

# GNMEBA 2007 : Préparation des échantillons

## Décapage des surfaces et attaques métallographiques



# Décapage des surfaces et attaques métallographiques

## Plan de la présentation

- **Besoins et enjeux**
- **Possibilités des attaques métallographiques au travers de quelques exemples**
  - Attaque chimique
  - Polissage et attaque électrolytique
  - Besoins d'examens (EBSD,... )

# Besoins et enjeux

## Objectifs :

- **Observations des microstructures des matériaux (métaux, polymères, céramiques)**
- **Examens des faciès de rupture et d'endommagement**

## Intérêts multiples :

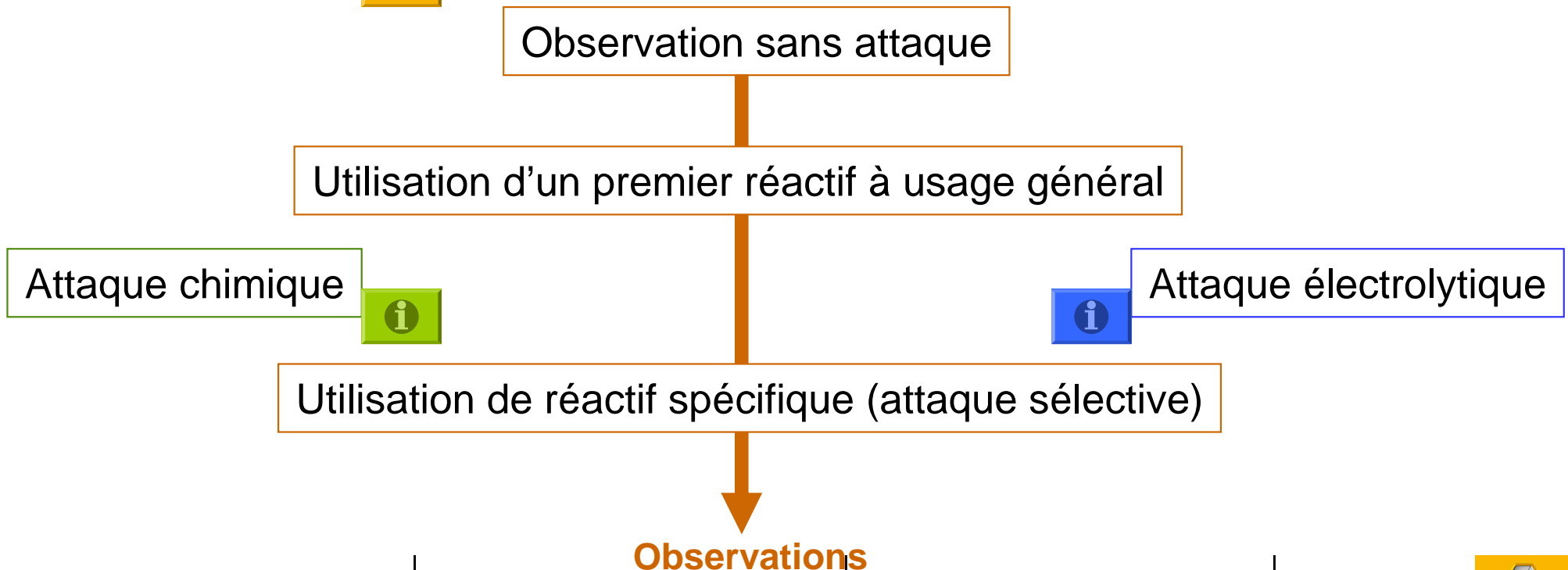
- **Lier les phénomènes micro-macro**
- **Caractériser les mécanismes d'endommagement et les modes de vieillissement**
- **Vérifier les conformité des matériaux et des gammes thermomécaniques réalisées ...**

# Besoins et enjeux

- Déroulement d'une observation pour microfractographie



- Déroulement d'une observation de microstructures (travail sur coupe polie) 



# Décapage chimique

Pourquoi ? :

- **Dé-oxydation des surfaces**
- **Visualisation du faciès d'origine (microfractographie)**

En gardant en tête les risques potentiels

- **Risques d'accentuation des irrégularités de surface**
- **Formation de porosités**



# Attaques métallographiques

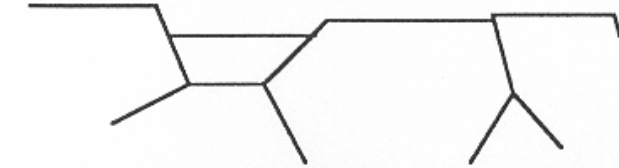
## Principe ; gravage de la surface de l'échantillon

### Pourquoi ?

- Mise en évidence de la microstructure par dissolution sélective des phases et constituants métallurgiques

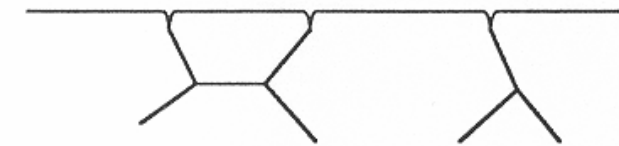
#### STRUCTURE MONOPHASEE

- Dissolution superficielle dont l'intensité dépend de l'orientation des plans cristallins



Les jeux d'ombres ainsi formées donneront un liseré d'intensité variable aux joints de grains

- Gravage aux niveau des discontinuités (joints de grains)

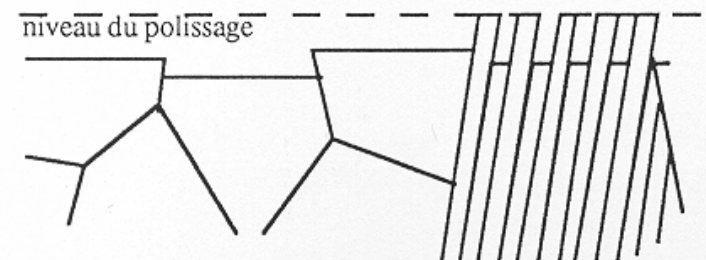


L'image sera formée par un liseré régulier aux joints de grains

#### STRUCTURE POLYPHASEE :

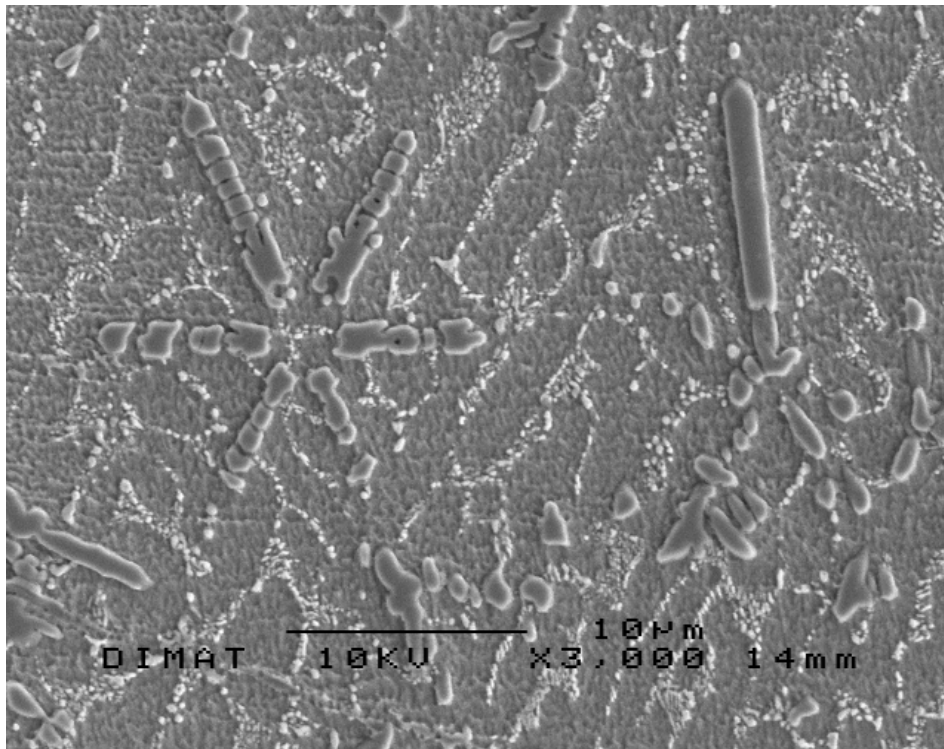
Exemple attaque Nital d'une structure ferrito-perlitique (Aciers).

Dissolution de la ferrite (fonction de l'orientation des grains, la phase cémentite de la perlite est inattaquée.

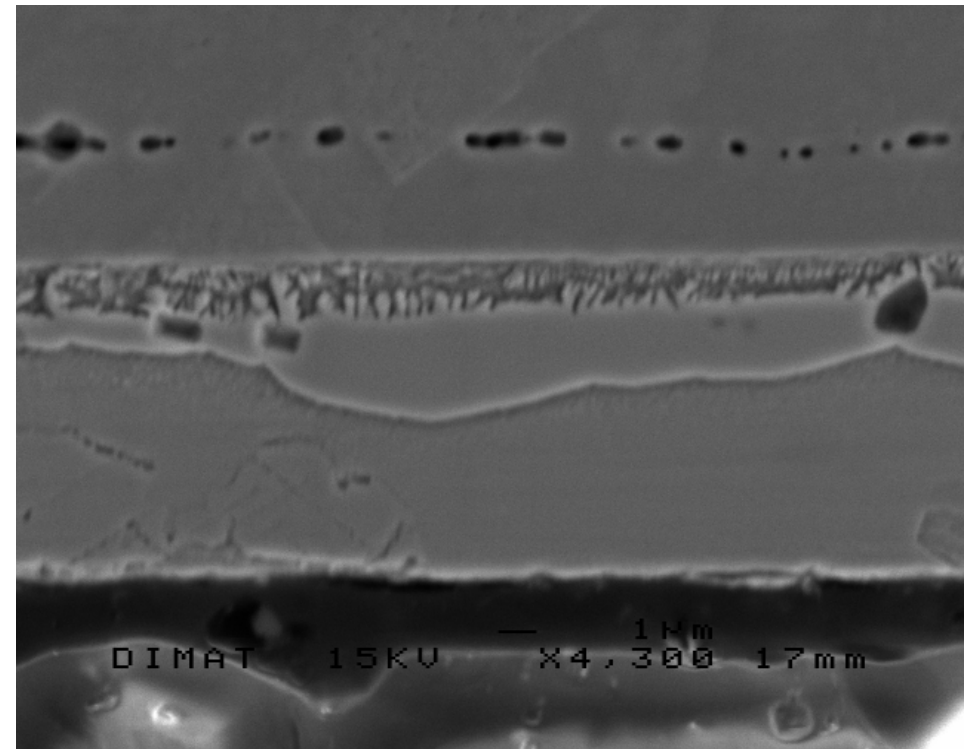


Les ombres formées par les différences de niveaux marquent les joints de grains ferritiques et des lignes parallèles dans la perlite. Des phénomènes de diffraction peuvent également colorer la perlite.

# Exemple : Caractérisation de matériaux dans le cas de composants électriques



Brasure sans plomb  
Expertise lié à un nouveau développement



Vieillissement d'un revêtement d'étain par effet Joule  
Expertise liée à un endommagement en fonctionnement



# Attaque chimique

## Moyens :

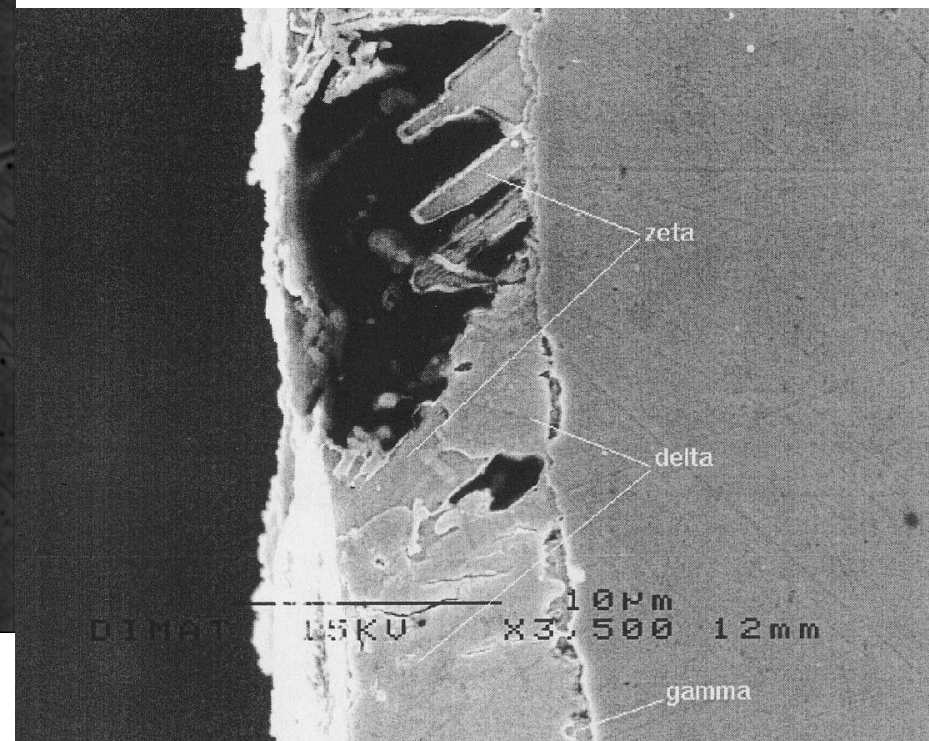
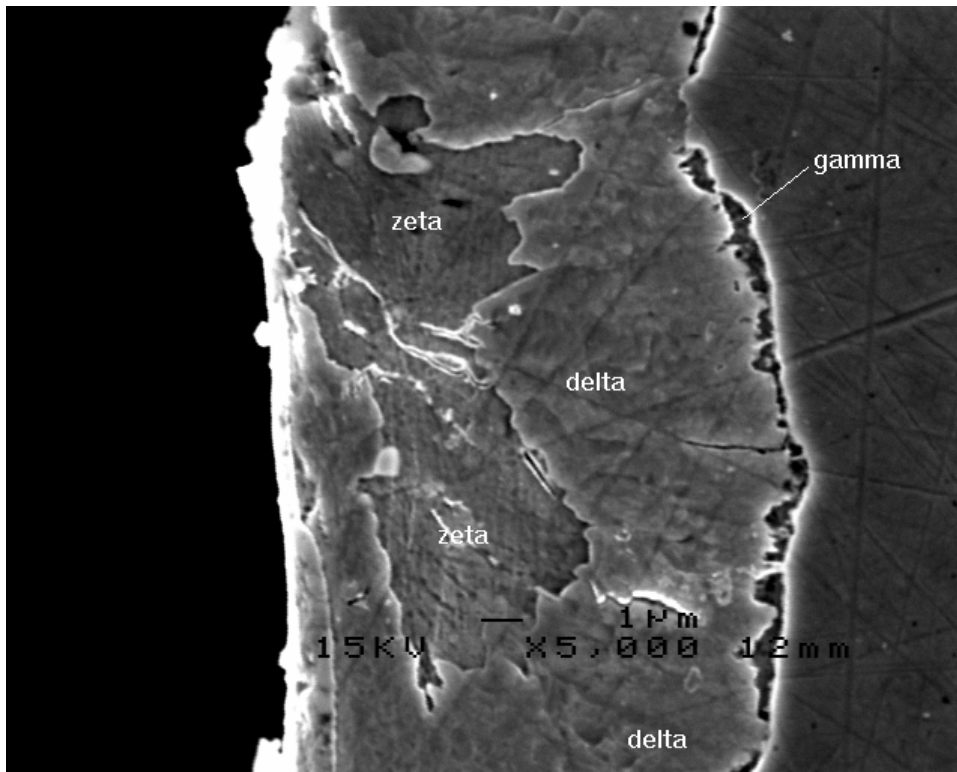
- Au trempé
- Au coton...

## Comment utiliser un réactif pour l'observation au MEB?

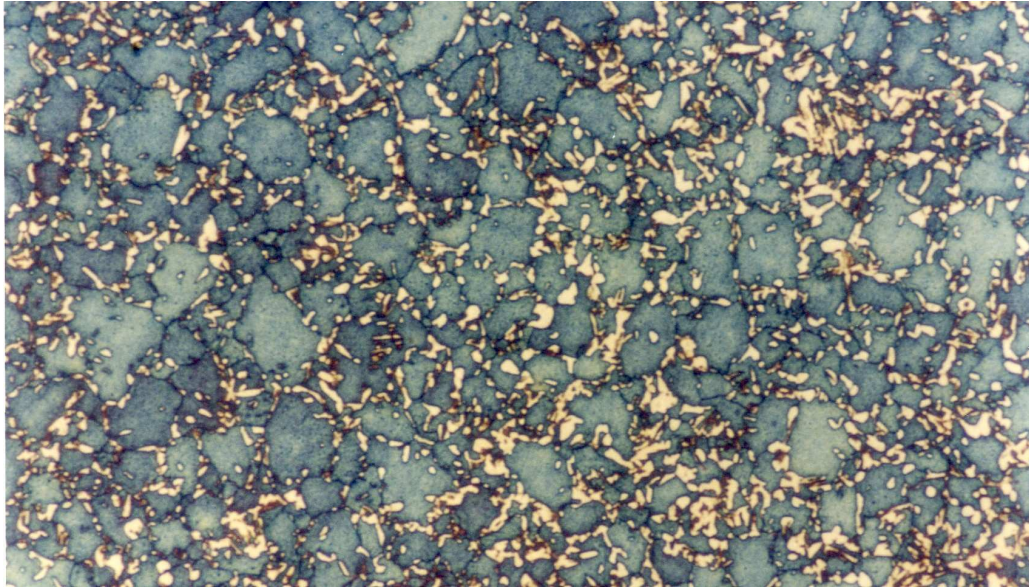
- Par dilution d'un réactif conventionnel de métallographie
- Par recherche d'un réactif spécifique qui révèle la finesse de la structure

# Exemple : Examen de revêtements de galvanisation sur acier

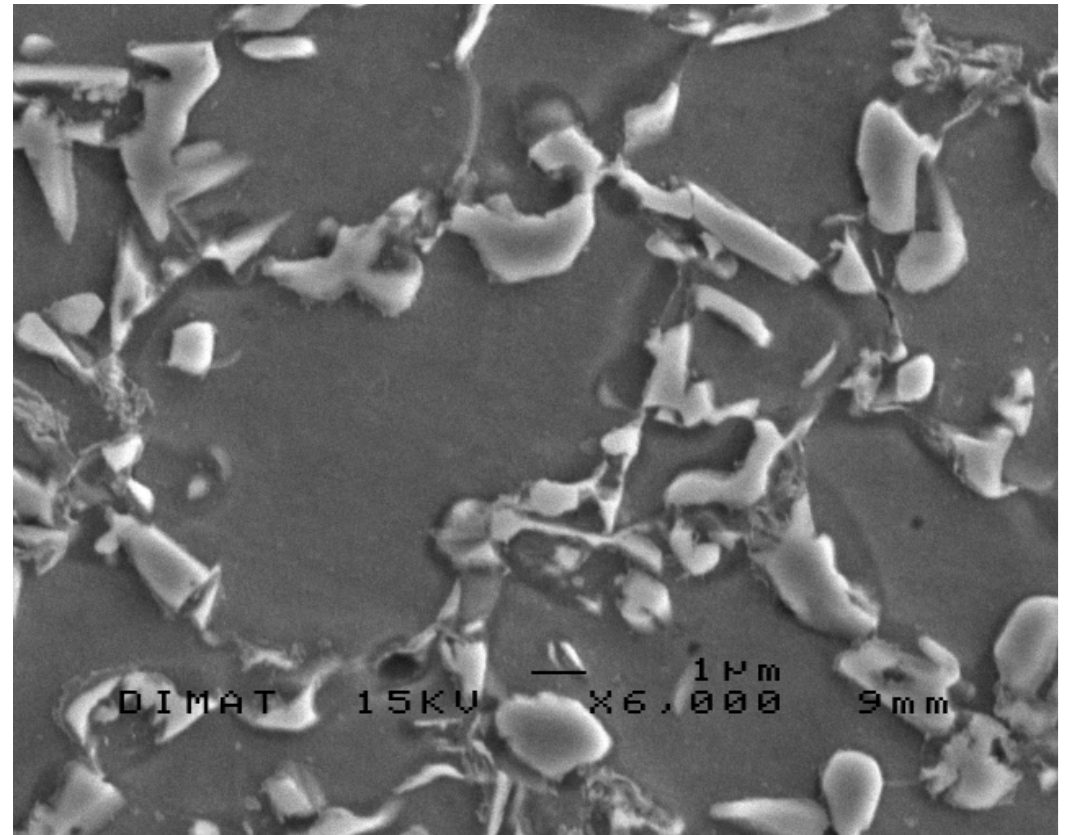
- Réactif Nital à 0,25 %, 3 s



# Exemple : Mise en évidence de la microstructure d'un acier TRIP (THLE)

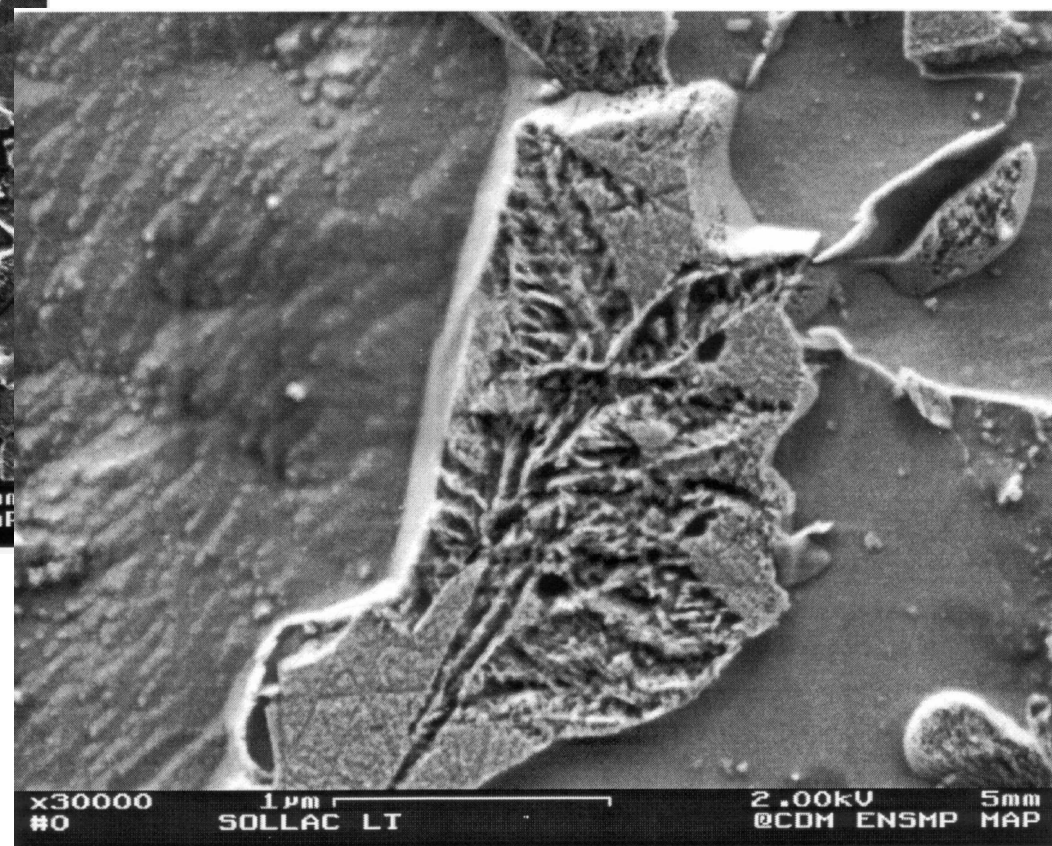
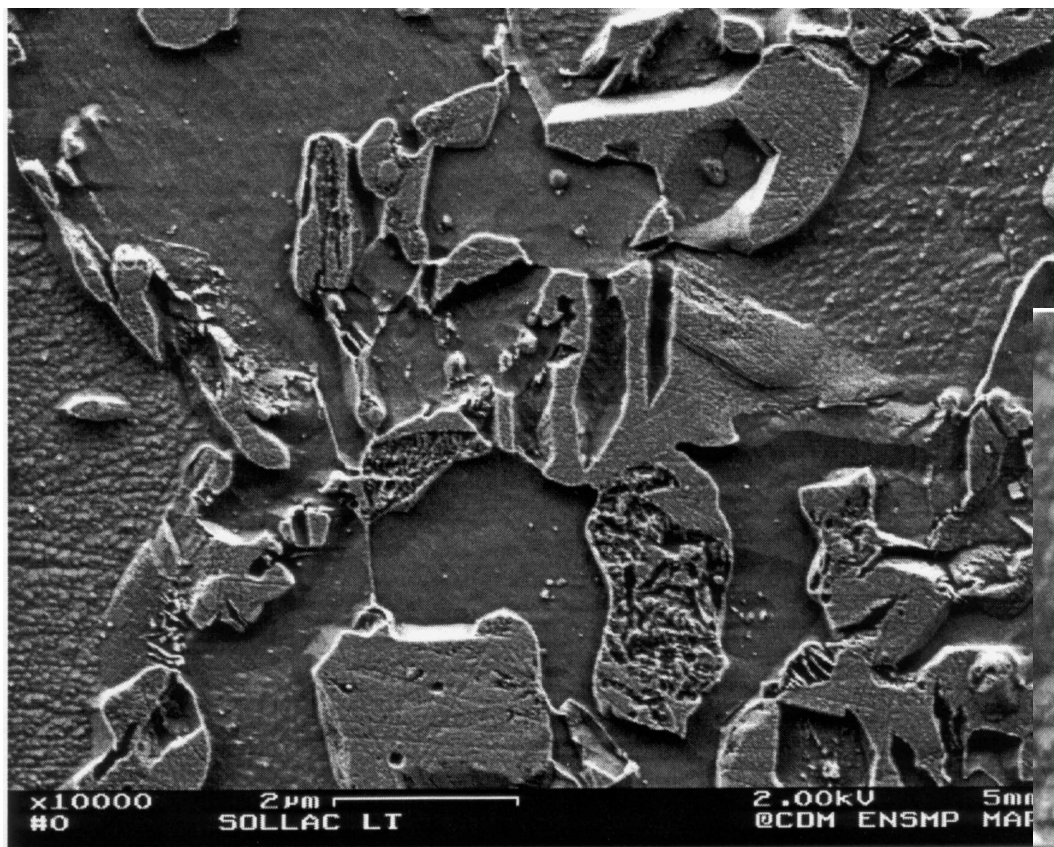


*Microstructure en optique d'un acier TRIP : réactif KLEMM*

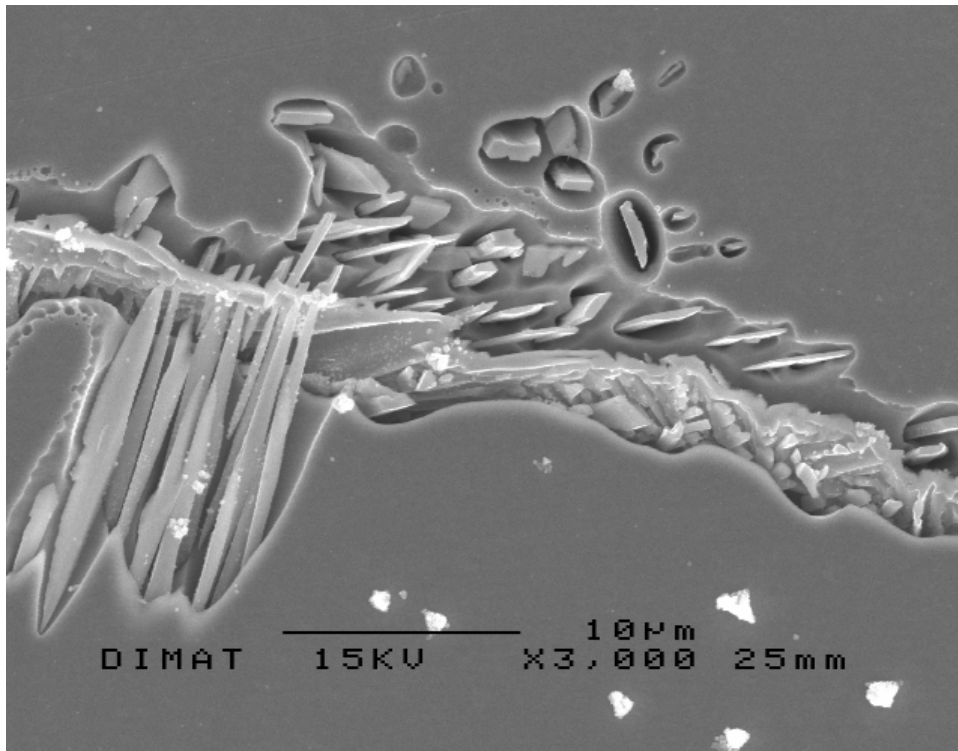


Réactif conventionnel pour acier : Nital 2%

# Exemple : Mise en évidence de la microstructure d'un acier TRIP (THLE)



- Réactif avec dissolution sélective



Peut être utilisé pour l'extraction de constituants à de fins d'analyses complémentaires



# Polissage électrolytique

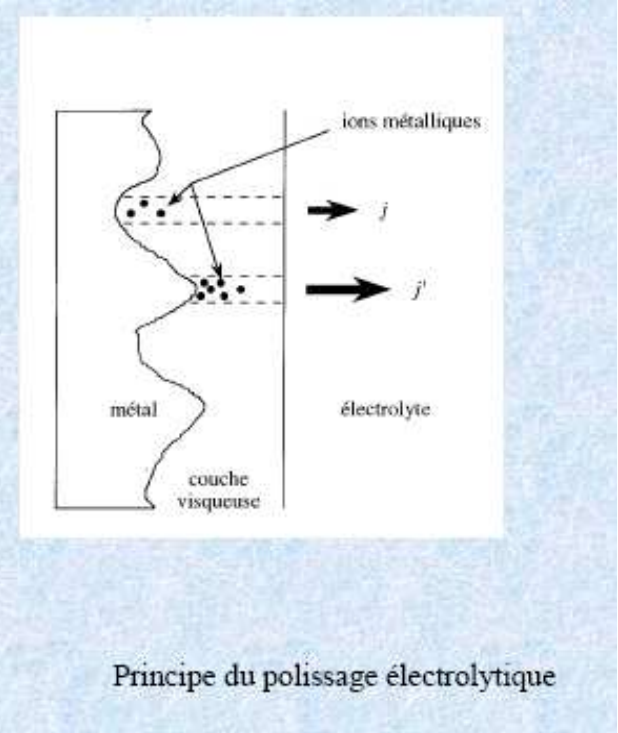
**Principe :** mise en solution anodique d'un métal dans un électrolyte

## ■ **Avantages:**

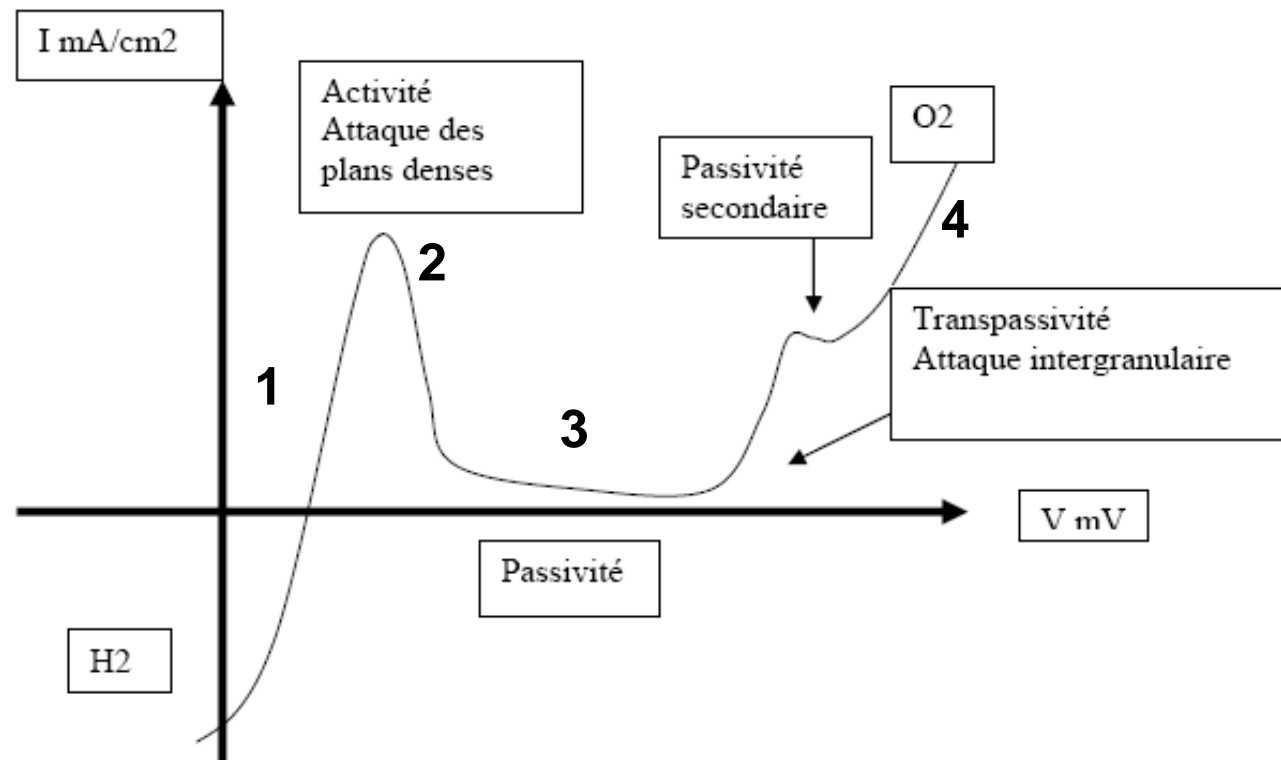
- Polissage sans déformation
- Utilisé pour les matériaux très sensibles à l'écaillage : Titane, Alliages cuivreux, Aciers inoxydables austénitiques, Zirconium

## ■ **Inconvénients**

- Mode opératoire à maîtriser
  - **Positionnement de l'échantillon/cathode dans le bain**
  - **Gestion du bain (température, vieillissement de l'électrolyte, agitation)**
- Reproductibilité difficile
- Nocivité des électrolytes, et instabilité de préparations



# Courbe Intensité-potentiel



- Vers les basses tensions (1) : attaque de la surface avec dissolution sélective
- Domaine de travail (3)
- Vers les fortes tensions (4) : décomposition de l'électrolyte (formation de piqûres)

# Moyens



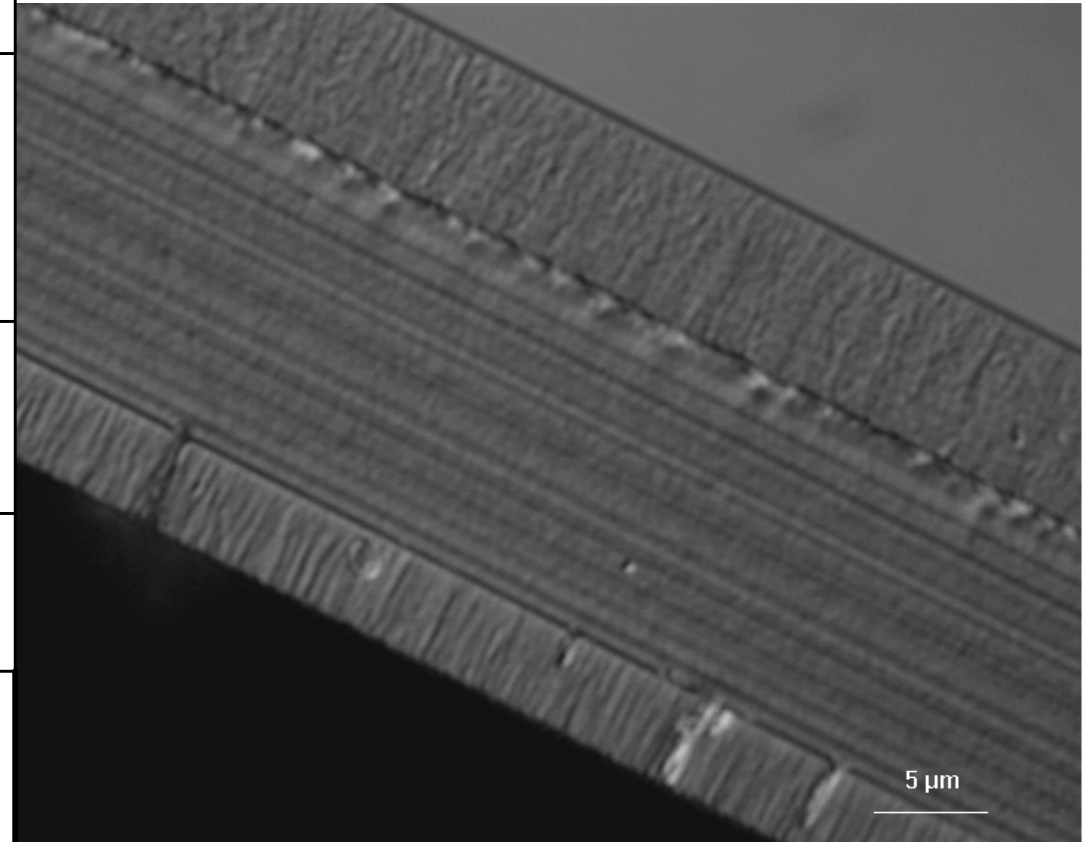
Appareil de polissage et d'attaque électrolytique par circulation d'électrolyse



Appareil de polissage et d'attaque électrolytique aux tampons pour laboratoire ou travail « in situ ».

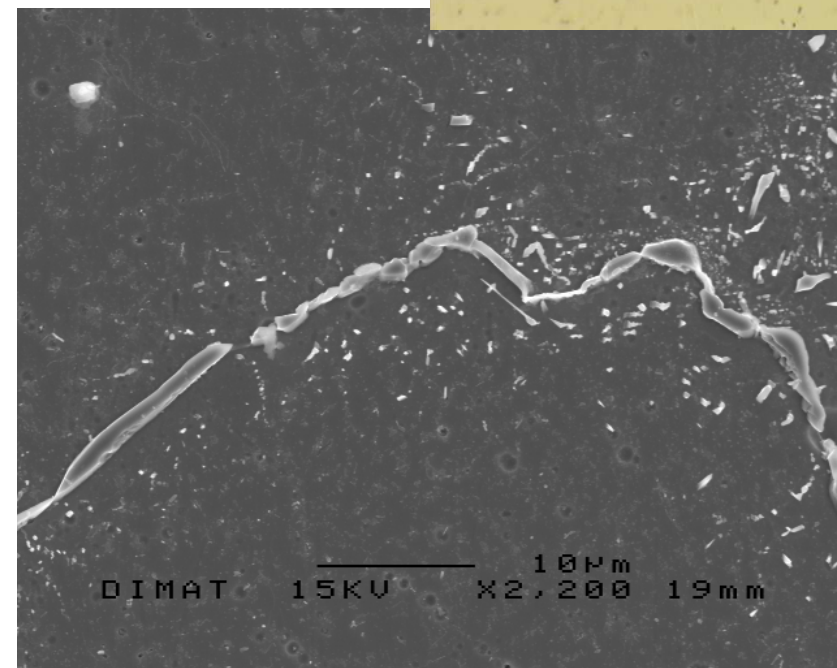
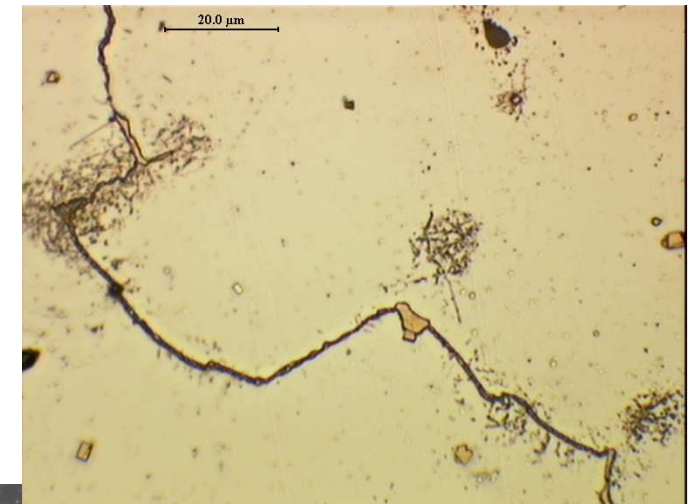
# Exemple : Caractérisation de la conformité d'un revêtement de chrome décoratif sur polymère

Etapas de l'observation	Observations
Faire une image de la surface (MO ou MEB) SANS PREPARATION	mise en évidence de la microfissuration du Cr afin d'apprécier la morphologie du réseau : réseau fermé ou ouvert cotation du nombre de fissures par mm <sup>2</sup>
Faire une fractographie du revêtement	observation au MEB du revêtement de Cr, et éventuellement du Ni microporeux mesures des épaisseurs
Faire une coupe polie (résine époxy à froid) pour observation SANS ATTAQUE	observation en microscopie optique avant attaque : mesure des épaisseurs de Cu, et de Ni total
Attaque électrolytique au tampon, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5%, quelques secondes, 4V	Observation des structures des couches de Ni : Ni lamellaire et basaltique



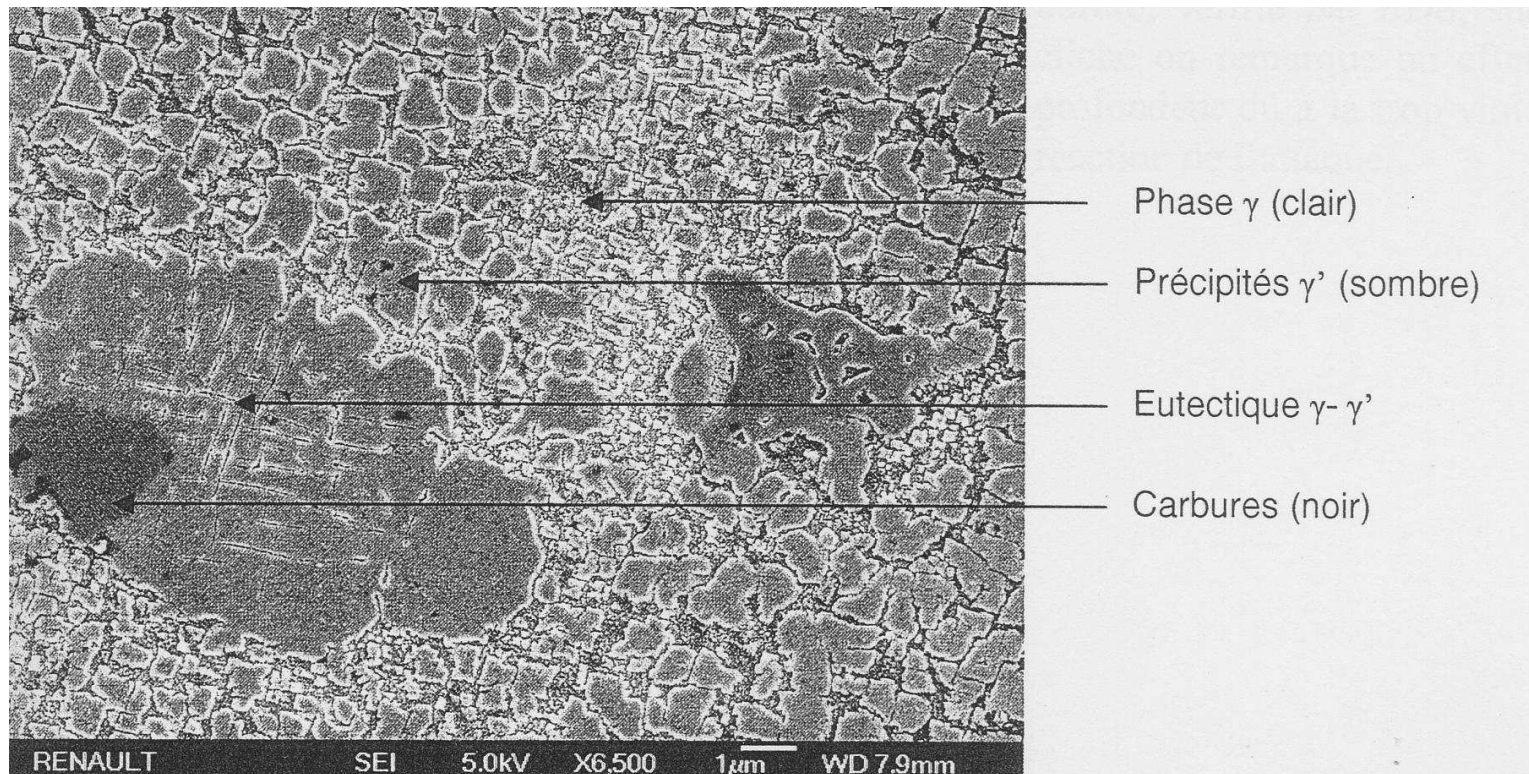
# Exemple : Etude du vieillissement d'un alliage de fonderie

- **Acier inoxydable 24-14 stabilisé au Nb (Cr -Ni 11.7%-Si 1.7%)**
- **Matrice austénitique avec**
  - Carbonitrides de nobium sous forme de phases intercellulaires
  - Nitrures de Ti,
  - Carbures de Cr aux joints des cellules ou sous forme de fins précipités aciculaires ( $10\mu\text{m}\times 1\mu\text{m}$ ) ou nodulaires ( $<1\mu\text{m}$ ) soit autour des pavés de Carbonitride de Nb soit le long des joints intercellulaires.
- **Attaque électrolytique**
  - HNO<sub>3</sub> 60%



# Exemple : Etude du vieillissement d'un alliage base Ni

- INCO 713
- Persulfate d'ammonium, attaque électrolytique 4V, 4s

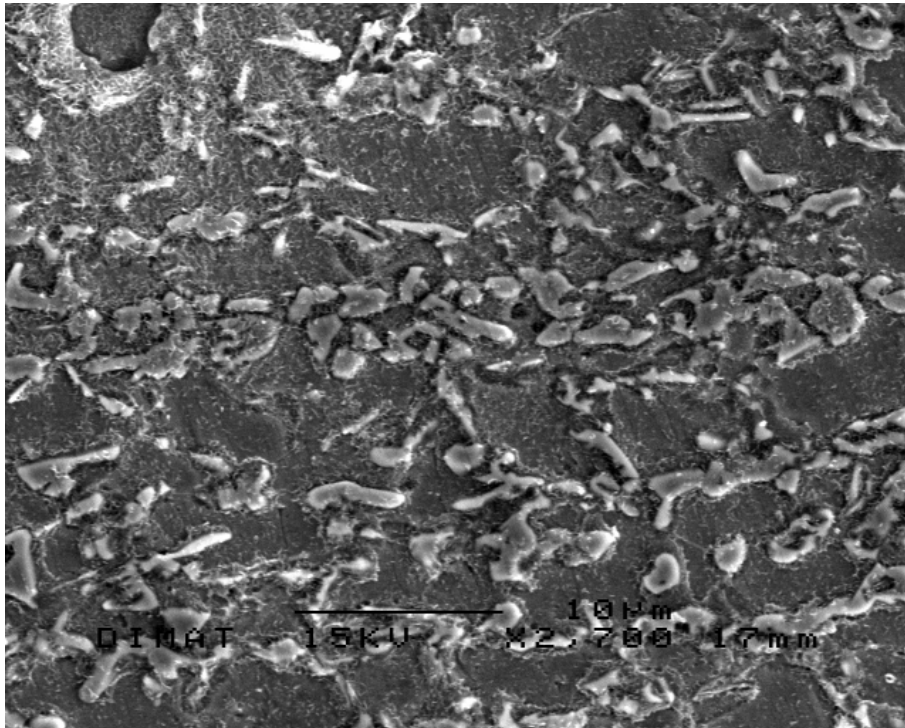


## Autres possibilités :

- **Attaque thermique** : génération par élévation de température de la mobilité de dislocations qui font rendre visibles les joints de grains (aciers, céramiques)
- **Polissage et attaque ionique** : bombardement ionique de la surface

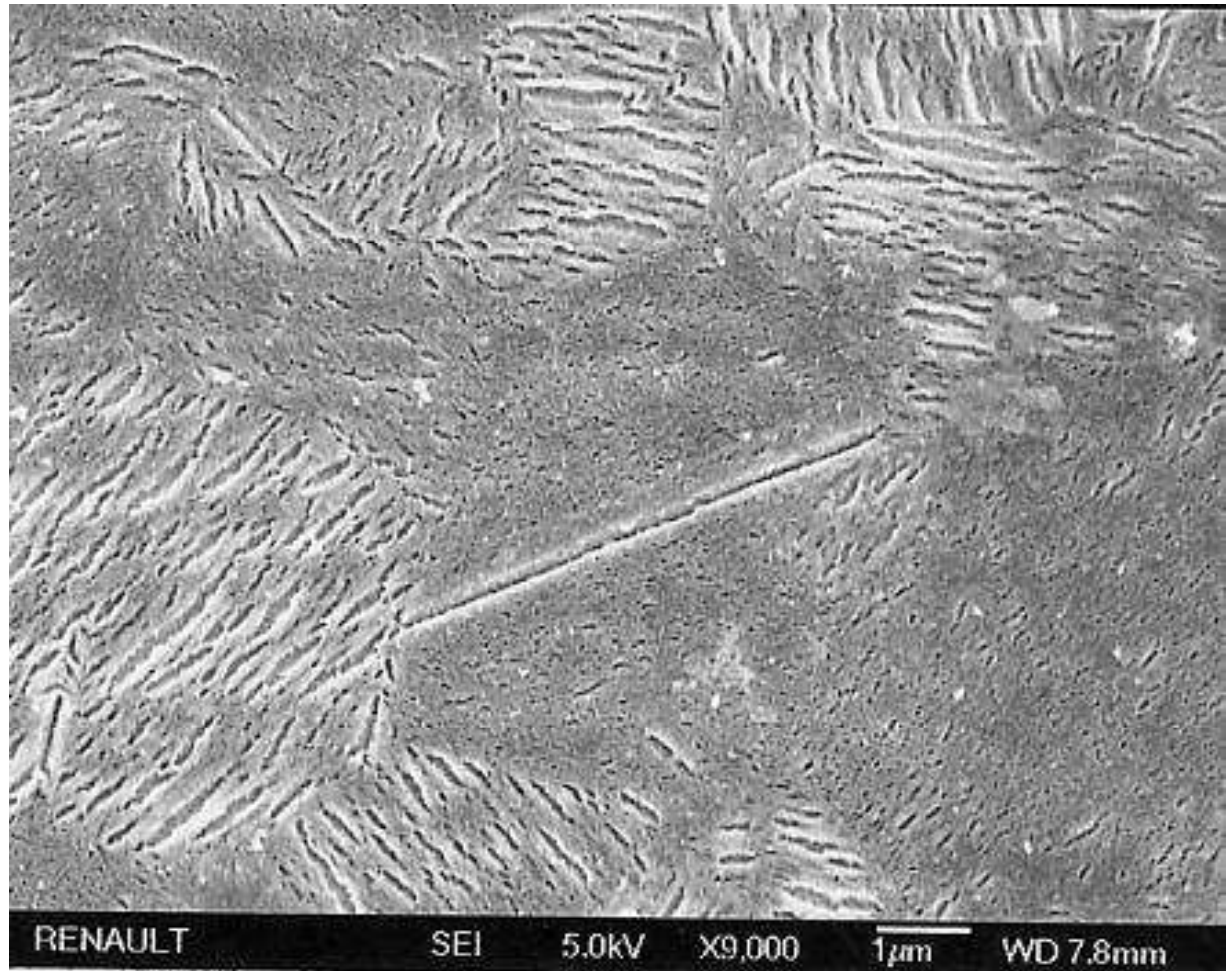
# Quelques artefacts possibles

- Dépôts superficiels et résidus



# Quelques artefacts

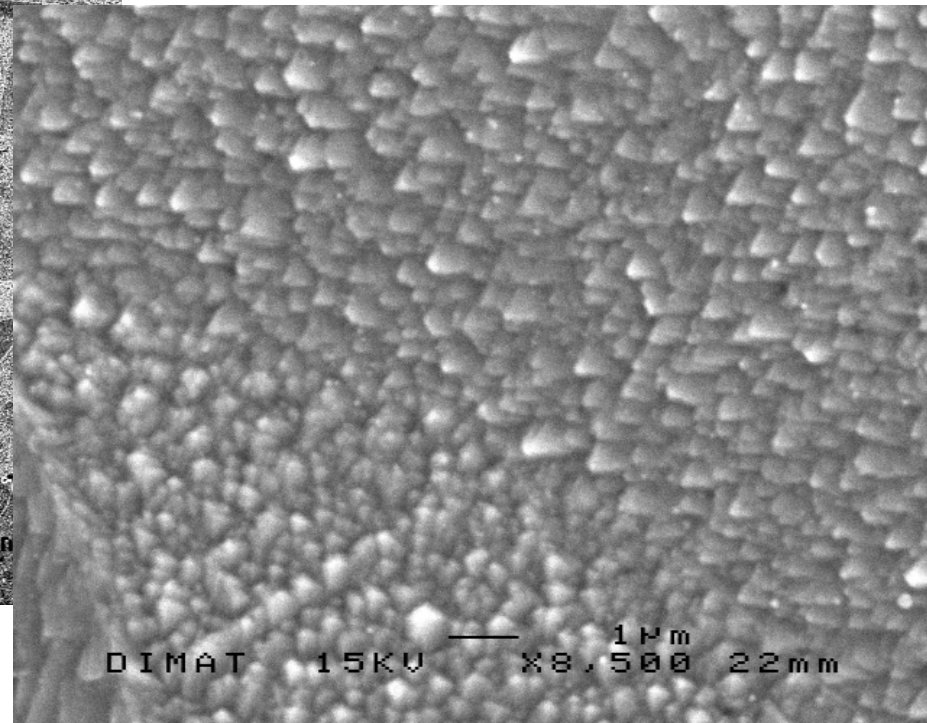
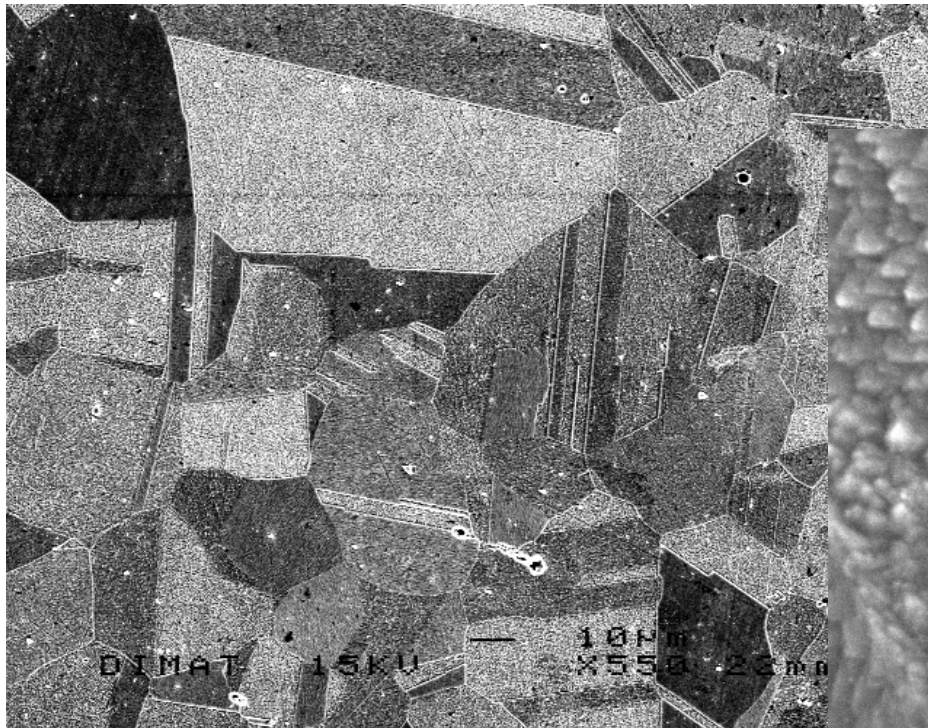
- **Dissolution excessive**
  - Par ressuage
  - En raison de la microstructure



Acier TWIP – Alliage Fe-Mn (Twinning Induce Plasticity) -Nital 1%

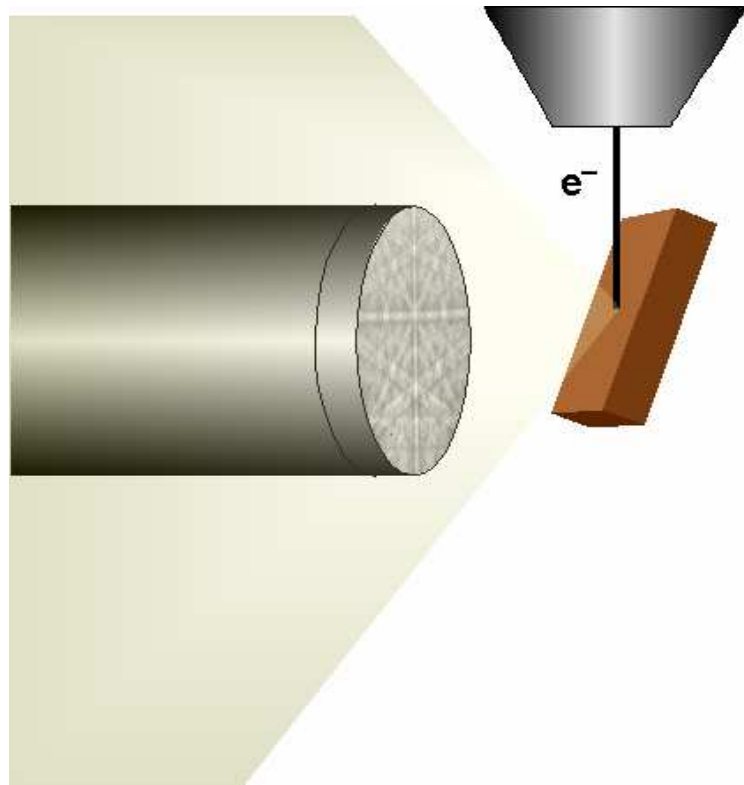
# Quelques artefacts

- Gravage de la surface des grains



Prudence sur de nouvelles interprétations...

# L'exemple des examens EBSD

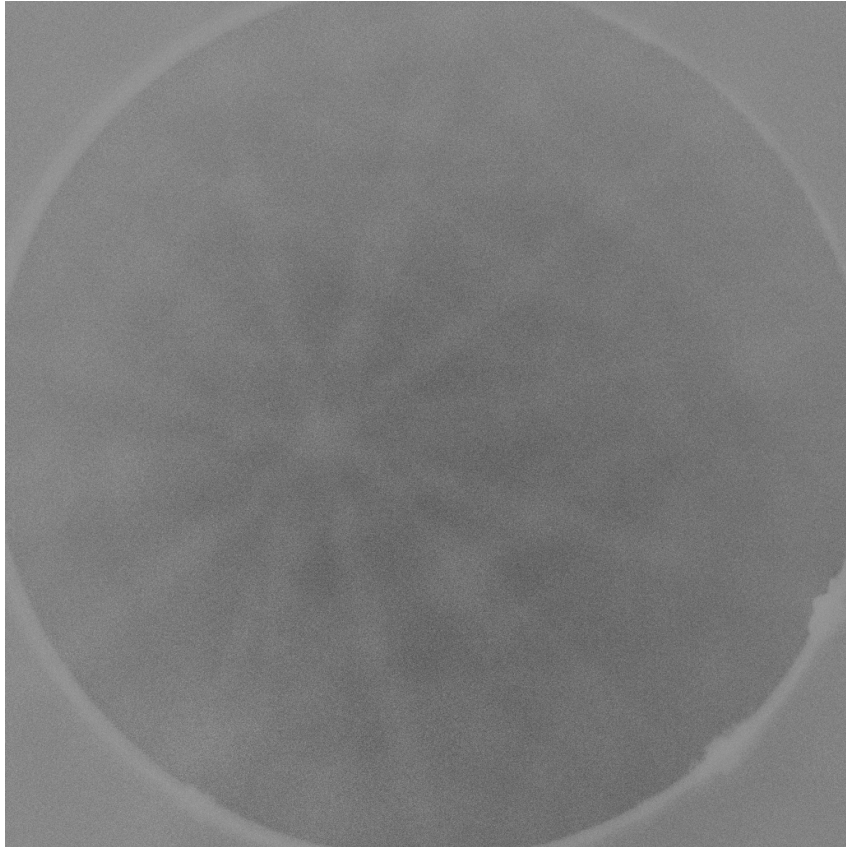


Obtention de clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés

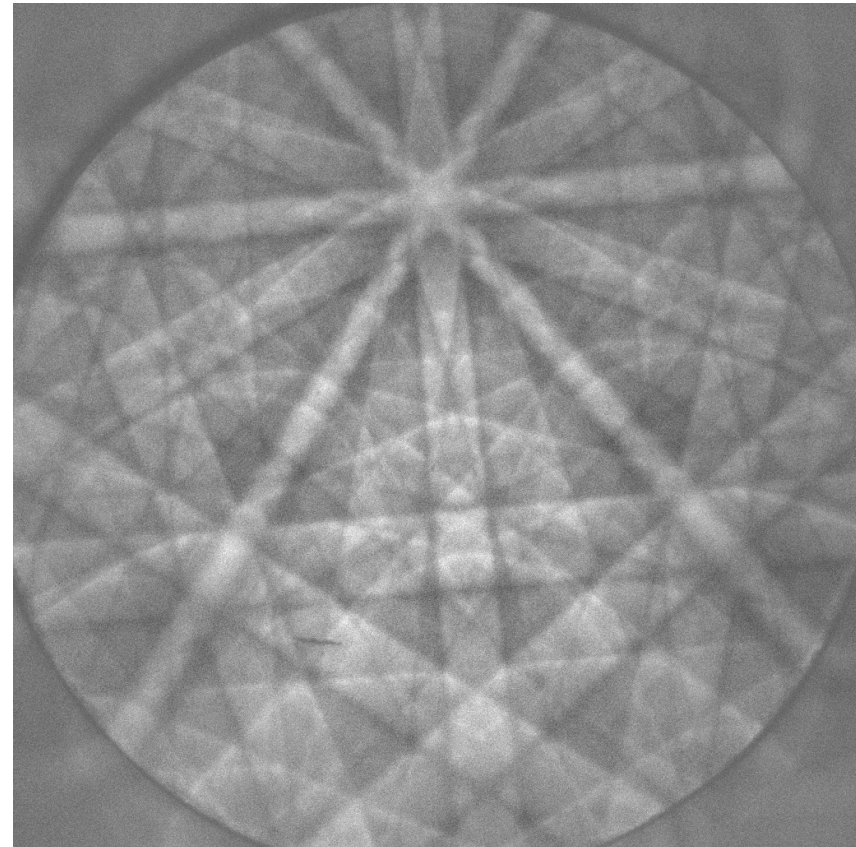
Orientation des échantillons d'environ 70 degrés

- Importance du polissage et de la préparation de surface
- Surface analysée sans contamination et sans déformation plastique

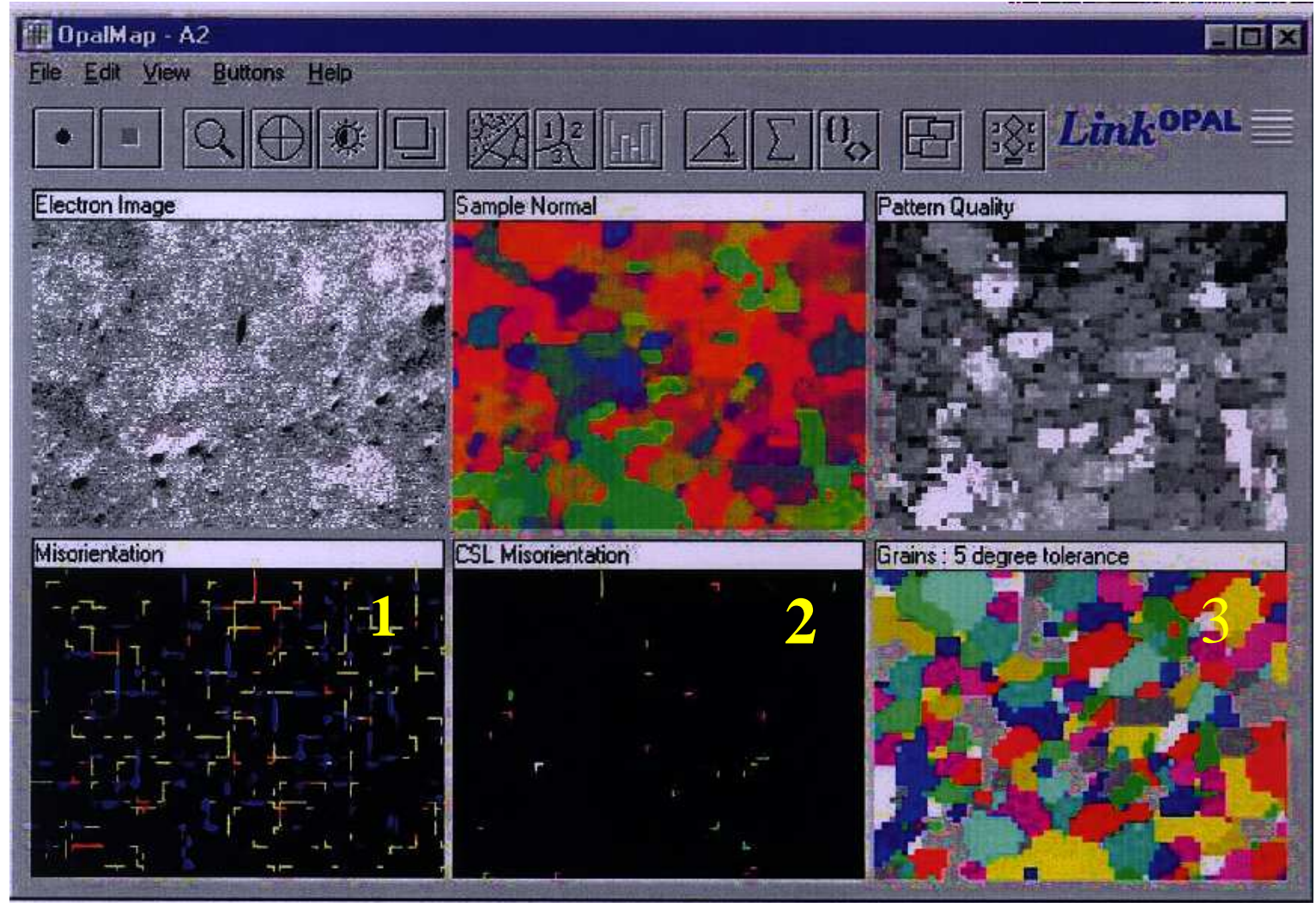
# Pourquoi ces précautions de préparation ?



**Cliché EBSD avec une faible qualité d'image**  
**Low Image Quality (IQ) value**



**Cliché avec une meilleure qualité d'image**  
**High Image Quality (IQ) value**



- *Microstructure d'alliage d'aluminium à l'état de réception obtenue, en surface après polissage, par cartographie d'orientations en EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)*
- Polissage final à la silice colloïdale

# Préparation de surface pour EBSD

Pour la majorité des matériaux : un polissage final à la silice colloïdale suffit (avec une taille de grain d'environ 0,04  $\mu\text{m}$  et un pH d'environ 9,8)

Le polissage ionique peut être préféré afin d'éviter tout risque de contamination et de formation de film de passivation.

Le polissage électrolytique sera choisi pour des matériaux ductiles, afin de minimiser les risques de déformation superficielle.

Dans le cas des matériaux faiblement conducteurs : métallisation de 15-25 Angstroms.

# Quelques notions de réglementations du travail liées à la métallographie

## Normes

NFA 05-150 : Produits en acier-Techniques d'examen micrographique	ISO 4499 : Métaux durs - Détermination métallographique de la microstructure - ISO/TR 14321:Matériaux métalliques frittés, à l'exclusion des métaux-durs. Préparation métallographique et examen	DIN 50600 : Prüfung metallischer Werkstoffe - Metallographische Gefügebilder, Abbildungsmaßstäbe und Formate (Titre anglais : Testing of metallic materials - Metallographic Micrographs - Picture scales and formats)
---	--	--

## Législation du travail (plan de prévention et analyse des risques)

- Le cas de l'acide fluorhydrique
- L'emploi des réactifs contenant des CMR

## La norme ISO 14001

- La gestion et le stockage des réactifs
- Le circuit de récupération des réactifs

# Quelques références bibliographiques

## Ouvrages de base

### Metallographic Etching

- G. Petzow  
American Society for Metals, Metals Park, Ohio 44073, 1978.

### Metallography

- Principle and Practice
- George Vander Voort  
McGraw-Hill Book Company(1984).

### De Ferri Metallographia

- I: Fundamentals of Metallography, by L. Habraken and J.L. de Brouwer.  
II. Structure of Steels, by A. Schrader and A. Rose.  
III. Solidification and Deformation of Steels by Annick and J. Polorny.  
IV. Recent Examination Methods in Metallography/The Metallography of Welds.  
V. Fractography and Micro-fractography.  
Presses Académiques Européennes (1966). (I), Verlag Stahleisen GmbH., Dusseldorf(II), Berger-Levrault, Paris/Nancy(III)

### ASM - Metal Reference Book

### Métallographie et techniques d'analyse

- Pyc Editions (reprise Dunod)

## Revues

- **Praktische Metallographie/Practical Metallography** (Bilingual German-English/monthly).  
Carl Hanser Verlag, Kolbergstrasse 22, 8000 Munchen 80.
- **Structure** (English, German, French editions- 2 times a year).  
Struers A/S, Valhojs Alle 176 DK-2610 Rodovre, Denmark.