

Techniques d'enrobage

Plan

- **Introduction**



- **Enrobage à chaud**



- **Comparaison des résines d'enrobage à chaud**

- **Protection des bords**

- **Enrobage à froid**



- **Généralités**

- **Fixation et maintien des échantillons**

- **Artefacts et solutions associées**

- **Résumé**



Dans quels cas peut-on avoir besoin d'enrober un échantillon?

Souvent nécessaire avant l'opération de polissage

Observation de structures au MEB

Microanalyse X :

- Qualitative
- Semi-quantitative
- Quantitative

**Quelles solutions d'enrobage
pour observations au MEB et
microanalyseX?**

Enrobage en résine
conductrice

Enrobage en résine
non conductrice et si
nécessaire réalisation
d'un pont conducteur
ou métallisation

Enrobage métallique
(alliage de Wood)

- **Pré requis:**

**échantillons propres et sans bavures de découpe
=> bonne cohésion de la résine sur la pièce**

- **Objectifs:**

- ✓ **résine la plus dure possible (en relation avec la dureté du matériau à polir)**
- ✓ **donnant le moins de retrait possible**
- ✓ **conductrice/non conductrice, en liaison avec la nature du matériau à polir et du type d'analyse à réaliser**
- ✓ **temps de polymérisation le plus court possible**



Enrobage à chaud pour les échantillons supportant température et pression

Résines thermodurcissables => **nécessitent chaleur et pression pour polymériser**

Utilisation d'une presse à enrober

Travail à 5 bars et de 120 à 180°C

Temps de réalisation: **environ 15min**

- **Les résines d'enrobage à chaud:**

- ✓ Base phénolique (bakélite): peu de retrait, bon marché, la plus employée
- ✓ Allylique: moins de retrait, plus grande dureté, moins bon marché
- ✓ Epoxy: très grande dureté, très faible retrait. Nécessite de changer de techniques de polissage. Utilisée dans des cas très spécifiques

On y rajoute des charges permettant d'ajuster leur dureté (fibres de bois, verre, ...) ou de les rendre conductrices (cuivre, aluminium, carbone)

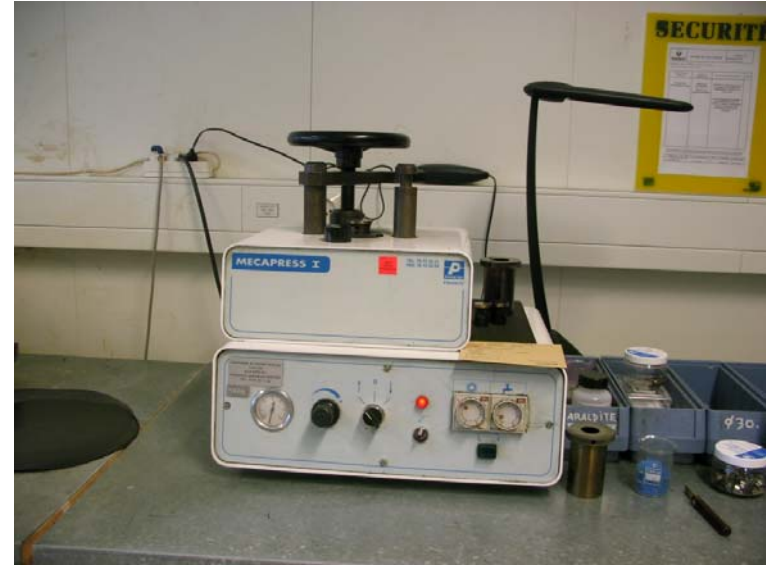
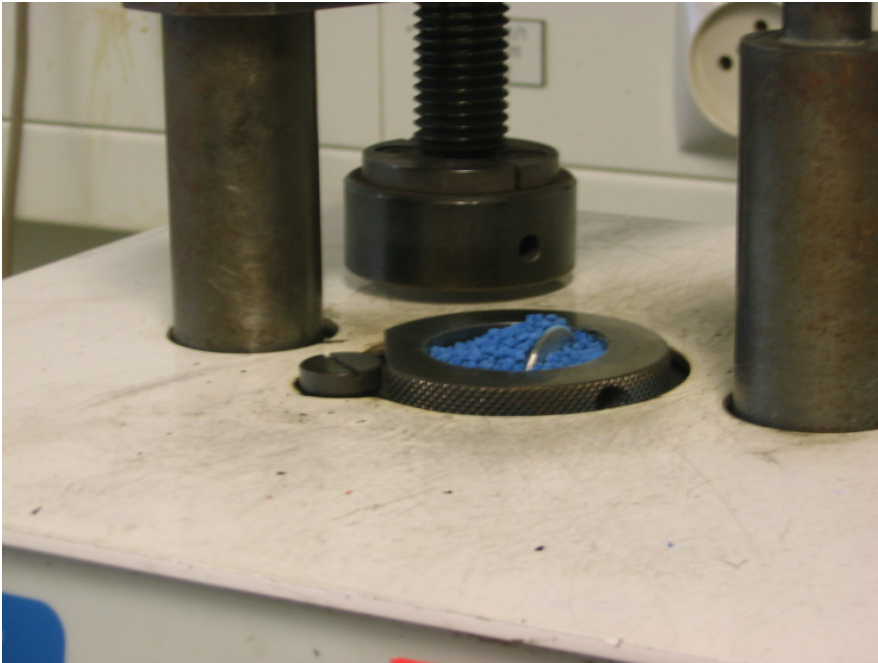


Tableau comparatif des résines d'enrobage à chaud

Résine d'enrobage	Propriétés	Coût/10kg
Phénolique (bakélite)	Faible retrait Dureté moyenne	95€ bakélite noire 140€ bakélite rouge 690€ bakélite conductrice (chargée carbone)
Allylique	Retrait très faible Dureté élevée (+ fibres de verre) => <u>Examen des bords</u>	690€ (allylique+fibras de verre, résine bleue)
Epoxy	Bonne adhérence avec l'échantillon, planéité => <u>Examen de revêtements</u>	330€
Acrylique	Transparente Bonne liaison Pour visualiser la zone à polir	400€

Ajout d'une résine allylique chargée fibres de verre en fond de moule pour l'examen de bords



Utilisation de résine époxy pour l'observation de revêtements

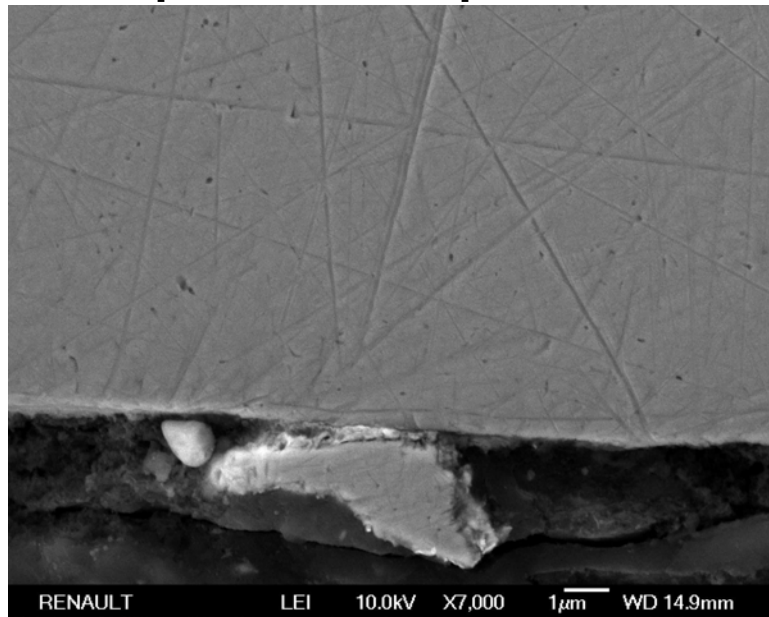
- Problématique: encrassement de l'enrobeuse
=> il est préférable de mettre la résine époxy au centre et de la bakelite autour



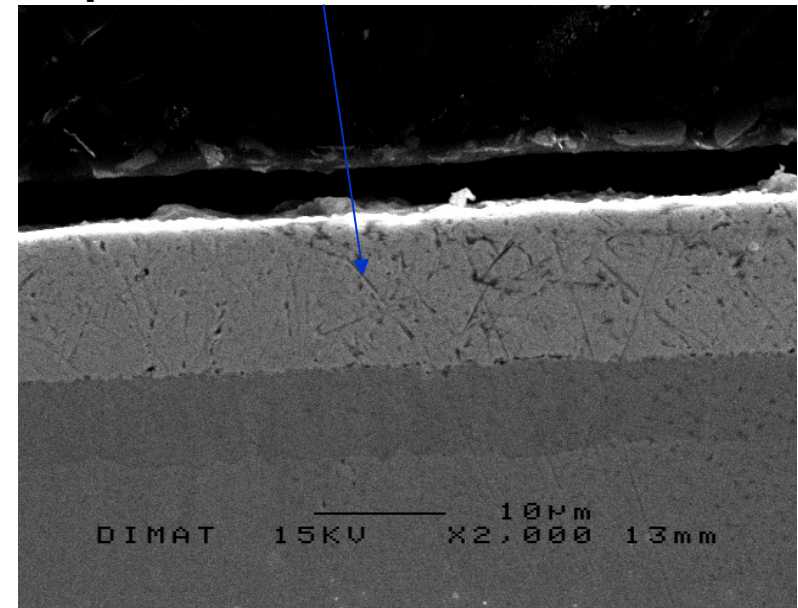
Protection des bords/réalisation de dépôt métalliques

- Pour observer des phénomènes très superficiels (oxydation) ou mettre en évidence des revêtements de faible épaisseur, l'enrobage n'est pas toujours suffisant
- ⇒ Possibilité de protéger la surface en déposant une couche métallique (nickel) d'une dizaine de micromètres par procédé électrochimique ou chimique

Pièce polie sans dépôt nickel



Dépôt nickel



Enrobage à chaud: conclusions

- L'enrobage obtenu présente de bonnes qualités vis-à-vis de la dureté et du retrait
 - Le temps de réalisation est court: environ 15 min
 - L'apport de température et de pression peut limiter leur emploi dans le cas d'échantillons fragiles ou ne supportant pas la température
- => utilisation de résines d'enrobage à froid**



Enrobage à froid pour les échantillons ne supportant pas température et pression

Echantillons polymères, céramiques, géologiques, ...

- Préparation par mélange d'une résine et d'un durcisseur.
- Aucun investissement nécessaire si ce n'est les moules.
- Les résines d'enrobage à froid ont des duretés plus faibles que celles qui polymérisent à chaud. Le retrait sera très lié au temps de polymérisation.
- Compromis entre dureté, retrait toléré et temps de polymérisation de la résine.
- => résines époxy: retrait le plus faible mais polymérisation entre 12 et 48h
- => résines acryliques: retrait moyen, polymérisation en quelques minutes
- => résines polyester: la moins chère, retrait important, polymérisation en quelques minutes

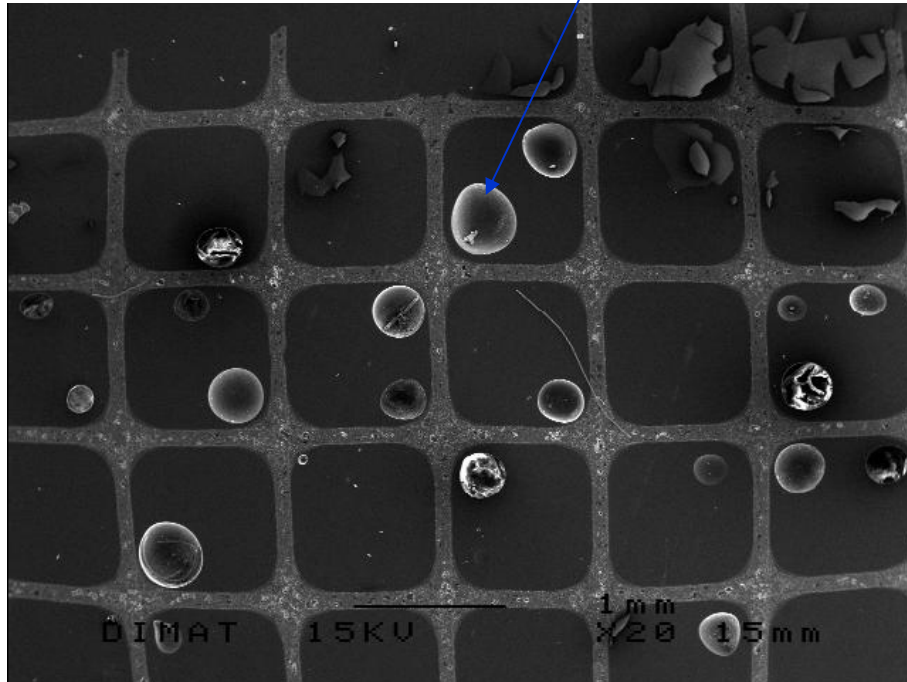
Fixation et maintien des échantillons

- Application d'un scotch double face pour fixer l'échantillon au fond du moule
- Pour les échantillons poreux, positionner le scotch double face loin de la zone d'intérêt car sa présence empêche la pénétration de la résine
- Utilisation d'un clip de maintien pour les petits échantillons



Artéfacts des enrobages à froid et solutions associées

- **Artefact: présence de bulles d'air**



- **Solutions: réduire l'agitation lors du mélange résine/durcisseur**
- **utiliser une résine plus fluide**
- **utiliser un système d'imprégnation sous vide**



Artefacts

- Fissuration de l'enrobage
- Enrobages trop mous
- Mauvaise adhésion entre l'échantillon et la résine

Solutions

- Réaction trop exothermique
 - ⇒ Revoir les proportions résine/durcisseur
 - ⇒ Augmenter le ratio durcisseur-résine
- ⇒ Bien nettoyer les échantillons avant enrobage
- ⇒ Revoir le choix de résine pour l'échantillon à enrober

Attention, la polymérisation engendre de la chaleur (fonction de la nature et de la quantité de résine). Elle peut monter jusqu'à 80-100°C.



En résumé: quel enrobage pour quelle application?

Matériau	Type d'examen	Enrobage
Métallique	Structure Examen en surface/revêtement Microanalyse X à cœur Microanalyse X en surface Microanalyse X de revêtements minces	Bakelite Allylique ou époxy+ bakelite Bakelite Bakelite conductrice ou bakelite + pont conducteur Dépôt métallique + bakelite conductrice
Céramique et Polymère	Structure, Examen en surface, Microanalyse X	Araldite avec imprégnation sous vide si éch poreux+ dépôt conducteur

Merci pour votre attention!

**Et merci à C.Vandenbulcke et D.
Jouanne pour les informations
transmises**