

ANALYSES DE CERAMIQUES EN MICROSONDE



Le 07/06/2013

C. Labrosse
Service Caractérisation – Pôle microstructure
Ingénieur d'essai et de développement



Société Française de Céramique

Les différents domaines d'application

1. Art de la table (défauts ponctuels)

2. Sanitaire (défaut ponctuel)

3. Carreaux (comparaison de structures entraînant un comportement mécanique différent)

4. Céramiques techniques (usure anormale d'une tête d'impression)

5. Les nouvelles « céramiques » (fer à lisser à technologie « céramique »)



1. Domaine de l'art de la table

Assiette décorée rouge



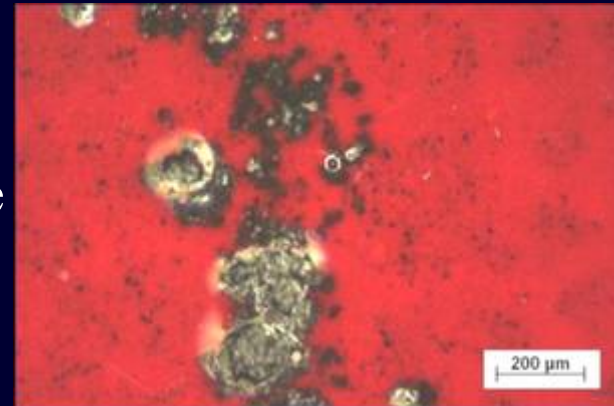
1. Domaine de l'art de la table

(Assiette décorée rouge)

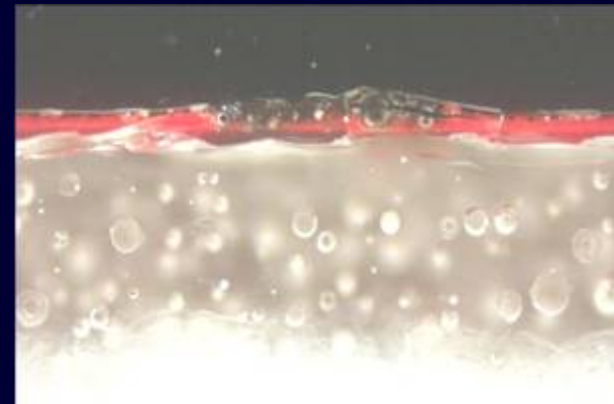
Type de défaut : micro-trainées noires, situées en surface



Vue en surface



Vue en coupe



Observation du défaut en microscopie optique : prise de décision de la méthode de préparation : polissage délicat

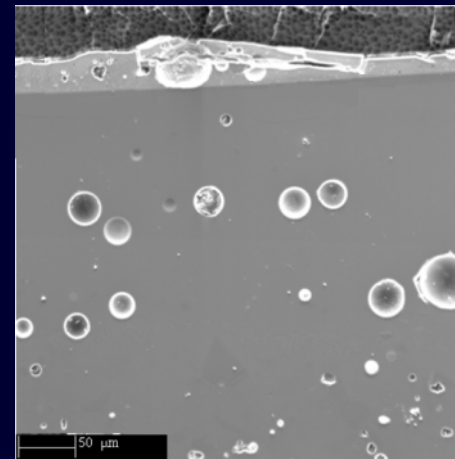
1. Domaine de l'art de la table

(Assiette décorée rouge)

Type de défaut : micro-trainées noires, situées en surface

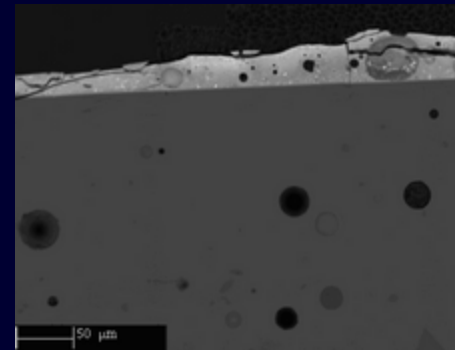


Vue en SE
Contraste
topographique



Observation :
Fragilisation
du décor

Vue en BSE
Contraste
chimique



Observation :
Modification
locale de la
chimie



Analyse de la microstructure : localisation du défaut
Analyses chimiques qualitatives



1. Domaine de l'art de la table

(Assiette décorée rouge)

Type de défaut : micro-trainées noires, situées en surface



OXYDES	Pourcentages Massiques (%)			
	Grain 1	Grain 2	Grain 3	Email Rouge
B ₂ O ₃	15.3	13.2	10.1	9.6
Na ₂ O	1.2	1.9	1.5	2.0
Al ₂ O ₃	3.3	4.9	3.6	7.5
SiO ₂	24.4	29.0	21.0	44.2
K ₂ O	1.6	1.5	1.1	1.7
CaO	0.5	0.9	1.1	1.4
Cr ₂ O ₃	1.8	2.0	5.4	ND
Fe ₂ O ₃	7.5	10.1	16.7	0.2
NiO	1.0	2.1	3.8	0.1
ZnO	0.2	1.6	1.3	3.2
ZrO ₂	0.4	0.4	0.6	0.2
Cd ₂ O ₅	10.8	8.3	4.9	2.4
PbO	31.8	24.2	28.9	27.4
Total	100.0	100.0	100.0	100.0

Caractéristiques du programme : 10 nA, 15kV



Composition du défaut : Fer [65-73]%, Chrome [14-21]%, et Nickel [10-15]%.
Acier austénitique de type X2CrNi18-9



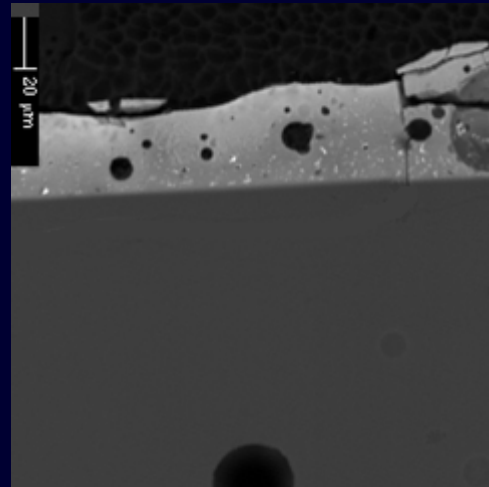
1. Domaine de l'art de la table

(Assiette décorée rouge)

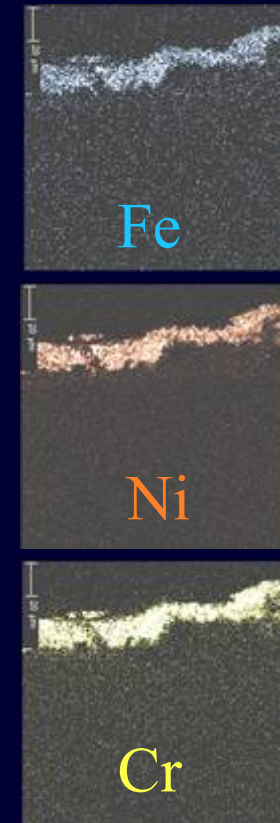
Type de défaut : micro-trainées noires, situées en surface



Eléments appartenant au décor



Eléments étrangers



Ccl : Poussière métallique à base de Fer, Chrome, Nickel déposée après émaillage et avant cuisson finale

sfc

Société Française de Céramique

1. Domaine de l'art de la table

(Assiette émaillée jaune)

Type de défaut : taches noires, situées en surface d'assiette



Vue en surface



Vue en coupe



Observation du défaut en microscopie optique
Méthode de préparation : polissage normal

1. Domaine de l'art de la table

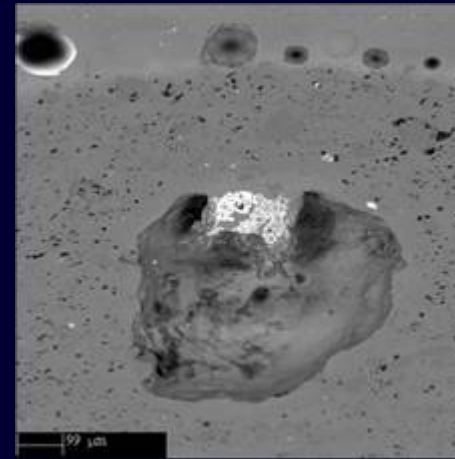
(Assiette émaillée jaune)

Type de défaut : taches noires, situées en surface d'assiette



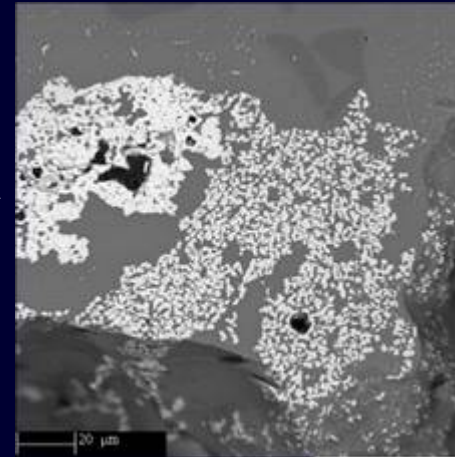
Vues en BSE
Contraste chimique

X 63



Observation :
cavité cc d'un
dégagement
gazeux

X 500



Observation :
Fusion du corps
étranger avec
l'émail



Analyse de la microstructure : localisation du défaut
Analyses chimiques qualitatives



1. Domaine de l'art de la table

(Assiette émaillée jaune)

Type de défaut : taches noires, situées en surface d'assiette



OXYDES	Tesson	Email sain	Défaut
B ₂ O ₃	1.5	20.8	1.0
Na ₂ O	1.6	1.8	0.5
MgO	0.4	0.3	0.3
Al ₂ O ₃	27.6	11.6	9.6
SiO ₂	65.4	59.2	9.9
K ₂ O	1.7	2.4	0.5
CaO	0.5	0.4	0.2
TiO ₂	0.4	0.0	0.4
Fe ₂ O ₃	0.8	0.2	77.5
ZnO	0.0	2.0	0.0
BaO	0.0	1.2	0.0
Total	100.0	100.0	100.0

Caractéristiques du programme : 10 nA, 15kV



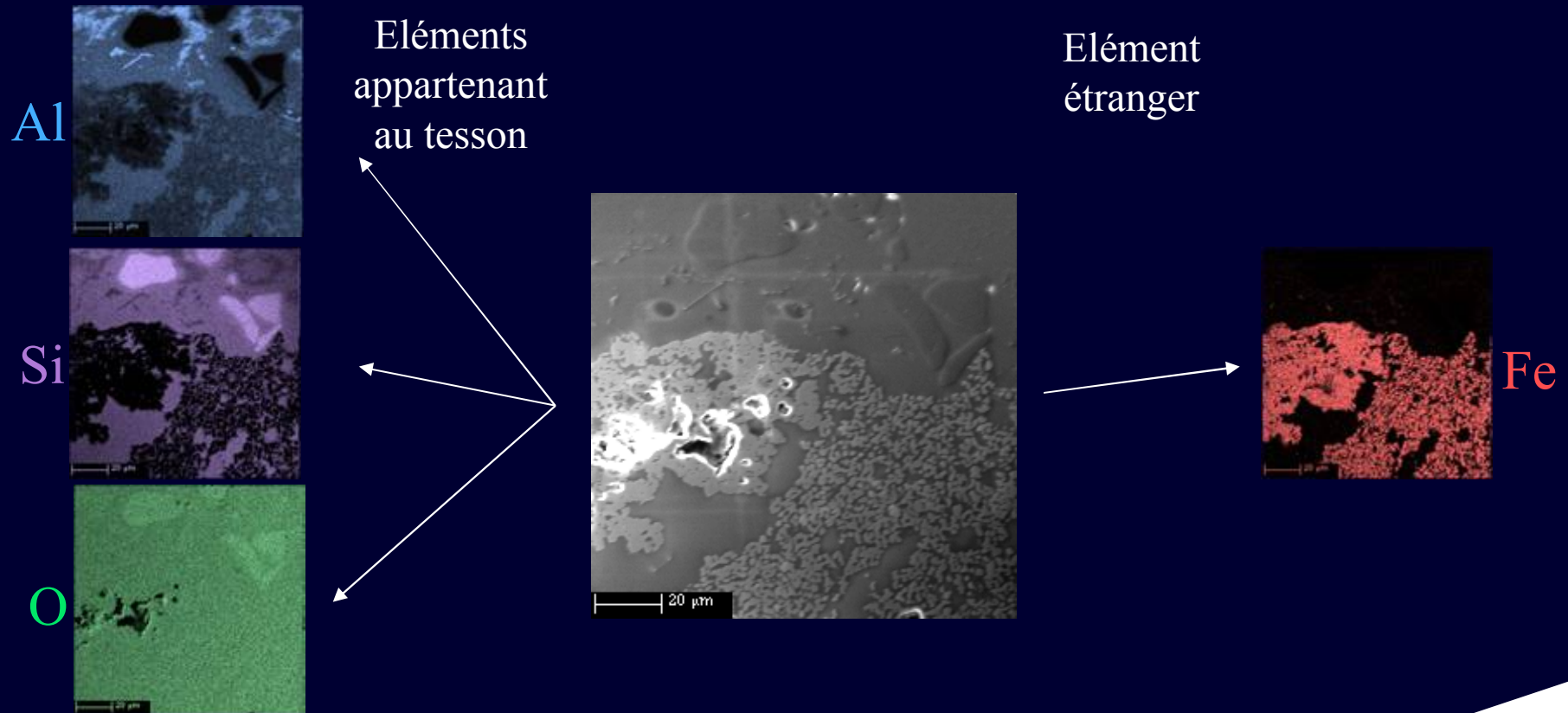
Composition du défaut : Fe₂O₃ [100]%
Fonte de type GL ou fer métallique



1. Domaine de l'art de la table

(Assiette émaillée jaune)

Type de défaut : taches noires, situées en surface d'assiette



Ccl : Résidu d'origine métallique à base de fer présent dans le tesson et se révélant en surface lors de la cuisson finale



2. Domaine du sanitaire

Evier émaillé blanc



2. Domaine du sanitaire

(Evier émaillé blanc)

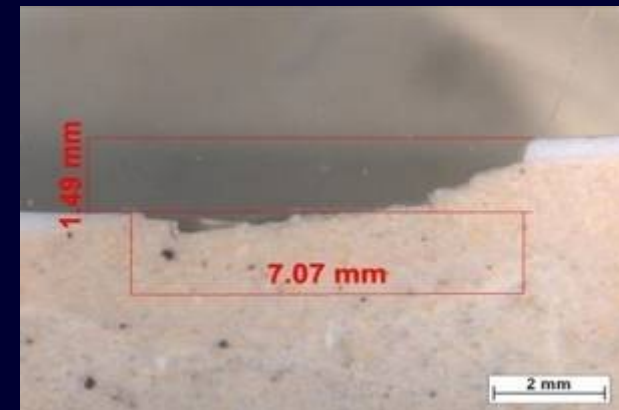
Type de défaut : décollement critique de l'émail



Vue en surface



Vue en coupe



Observation du défaut en microscopie optique : prise de décision de la méthode de préparation : polissage normal

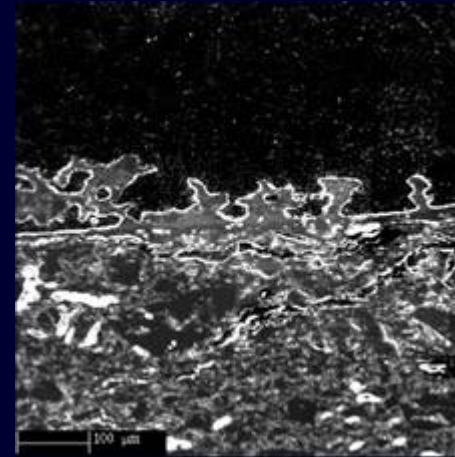
2. Domaine du sanitaire

(Evier émaillé blanc)

Type de défaut : décollement critique de l'émail

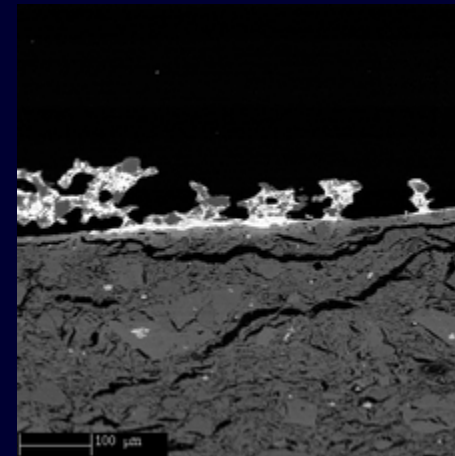


Vue en SE
Contraste topographique



Observation :
structure poreuse

Vue en BSE
Contraste chimique



Observation :
dépôt d'une corps étranger



Analyse de la microstructure : localisation du défaut
Analyses chimiques qualitatives



2. Domaine du sanitaire

(Evier émaillé blanc)

Type de défaut : décollement critique de l'émail



OXYDES	Pourcentages Massiques (%)			
	Email	Tesson : Matrice	Tesson : Grain	Défaut
Na ₂ O	0.6	0.2	0.1	0.1
MgO	0.2	0.3	0.1	0.2
Al ₂ O ₃	11.3	38.6	45.1	3.5
SiO ₂	60.0	58.4	53.4	58.1
K ₂ O	2.7	1.8	0.4	0.1
CaO	15.9	0.3	0.1	0.2
TiO ₂	ND	ND	ND	22.4
Fe ₂ O ₃	ND	ND	0.4	ND
ZnO	4.3	0.4	0.4	0.1
ZrO ₂	4.9	ND	ND	0.1
BaO	0.1	ND	ND	15.3
Total	100.0	100.0	100.0	100.0

Caractéristiques du programme : 10 nA, 15kV
Moyennes sur 10 points d'analyse



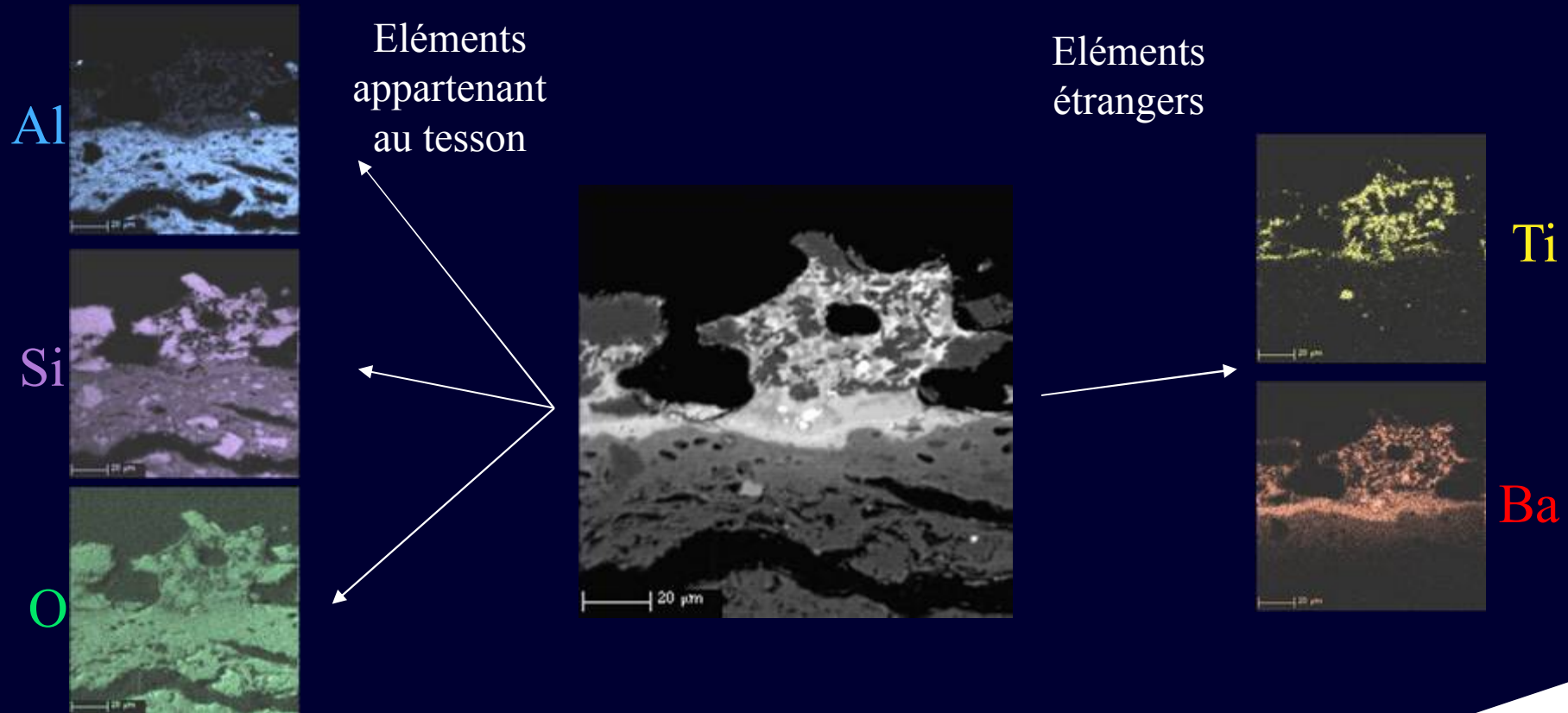
Composition du défaut : TiO₂ [~59]%, BaO [~41] %
Structure de type BaTiO₃ + Ba₆Ti₁₇O₄₀



2. Domaine du sanitaire

(Evier émaillé blanc)

Type de défaut : décollement de l'émail, critique pour un lavabo



Ccl : Impureté à base de **titane** et de **baryum** déposée sur la surface du tesson avant émaillage et avant cuisson



3. Domaine des carreaux

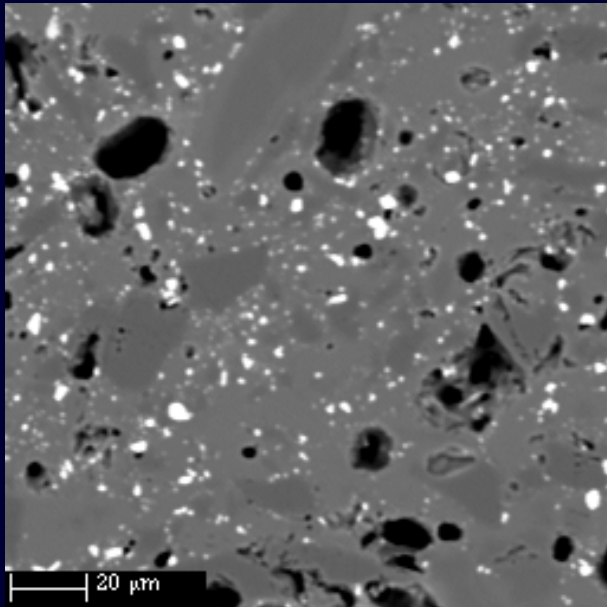
Carreaux à comportements mécaniques différents



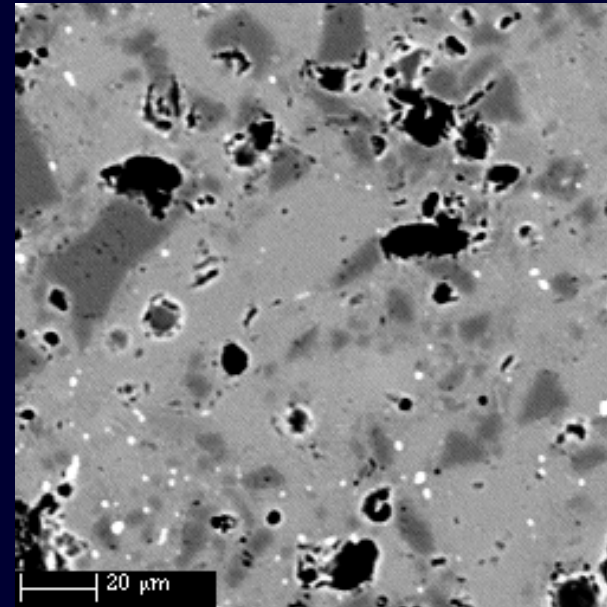
3. Domaine des carreaux

(Carreaux à haute résistance mécanique)

Type d'analyse : comparaison de la microstructure de 2 carreaux ayant des performances mécaniques différentes



Carreau n°1 : forte détérioration aux essais de « choc lourd »
Image en BSE



Carreau n°2 : faible détérioration aux essais de « choc lourd »
Image en BSE



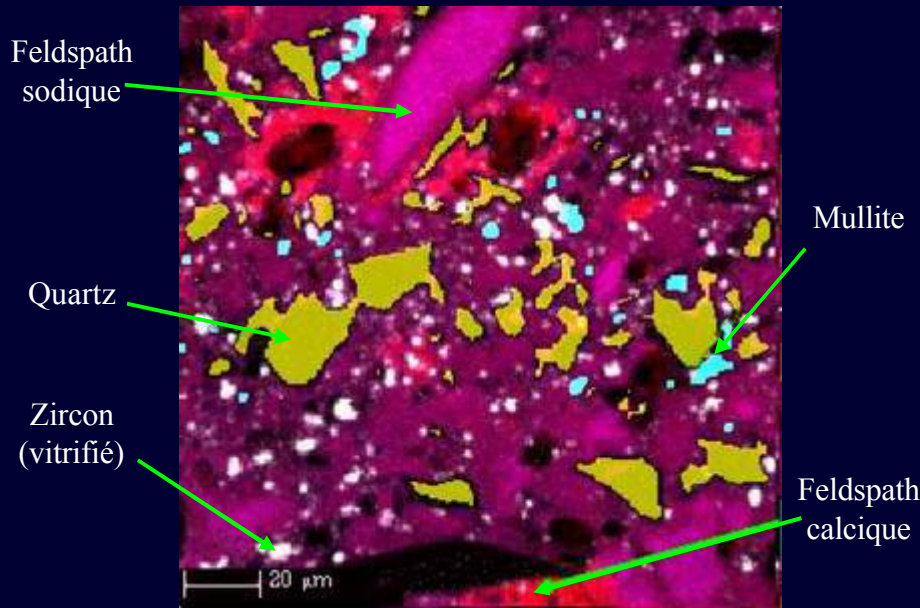
Observation du défaut en microscopie électronique



3. Domaine des carreaux

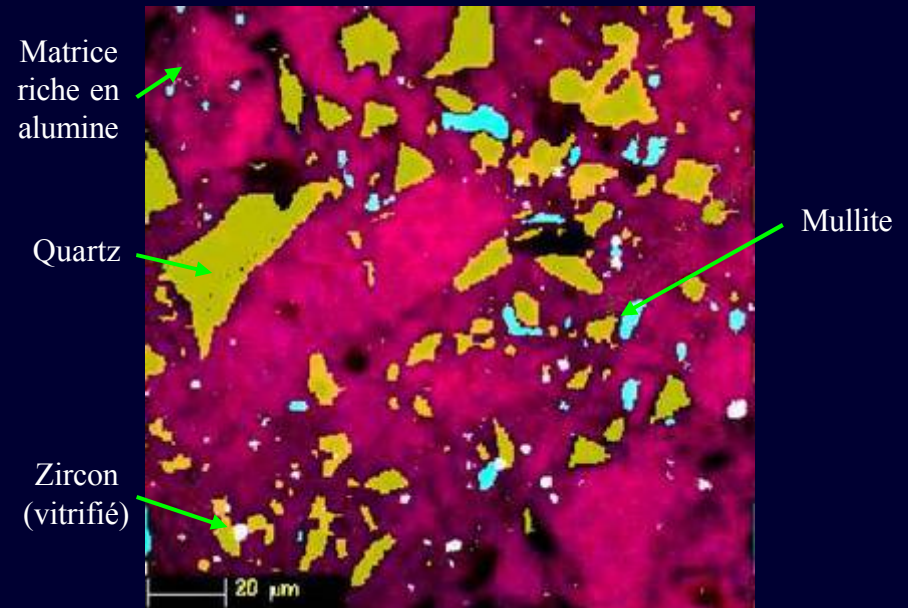
(Carreaux à haute résistance mécanique)

Type d'analyse : comparaison de la microstructure de 2 carreaux ayant des performances mécaniques différentes



Carreau n°1 : forte détérioration aux essais de « choc lourd »

Images X recombinaées



Carreau n°2 : faible détérioration aux essais de « choc lourd »

Images X recombinaées

Points semblables :

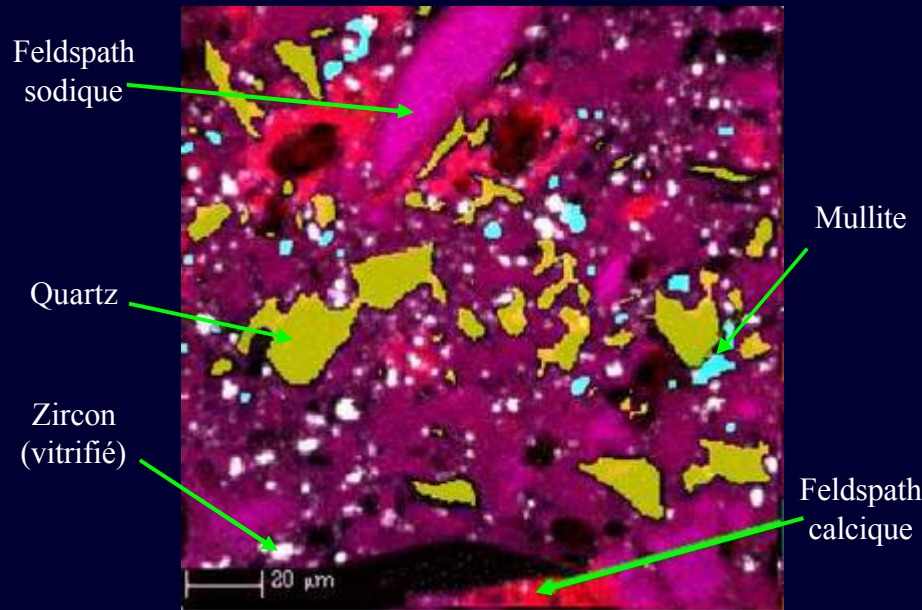
- Nbx grains de quartz résiduels (jusqu'à 70 µm)
- Relative pauvreté en cristaux de mullite : apparition d'un réseau de petits cristaux riches en aluminium attribuable à de la mullite en début de cristallisation



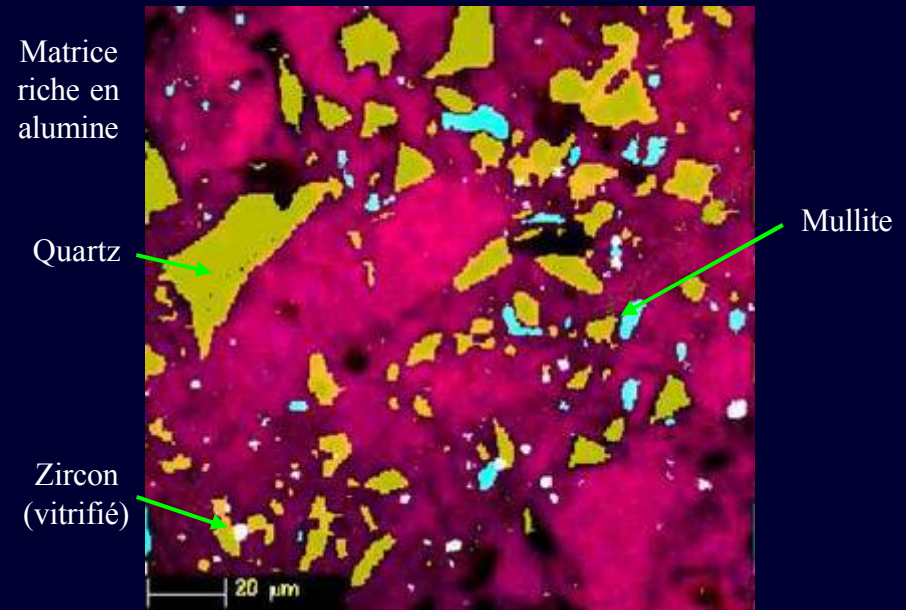
3. Domaine des carreaux

(Carreaux à haute résistance mécanique)

Type d'analyse : comparaison de la microstructure de 2 carreaux ayant des performances mécaniques différentes



Carreau n°1 : forte détérioration aux essais de « choc lourd »
Images X recombinaées



Carreau n°2 : faible détérioration aux essais de « choc lourd »
Images X recombinaées

Distinctions :

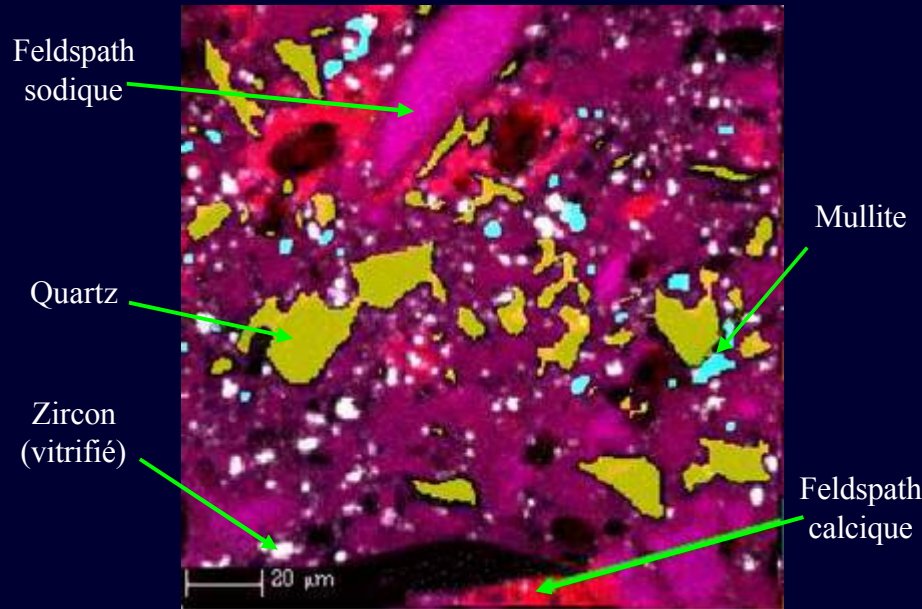
- Nbx grains de feldspath sodiques et calciques (jusqu'à 80 µm)
- Nbx grains de zircon
- Grains de feldspath plus vitrifiés et liés à la matrice
- Matrice plus riche en alumine



3. Domaine des carreaux

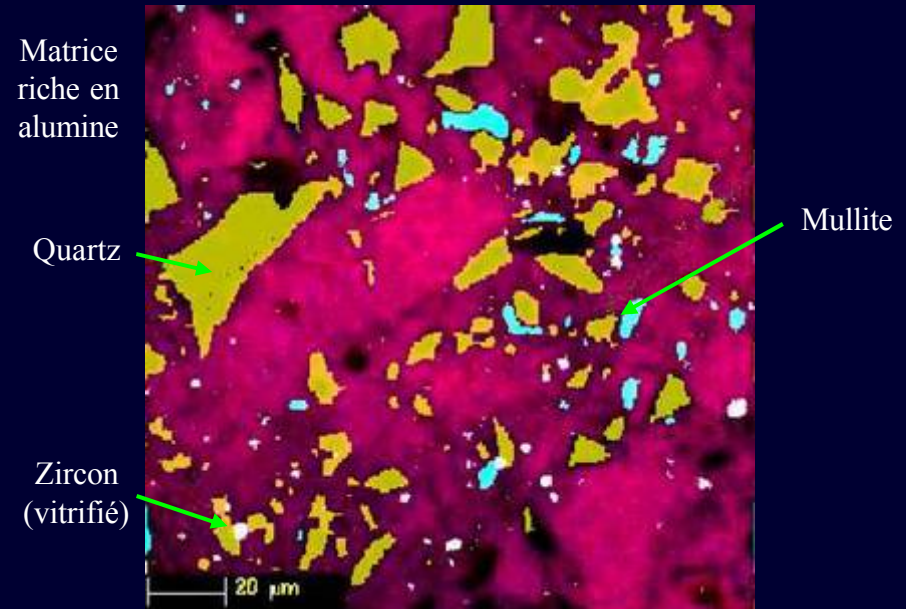
(Carreaux à haute résistance mécanique)

Type d'analyse : comparaison de la microstructure de 2 carreaux ayant des performances mécaniques différentes



Carreau n°1 : forte détérioration aux essais de « choc lourd »

Images X recombinaées



Carreau n°2 : faible détérioration aux essais de « choc lourd »

Images X recombinaées

Conclusions :

- Le taux d'alumine élevé dans le carreau le plus résistant peut être un facteur de renforcement en assurant le développement d'une phase liante + résistante et - poreuse
- l'apport de zircon micronisé (sûrement à des fins de blancheur) dans le carreau moins résistant n'apporte aucun renforcement



4. Les céramiques techniques

Tête d'impression



4. Les céramiques techniques

(Tête d'impression)

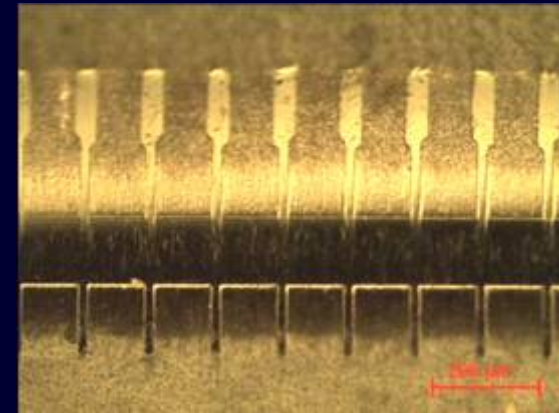
Type d'analyse : recherche de la source d'encrassement d'une tête d'impression

Partie céramique (noire)

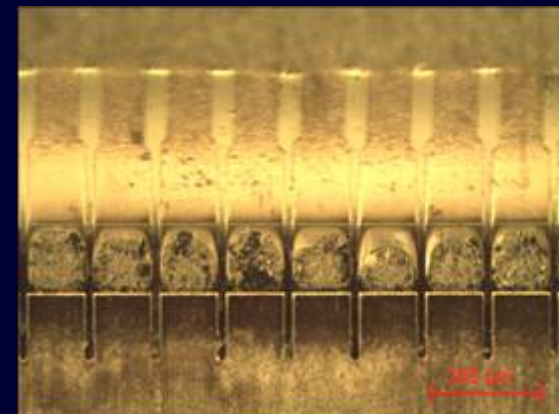


Assemblage métallique

Zone non encrassée



Zone encrassée



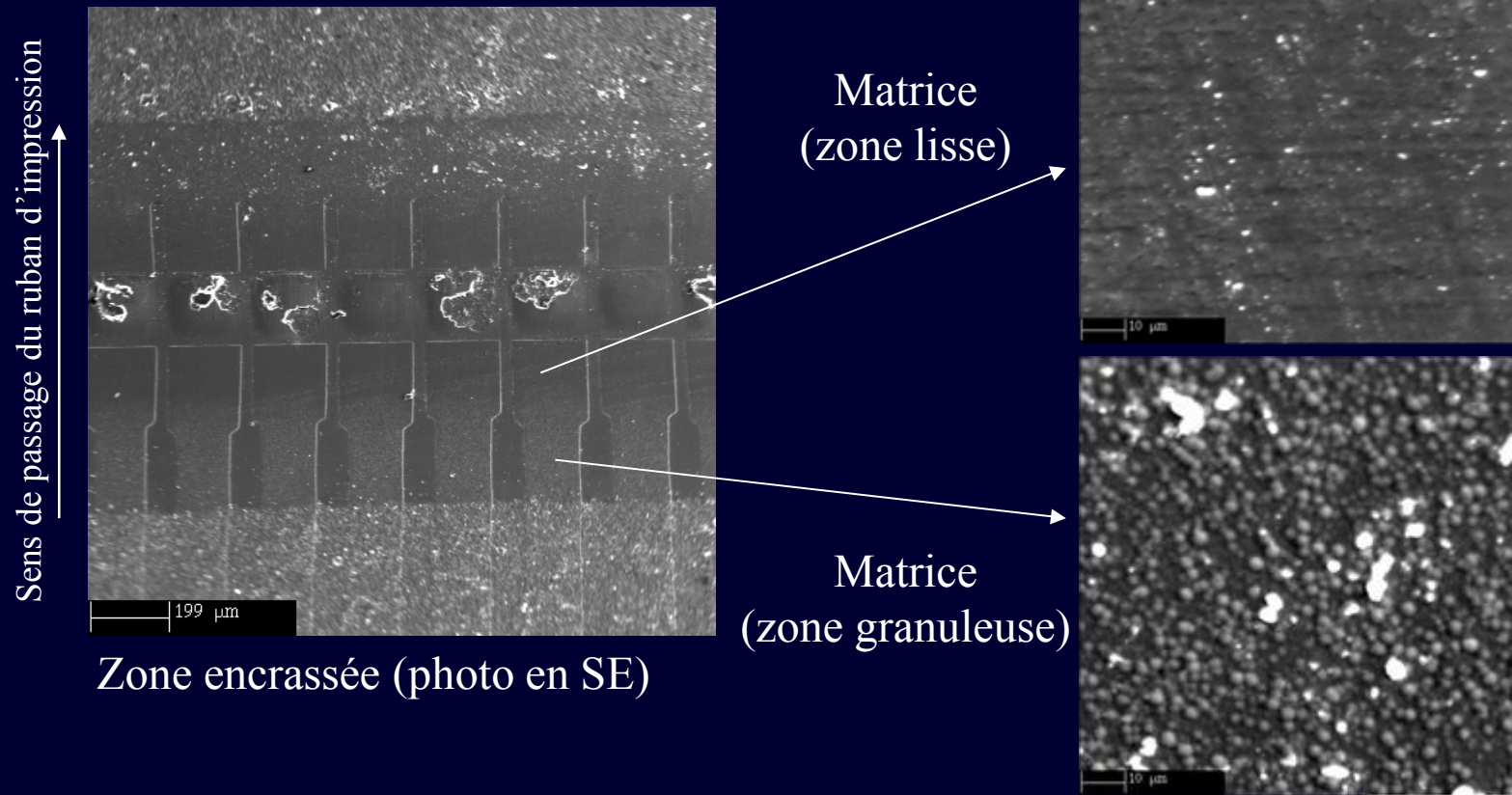
Observation du défaut en microscopie électronique



4. Les céramiques techniques

(Tête d'impression)

Type d'analyse : recherche de la source d'encrassement d'une tête d'impression

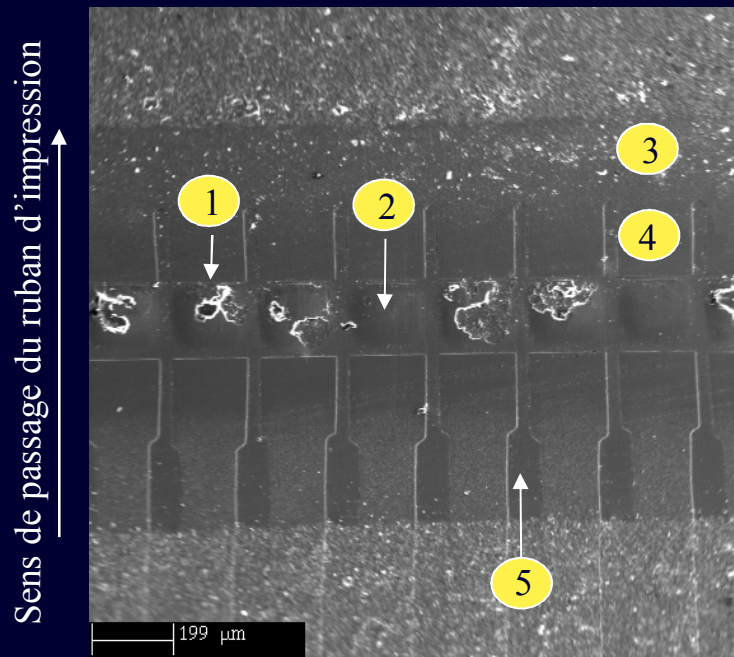


 Origine des dépôts : dégradation par friction de la matrice

4. Les céramiques techniques

(Tête d'impression)

Type d'analyse : recherche de la source d'encrassement d'une tête d'impression



Zone encrassée (photo en SE)

OXYDES	1	2	3	4	5
	Dépôt dans aspérité	Aspérité sans dépôt	Matrice granuleuse	Matrice lisse	Tige
Na ₂ O	0.4	ND	ND	ND	ND
MgO	0.5	0.1	ND	ND	ND
Al ₂ O ₃	4.1	1.2	4.7	4.7	7.2
SiO ₂	77.1	85.1	92.2	92.3	90.0
P ₂ O ₅	5.4	0.2	0.1	ND	ND
SO ₃	0.2	0.1	ND	ND	ND
K ₂ O	0.5	ND	ND	ND	ND
CaO	3.8	0.1	0.2	0.2	0.2
TiO ₂	0.3	0.1	ND	0.1	ND
Fe ₂ O ₃	0.6	0.1	0.4	0.3	0.3
ZnO	2.0	2.9	ND	ND	ND
Sb ₂ O ₅	3.9	9.9	ND	ND	ND
WO ₃	1.1	0.2	2.4	2.4	2.3
Total	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0



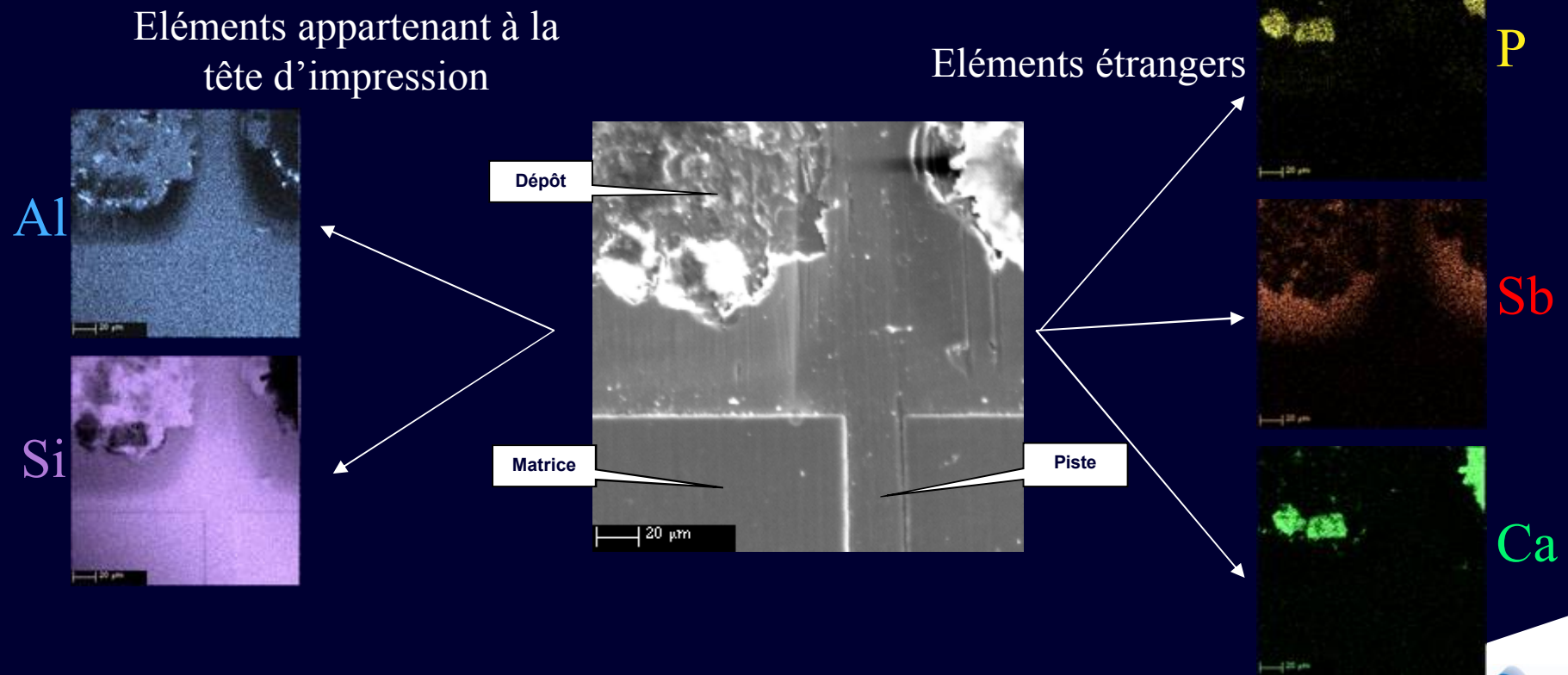
Dépôt issu de la dégradation de la matrice (Al, Si, W) + pollution externe (P, Ca, Mg, K...)



4. Les céramiques techniques

(Tête d'impression)

Type d'analyse : recherche de la source d'encrassement d'une tête d'impression



Dépôt issu de la dégradation de la matrice (Al, Si)
+ pollution externe (P, Sb, Ca) ruban + encre

5. Les nouvelles « céramiques »

Fer à lisser



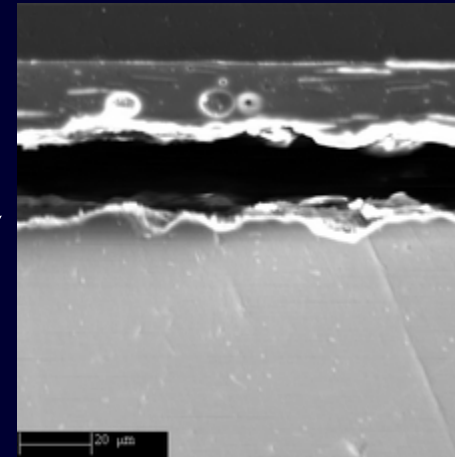
5. Les nouvelles « céramiques »

(Fer à lisser)

Type d'analyse : caractérisation d'un revêtement dit céramique

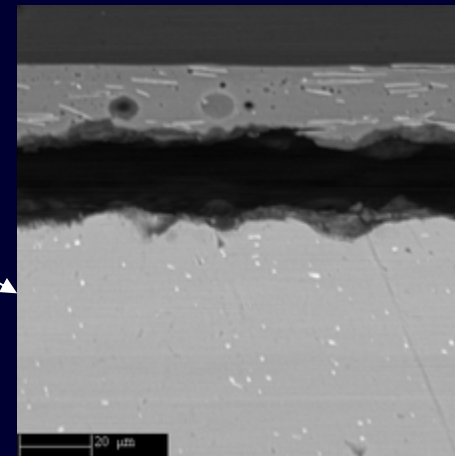


Vue en SE
Contraste
topographique
X 500



Observation :
Mauvaise
accroche du
revêtement de
surface

Vue en BSE
Contraste
chimique
X 500



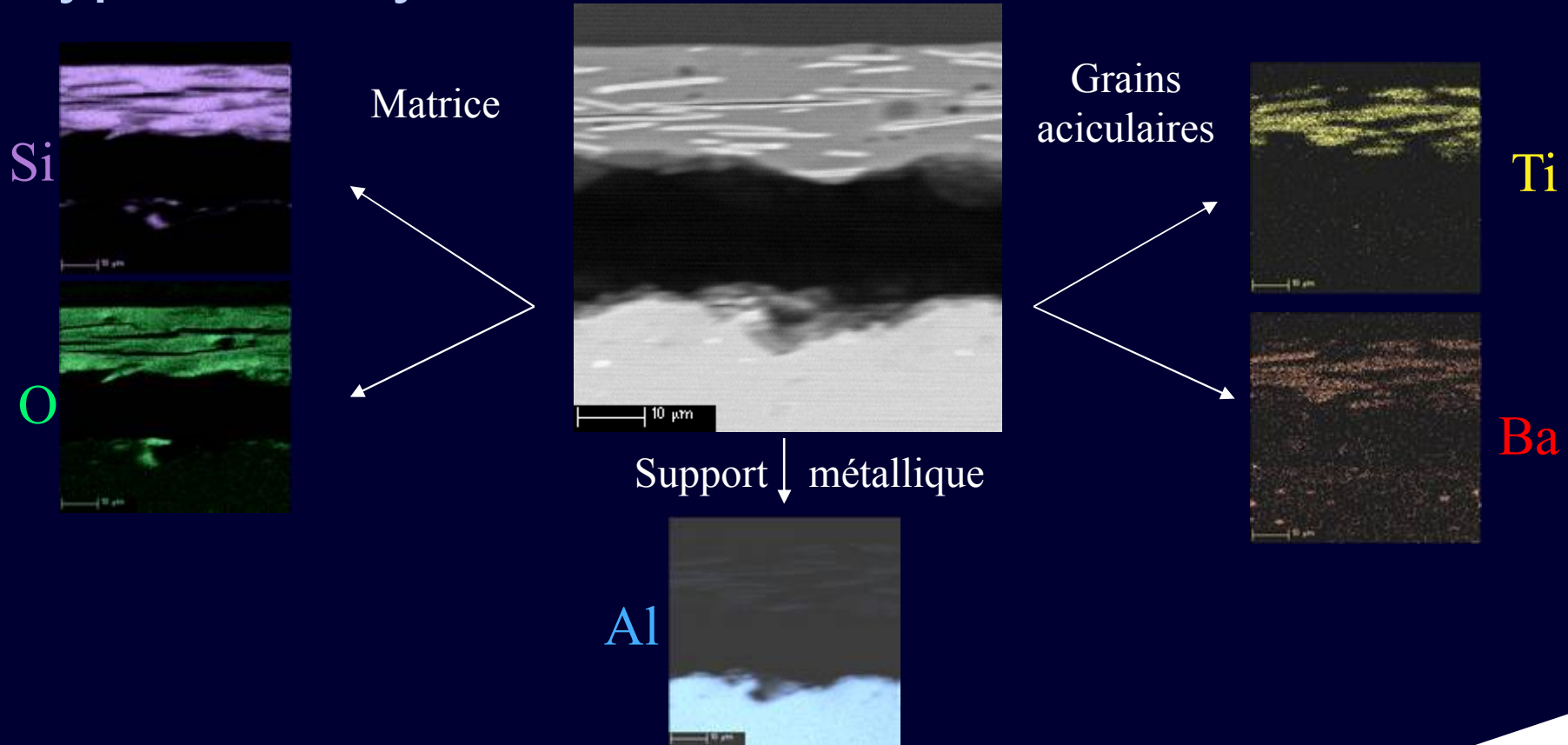
Observation :
présence de
grains aciculaires
dans le
revêtement de
surface



5. Les nouvelles « céramiques »

(Fer à lisser)

Type d'analyse : caractérisation d'un revêtement dit céramique



Ccl : Inclusions de titanate de baryum oxydé et d'alumine dans une matrice base silicone



Merci pour votre attention

Camille LABROSSE

Ingénieur d'essai et de développement

Laboratoire LC₂M – Pôle Microstructure

01 56 56 70 91

labrosse.sfc@ceramique.fr

GN-MEBA - 6 et 7 juin 2013



Société Française de Céramique