



Enrobage à froid – Etude de la relaxation de contraintes et du retrait après polissage

Marie-Eline COUTURIER¹

Rémi DANIAUD^{1,3}, Yann JUDALET^{1,4}, Guillaume WILLE²

1 : SFC

2 : BRGM

3 : ETSL

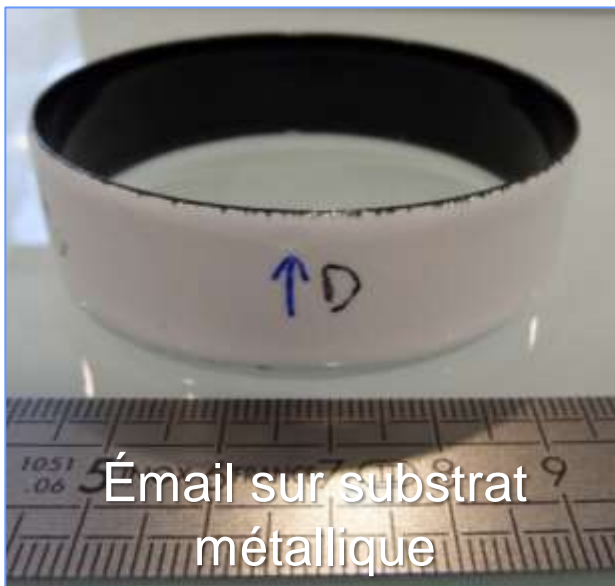
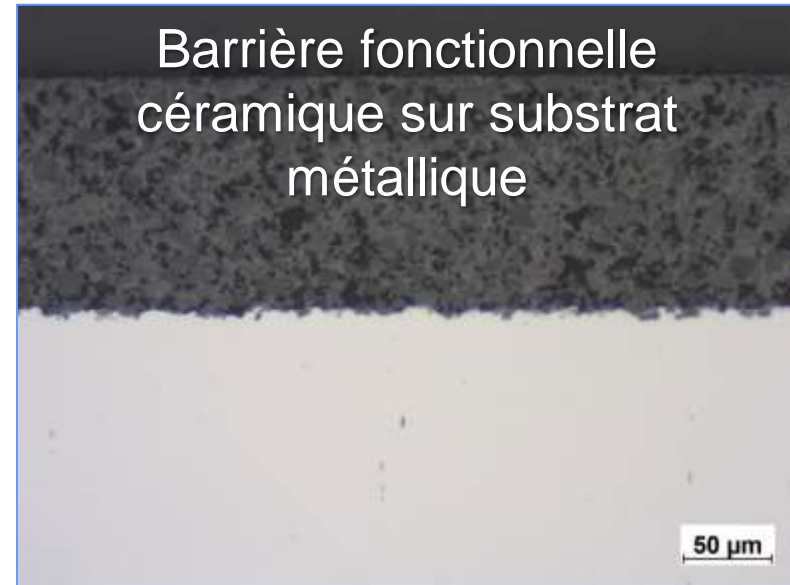
4 : IUT Paris Diderot



Contexte de l'étude

- **SFC :**
 - Polissage mécanique pour observation des échantillons en coupe
 - Échantillons variés (métaux, céramiques, verres, etc.)
- **Besoins :**
 - Microstructure
 - Mesures d'épaisseur
 - Composition chimique
- **Problématiques :**
 - Revêtement très fin sur un substrat ($\leq 10 \mu\text{m}$)
 - Nature du dépôt \neq substrat
- **Matériel disponible :**
 - Enrobage à froid + imprégnation sous vide
 - Polisseuse semi-automatique à pression centrale avec porte-échantillon à 3 emplacements
 - 5 possibilités d'enrobage époxy

Exemples d'échantillons concernés



L'ENROBAGE

Aperçu de la technique

Pourquoi enrober ?

- Obtention d'une surface plane après polissage pour observation microscopique
- Petit échantillon
- Géométrie complexe
- Netteté des bords de l'échantillon
- Étude de revêtement
- Échantillon multicouches
- Etc.



Les différentes techniques d'enrobage

- Enrobage à chaud
 - 1 à 2 enrobages simultanés
 - Presse d'enrobage : pression et température élevées (≈ 250 bar, 100 à 200 °C)
 - Durée moyenne : 10-15 min
 - Nature des résines :

**Thermoplastiques :
durcissement à
température élevée**

- Acrylique

**Thermodurcissables :
fusion en température et
durcissement lors du
refroidissement**

- Epoxy
- Mélamine
- Phénolique
- Allylique

Les différentes techniques d'enrobage

- Enrobage à froid
 - Autant d'enrobages que de moules
 - Résine + durcisseur (+ accélérateur)
 - Temps de polymérisation : 10 min à plusieurs heures
 - Nature des résines :

Epoxy

- Le plus faible retrait possible
- Temps de polymérisation long (1 à 12 h)
- Température de polymérisation : 20 à 75 °C
- Pic exothermique : 30 à 170°C
- Imprégnation sous vide

Acrylique

- Retrait limité
- Temps de polymérisation court (5 à 30 min)
- Température de polymérisation : 20 °C
- Pic exothermique : 70 à 140°C

VIEILLISSEMENT DE RÉSINES

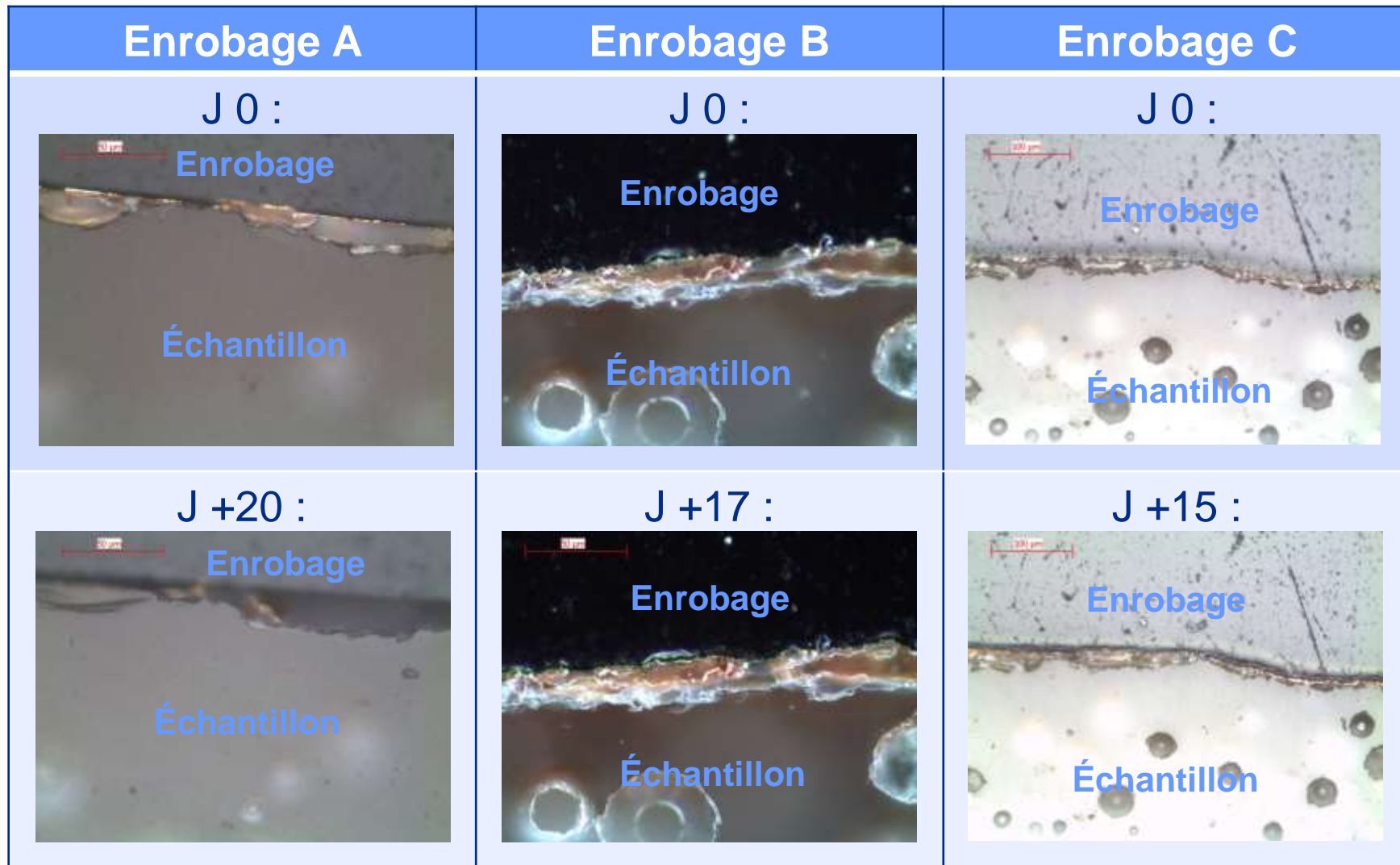
Comparaison de plusieurs résines pour
enrobage à froid

Présentation de l'étude

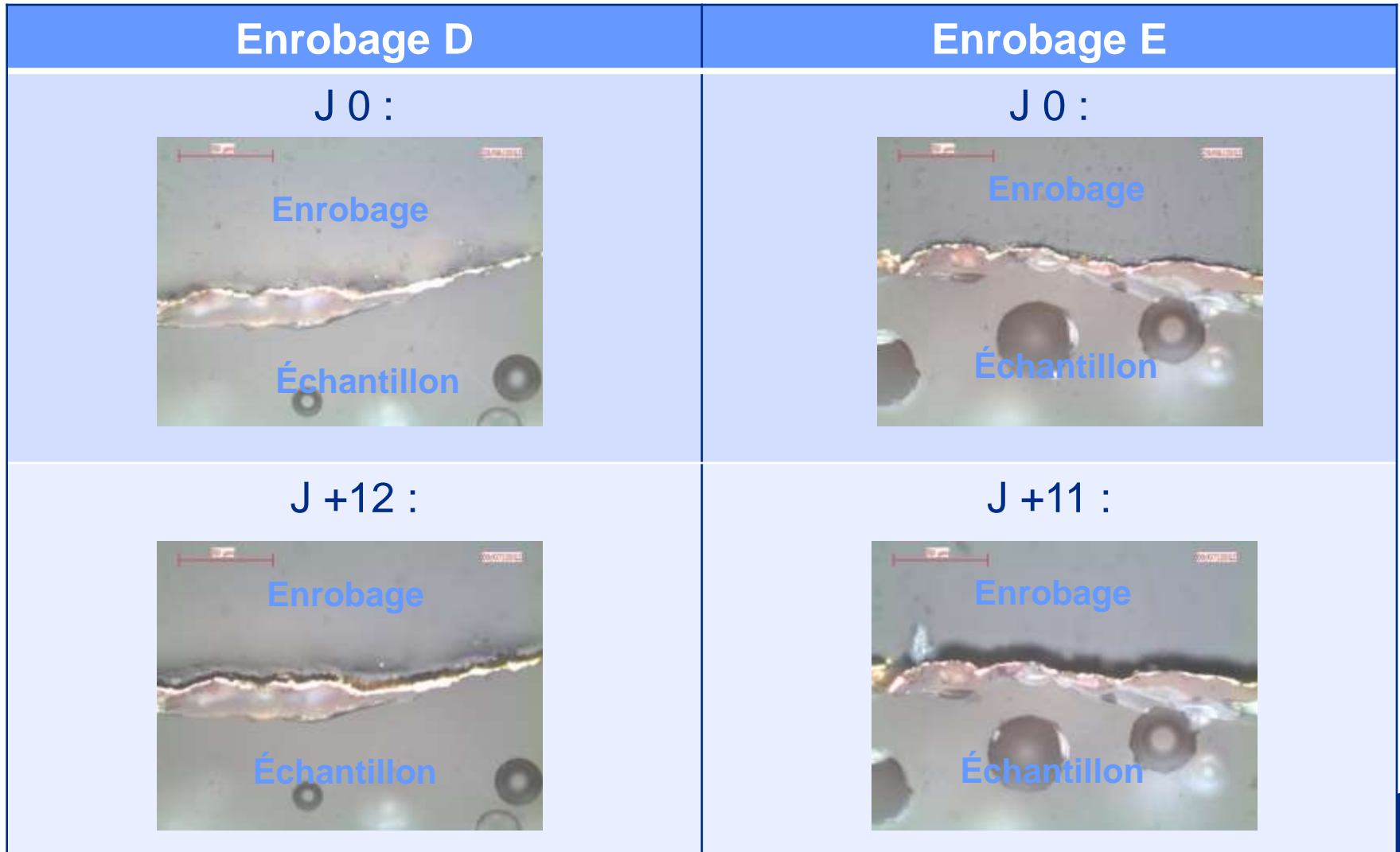
Enrobage	Résine	Durcisseur	Nature de l'enrobage	Polymérisation	Pic exothermique
A	1	a	Epoxy	60 °C en 3h	100 °C
B	1	b	Epoxy	20 °C en 8h	60 °C
C	2	c	Epoxy	20 °C en 48h	NC
D	3	d	Epoxy	20 °C en 12h	75 °C
E	4	e	Epoxy	60 °C en 3h	30 °C

5 échantillons différents avec 5 enrobages chacun et polissage identique

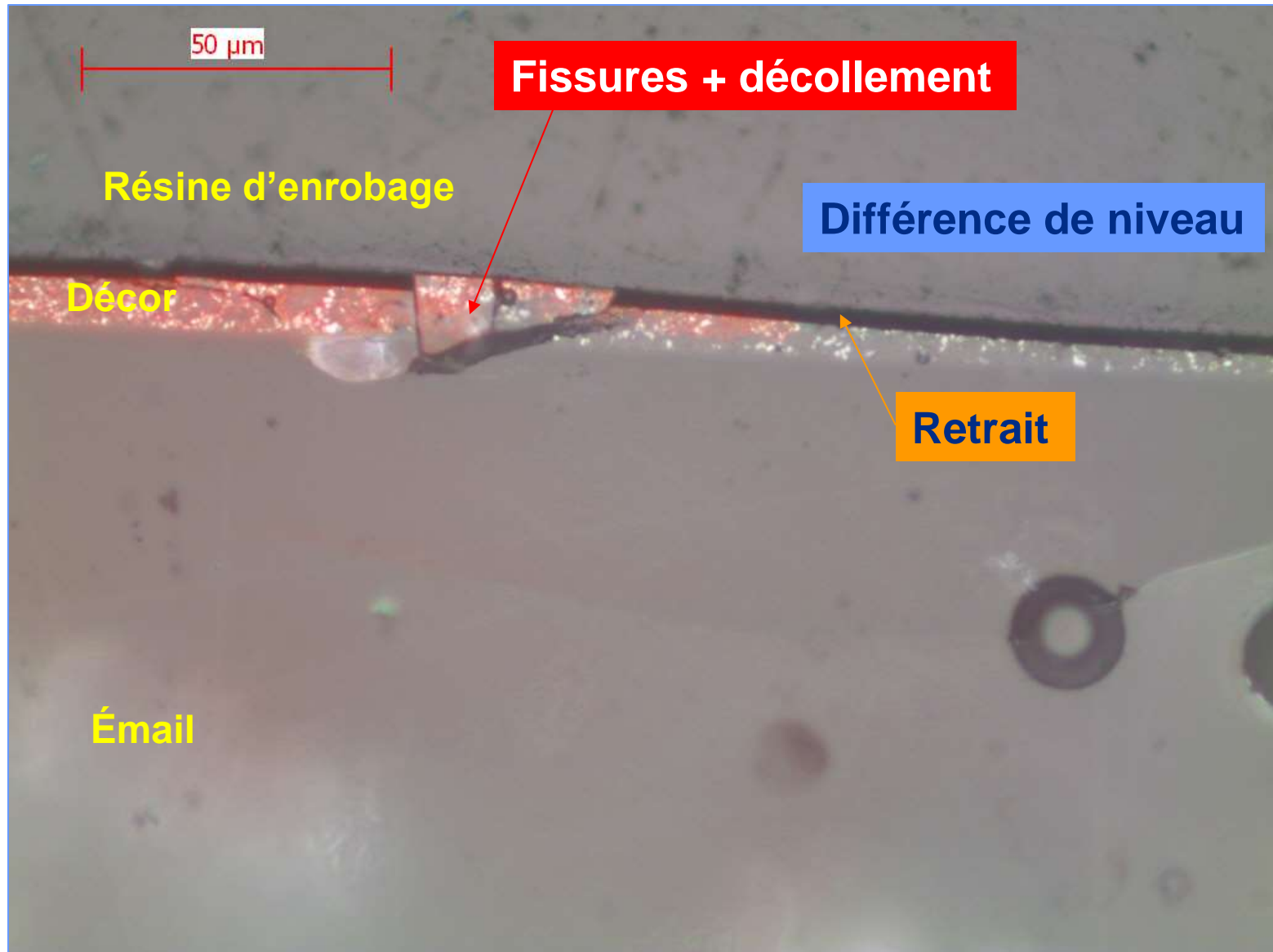
Observations microscopiques



Observations microscopiques



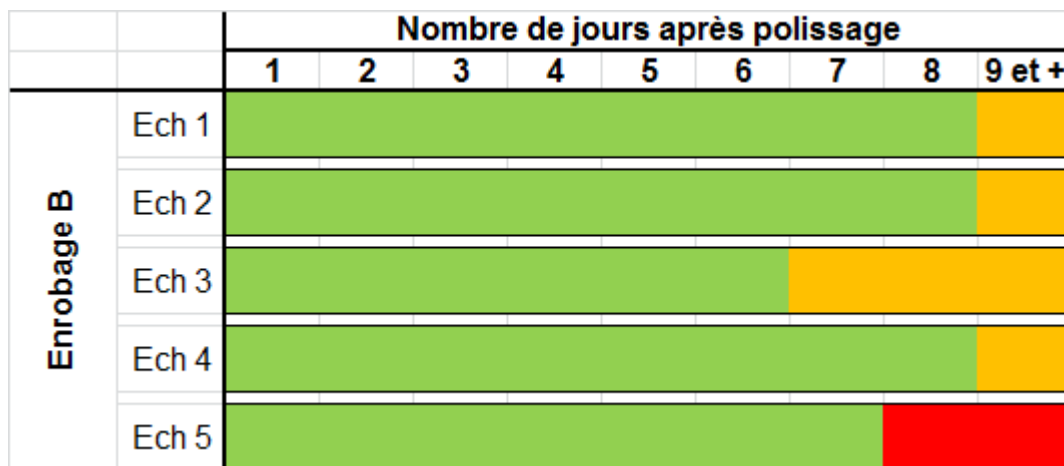
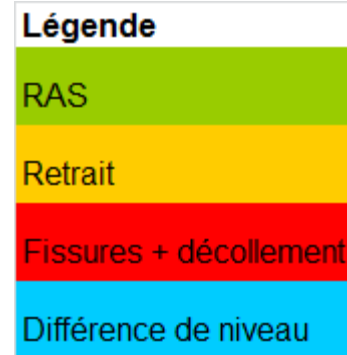
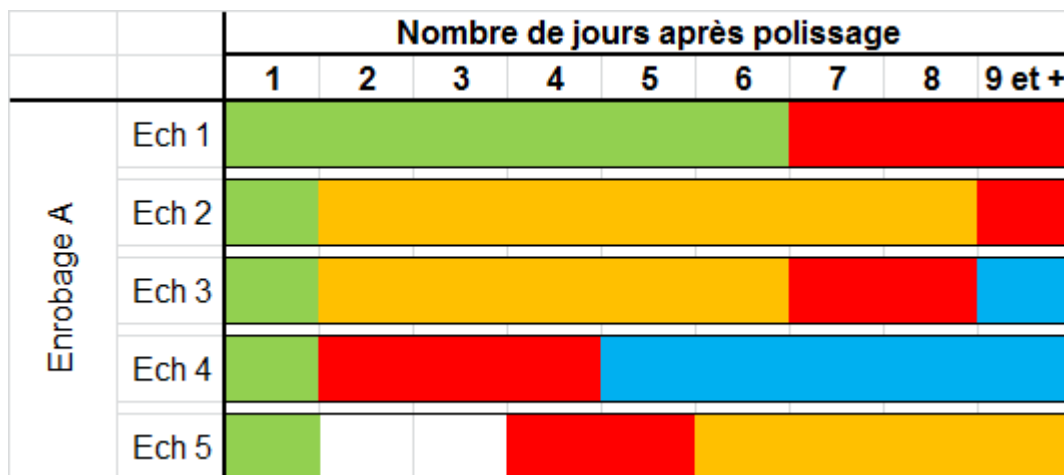
Artéfacts de préparation après polissage¹²



Artéfacts de préparation après polissage¹³

- **Retrait :** non adhésion de la résine sur l'échantillon
 - Dépend de beaucoup de facteurs (nature de la résine, conditions d'enrobage, etc.)
 - Évolue dans le temps
 - Entraîne des **fissurations et décollements** sur les bords de l'échantillon
- **Différence de niveau :**
 - Dépend de différents facteurs (intensité du retrait, nettoyage et conservation de l'enrobage après polissage, etc.)
 - Évolue dans le temps

Recensement des défauts dans le temps¹⁴



Recensement des défauts dans le temps¹⁵

		Nombre de jours après polissage									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9 et +	
Enrobage C	Ech 1	RAS	Retrait	Retrait	Retrait	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	
	Ech 2	RAS	RAS	RAS	RAS	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	
	Ech 3	RAS	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	
	Ech 4	RAS	RAS	RAS	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	
	Ech 5	RAS	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	

		Nombre de jours après polissage									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9 et +	
Enrobage D	Ech 1	RAS	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	
	Ech 2	RAS	Retrait	Retrait	Retrait	Retrait	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	
	Ech 3	RAS	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	
	Ech 4	RAS	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	
	Ech 5	RAS	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	Fissures + décollement	

Légende
RAS
Retrait
Fissures + décollement
Différence de niveau

Recensement des défauts dans le temps¹⁶

		Nombre de jours après polissage										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9 et +		
Enrobage E	Ech 1	■			■	■	■	■	■	■	■	
	Ech 2	■			■	■	■	■	■	■	■	
	Ech 3	■			■	■	■	■	■	■	■	
	Ech 4	■										Enrobage fissuré
	Ech 5	■										Enrobage fissuré

Légende
■ RAS
■ Retrait
■ Fissures + décollement
■ Différence de niveau

Conclusion :

Enrobage B → meilleure tenue dans le temps

Comparaison des résines

Enrobage	Résine	Durcisseur	Nature de l'enrobage	Polymérisation	Pic exothermique
A	1	a	Epoxy	60 °C en 3h	100 °C
B	1	b	Epoxy	20 °C en 8h	60 °C
C	2	c	Epoxy	20 °C en 48h	NC
D	3	d	Epoxy	20 °C en 12h	75 °C
E	4	e	Epoxy	60 °C en 3h	30 °C

Enrobage B  meilleure tenue dans le temps

COMMENT LIMITER LE VIEILLISSEMENT ?

**Facteurs pouvant influencer l'apparition des
artéfacts**

Facteurs pouvant influencer l'apparition d'artéfacts

- Type d'enrobage (à chaud ou à froid) : moins de retrait à froid
- Nature de la résine d'enrobage : retrait le plus faible obtenu avec de l'époxy
- Temps de polymérisation : une polymérisation lente limite la relaxation de contraintes
- Température de polymérisation : une polymérisation à température ambiante limite la relaxation de contraintes
- Propreté des échantillons : une surface propre favorise l'adhérence de la résine et limite le retrait

Facteurs pouvant influencer l'apparition d'artéfacts

- Contraintes mécaniques :
 - Programme de polissage : utiliser un programme adapté à la dureté de l'échantillon ou, dans le cas de multicouches, du revêtement à étudier
 - ✓ Vitesse de rotation
 - ✓ Pression appliquée sur le porte-échantillon ou les enrobages
 - Positionnement des enrobages dans le porte-échantillon de la polisseuse

Facteurs pouvant influencer l'apparition d'artéfacts

- Température et hygrométrie du laboratoire lors de la phase de polymérisation
 - Constat de base : enrobage et conditions de préparation identiques. Selon la météo, résultats différents
 - Etude menée : 3 prélèvements dans une zone d'un même échantillon puis simulation de diverses conditions de température et d'hygrométrie
 - ✓ Chaud et sec : polymérisation en étuve à 60°C
 - ✓ Temps clément : polymérisation à température ambiante
 - ✓ Froid et humide : polymérisation dans un réfrigérateur (2 à 8 °C)

Facteurs pouvant influencer l'apparition d'artéfacts : température et hygrométrie



**Polymérisation
en étuve**

**Polymérisation
à température
ambiante**


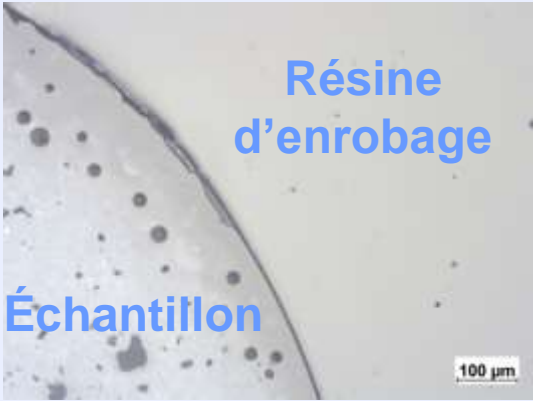
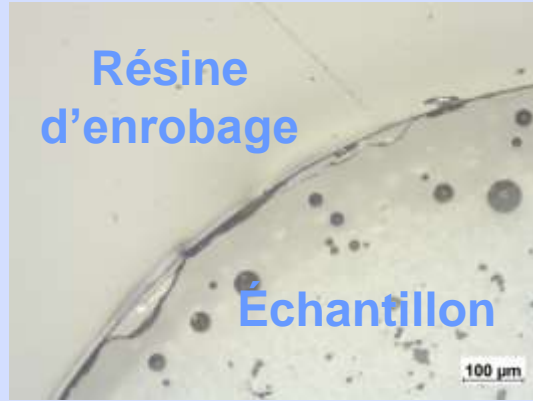
**Polymérisation
au réfrigérateur**

- ✓ Résine jaunie
- ✓ Grosses bulles
- ✓ Après 24h :
polymérisation
terminée

- ✓ Résine transparente
- ✓ Résine homogène
- ✓ Après 24h :
polymérisation
terminée

- ✓ Résine transparente
- ✓ Résine homogène
- ✓ Après 24h :
polymérisation non
terminée

Facteurs pouvant influencer l'apparition d'artéfacts : température et hygrométrie

Polymérisation en étuve	Polymérisation à température ambiante	Polymérisation au réfrigérateur
		
<p>Retrait important sur toute la zone d'observation</p> <p>Fissures + décollement nombreux</p>	<p>Très faible retrait sur la zone d'observation</p> <p>Quelques fissures + décollement</p>	<p>Retrait sur toute la zone d'observation</p> <p>Fissures + décollement nombreux</p>

Facteurs pouvant influencer l'apparition d'artéfacts (hypothèses)

- Nettoyage de l'enrobage après polissage
 - Acétone : peut solubiliser certaines résines acryliques
 - Alcool : dégradation de surface de la résine
 - Eau : pas de dégradation de la résine
- Séchage de l'enrobage après polissage
 - Etuvage à 60°C : relaxation de contraintes plus rapide + ressuage limité
 - Séchage à l'air libre : relaxation de contraintes ralentie mais forte probabilité de ressuage
 - Compromis : séchage au sèche-cheveu : chaleur modérée dans un temps court + ressuage limité

Bibliographie

- GN-MEBA, *Préparation des échantillons pour MEB et Microanalyses*, EDP Sciences
- G. PETZOW, *Metallographic Etching 2nd Edition*, ASM International
- BUEHLER, *SumMetTM 4th Edition*
- www.struers.com
- www.buehler.fr
- www.presi.com
- www.metallographic-consumables-nx-met.com
- www.dilfrance.com



Merci pour votre attention

Marie-Eline COUTURIER

**Responsable Analytique Microstructure
Laboratoire LC2M – Pôle Microstructure**

01 56 56 70 92

couturier.sfc@ceramique.fr

