Sohn GmbH recommande en outre d'utiliser la série CLF 11 dans les applications suivantes (extrait de : [www.raziol.com](http://www.raziol.com) )

## Anwendung der Raziol CLF 11 Reihe

- z.B bei der Herstellung von Elektrokontakten, von Stanz- und Biegeteilen, Federn, Drähten, Uhren, Metallwaren, von Dichtungselementen sowie von weißer Ware und Elementen der Kommunikationstechnik
- für Fertigungsteile geeignet auf denen möglichst wenig Rückstand verbleiben soll
- oftmals können Nachfolgeprozesse wie Kleben und Etikettieren ohne Waschen erfolgen
- Abdeckung eines breiten Leistungsspektrums durch die Zugabe unterschiedlicher leistungssteigernder Zusätze
- in Verbindung mit den Raziol Auftragsystemen wie Rollenbandölnern oder Sprühsystemen ist problemlos ein sparsames, definiertes Beölen mit den Produkten der Raziol CLF 11 Reihe möglich

Il faut lire ceci à propos du comportement des résidus ([www.raziol.com](http://www.raziol.com)):

### Rückstandsverhalten

gering < <

> > hoch



Les huiles suivantes ont été testées :

- CLF 11 L
- CLF 11
- CLF 11 W 10
- CLF 11 W 25
- CLF 11 SE
- CLF 11 S
- CLF 11 SB
- CLF 11 SD
- CLF 11 SB
- CLF 11 SD
- CLF 11 SF
- CLF 11 SG

Les critères d'examen étaient, dans ce cadre :

- Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile
- Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré
- Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle (système de référence)

### 6.3 Raziol CLF 11 L

#### 6.3.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

À cet effet, 5 gouttes huile (env. 100 µl) ont été appliquées sur la surface en acier dégraissée et on a ensuite laissé couler la quantité d'huile sur un diamètre d'env. 70 mm. Cette opération dure env. 5 minutes. Indépendamment d'un écart éventuel des 100µl de volume en huile, de l'écart des 70 mm en diamètre et de la quantité d'huile qui s'est évaporée au cours des 5 minutes de l'application, on parvient par calcul à une épaisseur de couche d'huile d'env. 25 µm. Le temps d'évaporation Tv déterminé avec les capteurs, c'est-à-dire le temps dans lequel les composants volatils se sont évaporés de l'huile, était ici de 72 minutes. La quantité de résidus d'huile, c'est-à-dire la quantité d'huile qui reste encore sur la surface en acier au terme de cette durée, correspondait à 1% de la quantité d'huile initialement appliquée:

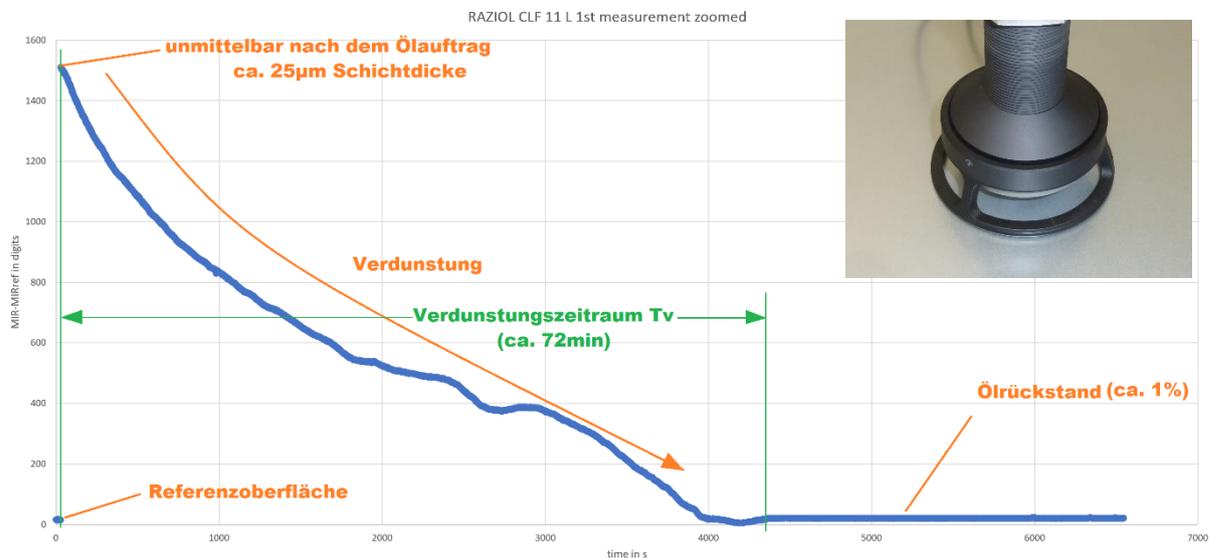
- Durée d'évaporation : 72 min
- Quantité d'huile résiduelle : 1 %

## CLF 11 L

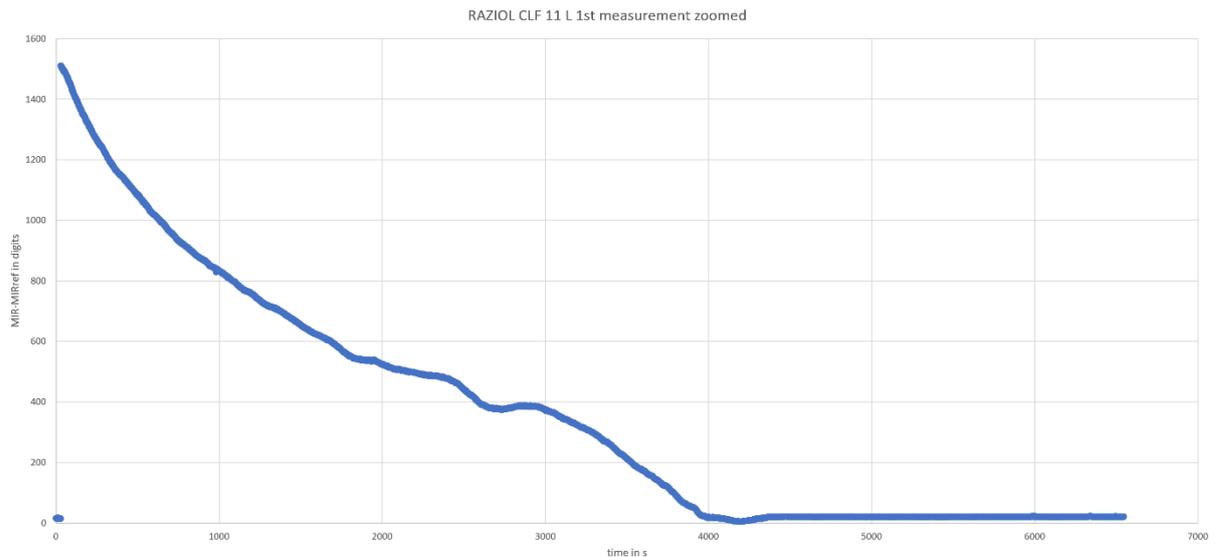
### Rückstandsverhalten

gering < <

> > hoch

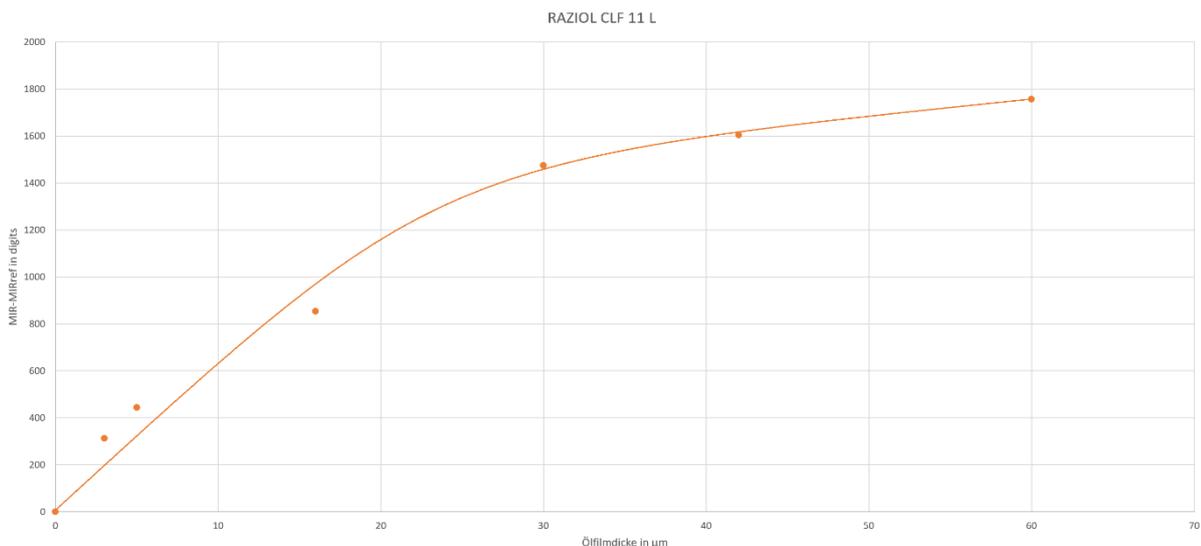


Schichtdicke	MIR	MIR-MIRref	ROTE TINTE	Anzahl	Ölfleck	Schichtdicke	Ölmenge
in $\mu\text{m}$	NORM in digits	deltaNORM in digits	in mN/m	Tropfen	Durchmesser in mm	in $\mu\text{m}$	in $\mu\text{l}$
3	2518	312		0,5	70	3	10
5	2650	444		1	75	5	20
16	3060	854		3	70	16	60
30	3680	1474		5	65	30	100
42	3810	1604		7	65	42	140
60	3963	1757		10	65	60	200
0	2206	0		0		0	0



### 6.3.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré

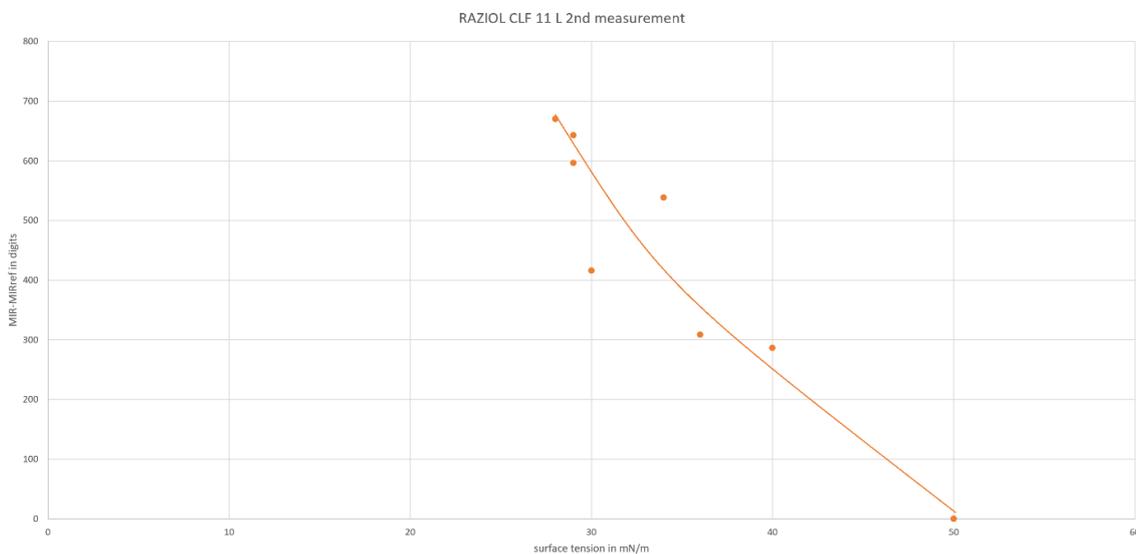
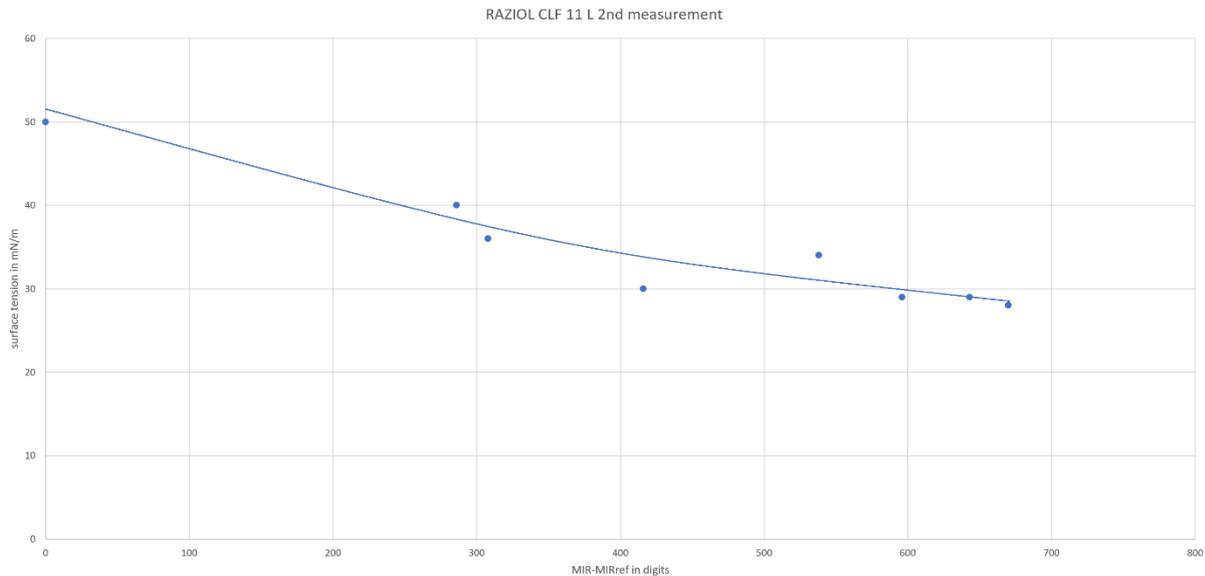
Dans ce cadre, des gouttes d'huile ont été à chaque fois appliquées sur une surface en acier dégraissée, et on a ainsi laissé ces dernières couler resp. lorsque le nombre de gouttes était moindre, la quantité d'huile était également brossée avec une spatule en plastique de façon à ce que la quantité d'huile soit répartie sur environ une surface d'un diamètre de 70 mm.



### 6.3.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle

En outre, un certain nombre de gouttes d'huile a été à chaque fois appliquée sur une surface en acier dégraissée et la quantité d'huile a ensuite été frottée avec un chiffon sans peluche à une fréquence variée. Puis s'en est suivie la détermination de la valeur de mesure au moyen du capteur SPECTRO-M, suivie par la détermination de la tension superficielle à l'aide de l'encre de test rouge.

ROTE TINTE in mN/m	MIR NORM in digits	MIR-MIRref deltaNORM in digits	ROTE TINTE in mN/m
29	2637	643	29
28	2664	670	28
29	2590	596	29
30	2410	416	30
36	2302	308	36
40	2280	286	40
34	2532	538	34
50	1994	0	50



## 6.4 Raziol CLF 11

### CLF 11

#### Rückstandsverhalten

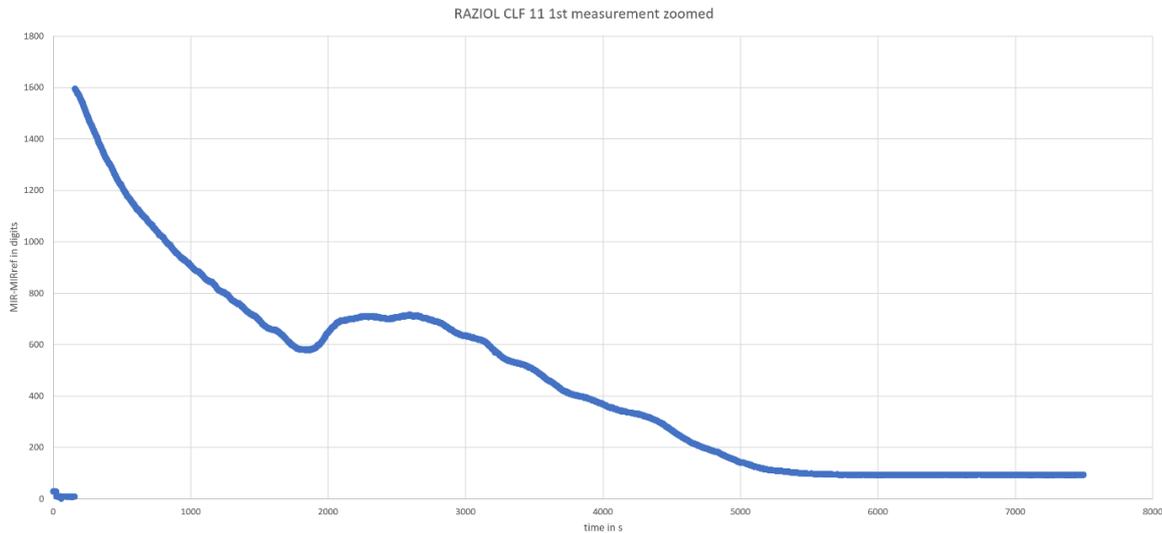
gering < <

> > hoch

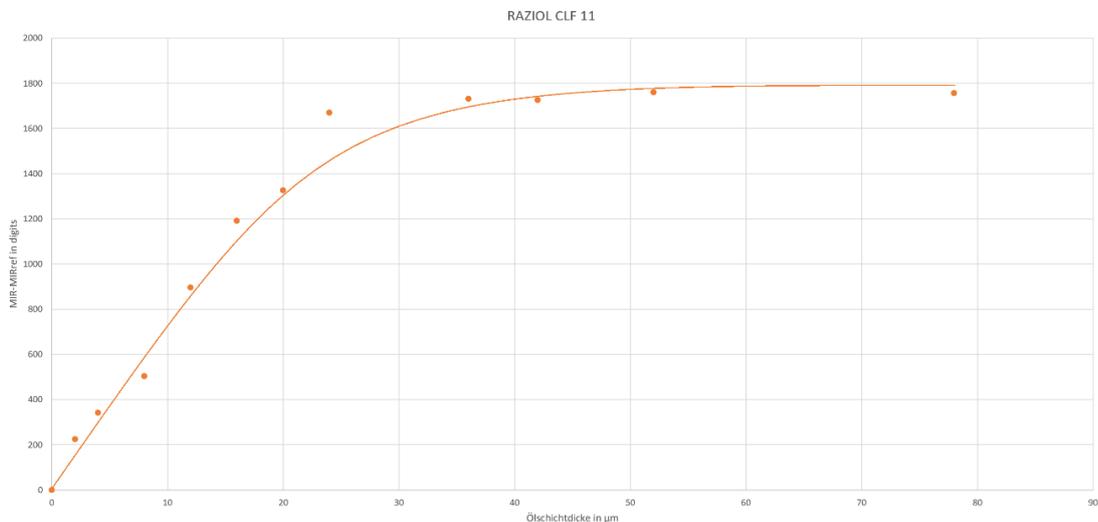


#### 6.4.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

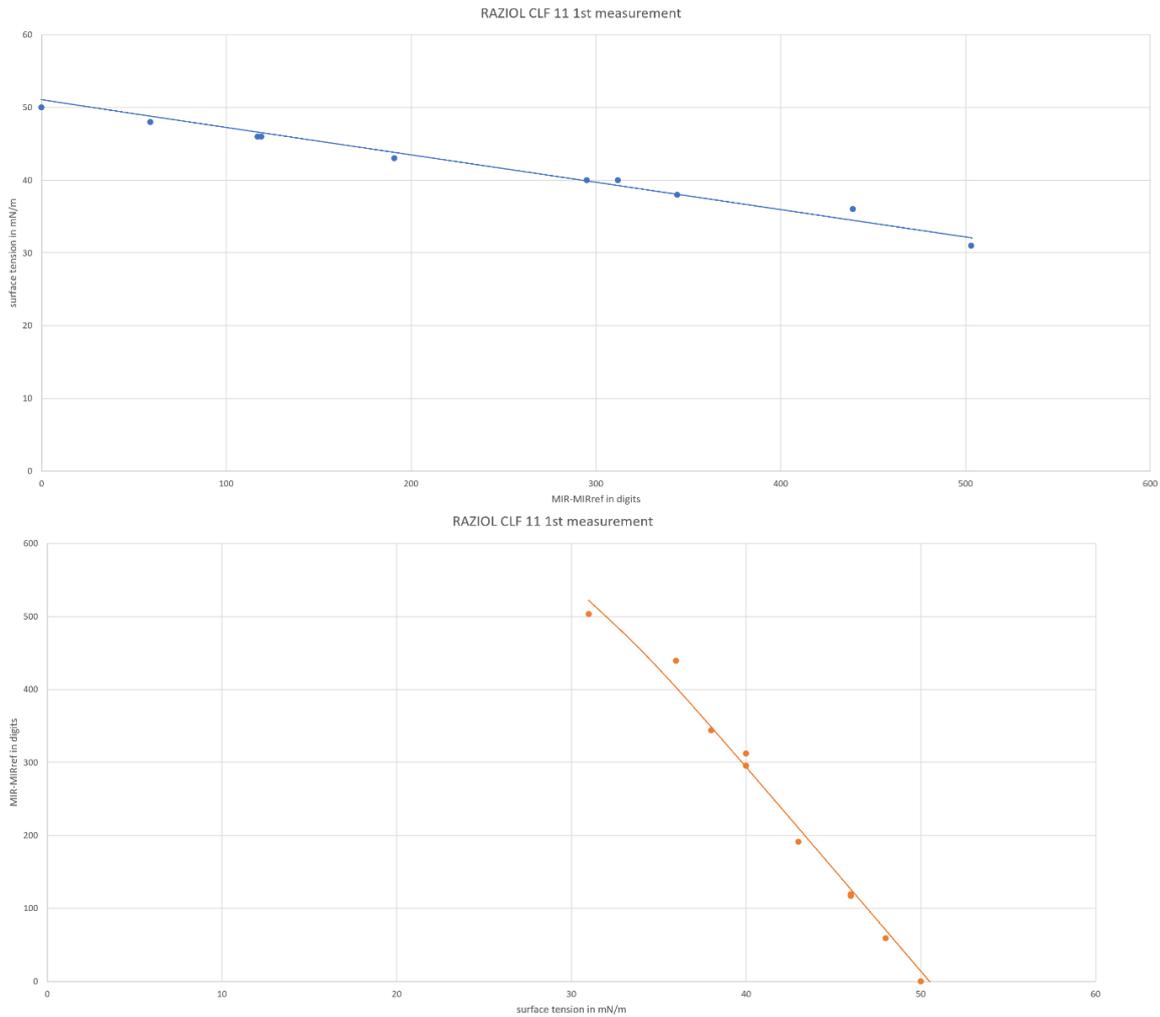
- Temps d'évaporation : env. 90 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 6%



#### 6.4.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré



### 6.4.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle



## 6.5 Raziol CLF 11 W 10

### 6.5.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

## CLF 11 W 10

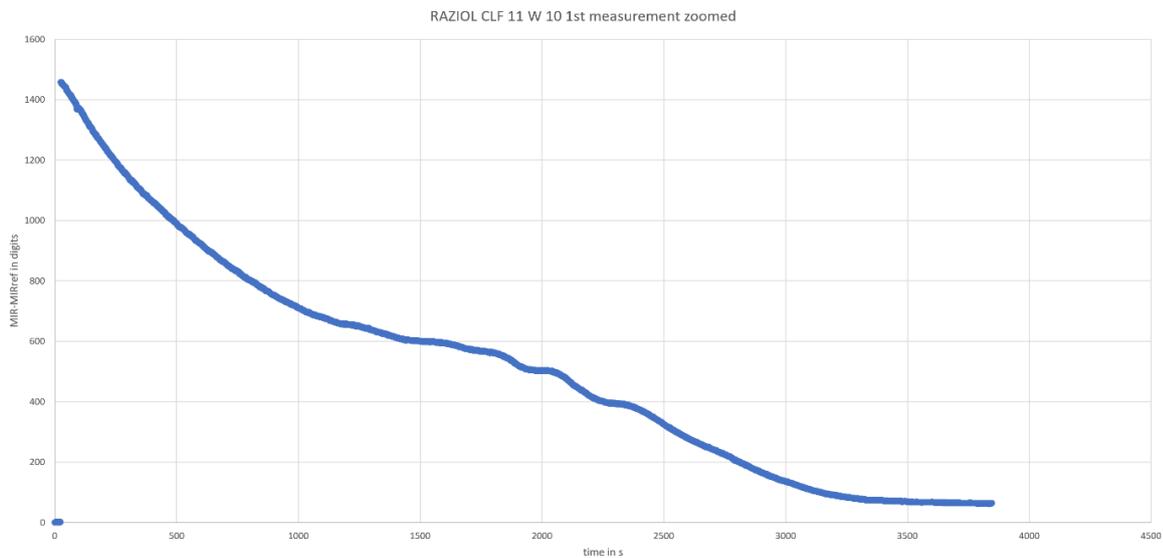
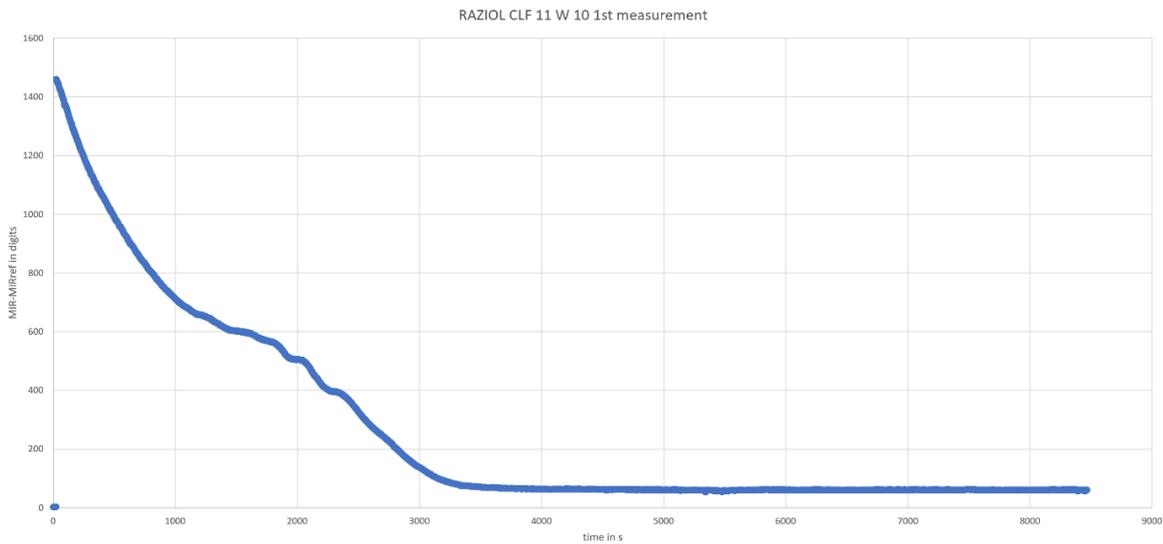
### Rückstandsverhalten

gering < <

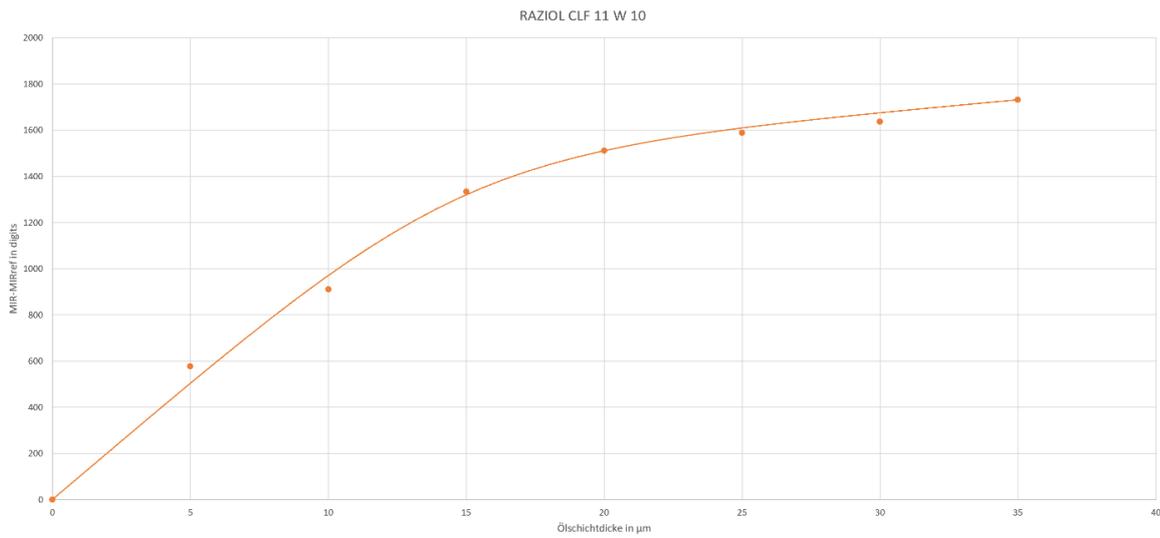
> > hoch



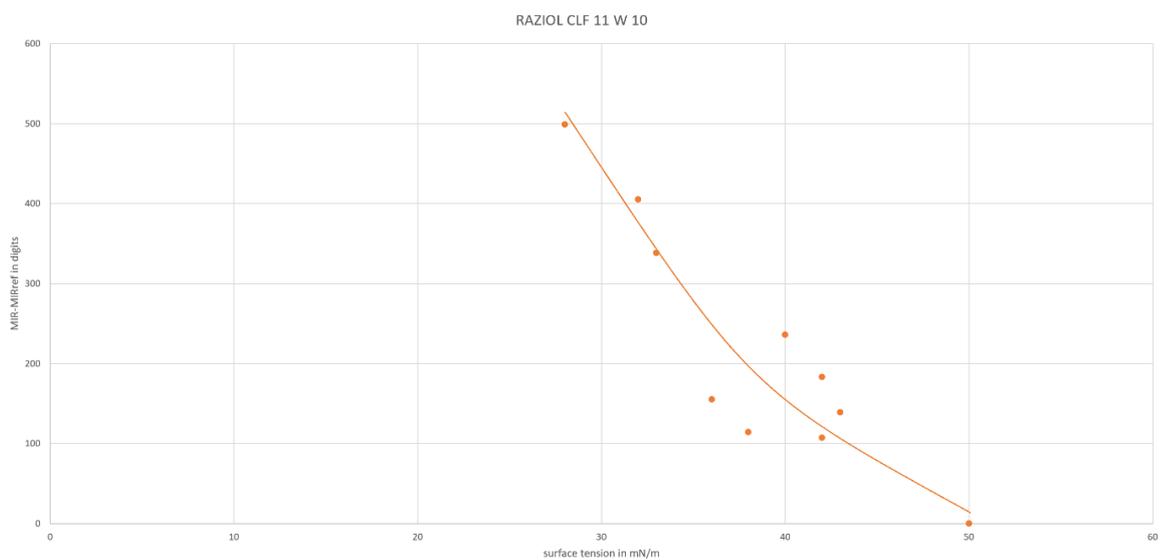
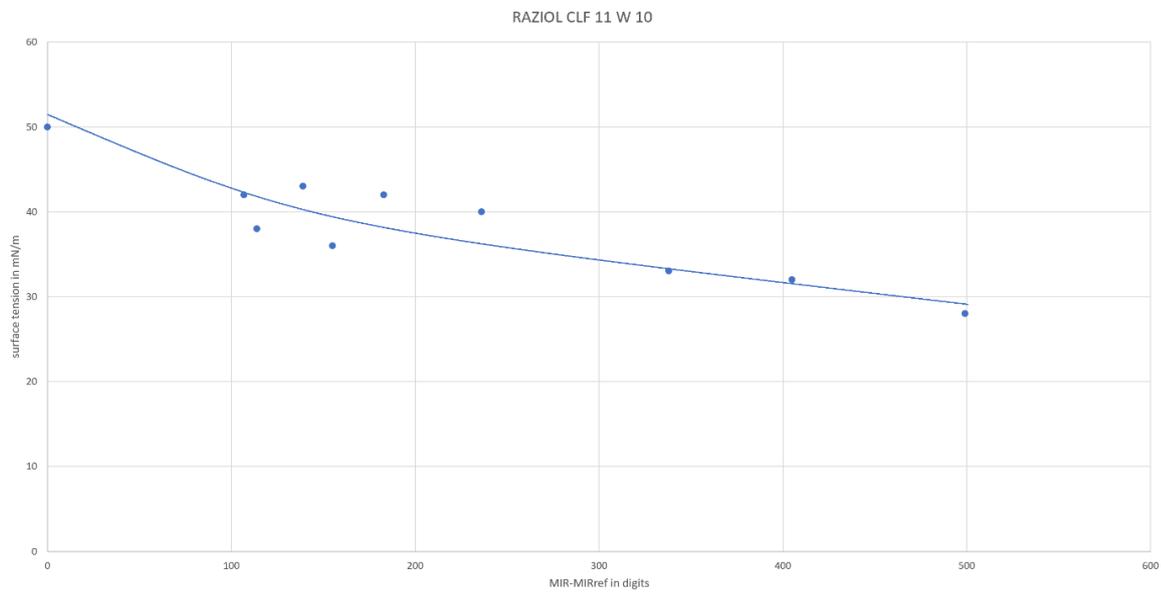
- Temps d'évaporation : env. 62 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 5%



### 6.5.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré



### 6.5.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle



## 6.6 Raziol CLF 11 W 25

### 6.6.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

# CLF 11 W 25

#### Rückstandsverhalten

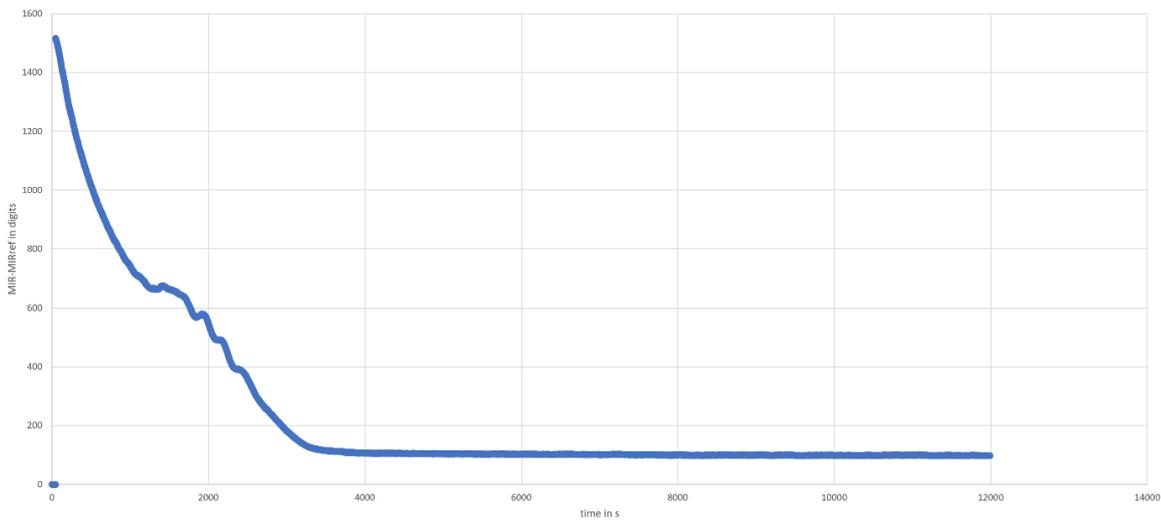
gering < <

> > hoch

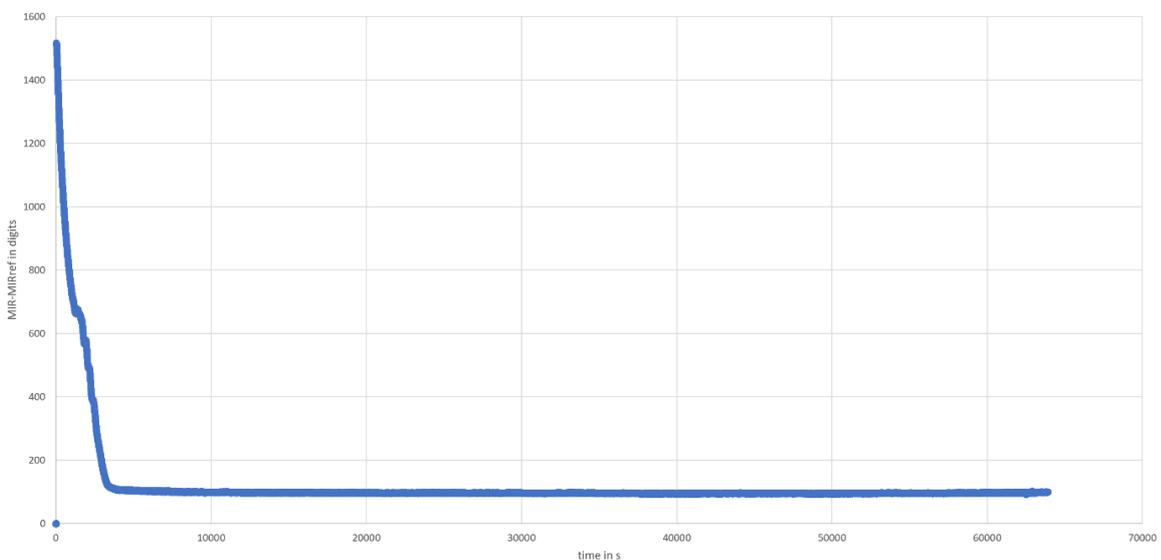


- Temps d'évaporation : env. 58 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 7%

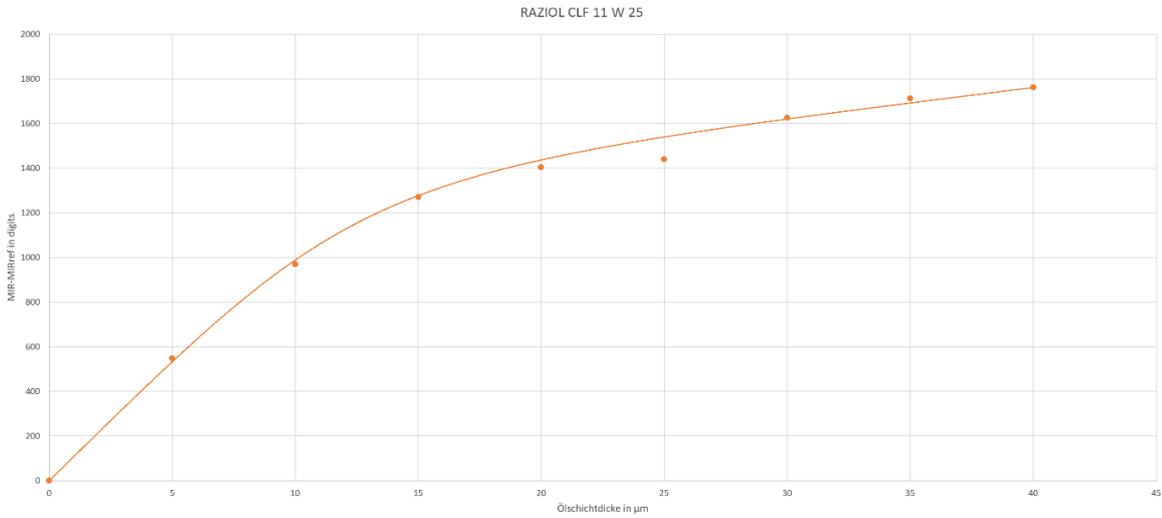
RAZIOL CLF 11 W 25 2nd measurement zoomed



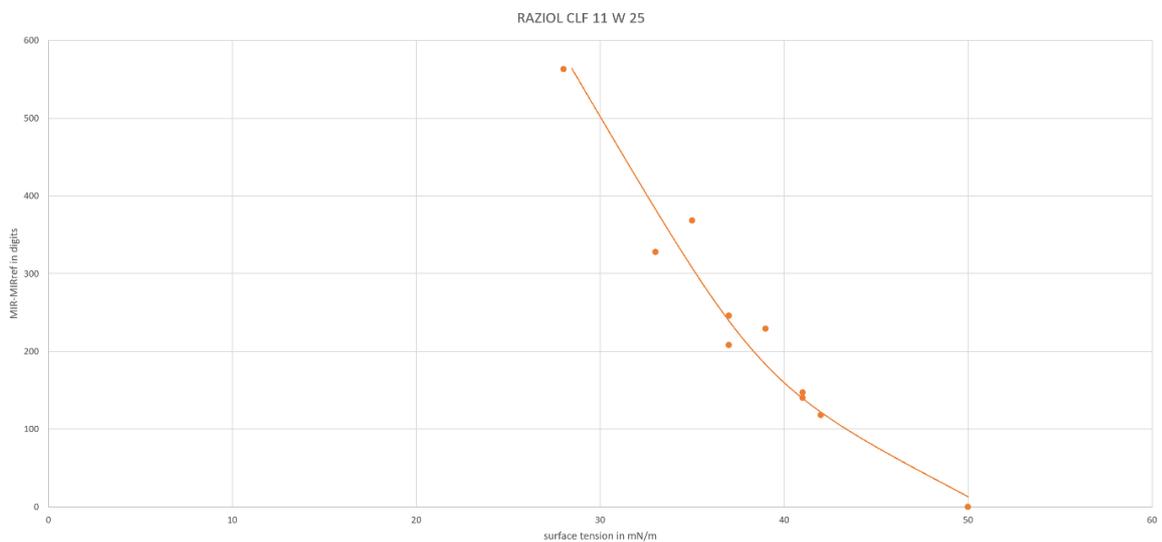
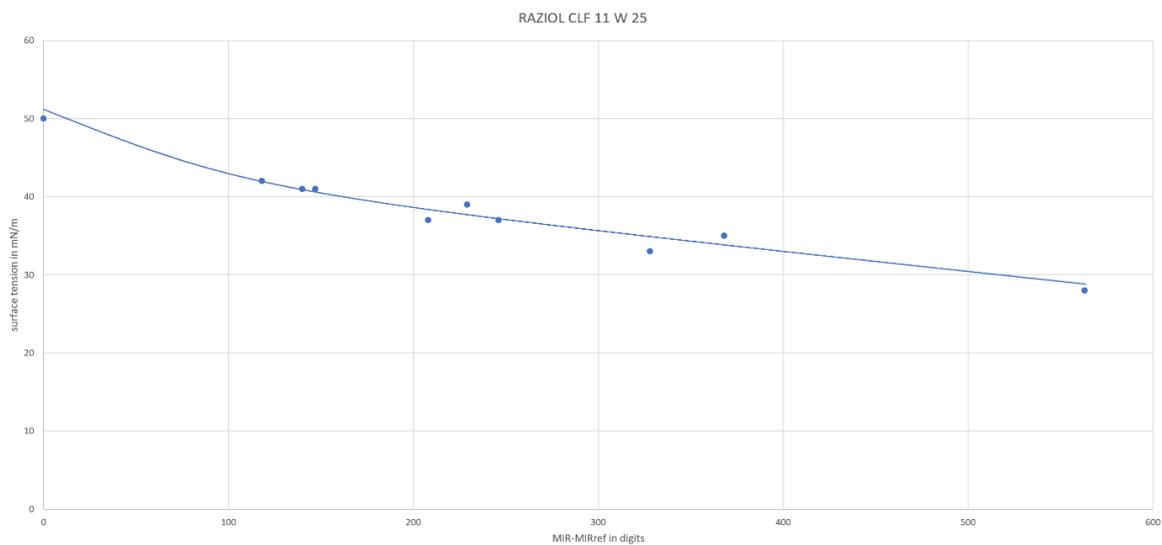
RAZIOL CLF 11 W 25 2nd measurement



### 6.6.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré



### 6.6.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle



## 6.7 Raziol CLF 11 SE

### 6.7.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

## CLF 11 SE

### Rückstandsverhalten

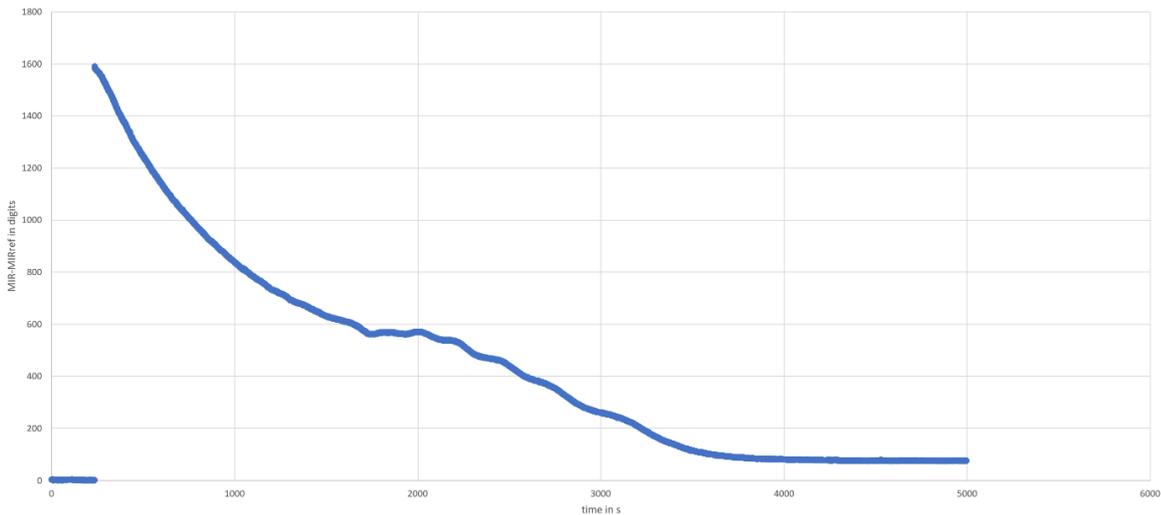
gering < <

> > hoch

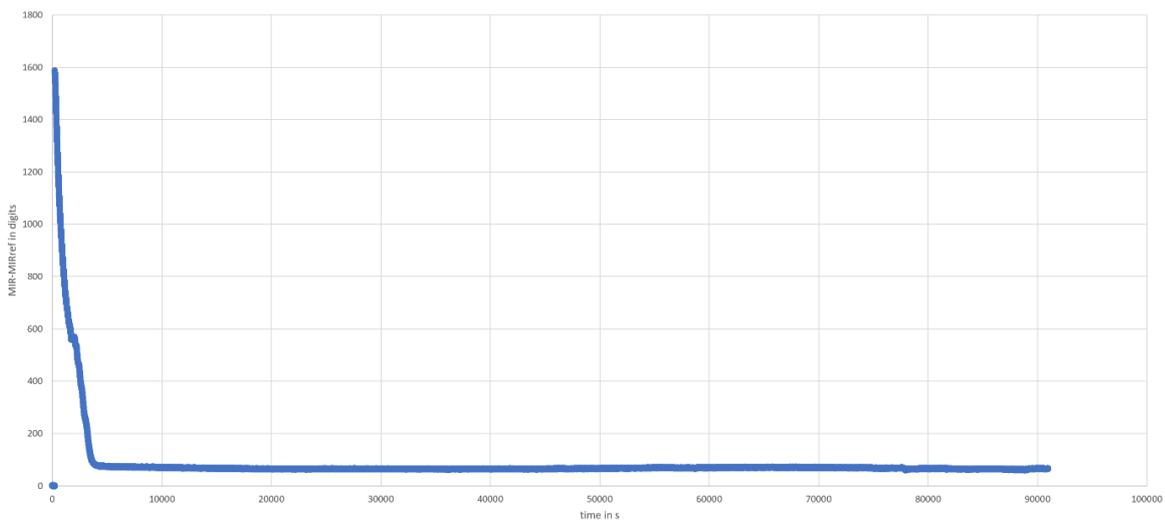


- Temps d'évaporation : env. 60 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 5%

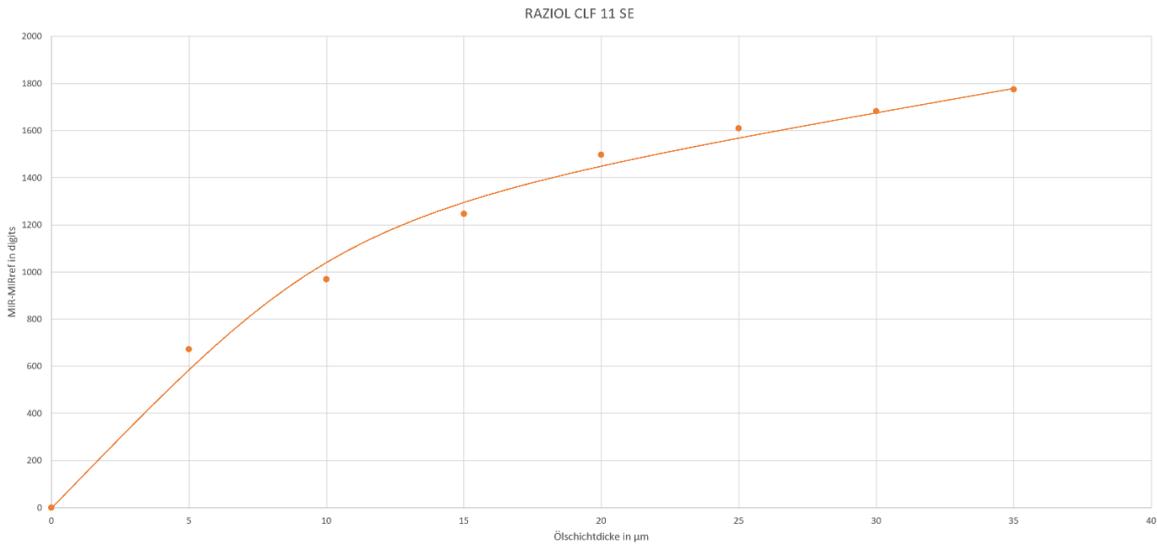
RAZIOL CLF 11 SE 1st measurement zoomed



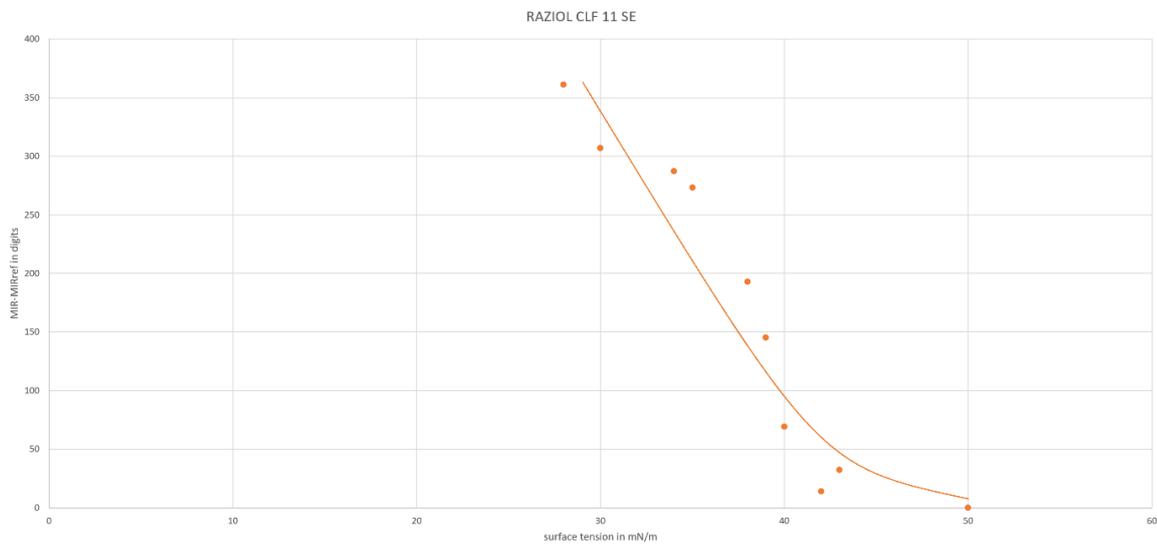
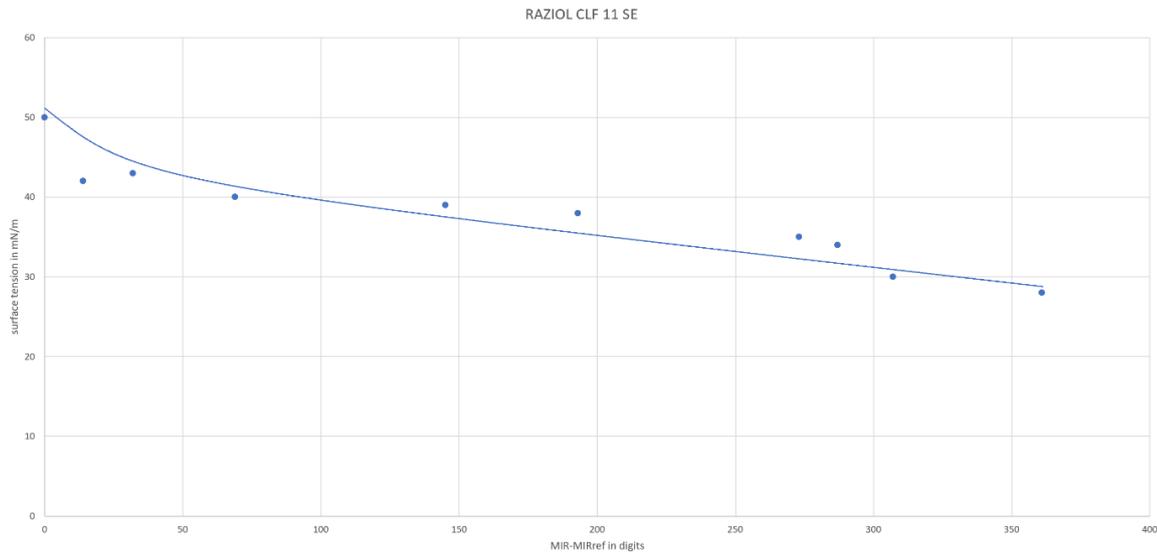
RAZIOL CLF 11 SE 1st measurement



### 6.7.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré



### 6.7.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle



## 6.8 Raziol CLF 11 S

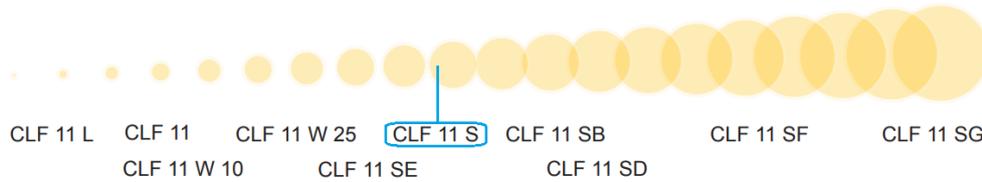
### 6.8.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

# CLF 11 S

## Rückstandsverhalten

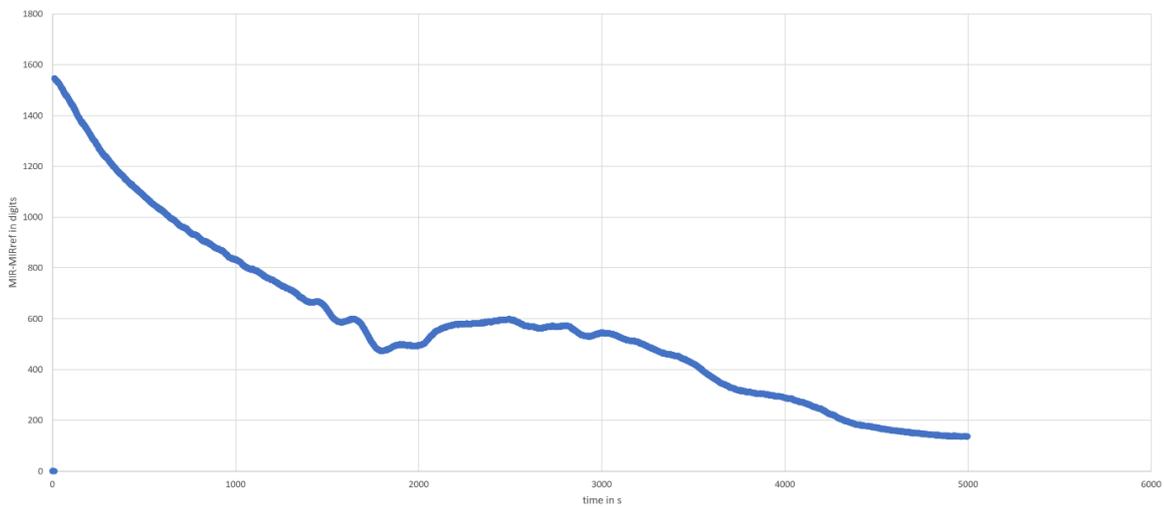
gering < <

> > hoch

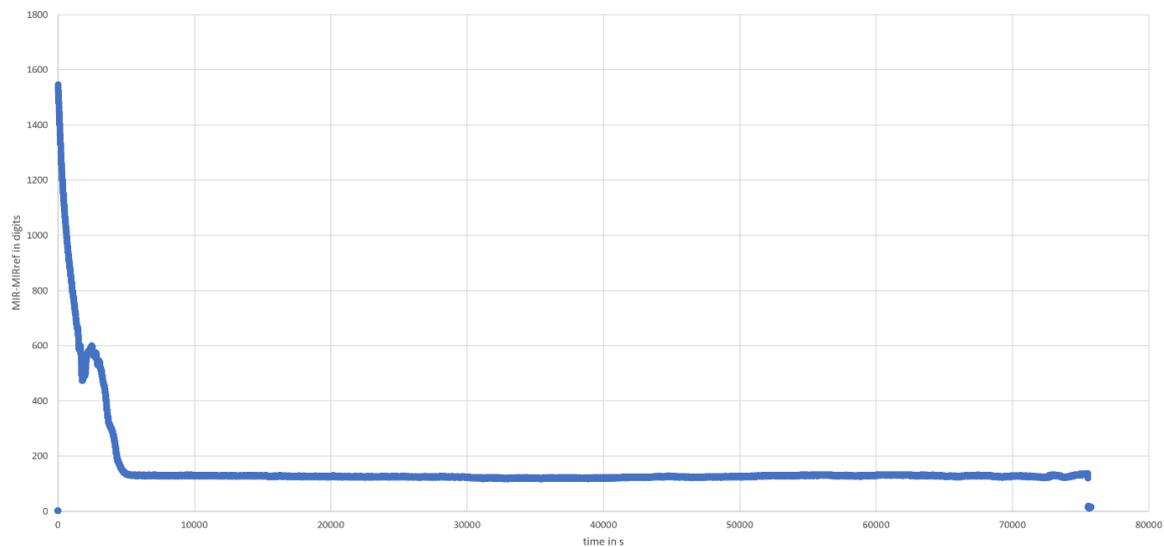


- Temps d'évaporation : env. 83 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 10%

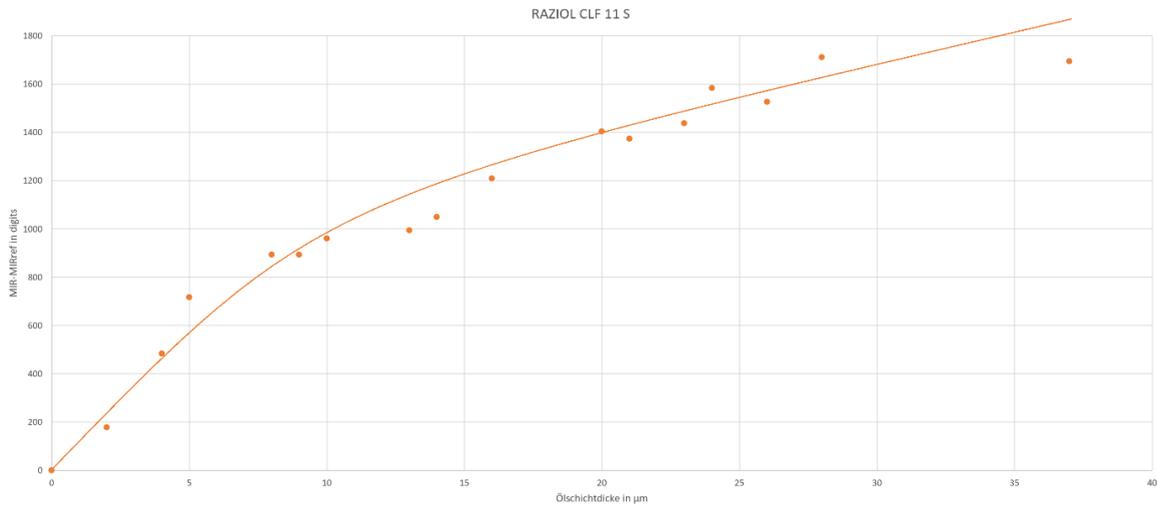
RAZIOL CLF 11 S 1st measurement zoomed



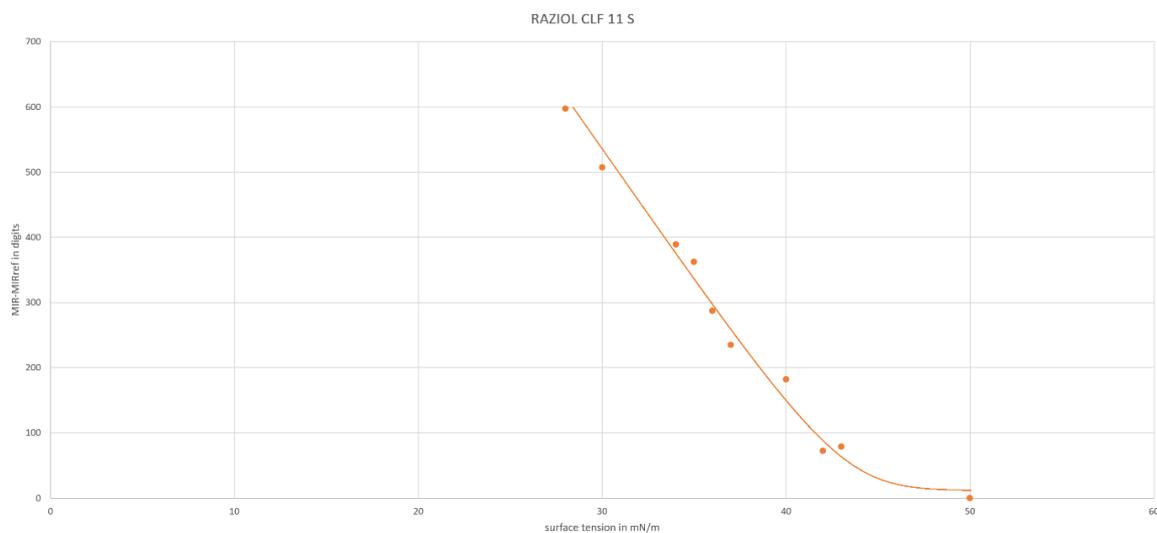
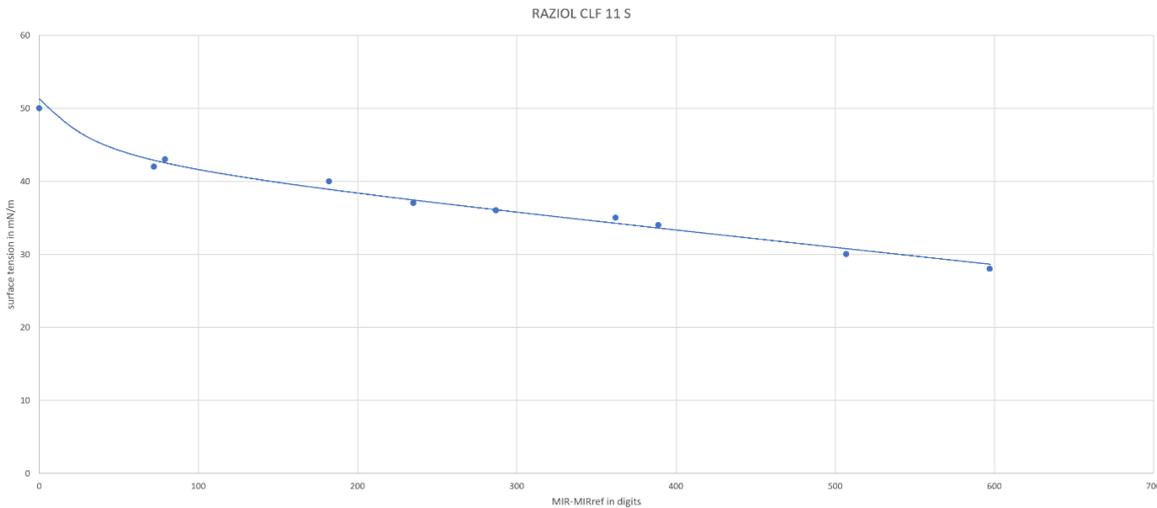
RAZIOL CLF 11 S 1st measurement



### 6.8.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré



### 6.8.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle



## 6.9 Raziol CLF 11 SB

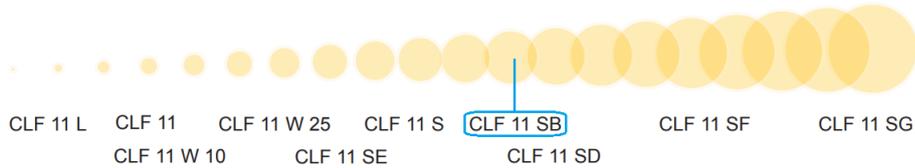
### 6.9.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

## CLF 11 SB

### Rückstandsverhalten

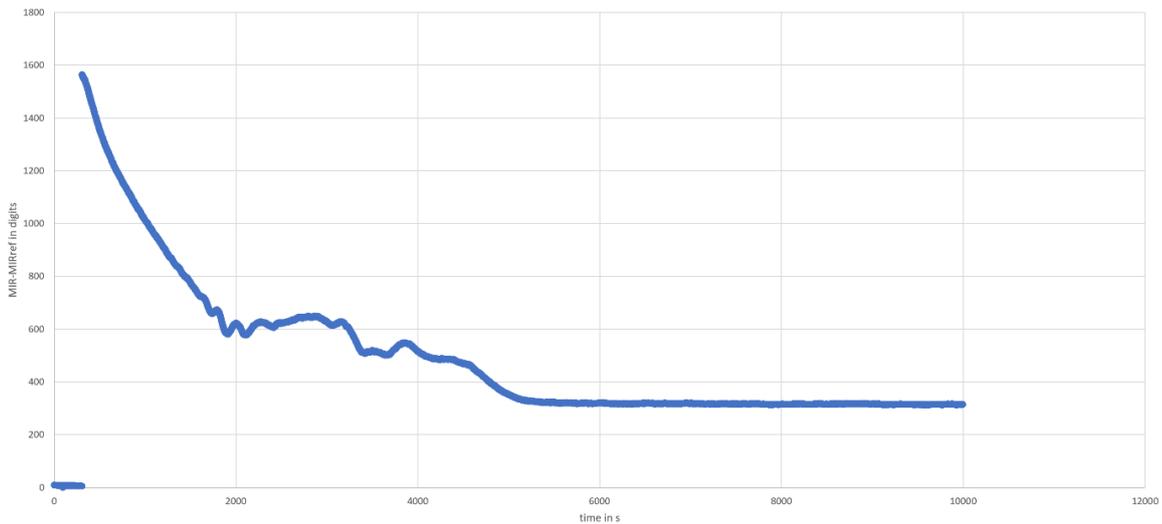
gering < <

> > hoch

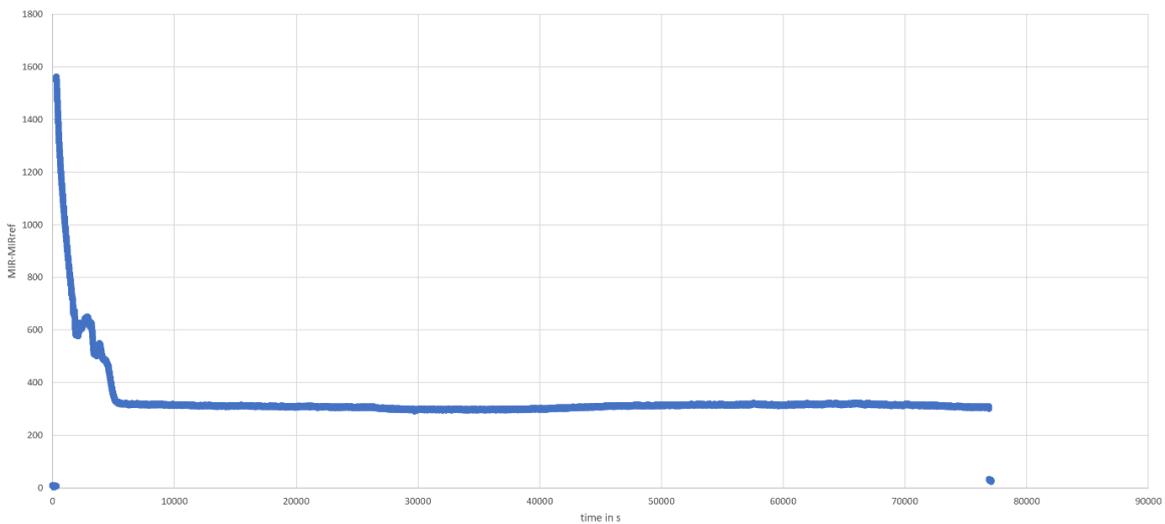


- Temps d'évaporation : env. 72 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 21%

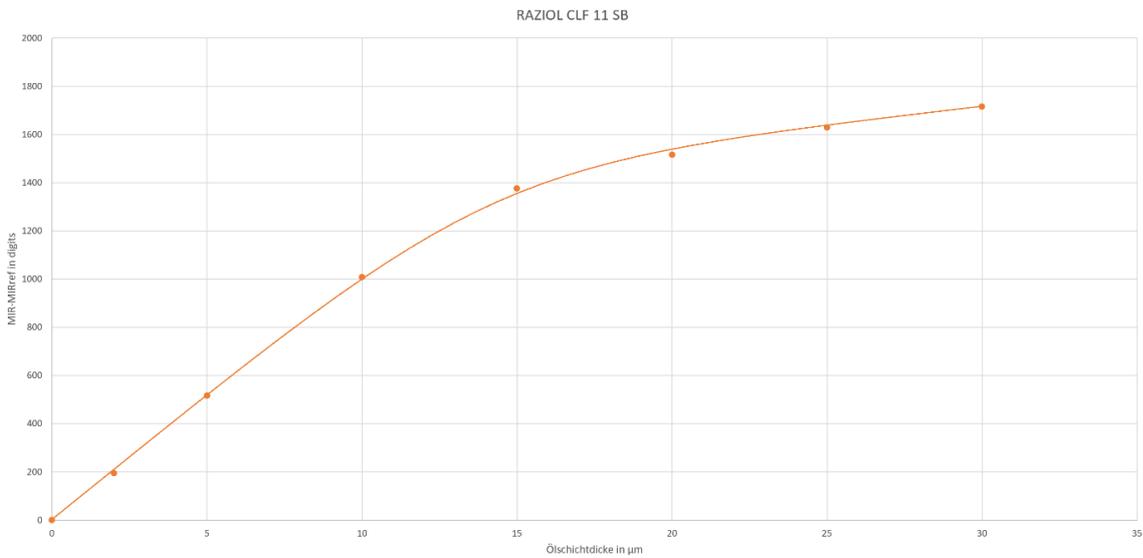
RAZIOL CLF 11 SB 1st measurement zoomed



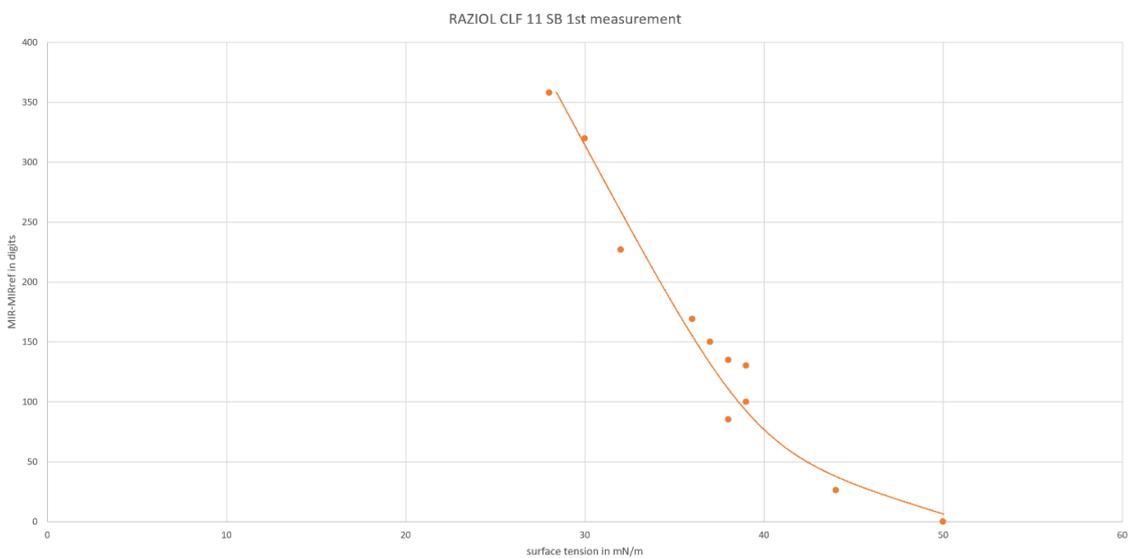
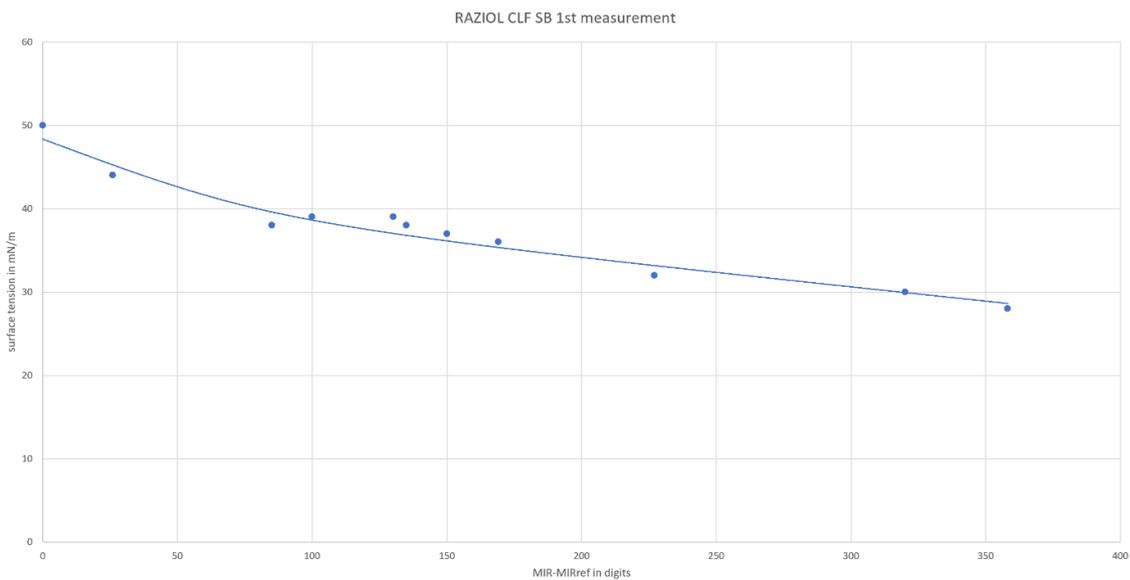
RAZIOL CLF 11 SB 1st measurement



### 6.9.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré



### 6.9.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle



## 6.10 Raziol CLF 11 SD

### 6.10.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

# CLF 11 SD

## Rückstandsverhalten

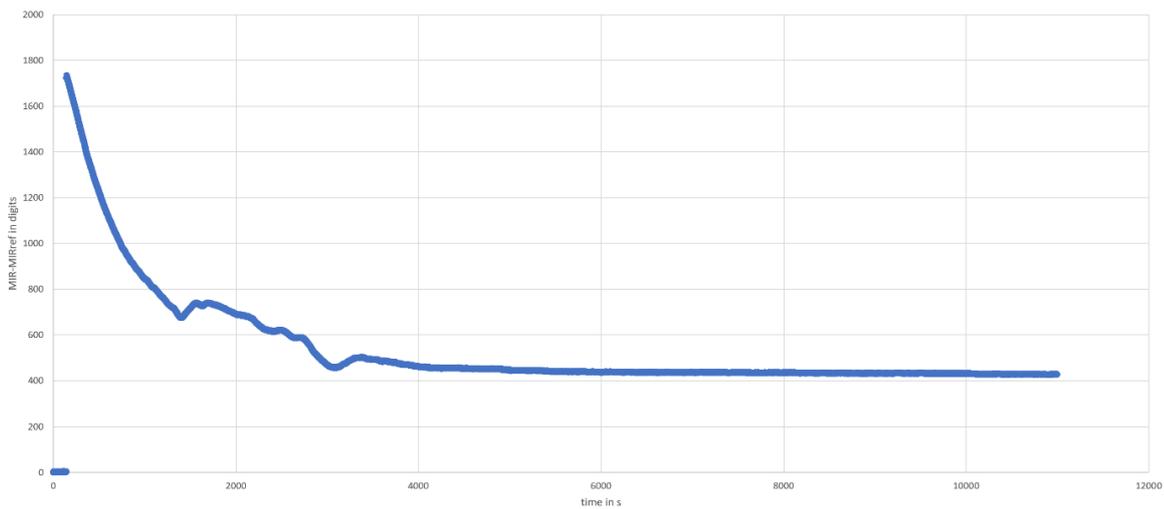
gering < <

> > hoch

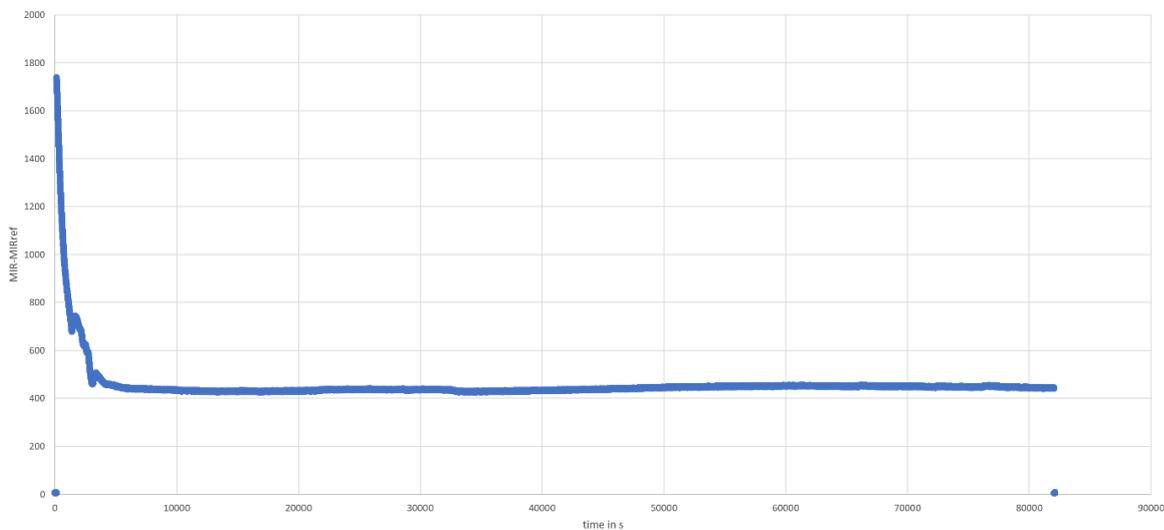


- Temps d'évaporation : env. 76 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 24%

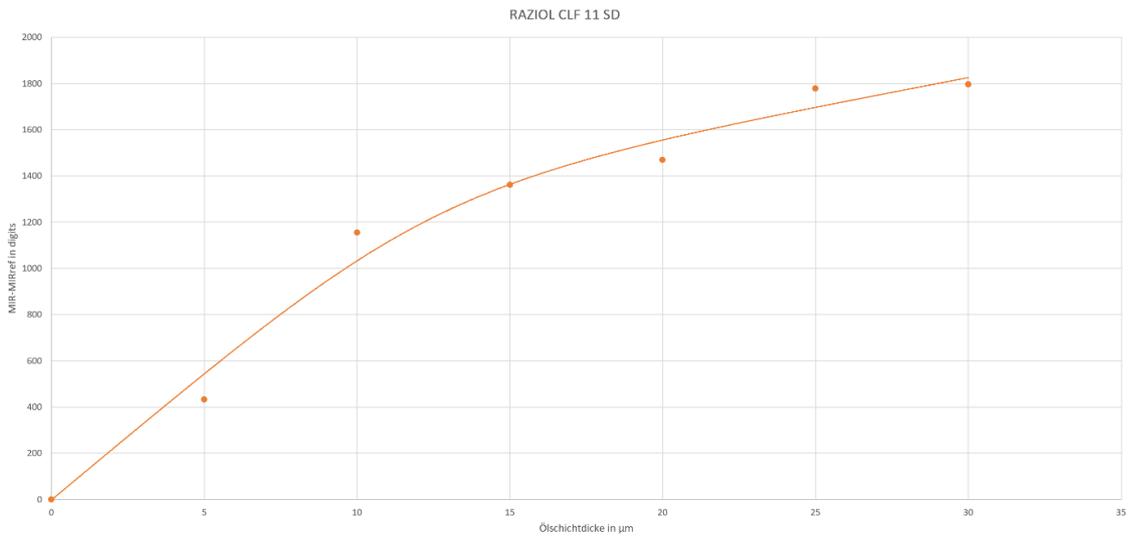
RAZIOL CLF 11 SD 1st measurement zoomed



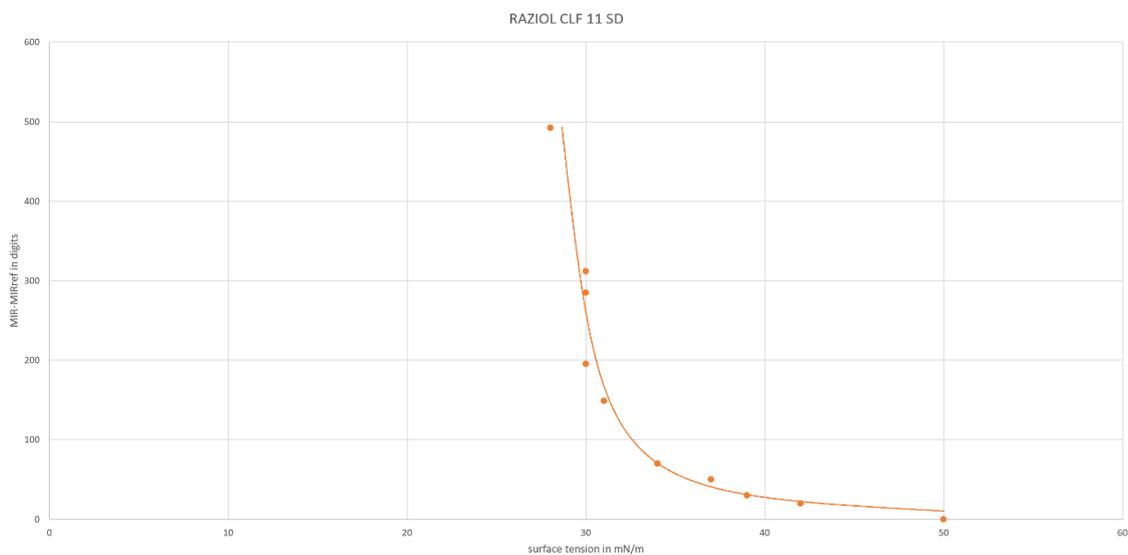
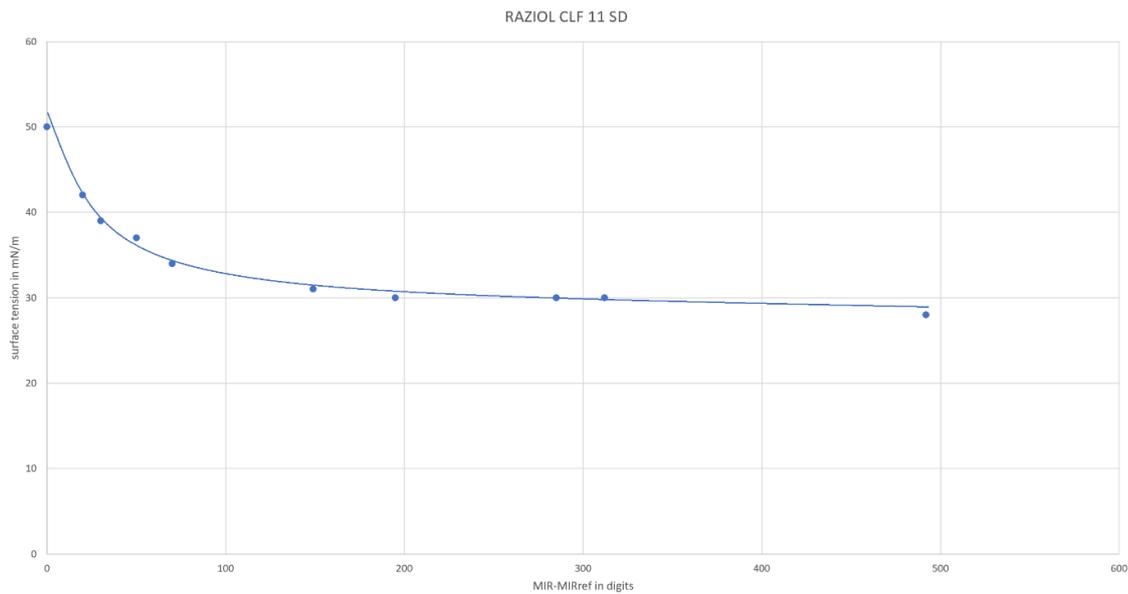
RAZIOL CLF 11 SD 1st measurement



### 6.10.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré



### 6.10.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle



## 6.11 Raziol CLF 11 SF

### 6.11.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

# CLF 11 SF

## Rückstandsverhalten

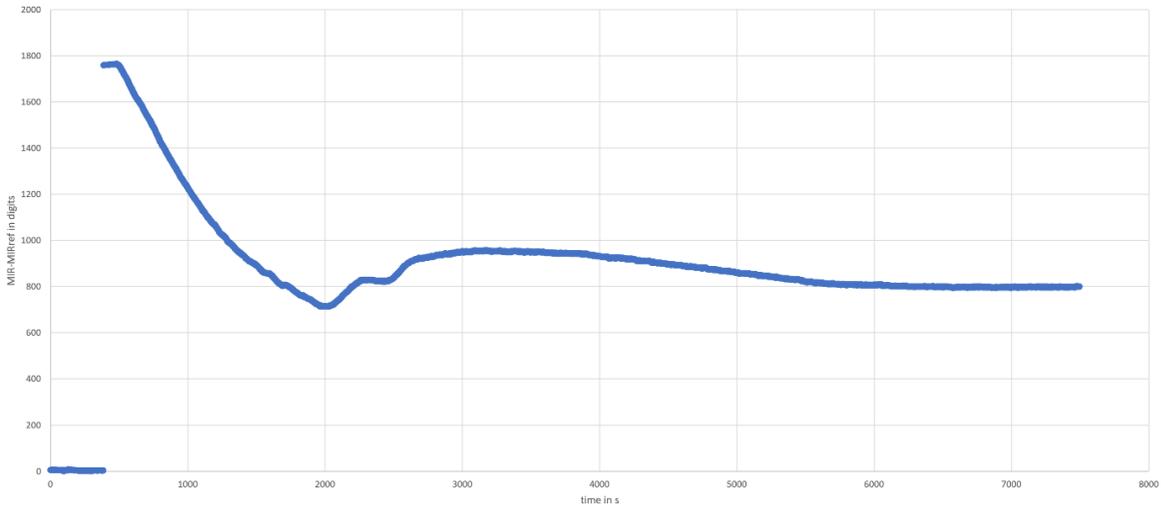
gering < <

> > hoch

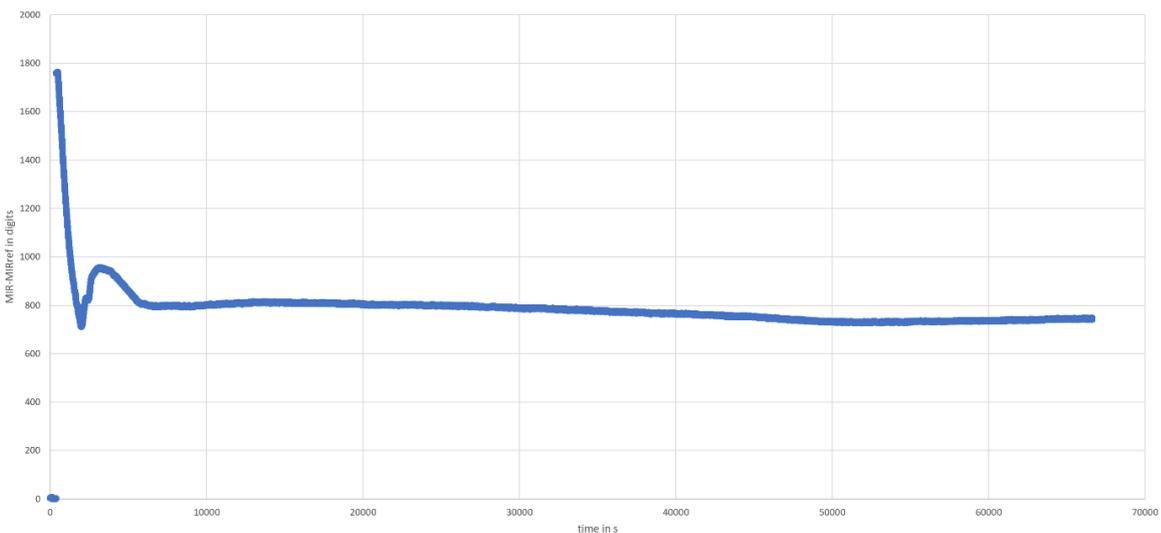


- Temps d'évaporation : env. 83 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 45%

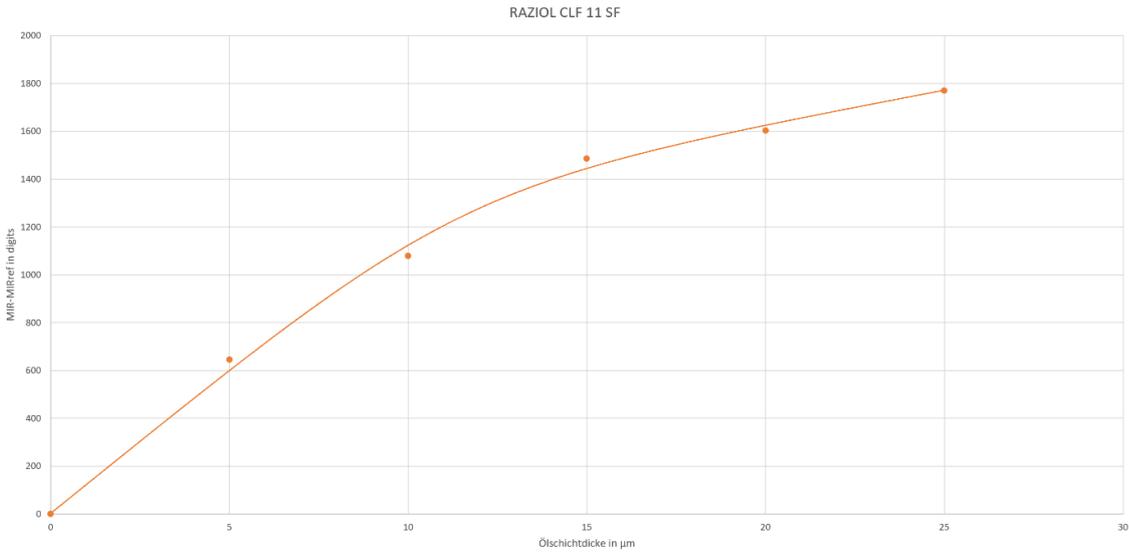
RAZIOL CLF 11 SF 1st measurement zoomed



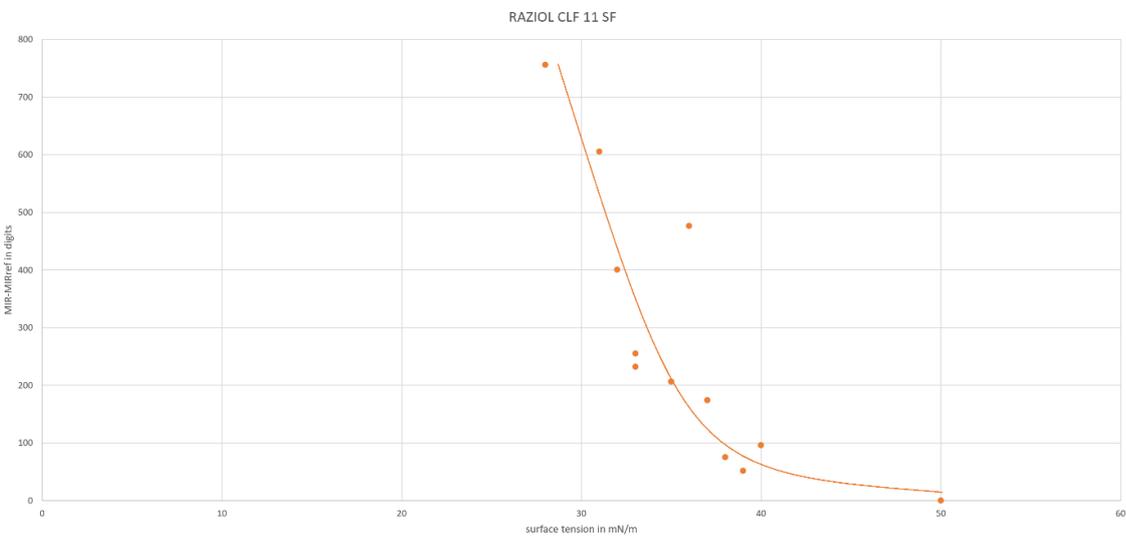
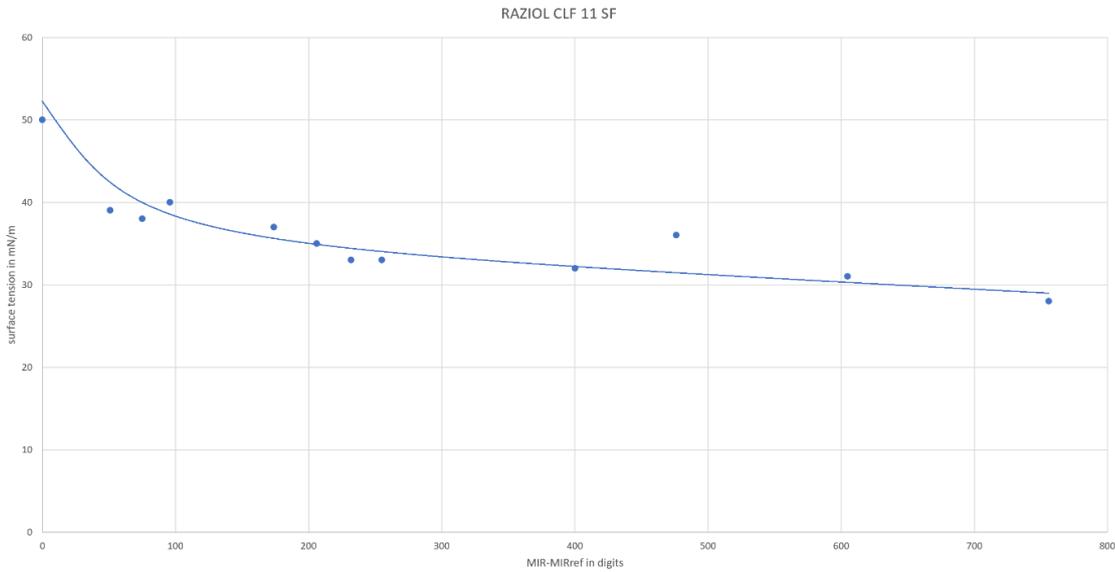
RAZIOL CLF 11 SF 1st measurement



### 6.11.2 Corrélation entre l'épaisseur de la couche d'huile et le signal normé mesuré



### 6.11.3 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle



## 6.12 Raziol CLF 11 SG

### 6.12.1 Temps d'évaporation des composants volatils contenus dans l'huile

# CLF 11 SG

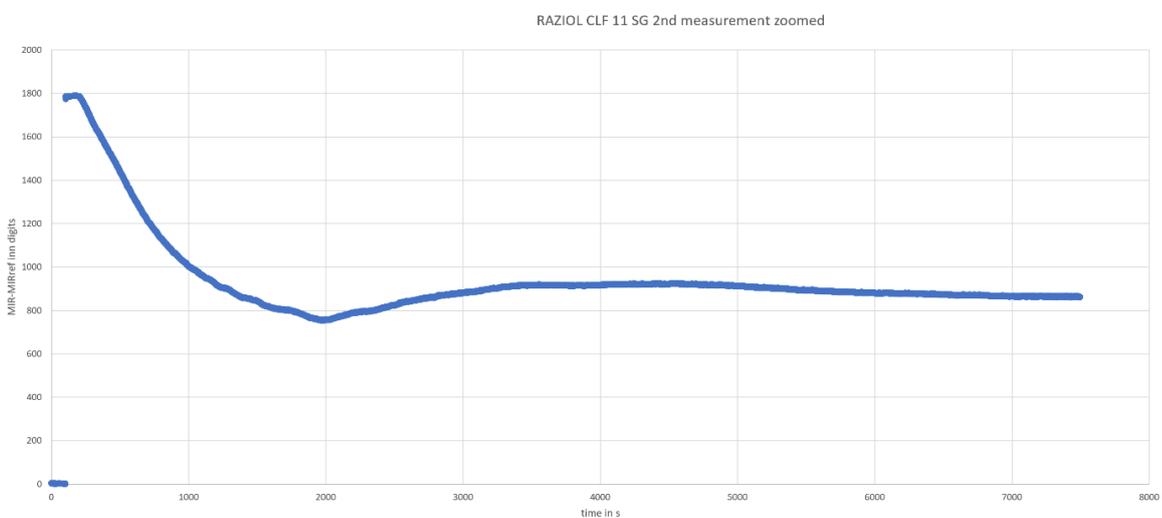
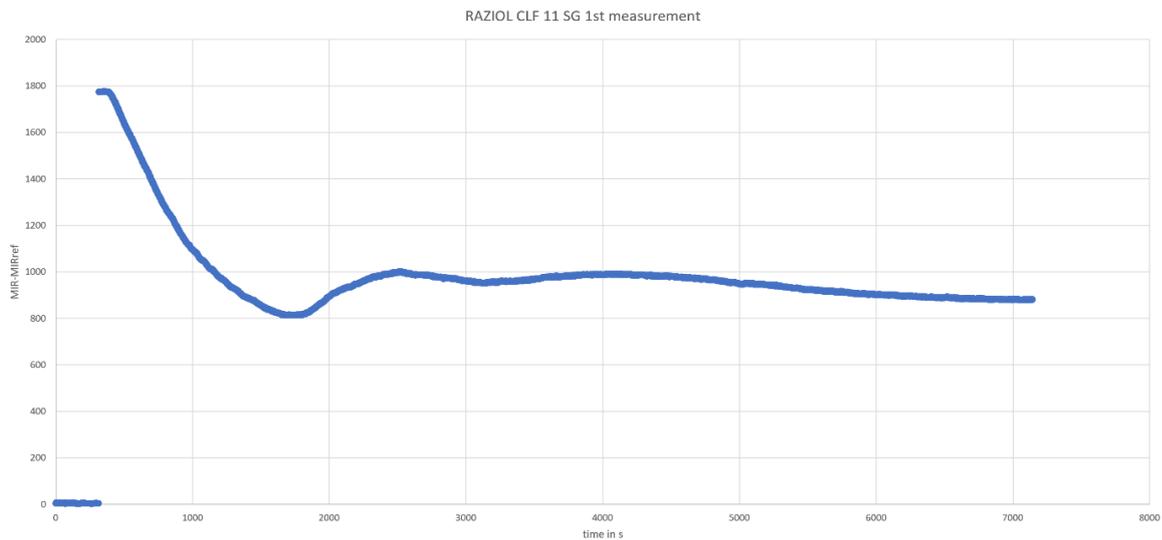
## Rückstandsverhalten

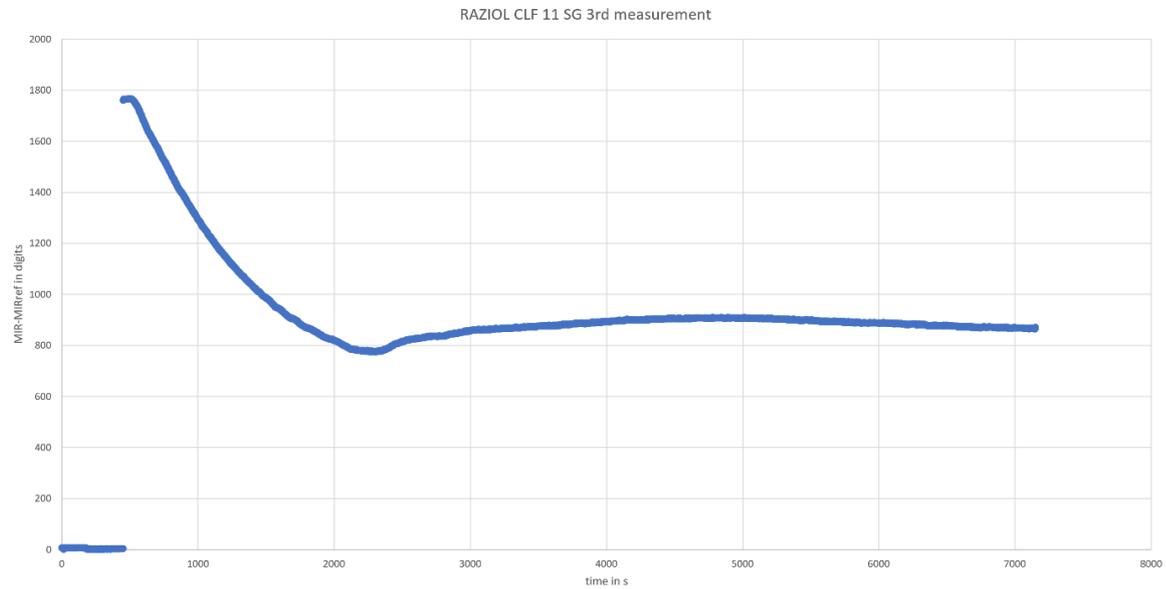
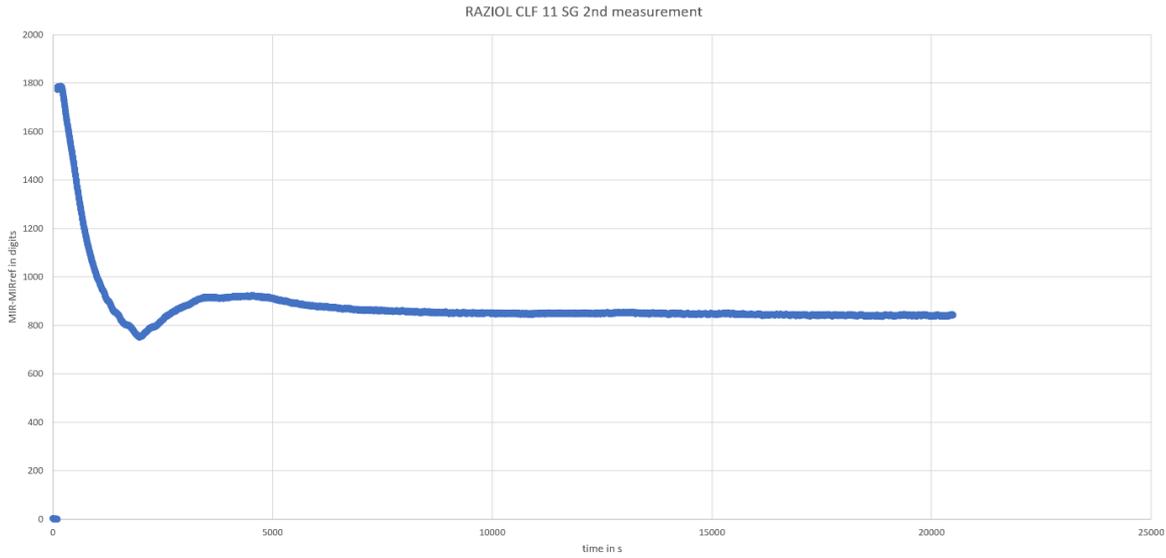
gering < <

> > hoch



- Temps d'évaporation : env. 100 min
- Quantité résiduelle d'huile : env. 48%





**6.12.2 Signal de capteur normé en fonction de la tension superficielle**

