

Implication du polissage mécanique pour l'imagerie MEB et les micro-analyses

S. Delchini, G. Wille, M. Alleki, A. El Mendili, S. Gaboreau



Journées pédagogiques GN-MEBA – 6 et 7 décembre 2018



Introduction

La préparation des échantillons est une étape clé :

- Observation de qualité au microscope électronique à balayage
- Réalisation d'une micro-analyse correcte

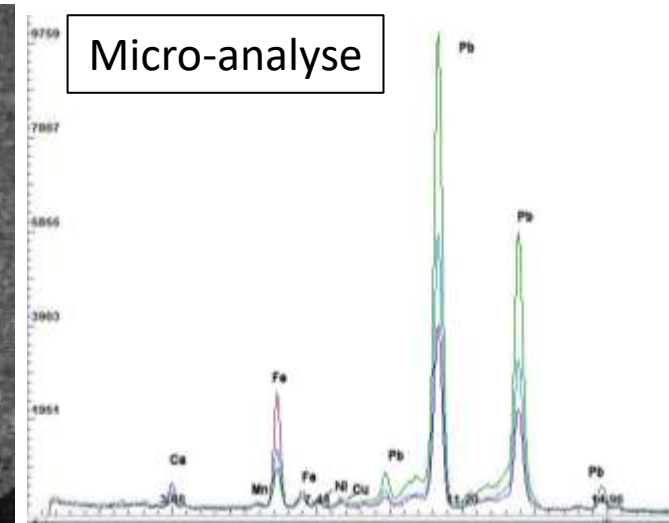
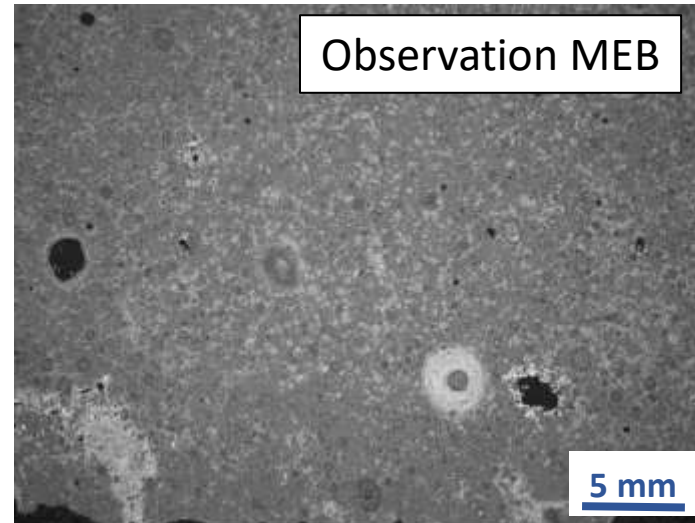
Objectif de la préparation :

- Modifier la texture de surface (plutôt que la forme)
- **Pas à n'importe quel prix**
 - Tous les éléments structuraux doivent être conservés
 - La surface doit être exempte de rayures et de déformations
 - L'échantillon doit être plan et poli

➤ **Polissage mécanique**



Préparation



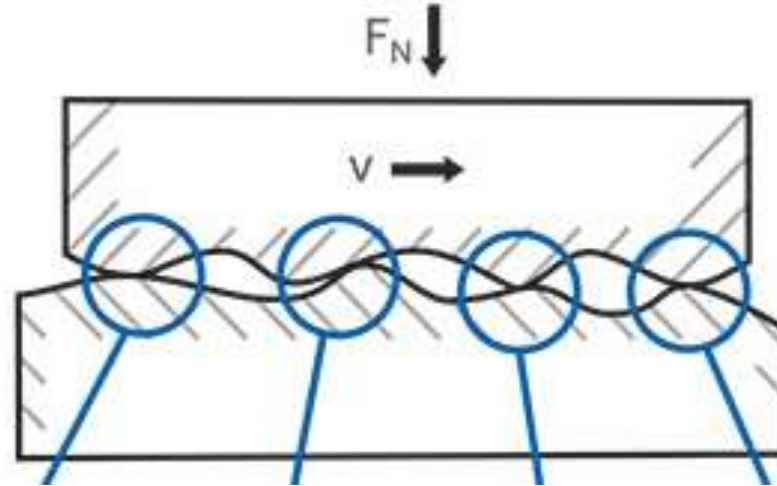
Polissage mécanique

- Enlever de la matière au moyen de particules abrasives de plus en plus fines au niveau de la surface de l'échantillon jusqu'à obtention du résultat recherché → *rayures non visibles par la technique d'observation / analyse utilisée*
- Echantillon est travaillé lentement en se basant sur les principes de la tribologie

➤ Tribologie

- Phénomènes susceptibles de se produire entre 2 systèmes matériels en contact

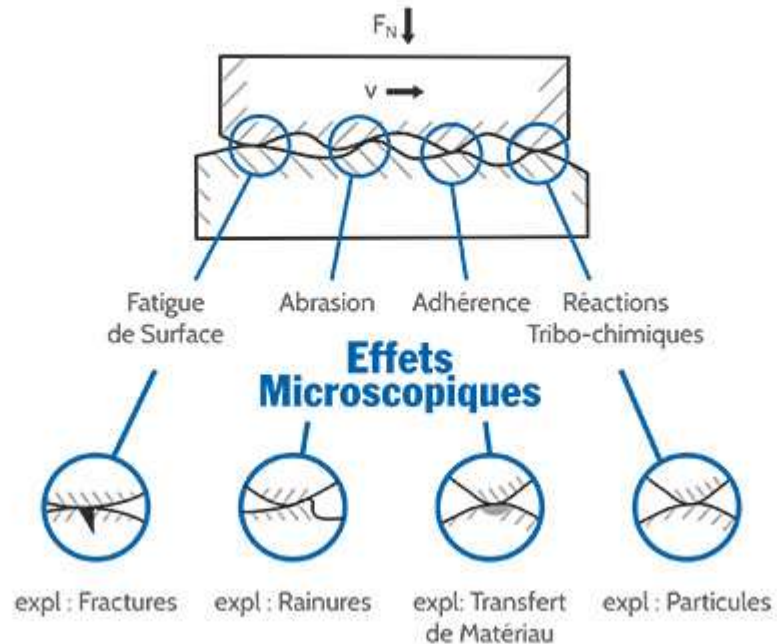
- Usure
- Frottement
- Lubrification



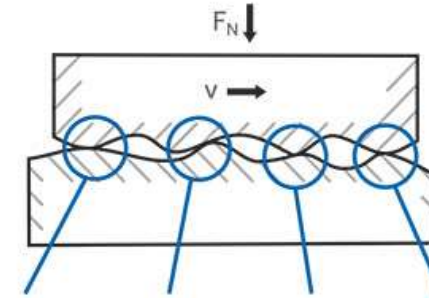
Mécanisme d'usure

Frottement : une force qui s'oppose au mouvement relatif qui se produit entre deux corps en contact

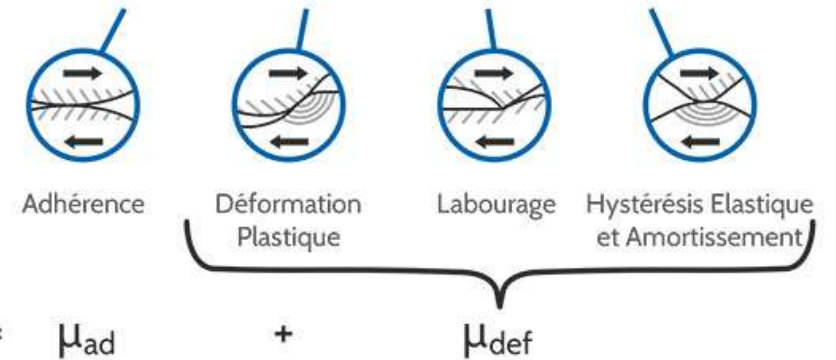
MÉCANISMES D'USURE:



I - INITIATION DE L'ÉNERGIE: CONTRAINTES TRIBOLOGIQUES



II - TRANSFORMATION DE L'ÉNERGIE



III - DISSIPATION DE L'ÉNERGIE:

PROCÉDÉS THERMIQUES, ÉMISSION D'ÉNERGIE, DISSIPATION DE L'ÉNERGIE

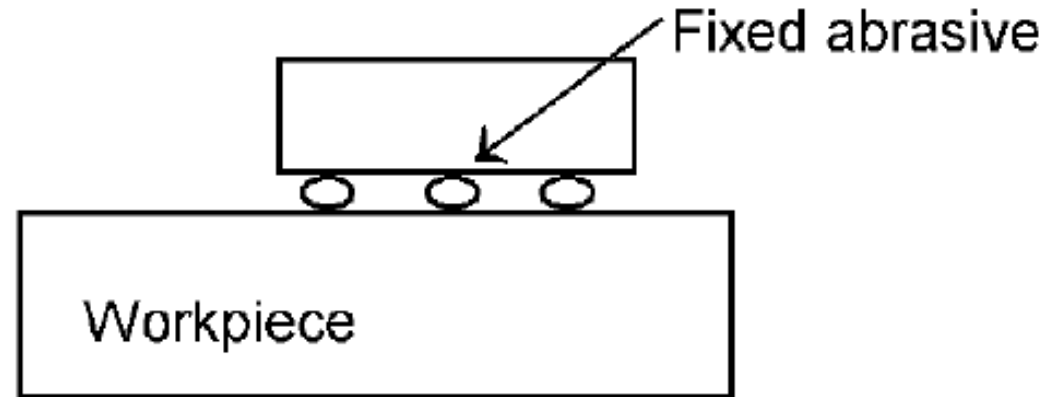
Abrasion

Le polissage met en œuvre 2 types de systèmes abrasifs

- Abrasion à 2 corps

Meulage, rodage, pré-polissage

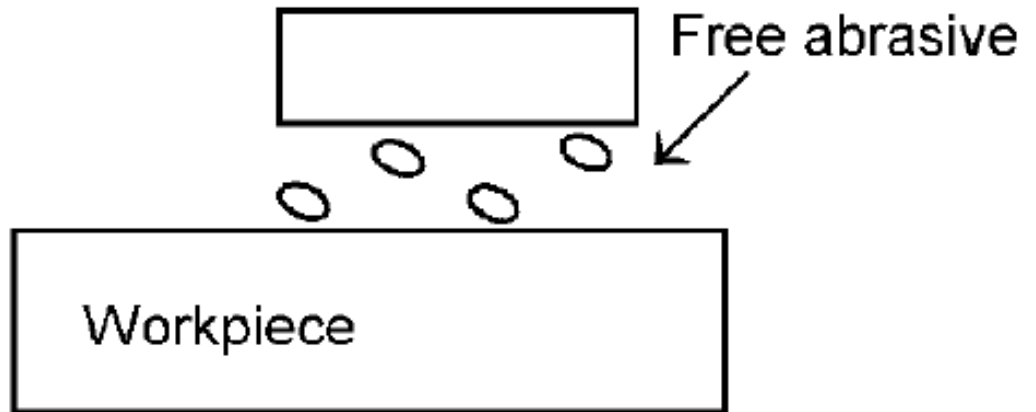
L'abrasif est solidaire d'une pièce mobile en mouvement



- Abrasion à 3 corps

Polissage

L'abrasif est libre et non fixé, pris entre l'échantillon et une pièce mobile en mouvement



Séquence classique

Mise aux dimensions
Scie



Rodage
(rectifieuse, ...)



Pré-polissage
ou polissage
grossier



Polissage
fin



Scie à roches



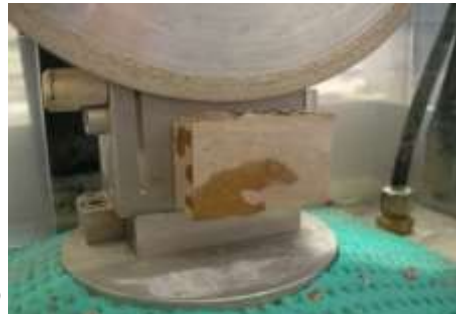
Rodeuse



Polissage



Scie à fil



Scie de précision



Pré-polissage



Polissage



Vit. de rotation



Abrasif



Durée



Force



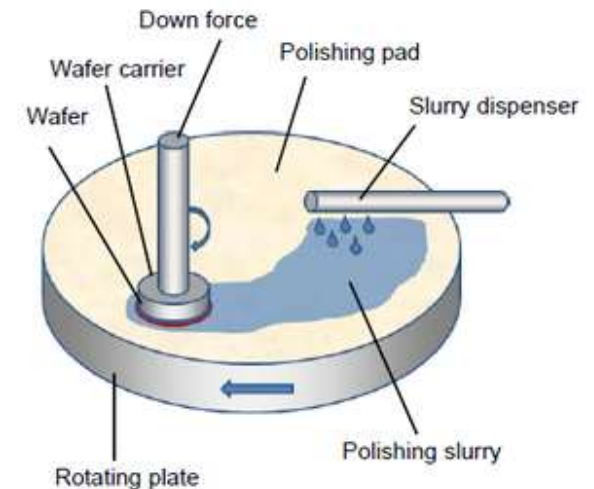
Lubrifiant



Température

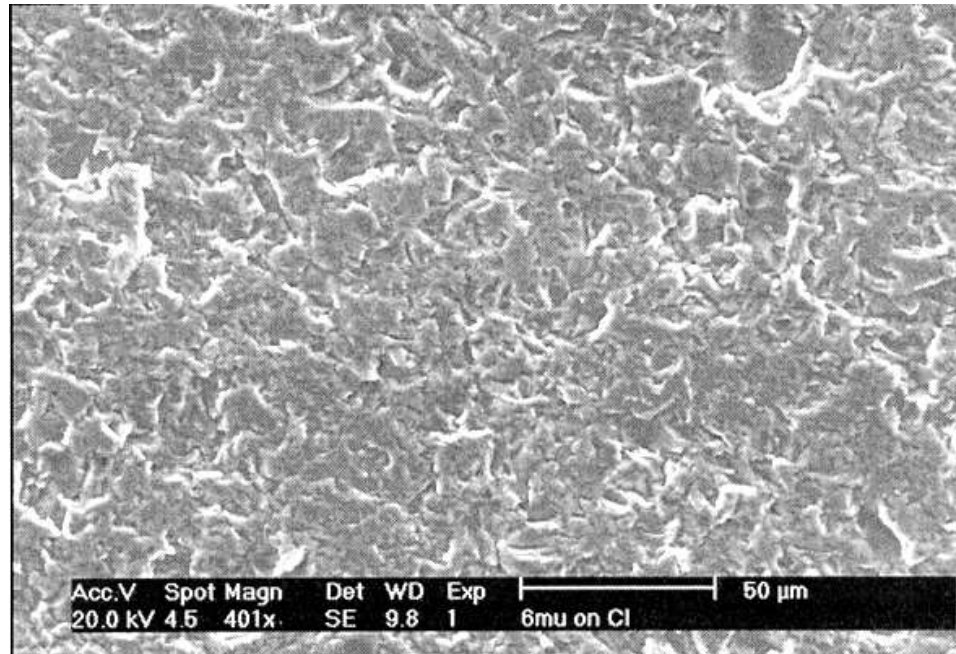
Support	Meule – papier abrasif – disque de polissage
Abrasif	Diamant – Carbure de Si (SiC) – Oxyde Al (Al ₂ O ₃) – Silice colloïdale
Taille de grain	Dizaines → centièmes µm
Lubrifiant	Eau – Huile – Alcool ...
Vitesse (tr/min)/sens	Dizaines - centaines t/min
Poids	Centaines de grammes
Temps (min)	Min. – heure(s)

- Un grand nombre de paramètres vont influencer le polissage d'un échantillon
 - Les propriétés intrinsèques de l'échantillon > dureté des minéraux si roche...
 - Facteur externe
 - Force
 - Vitesse de rotation
 - Durée
 - Abrasif
 - Lubrifiant
 - Température



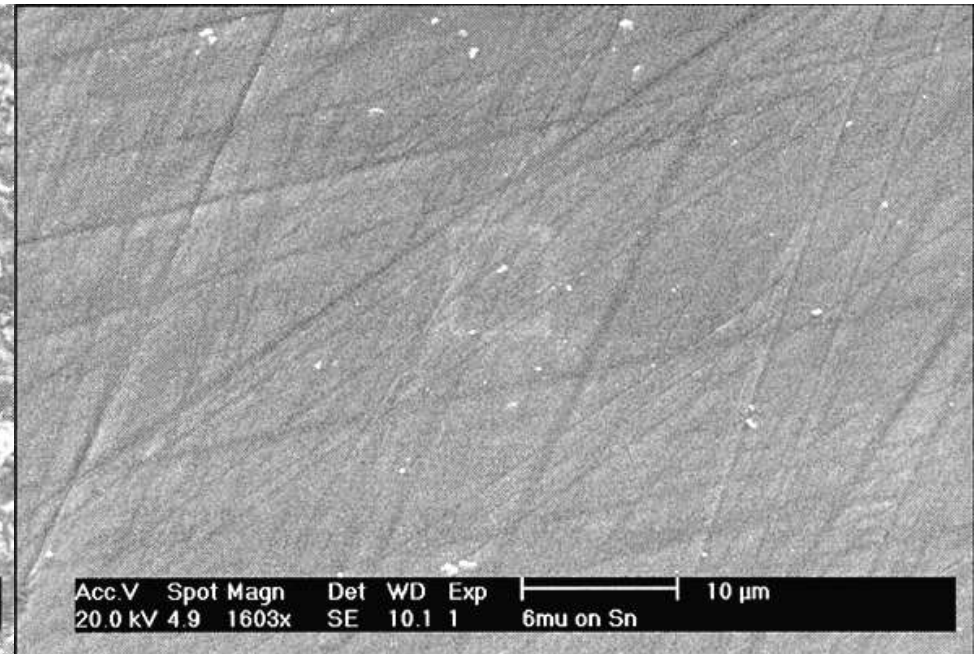
Topographie de surface

Fonte



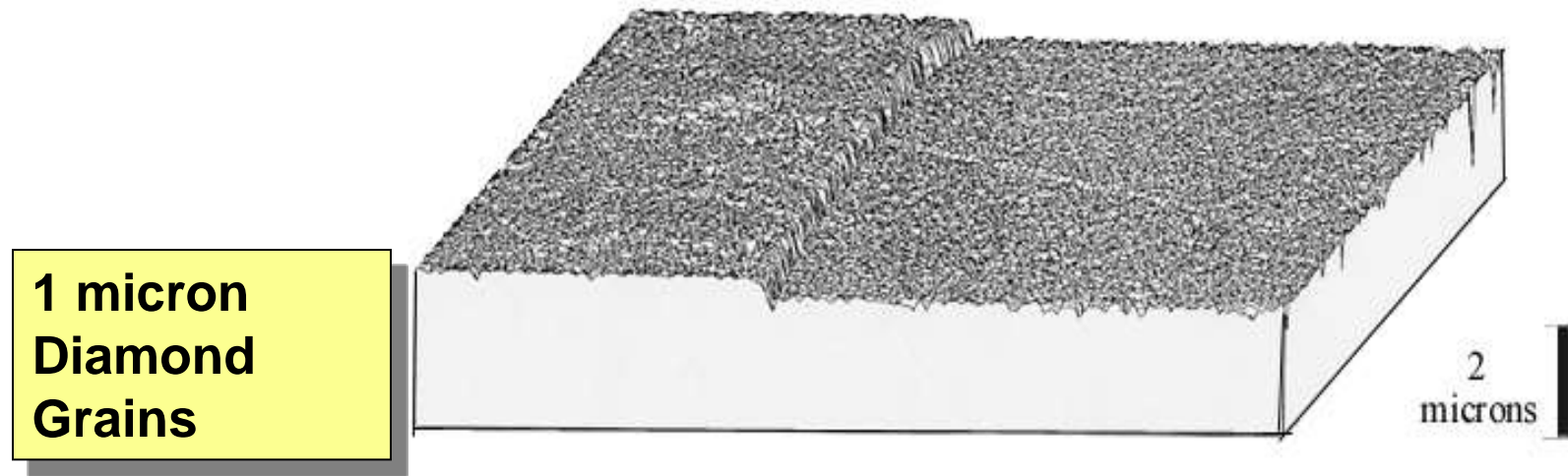
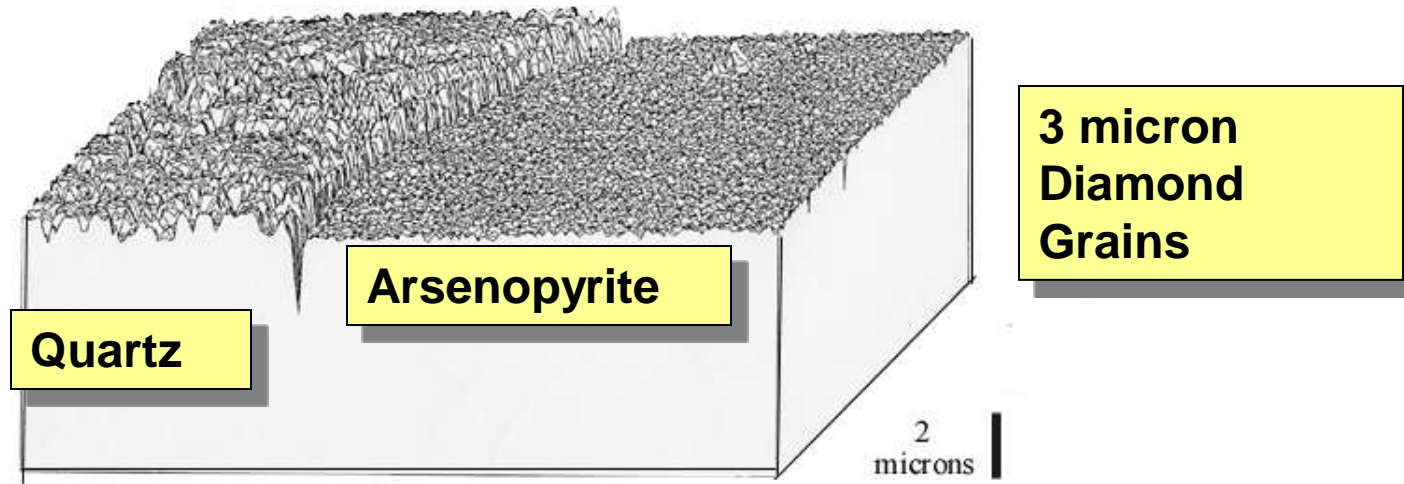
**6 micron
Diamond
Grains on Cast
Iron**

Etain



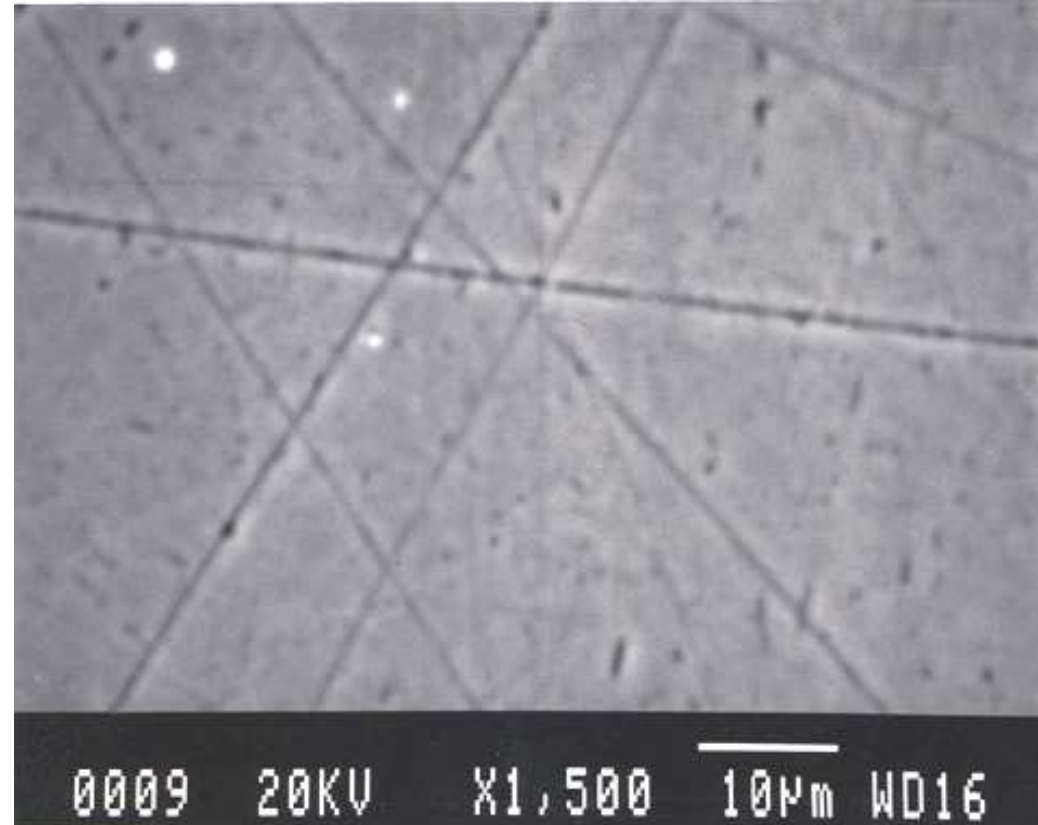
**6 micron
Diamond
Grains on Tin**

Topographie de surface \Leftrightarrow taille des grains abrasifs liés



Topographie de surface \Leftrightarrow taille des grains abrasifs

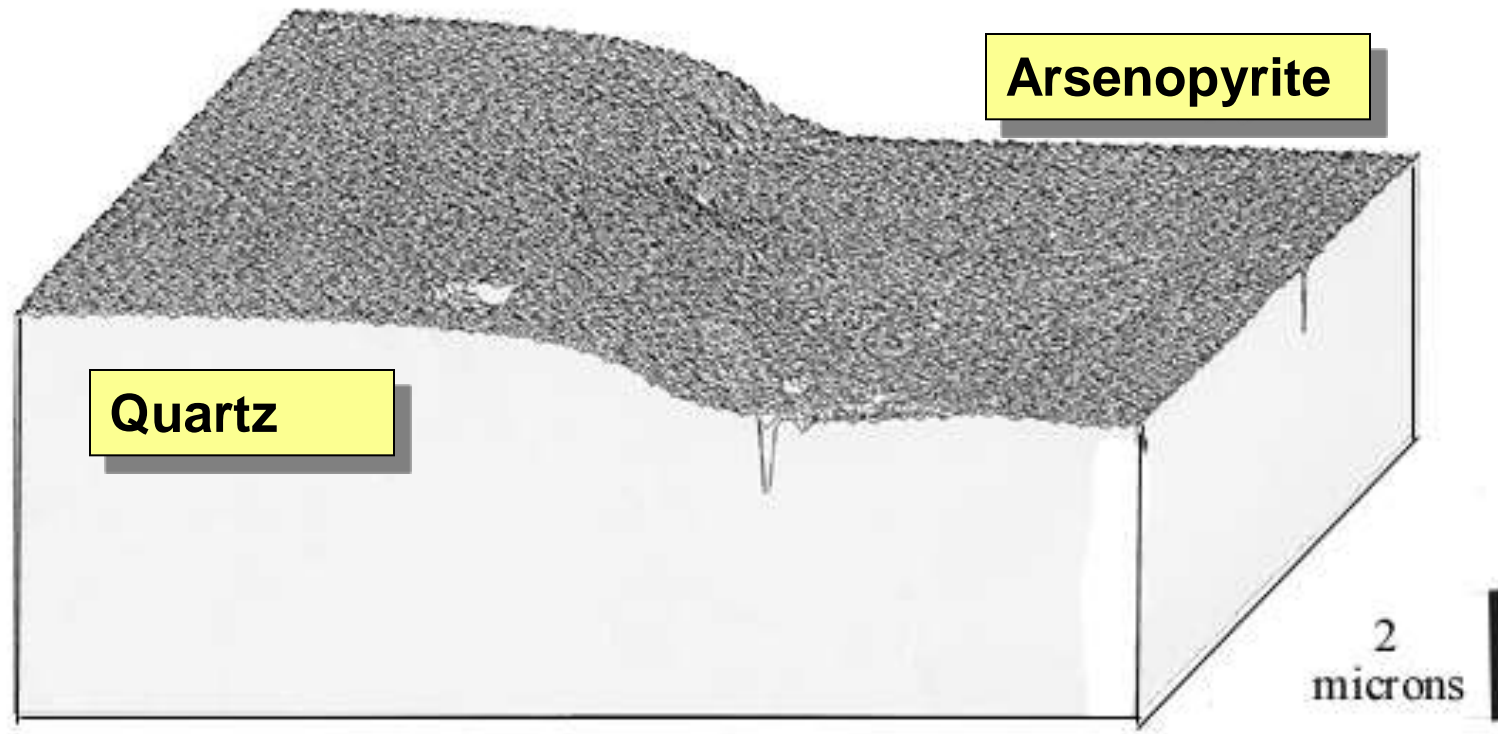
Surface Topography of a Mechanically Polished Specimen



*Rayure provenant
probablement d'une
étape précédente du
protocole de polissage*

**Sphalérite (ZnS) polycristallin
poli sur feutre nylon
Abrasif: 0.25 micron diamant**

Topographie de surface \Leftrightarrow polissage avec abrasif libre



Pré-polissage

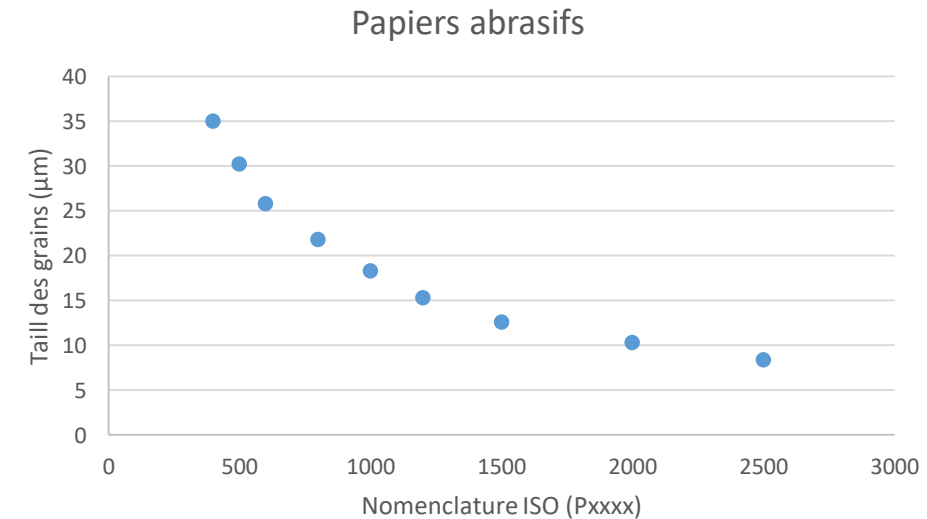
Enlever de la matière au moyen de particules abrasives de plus en plus fines au niveau de la surface de l'échantillon jusqu'à une bonne planéité et éliminer des dommages de surface créés lors de la rectification (jusqu'à environ $6\mu\text{m}$)

Matériels possibles:

- Papiers abrasifs avec différents types de grains, selon la nature de l'échantillon (carbure de silicium, alumine, diamant)
- Feutres et pâtes abrasives (carbure de silicium, alumine, diamant)

Granulométries

- Abrasifs liés: Papiers de P80 (grains de $200\mu\text{m}$) à P4000 (grains de $6\mu\text{m}$)
- Abrasifs libres
 - Poudres, pâtes et suspensions aqueuses (grains $< 100\mu\text{m}$)
 - Feutre (selon nature du matériau à polir et abrasif)



Polissage

Selon le type de microscopie, on cherche observer des détails de l'ordre du micromètre (optique - la limite physique due à la diffraction de la lumière étant d'environ $0,5 \mu\text{m}$) voire du nanomètre (MEB, MET), il faut donc polir pour que les rayures soient plus petites.

Matériels possibles:

- Feutres et pâtes abrasives / suspensions (carbure de silicium, alumine, diamant)

Granulométries

- Abrasifs libres
 - Poudres, pâtes et suspensions (aqueuses ou non) (grains d'environ $15\mu\text{m}$ à $0.25\mu\text{m}$)
 - Polissage ultra-fin (ex. EBSD) (colloïdes alumine ou silice jusqu'à $< 0.05\mu\text{m}$) → *exposé Camille PARLANGÉAU*
 - Feutre (selon nature du matériau à polir et abrasif)
 - Lubrifiant: eau, lubrifiant non aqueux (huiles, alcools) \Leftrightarrow caractéristiques (viscosité, pH, réactivité)

Polissage - matériel

- Support
 - En accord avec les autres éléments : nature et granulométrie de l'abrasif, caractéristiques du lubrifiant
 - Changer le feutre très régulièrement (usure) et après le polissage de matériaux très friables ou collants (risque de pollution des échantillons suivants)
- Abrasif
 - Selon la dureté de l'échantillon à polir
 - Le feutre doit être humide mais non détrempé (sauf suspensions colloïdales)
 - Approvisionnement régulier (automatique possible) selon durée de polissage

Paramètres

- Pression (en général, quelques centaines de grammes)
- Vitesse de rotation
- Durée de polissage

Tableau 1

ETAPES	ABRASIF	SUPPORT	PRESSIION TOTALE	VITESSE DE ROTATION	TEMPS DE POLISSAGE	NETTOYAGE	CONTROLE
1	Diamant polycristallin 9 μ Pâte + Suspension	RAM II (PREST)	600g	100 t/mn	40mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
2	Diamant polycristallin 6 μ Pâte + Suspension	RAM (PREST)	400g	100 t/mn	50mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
3	Diamant mono cristallin 3 μ Pâte + Suspension	4x4 (LAMPLAN)	340g	100 t/mn	45mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
4	Diamant mono cristallin 1 μ Pâte + Suspension	VERDUTEX (BUHELER)	300g	80 t/mn	45mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
5	Diamant mono cristallin 1/4 μ Pâte + Suspension	DP DAC (STRUERS)	240g	60 t/mn	45mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
6*	Silice colloïdale 0.04 μ (SFI de LOGITECH)	LDR1 Embossé (PREST)	240g	60 t/mn	5-10mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
7						Ethanol et séchage au sèche cheveux	Microscope métallographique

Étape EBSD

* Etape 6 : ramenez à un Ph neutre avec de l'eau oxygénée (5ml de SFI et 8ml de H₂O₂). ATTENTION, pour les roches qui ont des inclusions métalliques, ne pas utiliser de l'eau oxygénée (H₂O₂).

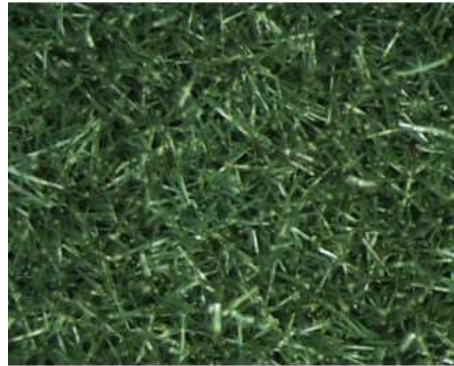
Polissage

Feutre de polissage

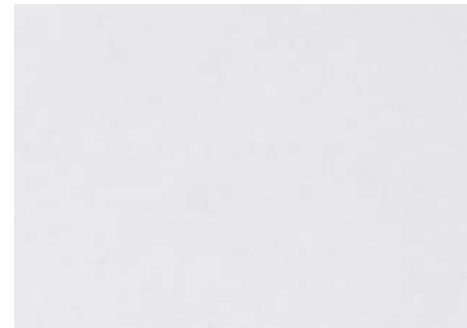
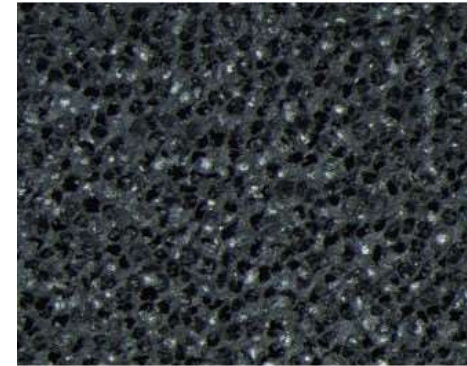
Pré-polissage ($\rightarrow 6\mu\text{m}$)



Polissage ($\rightarrow 1/4\mu\text{m}$)



Finition EBSD



Application sur 3 roches différentes

- Effet du polissage mécanique sur 3 roches
 - Protocole classique de préparation des lames minces
 - Rectifieuse > 30 μm
 - Polissage à l'eau ou à l'huile

Paramètres de préparation :

- Poids constant
- Vitesse de rotation constante
- Durée de travail constante



Granite – carrière de Sidobre



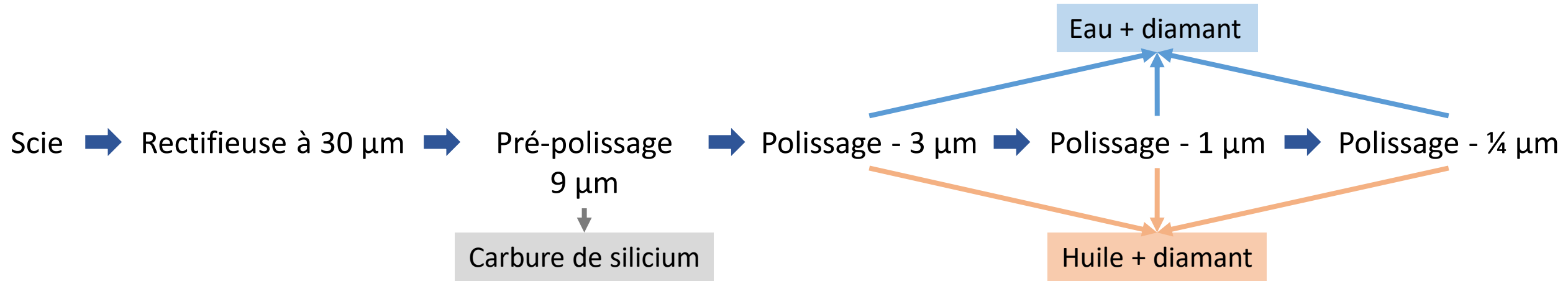
Gisement de bauxite – Bedarieux (34)



Cristaux de pyrite

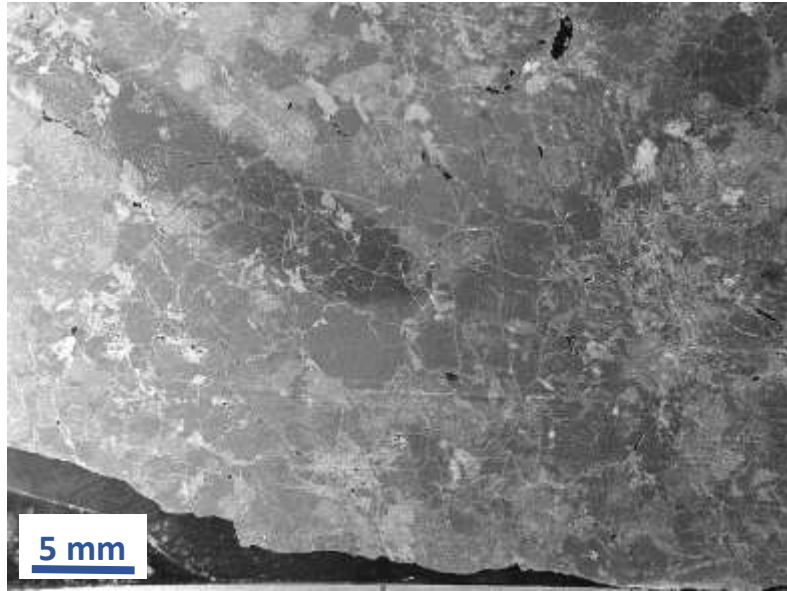
Roche	
granite	Roche dure
bauxite	Roche tendre
pyrite	Mono-minéral, dureté moyenne (6.5 Mohs)

Application sur 3 roches différentes - Protocole

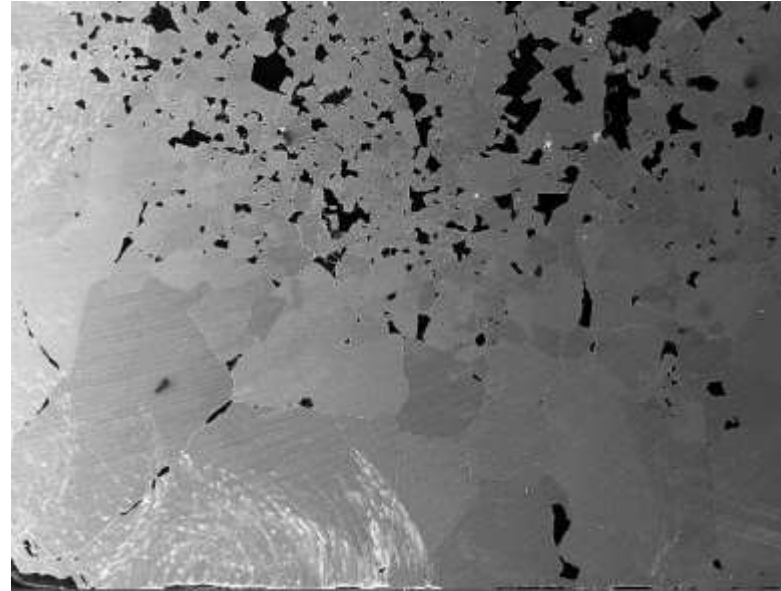


Application : rectifieuse à meule diamantée d30 (grain 30 μm)

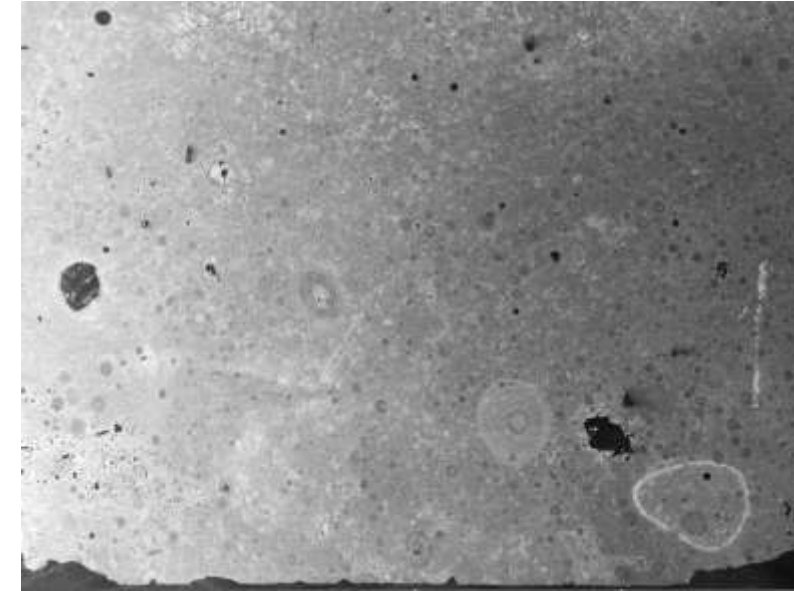
Granite



Pyrite

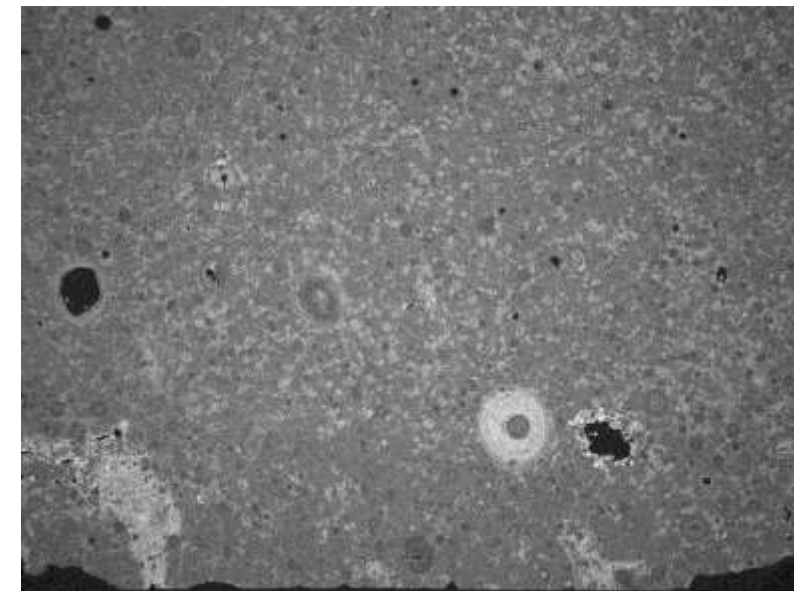
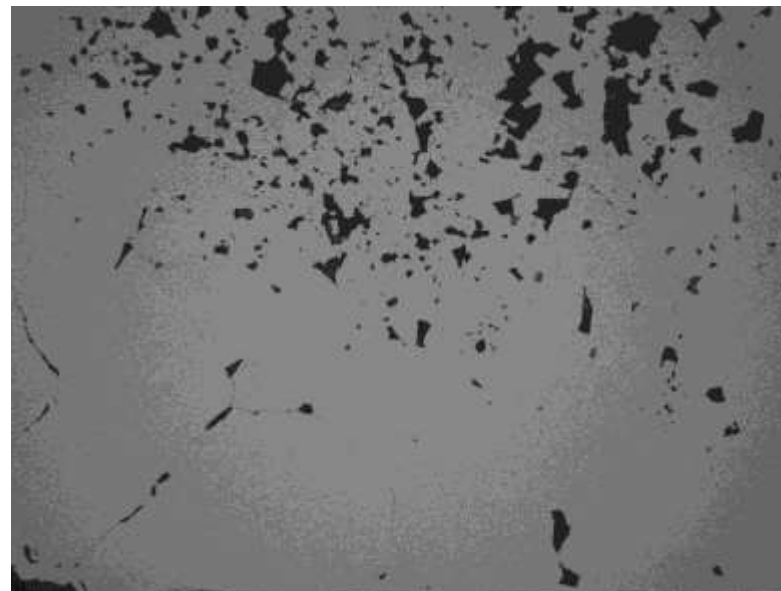
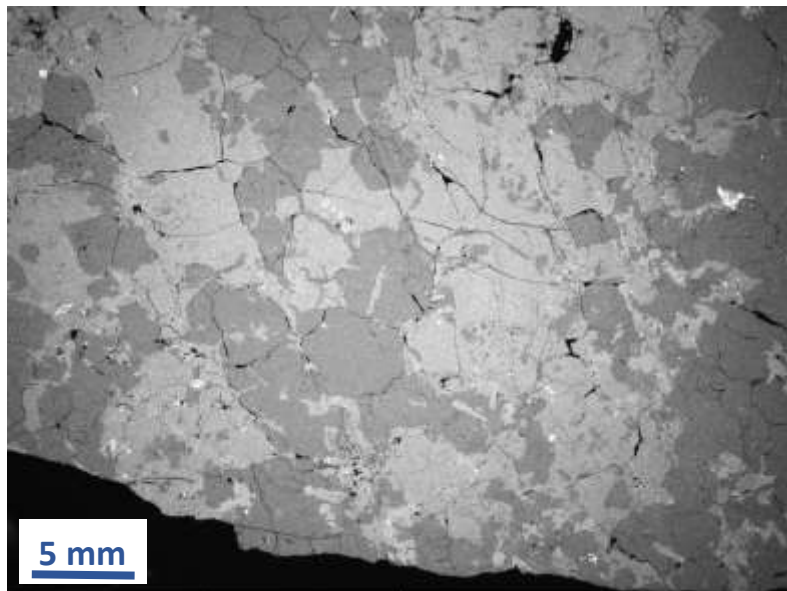


Bauxite



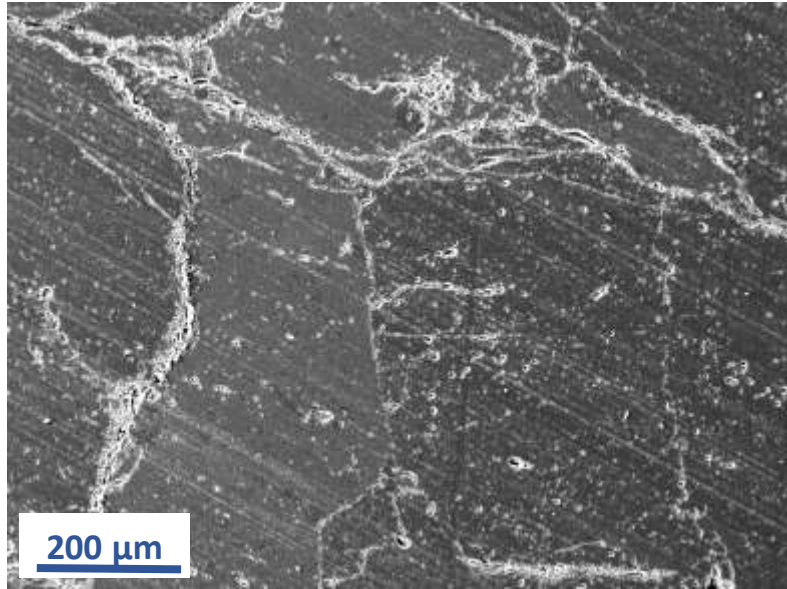
Electrons secondaires

Electrons rétrodiffusés

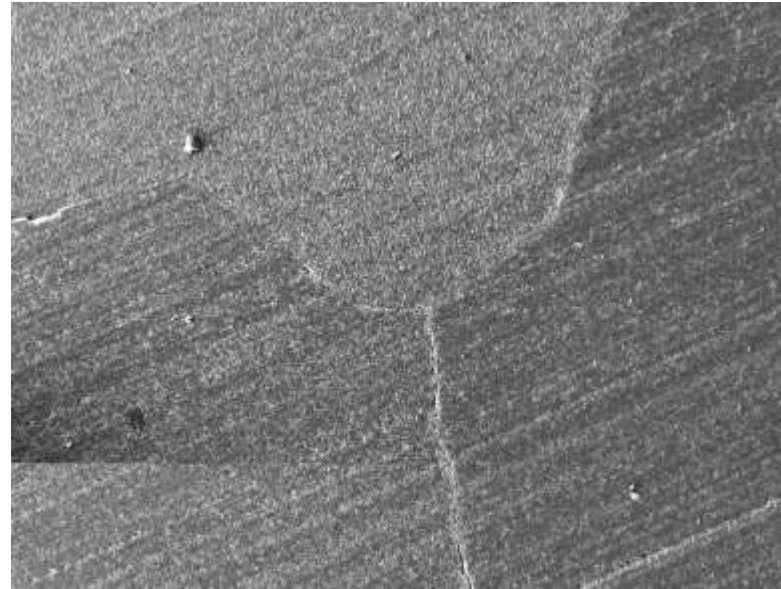


Application : rectifieuse à meule diamantée d30 (grain 30 μm)

Granite



Pyrite

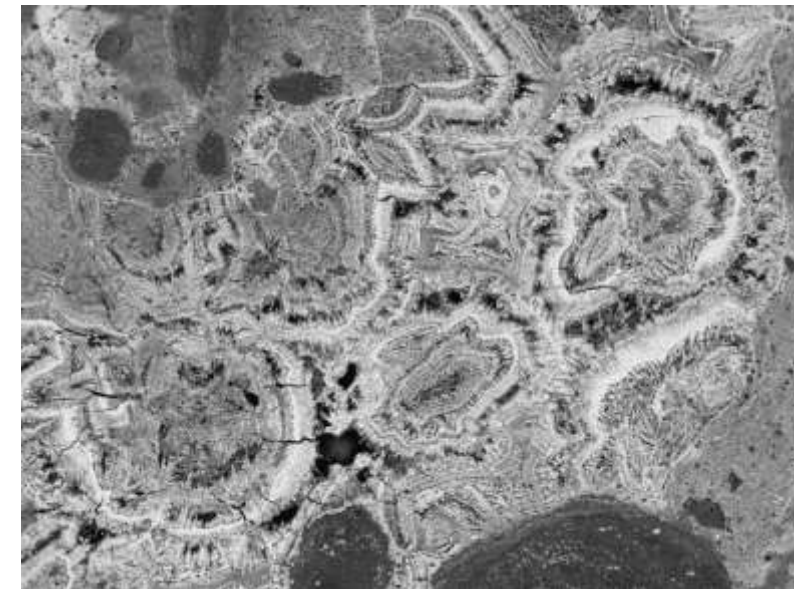
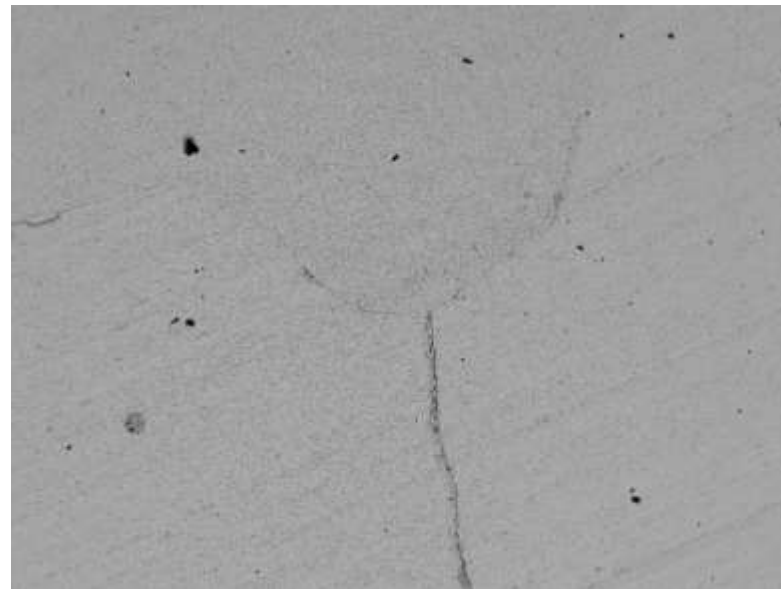
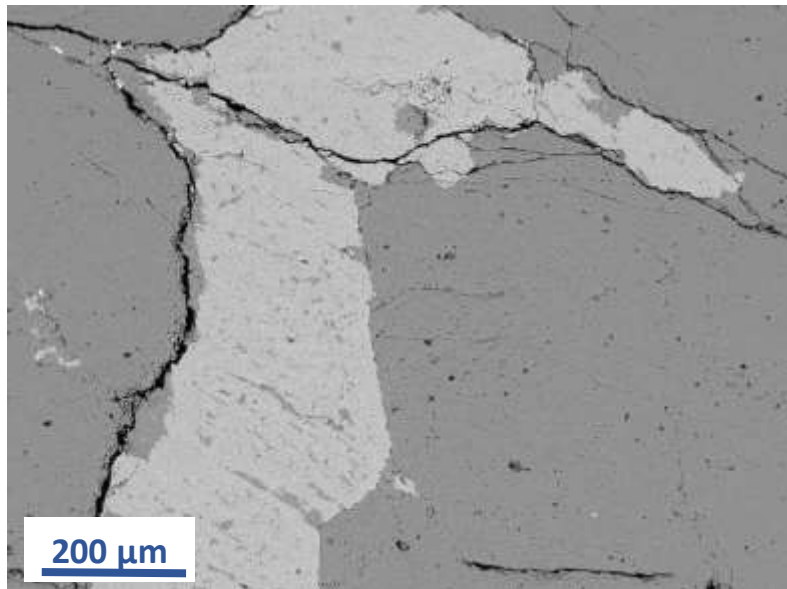


Bauxite



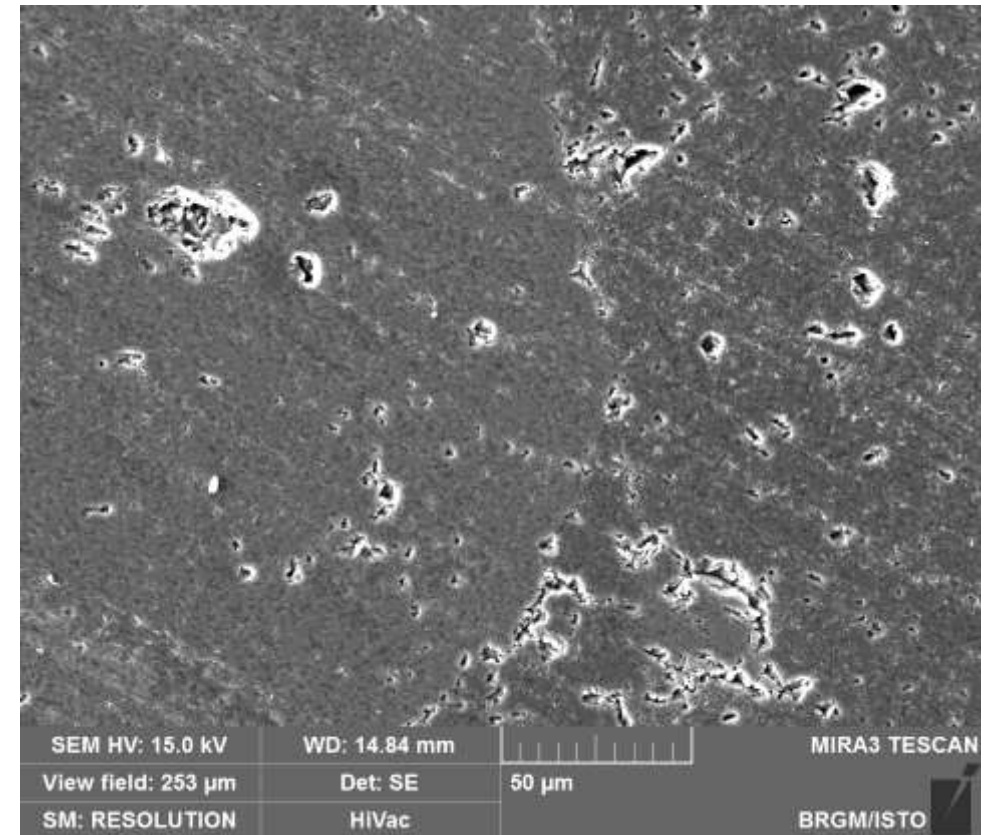
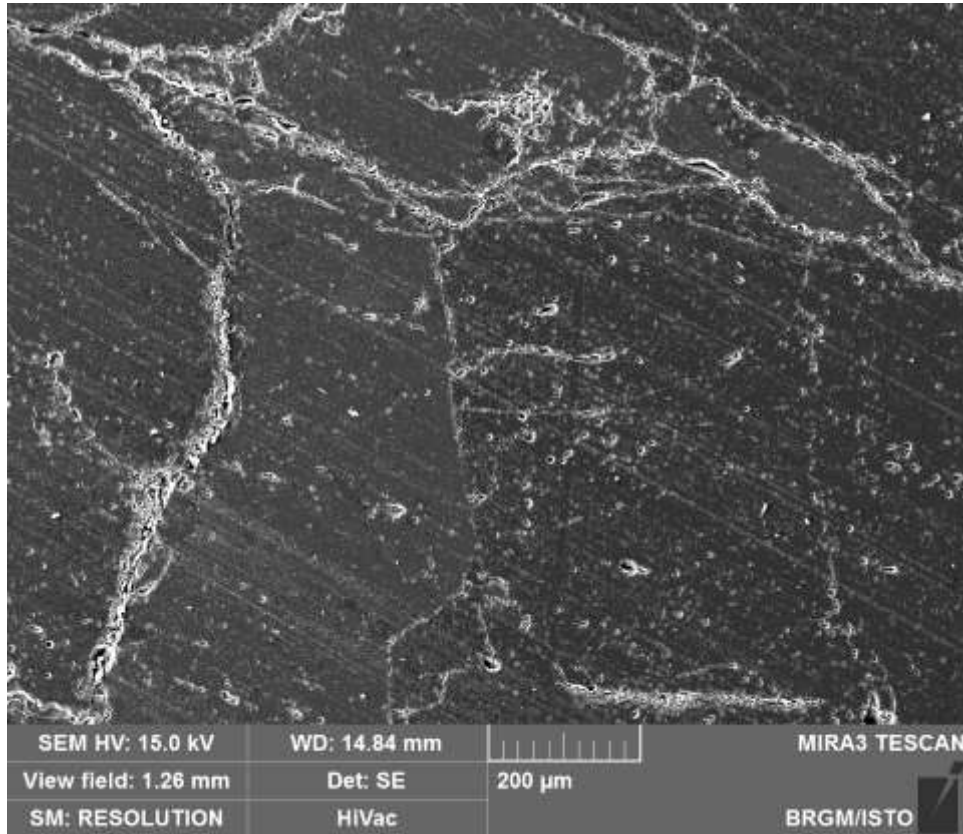
Electrons secondaires

Electrons rétrodiffusés



Granite – après rectifieuse

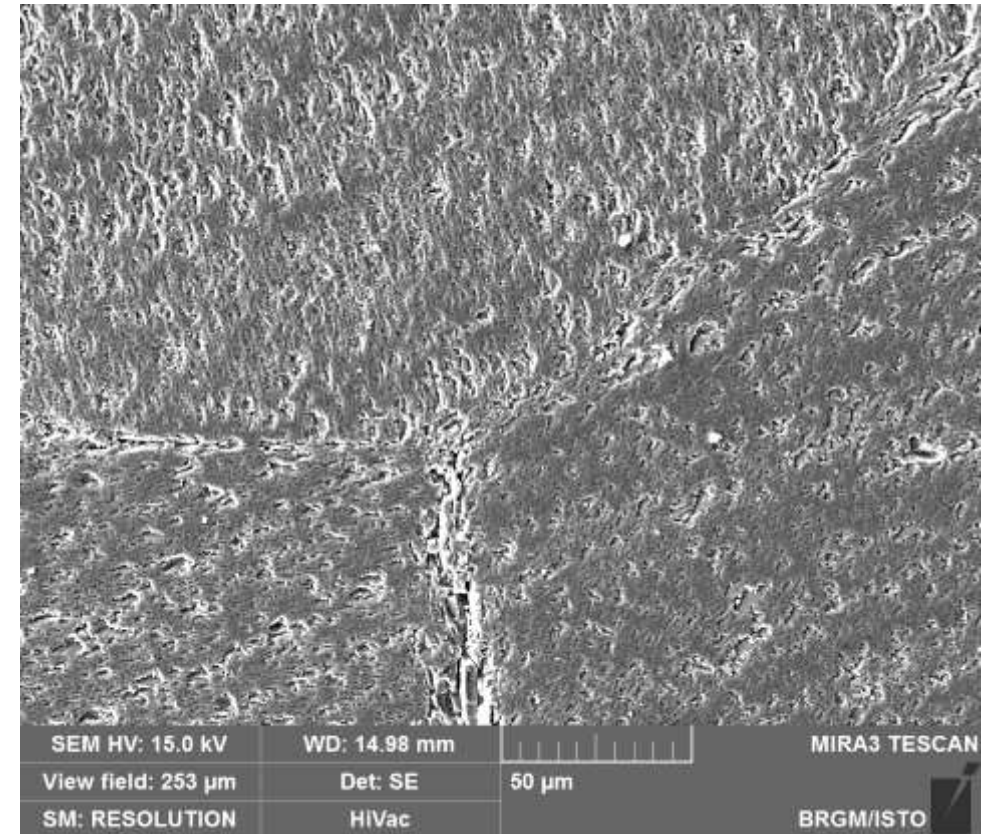
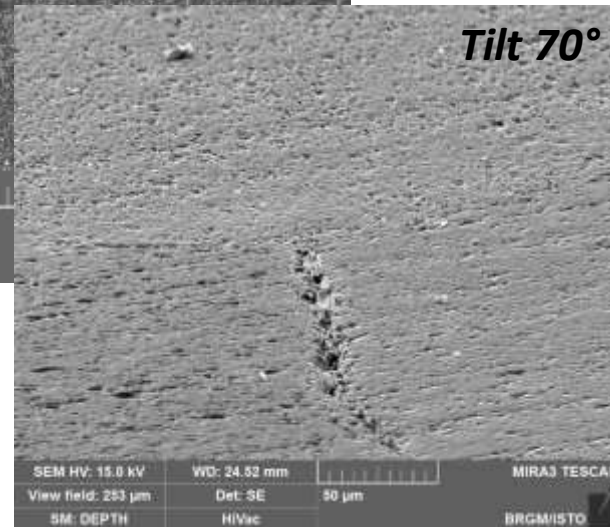
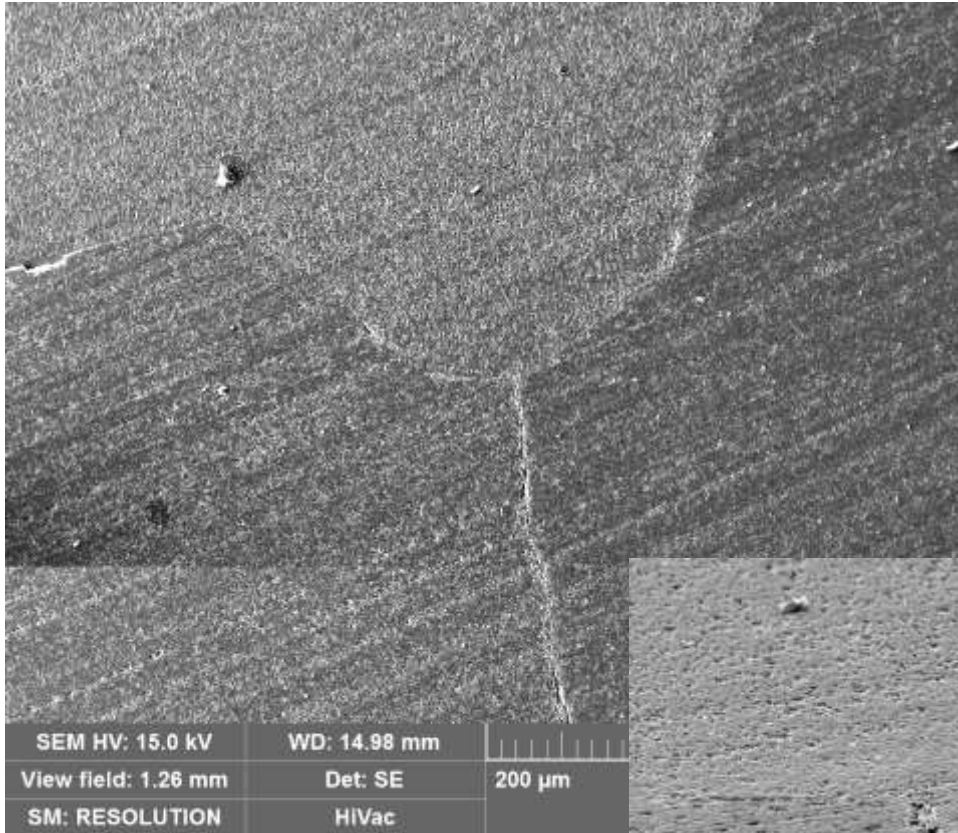
- Grain à environ 30 μm
 - Présence de strie de polissage
 - Différence relief du contraste de dureté entre minéraux (quartz et Fdps K + Albite dedans)
 - Arrachement qui forme rugosité sur la surface



Pyrite – après rectifieuse

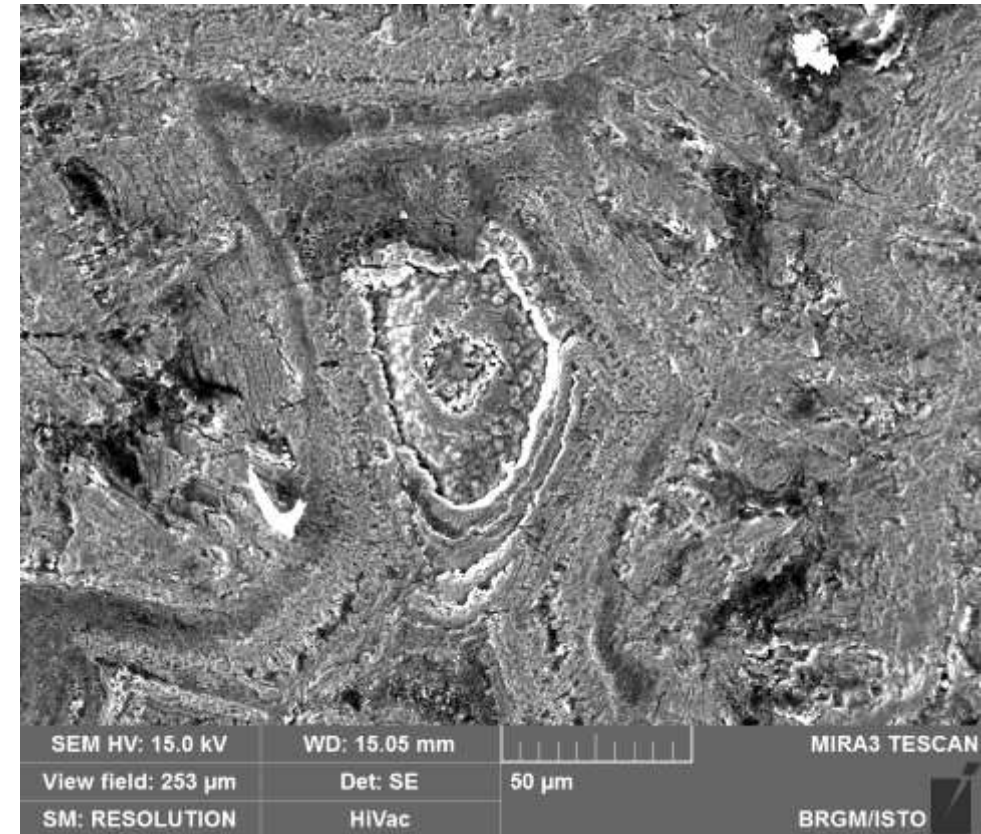
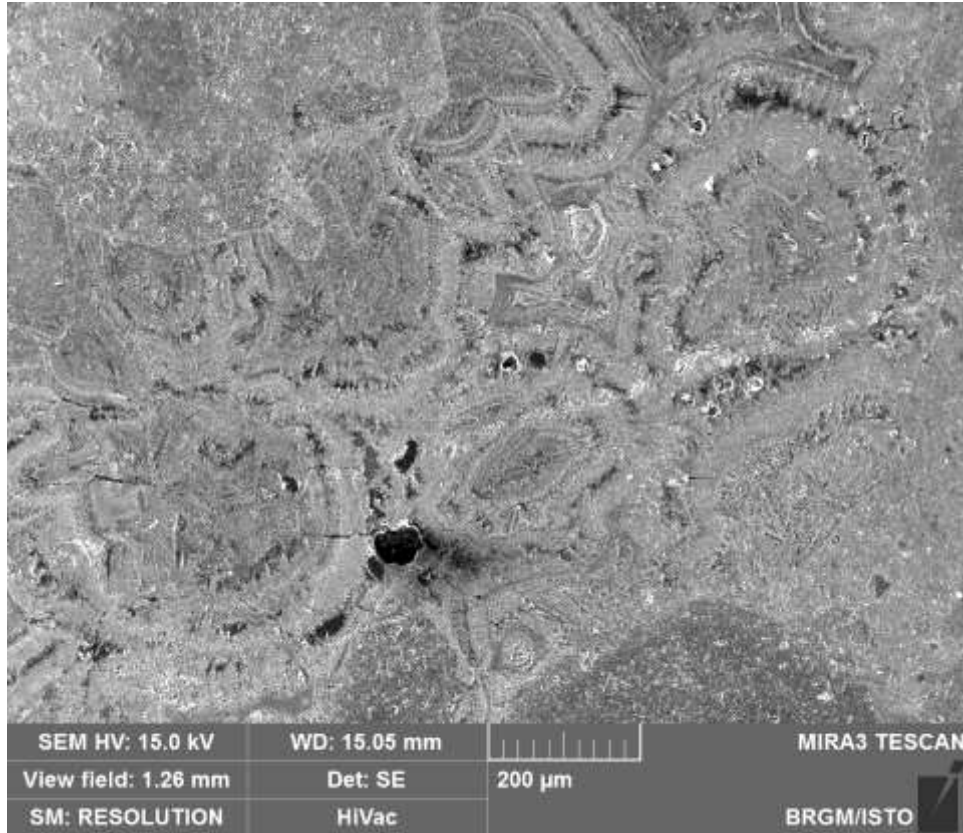
- Grain à environ 30 μm

- Présence de strie de polissage
- Rugosité variable selon les grains \rightarrow différence de dureté selon l'orientation
- Arrachement aux joints de grains

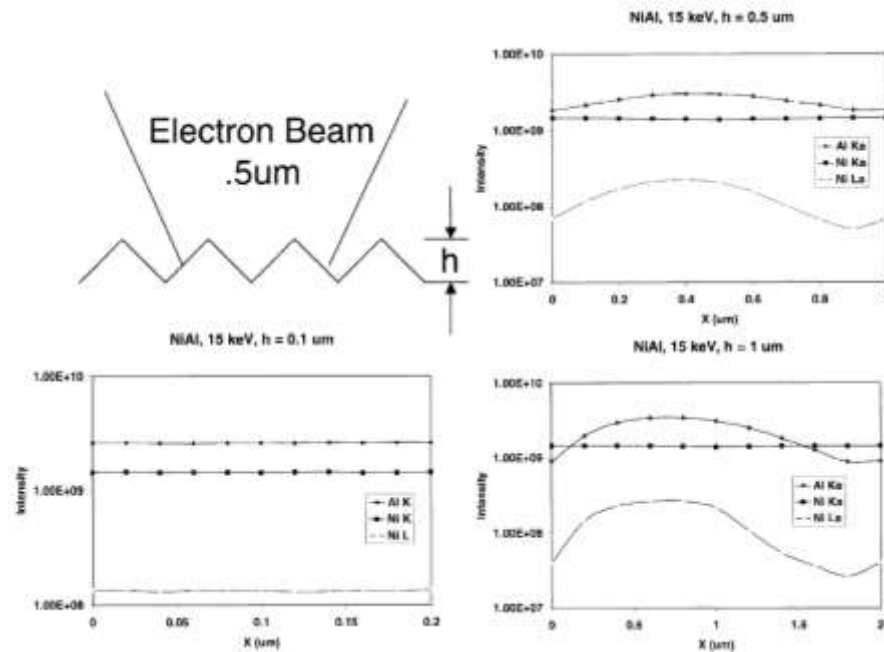


Bauxite – après rectifieuse

- Grain à environ 30 μm
 - Présence de strie de polissage
 - Différence relief du contraste de dureté entre minéraux (quartz et Fdps K + Albite dedans)
 - Nombreux arrachement qui forme rugosité sur la surface + relief sur les oolites



Influence de la rugosité de surface sur l'analyses EDS / WDS

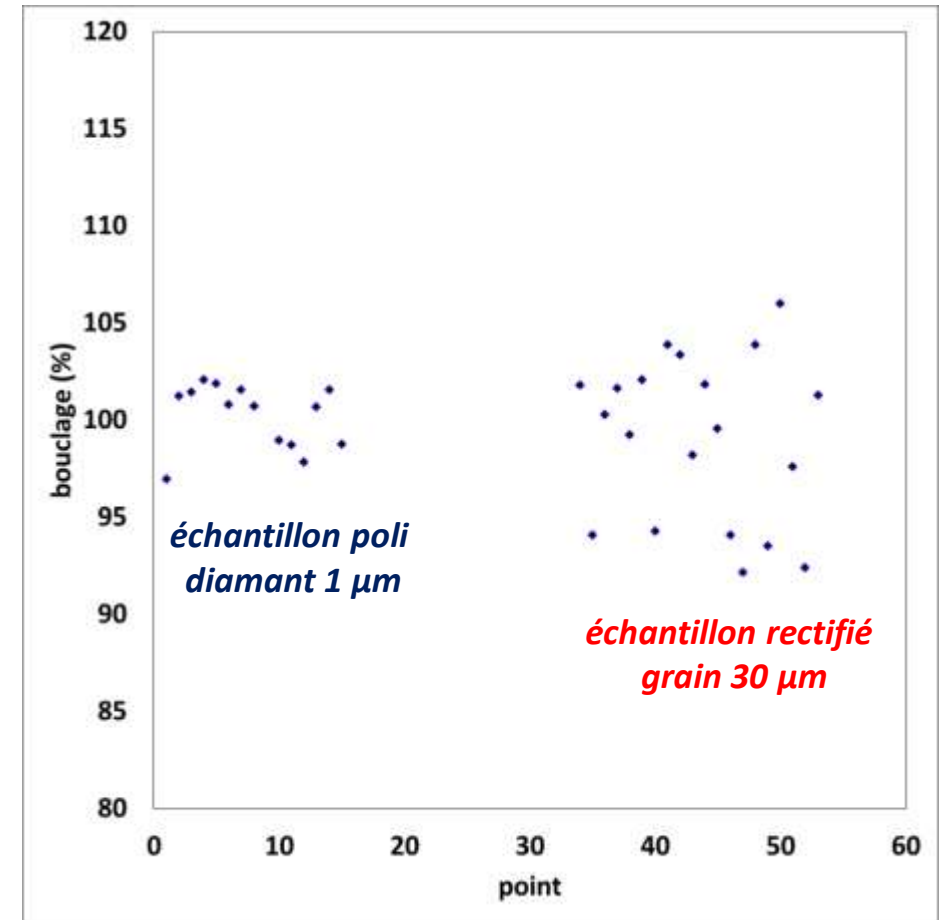


*Simulation de Monte-Carlo sur des rayures en V de hauteur variable dans un alliage Al/Ni
(Lifshin, E., Gauvin, R. (2001) Microsc. Microanal., 7, 168-177)*

Autres references :

G. Remond, C. Nockolds, M. Phillips, C. Roques-Carme - J. Research NIST 107 n°6 (2002) p. 639

J.D. Geller, P.D. Engle - J. Research NIST 107 n°6 (2002) p. 627



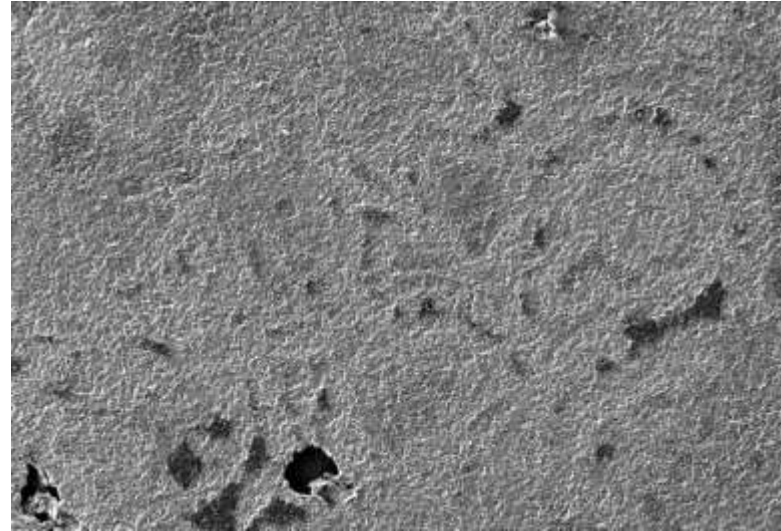
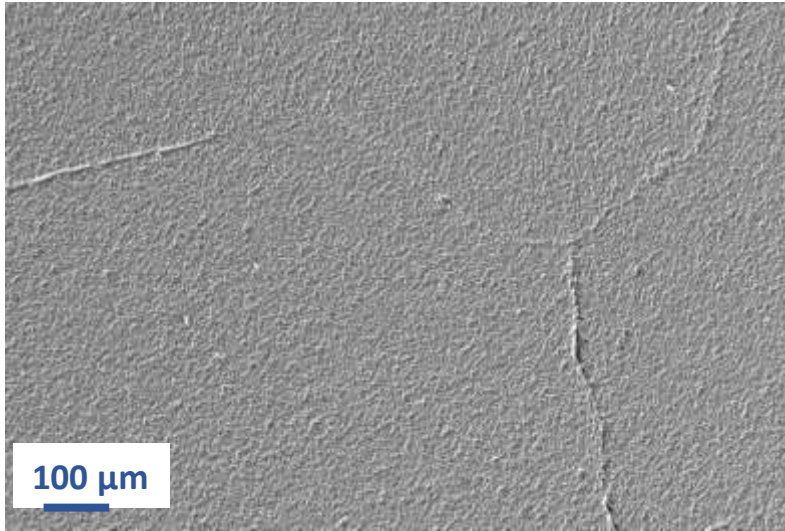
Analyse par microsonde électronique d'un plagioclase

Application : Pré-polissage grain 9 μm

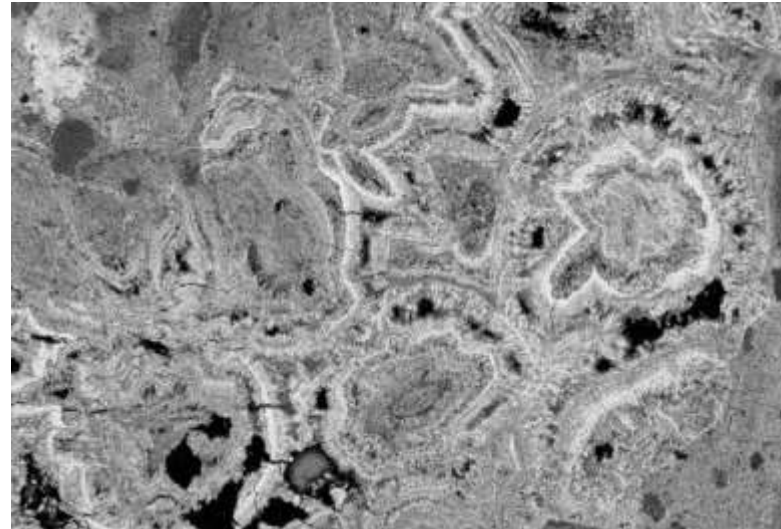
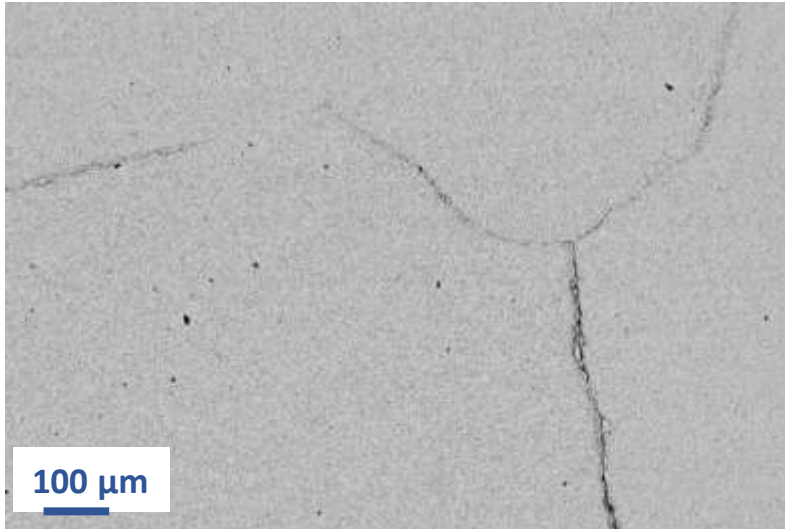
Pyrite

Bauxite

Electrons secondaires



Electrons rétrodiffusés

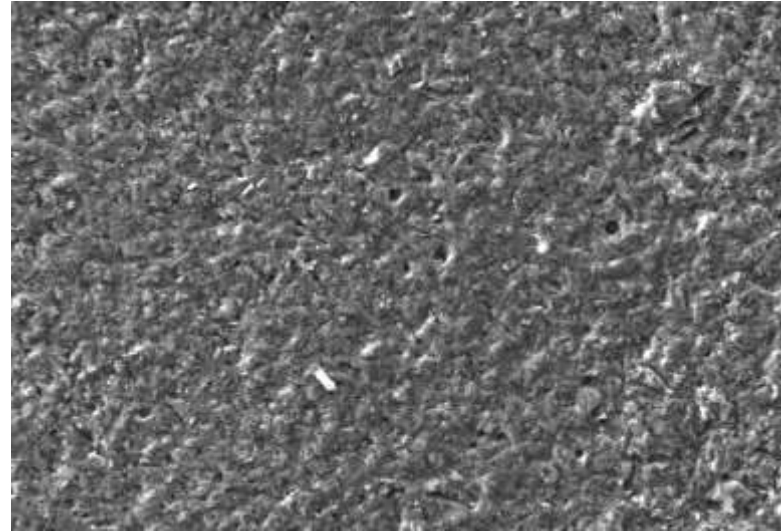
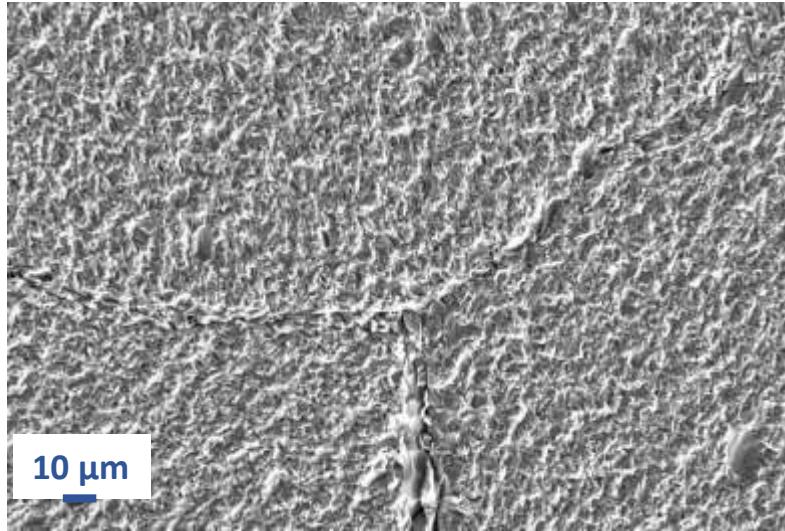


Application : Pré-polissage grain 9 μm

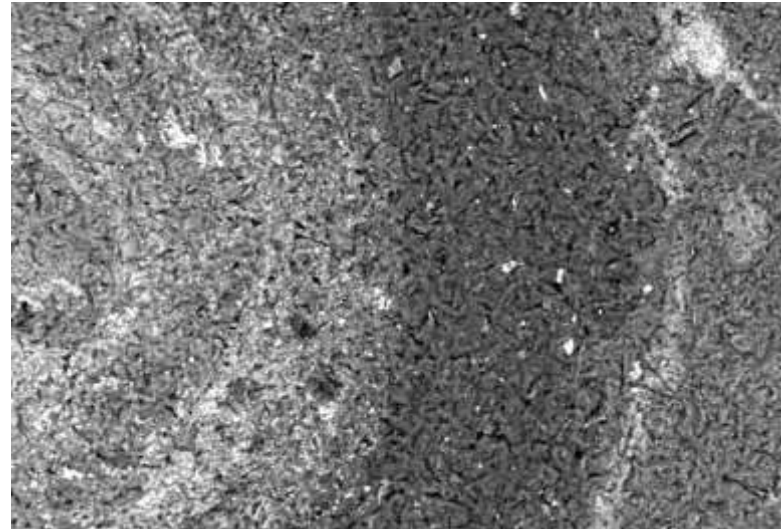
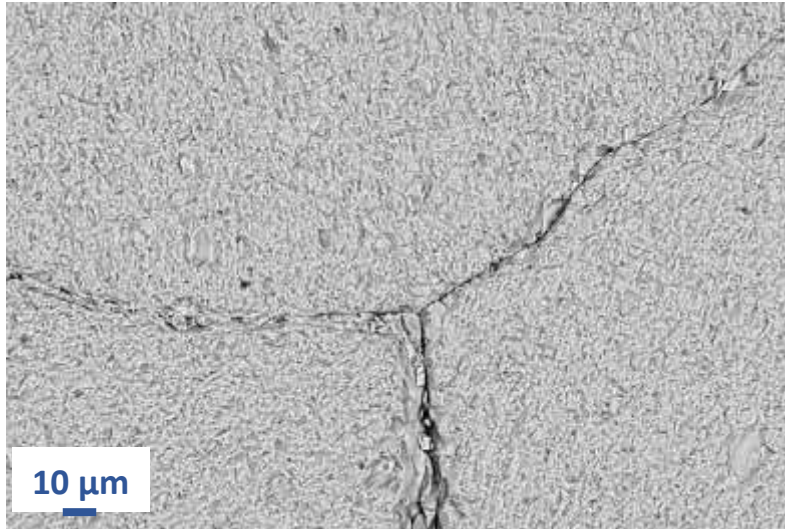
Pyrite

Bauxite

Electrons secondaires

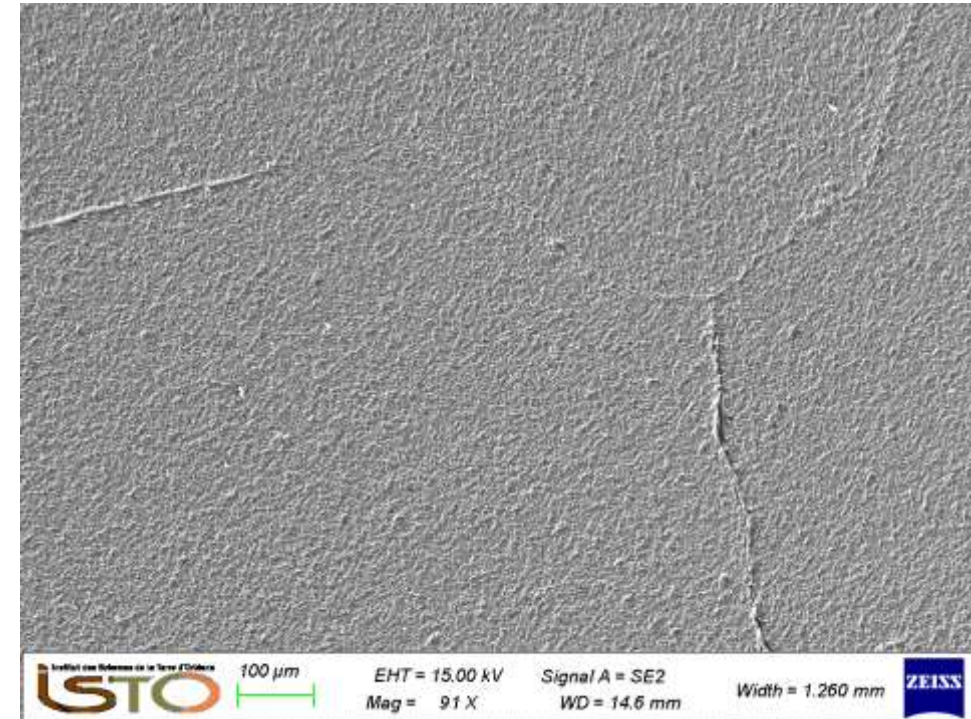
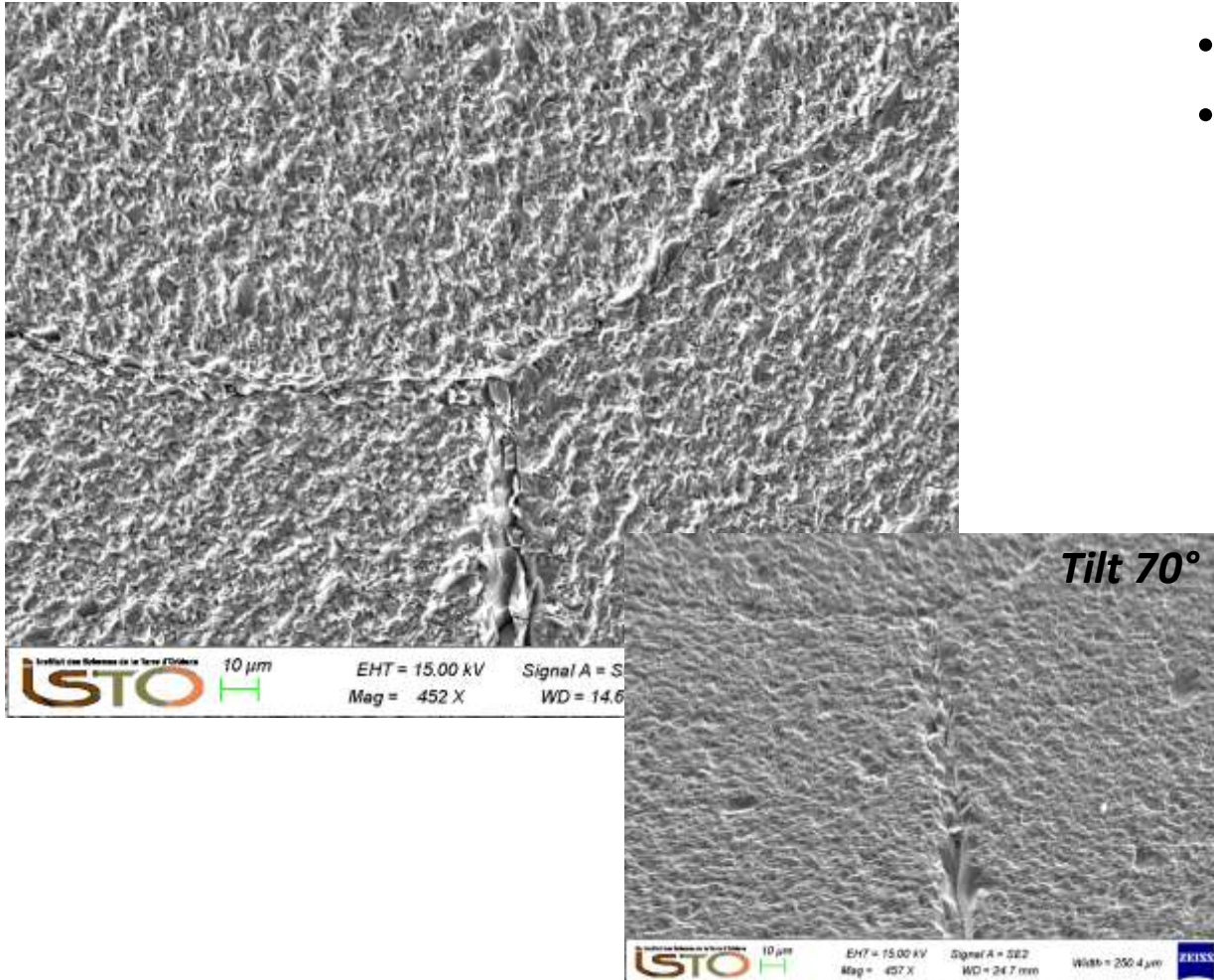


Electrons rétrodiffusés



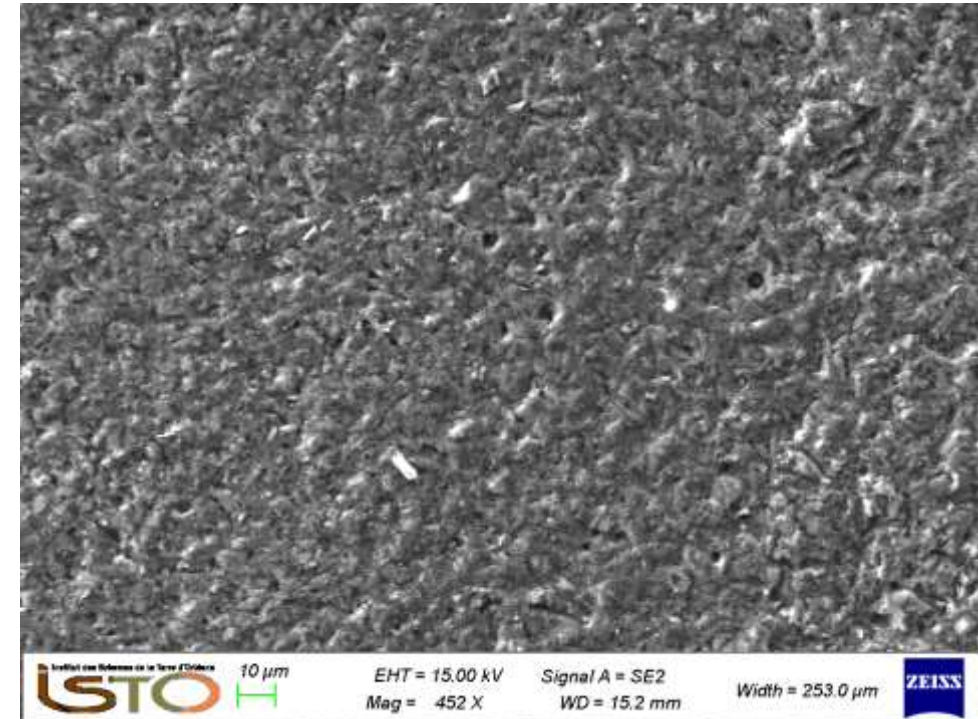
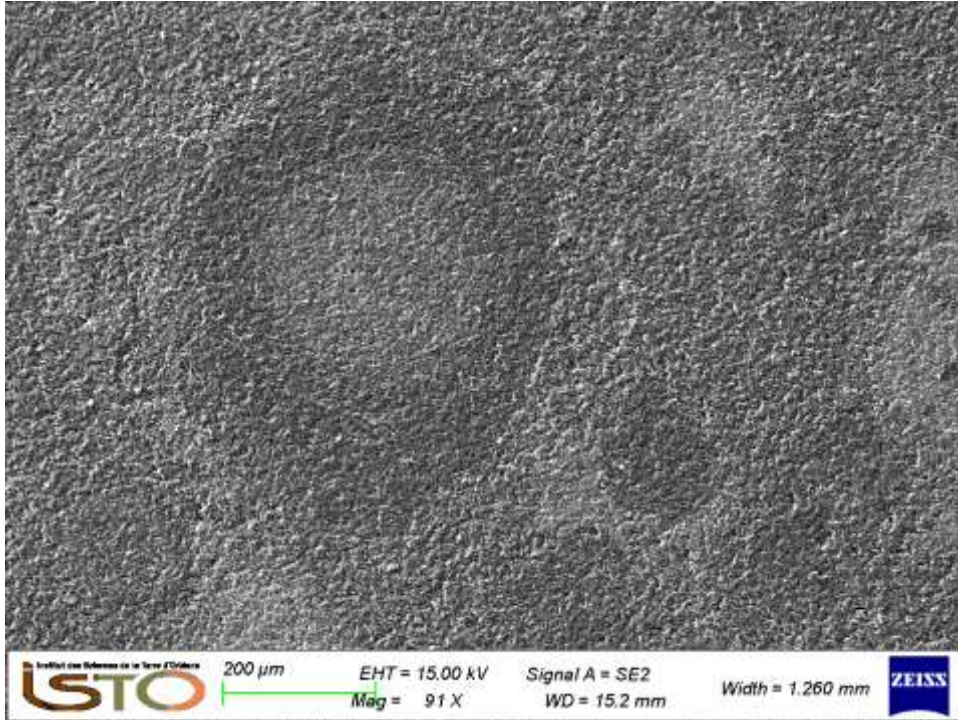
Pyrite – après pré-polissage 9 μm

- Grain diamant 9 μm
 - Disparition des stries de polissage
 - Atténuation nette de la rugosité de surface
 - Rugosité variable selon les grains « gommée »
 - Arrachement aux joints de grains non atténués



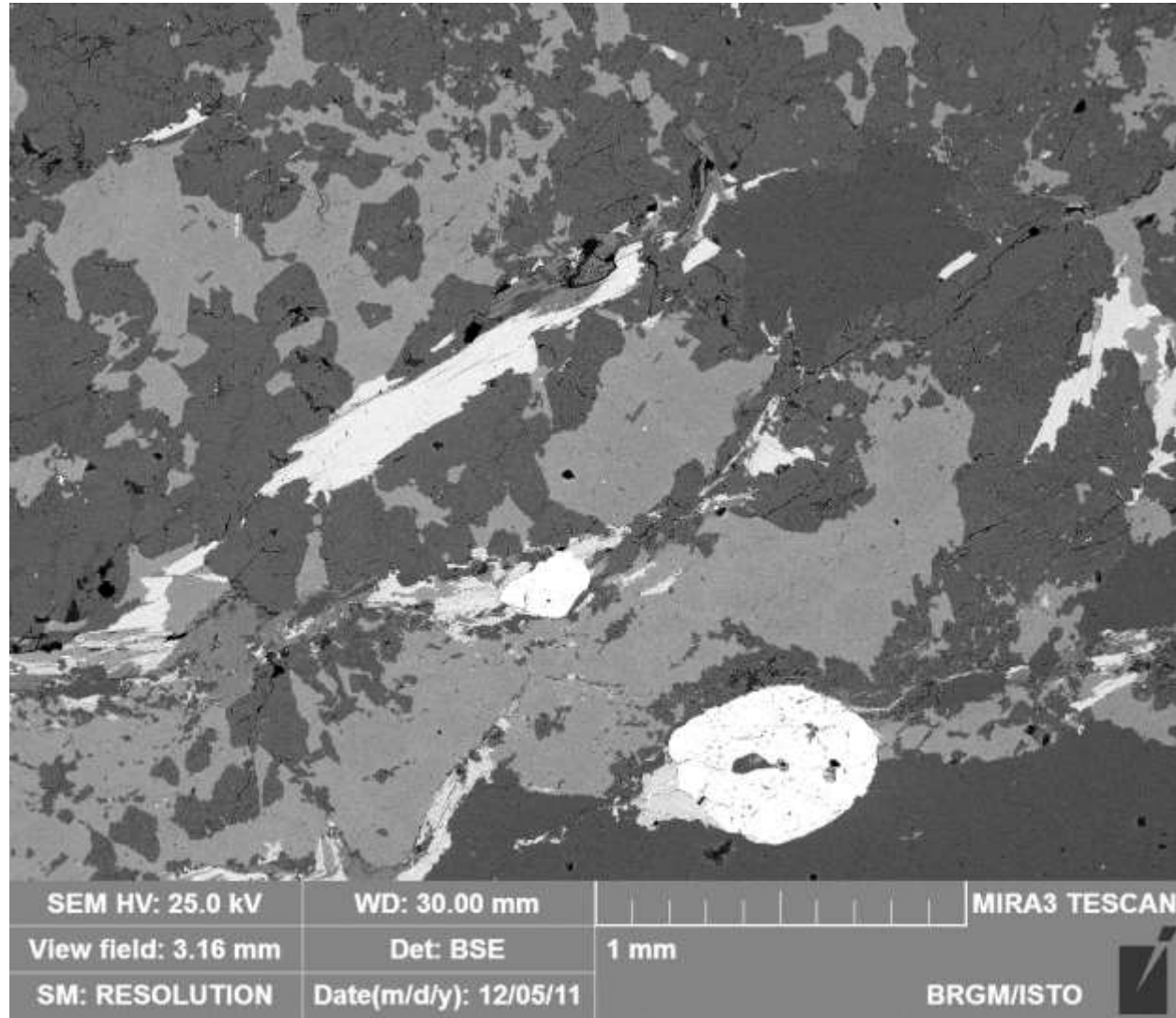
Bauxite – après pré-polissage 9 μ m

- Grain diamant 9 μ m
 - Disparition des stries de polissage
 - Atténuation nette de la rugosité de surface
 - Rugosité variable selon les minéraux
 - Arrachement de la rectifieuse restent présents



Echantillon poli

- Grain diamant $1/4 \mu\text{m}$ (imagerie, EDS / WDS)
- Silice colloïdale (EBSD)



Conclusion

- Polissage mécanique
 - Technique très répandue, et bien adaptée à une large gamme d'échantillon
 - Utilisable pour la préparation d'échantillons pour l'imagerie et la microanalyse
- Principe
 - A partir d'un échantillon mis en forme (géométrie adaptée au matériel de préparation et d'analyse)
 - Succession d'étapes visant à réduire la topographie initiale, puis celle générée par l'étape précédente (grossier → fin → ultra-fin) jusqu'au résultat souhaité
- Matériels et protocoles
 - Abrasifs liés (rodage, pré-polissage) / Abrasifs libres (polissage fin / ultra-fin) + feutres adaptés
 - Polisseuse rotative à vitesse variable
 - Support d'échantillon fixe, rotatif, mouvement complexe ou tenue manuelle
 - Charge (contrôlable) d'appui sur l'échantillon
- Importance de l'étape ultime : le nettoyage doit être parfaitement maîtrisé (risque de contamination, erreur d'interprétation en imagerie, analyses élémentaires erronées, etc...)

⇒ Le protocole doit être adapté au type d'échantillon (dureté, fragilité, risque de fluage...) et à l'utilisation (microscopie optique ou électronique, imagerie SE / BSE, grandissements μm / nm , microanalyse EDS/WDS ou EBSD...)

Merci pour votre attention



200 μ m

Geosciences pour une terre durable
brgm