



L'apport de la microscopie à balayage en métallurgie

Sylvain Dépinoy

Mines Paris, Université PSL, MAT - Centre des Matériaux

Qu'est-ce qu'un métal

D'après le Larousse : « Élément chimique caractérisé par une forte **conductivité thermique et électrique**, un **éclat** particulier dit « éclat métallique », une **aptitude à la déformation** et une tendance marquée à former des cations. »

Qu'est-ce qu'un métal

D'après le Larousse : « Élément chimique caractérisé par une forte **conductivité thermique et électrique**, un **éclat** particulier dit « éclat métallique », une **aptitude à la déformation** et une tendance marquée à former des cations. »

Propriétés génériques des métaux : conducteurs thermiques et électriques, ductile, relativement durs, relativement denses.

Adaptés comme matériaux de structure par exemple.

Qu'est-ce qu'un métal

D'après le Larousse : « Élément chimique caractérisé par une forte **conductivité thermique et électrique**, un **éclat** particulier dit « éclat métallique », une **aptitude à la déformation** et une tendance marquée à former des cations. »

Propriétés génériques des métaux : conducteurs thermiques et électriques, ductile, relativement durs, relativement denses.

Adaptés comme matériaux de structure par exemple.

Les métaux sont utilisés par **l'humanité** depuis un certain temps (1^{ères} traces : VIII^e millénaire avant J.-C.) :

- D'abord les métaux « **natifs** » (or, argent, cuivre).
- Puis extrait à partir de **minerais** (fer, ...).
- XVIII^e – XIX^e siècles (révolutions industrielles) : développement très rapide de la **sidérurgie** (aciers), **découverte** de nombreux métaux (aluminium, titane, ...).
- Aujourd'hui : l'acier est le **2^e matériau** le plus utilisé dans le monde (après le béton, avant les polymères).

Les alliages métalliques

Industriellement, on utilise principalement des alliages métalliques (mélange de plusieurs éléments chimiques).
Quelques grandes familles :

	Avantages	Inconvénients	Utilisations
Aciers (Fe-C)	Faible coût Bonnes propriétés mécaniques	Forte densité Mauvaise résistance à la corrosion	Construction, automobile, énergie...
Alliages d'aluminium	Faible densité Bon conducteur électrique Bonnes propriétés mécaniques	Pas adapté aux hautes températures	Aéronautique, automobile, vélos, ...
Alliages base nickel	Excellentes propriétés mécaniques à haute température Résistant à la corrosion	Forte densité Assez cher	Aéronautique, énergie, ...
Alliages de cuivre	Excellents conducteurs thermiques et électriques	Forte densité Cher	Echangeurs thermiques, conducteurs électriques
Alliages de titane	Excellent compromis propriétés mécanique/densité Résistant à la corrosion	Cher	Aéronautique, prothèses médicales, lunettes

Organisation de la matière dans un alliage métallique

Sauf rares exceptions, un matériau métallique est un **solide cristallin** constitué **d'une ou plusieurs phases**.

Organisation de la matière dans un alliage métallique

Sauf rares exceptions, un matériau métallique est un **solide cristallin** constitué **d'une ou plusieurs phases**.

Cristal : **ordre** atomique à **longue distance**, **arrangement périodique** de blocs (mailles cristallines).

Phase : **maille cristalline** + **composition chimique**



Atomium (Bruxelles) : agrandissement x165 milliards de la maille cristalline du fer à température ambiante

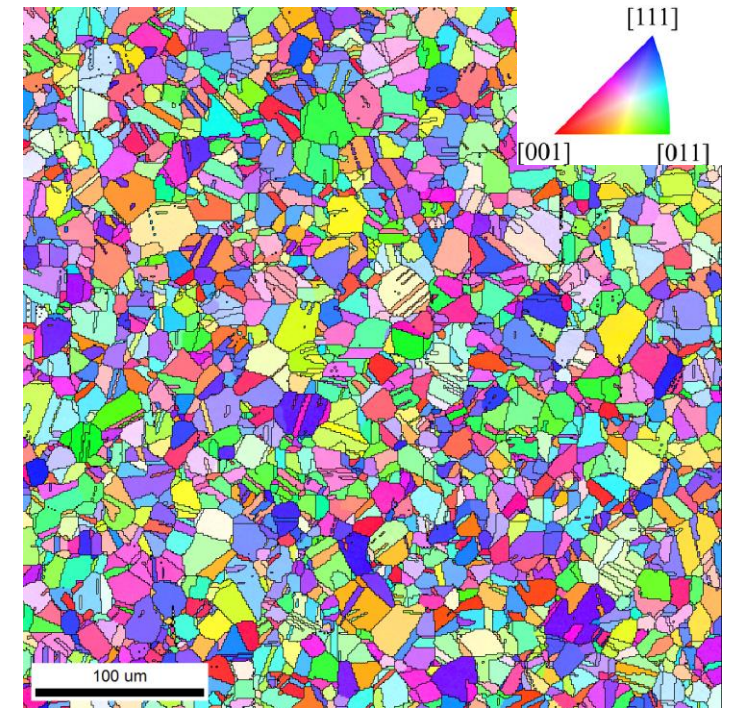
Organisation de la matière dans un alliage métallique

Sauf rares exceptions, un matériau métallique est un **solide cristallin** constitué **d'une ou plusieurs phases**.

Cristal : **ordre** atomique à **longue distance**, **arrangement périodique** de blocs (mailles cristallines).

Phase : **maille cristalline** + **composition chimique**

En métallurgie, on parle de « **grain** » et non de « cristal ». La plupart des pièces industrielles sont **polycristallines**. On parle de grains **équiaxes** quand ceux-ci ont une forme sphérique.



Cartographie d'orientations (EBSD) d'un acier inoxydable austénitique (CFC)

Organisation de la matière dans un alliage métallique

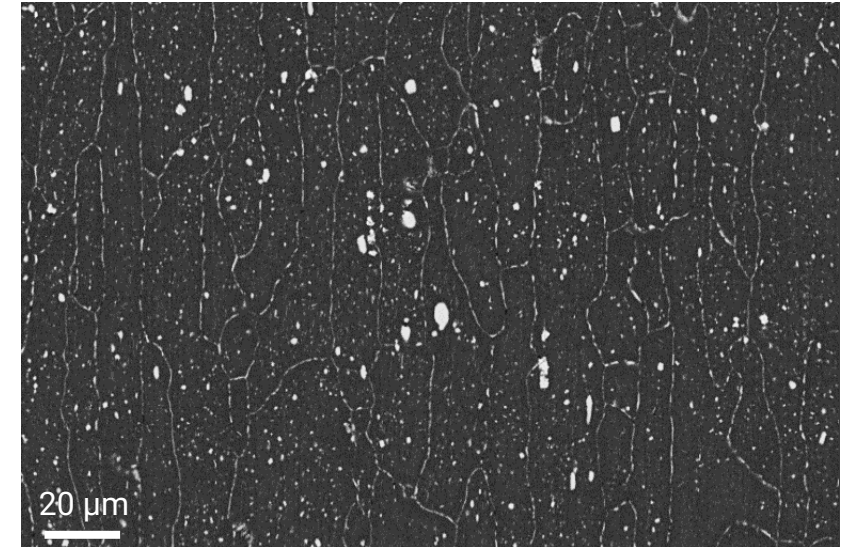
Sauf rares exceptions, un matériau métallique est un **solide cristallin** constitué **d'une ou plusieurs phases**.

Cristal : **ordre** atomique à **longue distance**, **arrangement périodique** de blocs (mailles cristallines).

Phase : **maille cristalline** + **composition chimique**

En métallurgie, on parle de « **grain** » et non de « cristal ». La plupart des pièces industrielles sont **polycristallines**. On parle de grains **équiaxes** quand ceux-ci ont une forme sphérique.

Les matériaux peuvent être **monophasés** ou **multiphasés**. Parmi les phases, on peut distinguer la **matrice** (ex. une solution solide d'aluminium dans un alliage d'aluminium) et les **précipités** (composés intermétalliques, carbures, nitrures, ...).



Observations (BSE) d'un alliage d'aluminium

Propriétés finales des matériaux métalliques

Les **propriétés** (mécaniques, thermiques, ...) **finales** des matériaux métalliques sont fortement **dépendantes** de la **microstructure** (taille de grains, taille et nature des précipités, texture, ...).

En retour, la **microstructure dépend fortement du procédé** de mise en forme (fonderie vs. corroyage par exemple) et des **traitements thermiques**.

L'optimisation des propriétés du matériau (et donc des procédés/traitements thermiques) implique donc une étape de **caractérisation microstructurale**.

Propriétés finales des matériaux métalliques

Les **propriétés** (mécaniques, thermiques, ...) **finales** des matériaux métalliques sont fortement **dépendantes** de la **microstructure** (taille de grains, taille et nature des précipités, texture, ...).

En retour, la **microstructure dépend fortement du procédé** de mise en forme (fonderie vs. corroyage par exemple) et des **traitements thermiques**.

L'optimisation des propriétés du matériau (et donc des procédés/traitements thermiques) implique donc une étape de **caractérisation microstructurale**.

La **microscopie électronique à balayage** (et ses accessoires) est un outil particulièrement adapté aux métaux :

- Matériaux conducteurs
- Identification de phases
- Mesures quantitatives de dimensions caractéristiques
- Analyses de texture
- Fractographies, essais mécaniques *in situ*

Un exemple : l'acier 316L élaboré par fabrication additive



Thèse **E. de Sonis** (soutenue en janvier 2024)

Dirigée par A.F. Gourgues-Lorenzon, collaboration avec le CEA Saclay et EDF

Objectif : caractériser l'effet de la microstructure et des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable élaboré par FA.

Sources bibliographiques :

S. Dépinoy, Materialia 24, 2022

E. de Sonis et al, Materials Characterization 194, 2022

E. de Sonis et al, Materials Science and Engineering A 877, 2023

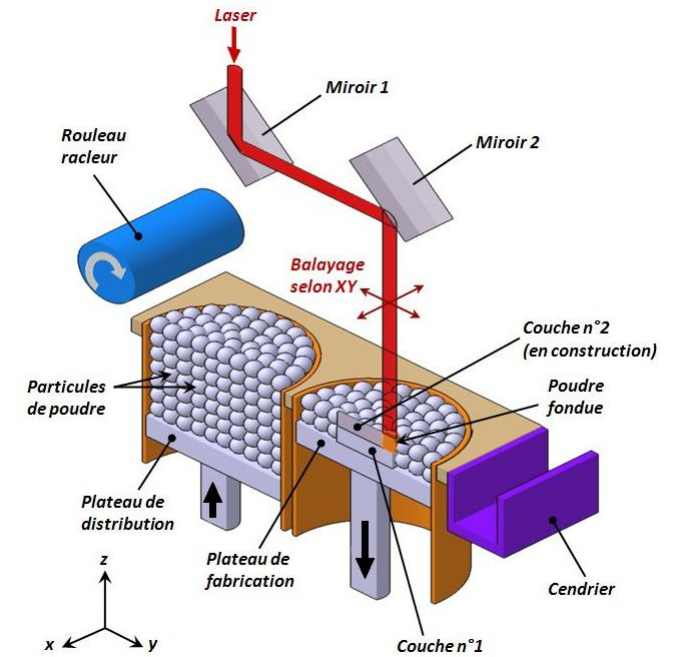
La fabrication additive

Fabrication additive : fabrication couche par couche via l'ajout successif de matière.

Procédé LPBF (Laser powder bed fusion) : ajout de matière par fusion locale d'un lit de poudre par un faisceau laser.

Les matériaux construits par LPBF ont des microstructures et des propriétés mécaniques différentes des matériaux élaborés de manière plus « conventionnel » (laminage, forgeage, ...).

C'est le cas du 316L, un acier inoxydable austénitique (monophasé cfc) largement utilisé dans l'industrie (médical, énergie, ...).



Principe du procédé LPBF ¹



¹La fabrication additive des alliages métalliques 1, ISTE

Caractérisation microstructurale

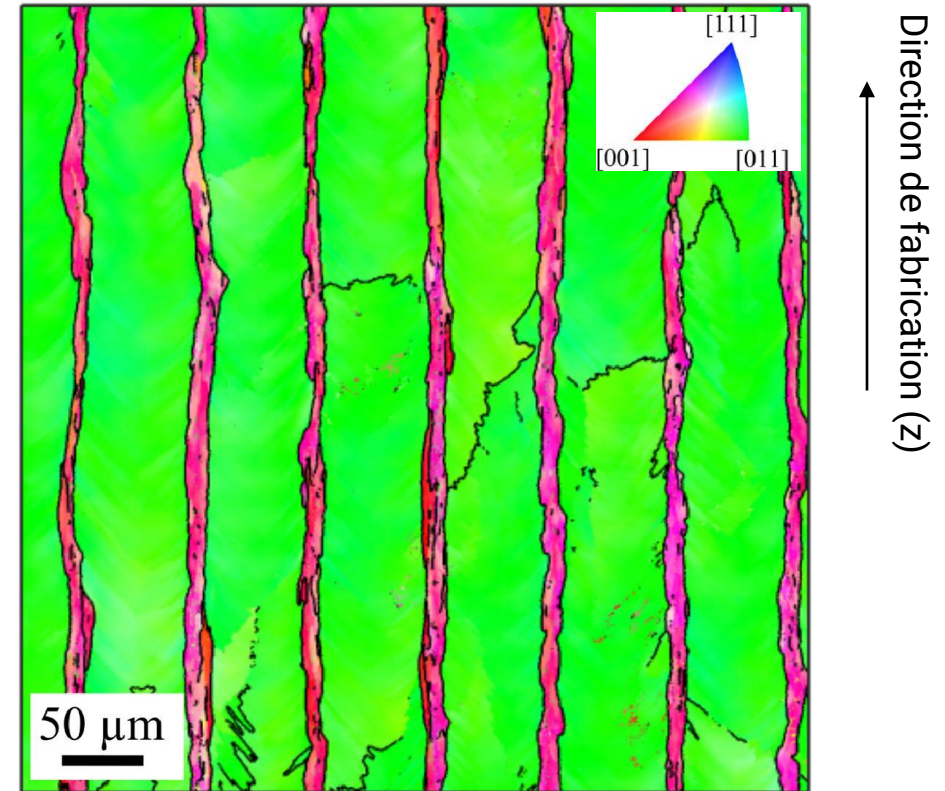
Analyses EBSD sur échantillon massif brut de fabrication (polissage OPS, taille de pixel de 0,5 μm).

- Présence de gros grains (cristaux) colonnaires orientés dans la direction d'empilement des couches.
- Forte texture cristallographique.

Effet de la construction couche par couche

- Présence de gradients d'orientations cristallines dans les grains.

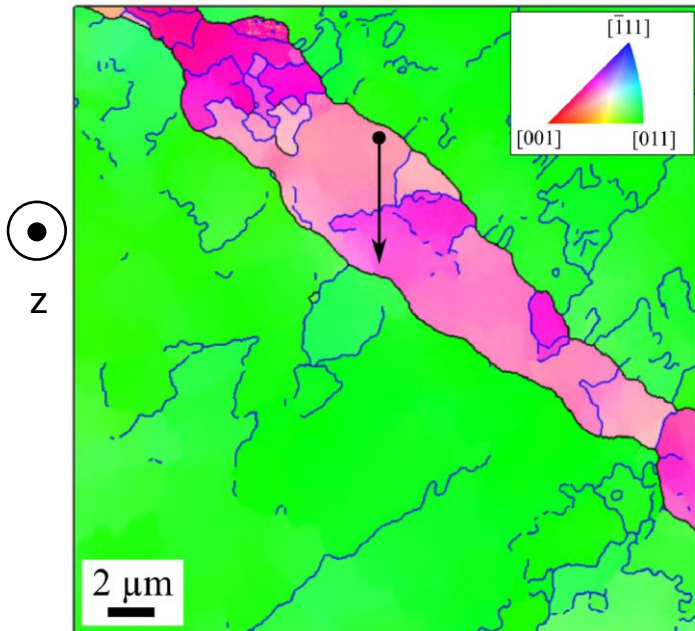
Pourquoi ?



Caractérisation microstructurale

Analyses sur lame mince pour MET (électropolissage) :

Excellent état de surface, attaque chimique, suppression de la couche de surface écrouie, faible poire d'interaction.

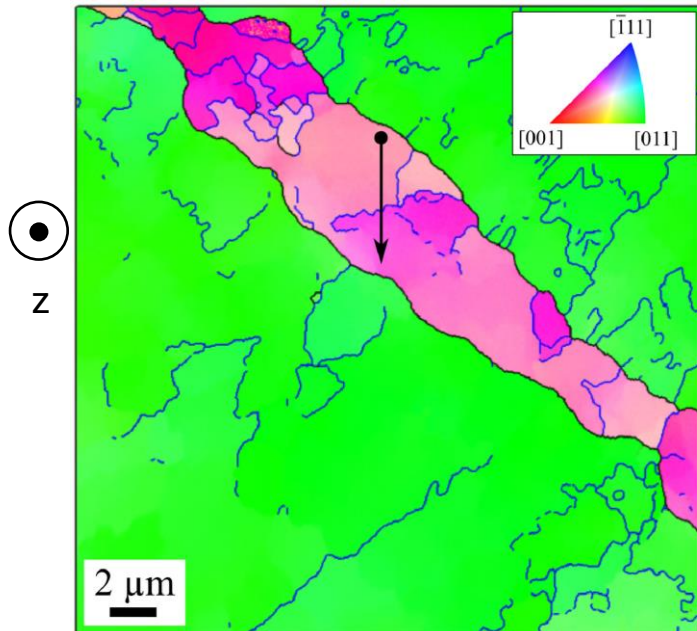


*Cartographie d'orientations
(1 pixel = 50 nm)*

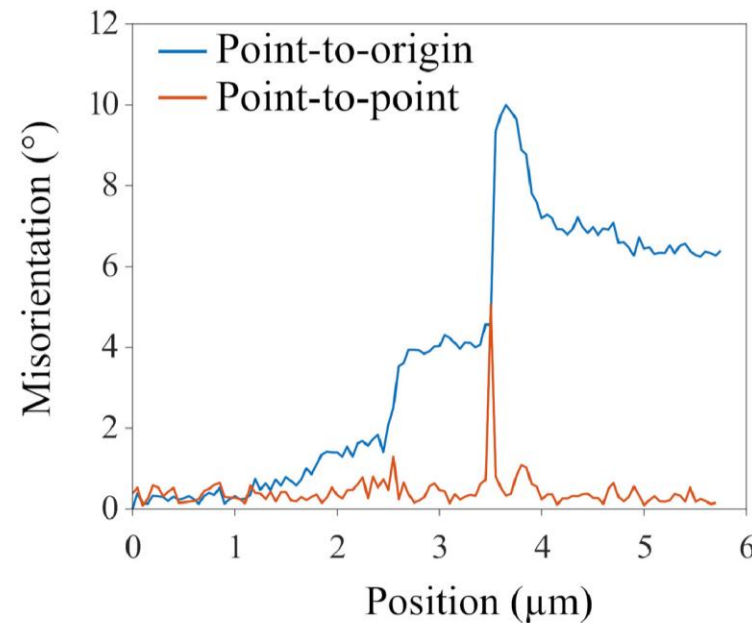
Caractérisation microstructurale

Analyses sur lame mince pour MET (électropolissage) :

Excellent état de surface, attaque chimique, suppression de la couche de surface écrouie, faible poire d'interaction.



*Cartographie d'orientations
(1 pixel = 50 nm)*



Déorientation entre pixels

Deux types de désorientations intragranulaires :

Désorientations progressives

→ marqueur de **déformation** plastique (écrouissage)

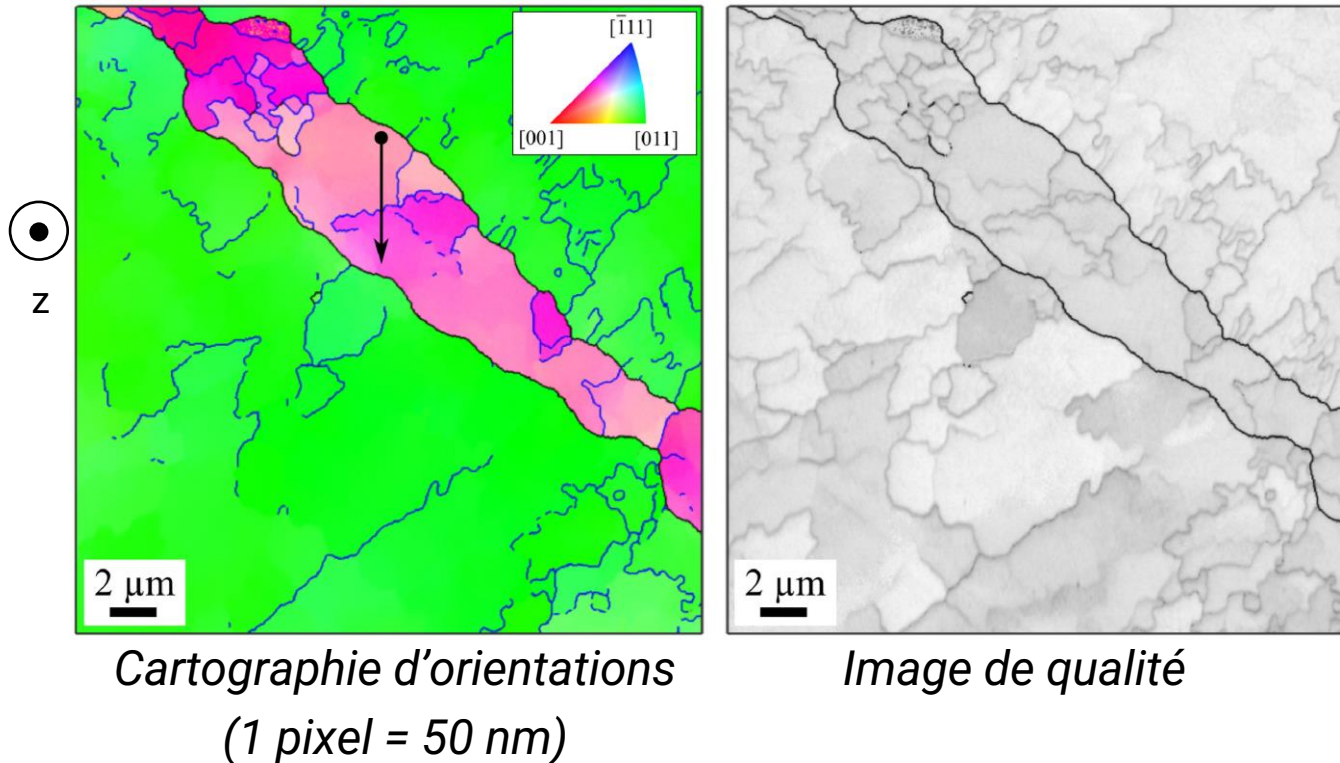
Désorientations ponctuelles

→ « sous-joints » : **pourquoi ?**

Caractérisation microstructurale

Analyses sur lame mince pour MET (électropolissage) :

Excellent état de surface, attaque chimique, suppression de la couche de surface écrouie, faible poire d'interaction.



Deux types de désorientations intragranulaires :

Désorientations progressives

→ marqueur de **déformation** plastique (écrouissage)

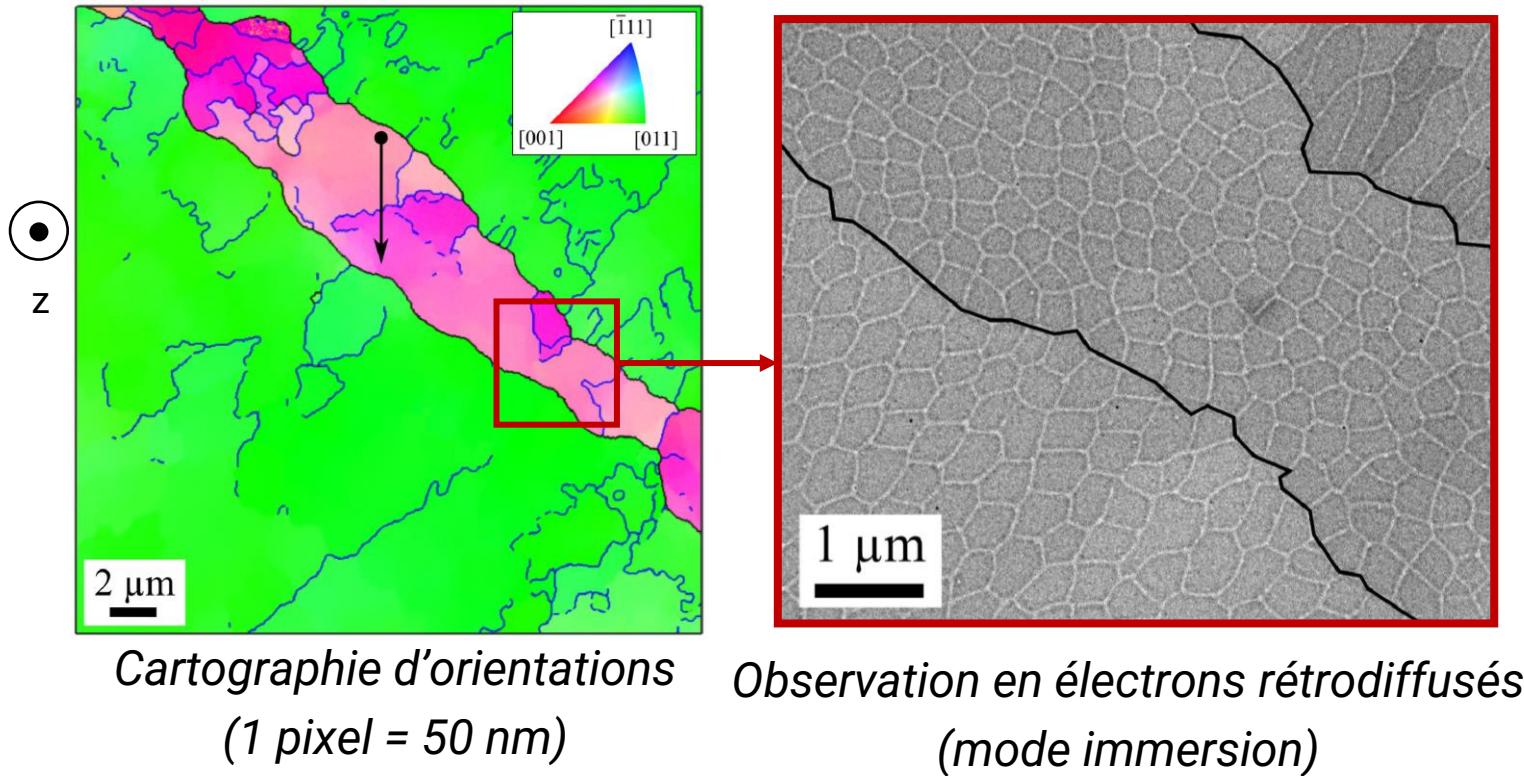
Désorientations ponctuelles

→ **sous-structure** intragranulaire

Caractérisation microstructurale

Analyses sur lame mince pour MET (électropolissage) :

Excellent état de surface, attaque chimique, suppression de la couche de surface écrouie, faible poire d'interaction.



Deux types de désorientations intragranulaires :

Désorientations progressives

→ marqueur de **déformation** plastique (écrouissage)

Désorientations ponctuelles

→ **sous-structure** intragranulaire constituée de domaines **d'orientations cristallines voisines** séparées par des régions de **composition chimique différente** : **dendrites**.

Evolution en température

Dans certains matériaux métalliques :

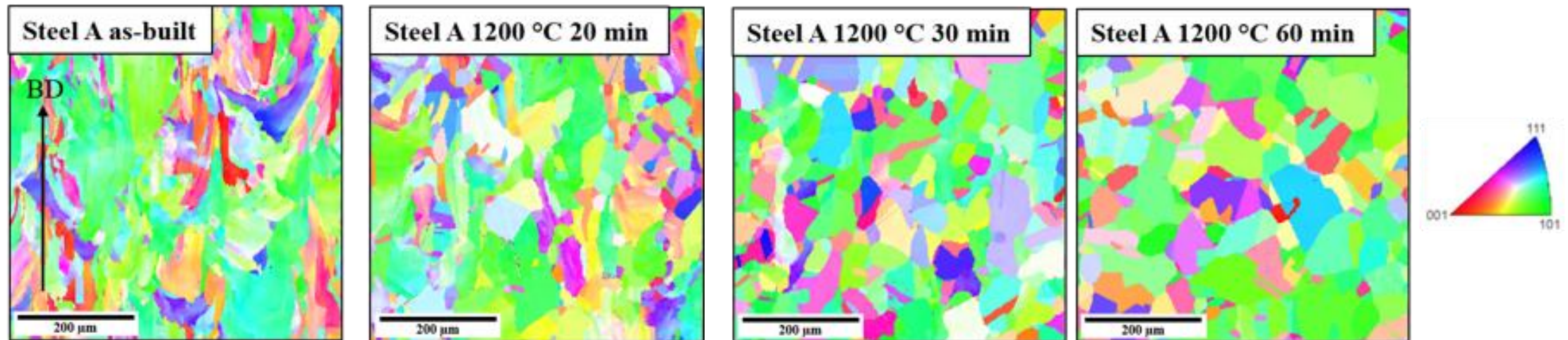
Ecrouissage + mise en température = **recristallisation** (apparition de nouveaux grains équiaxes non déformés).

Evolution en température

Dans certains matériaux métalliques :

Ecouissage + mise en température = **recristallisation** (apparition de nouveaux grains équiaxes non déformés).

EBSD sur massif (1 pixel = 0,5 μm), surface totale 1x1,5 mm^2 (statistique).



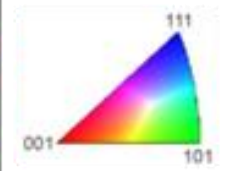
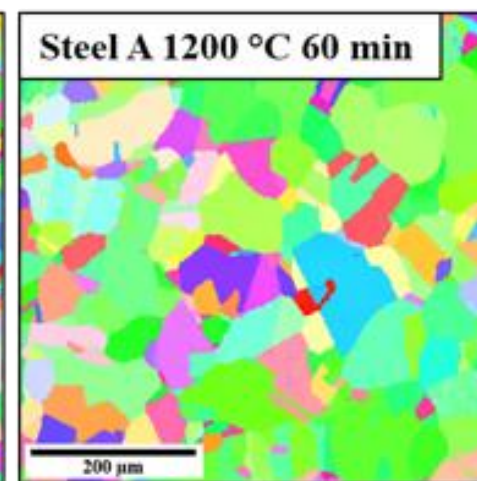
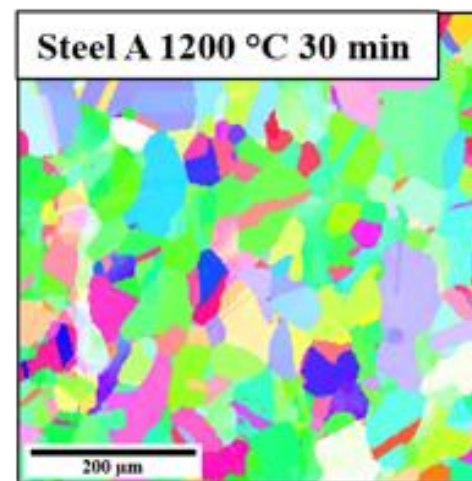
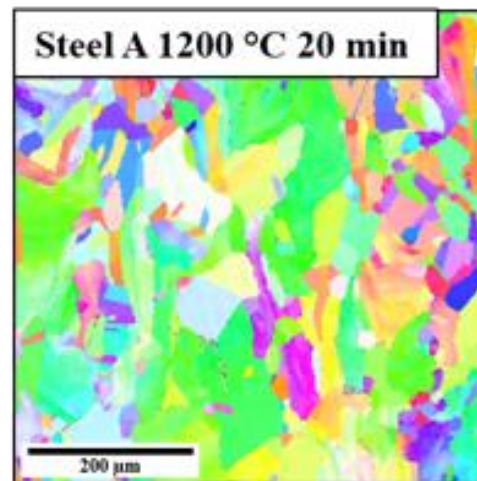
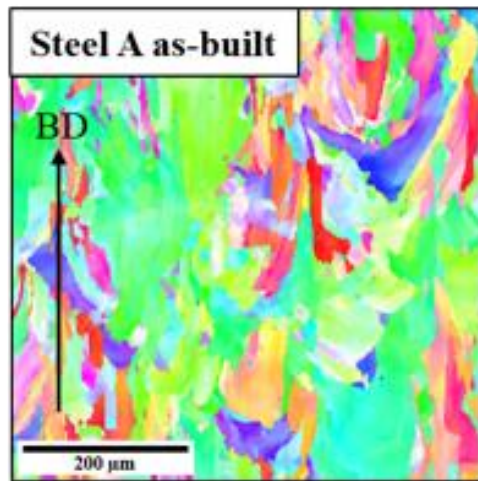
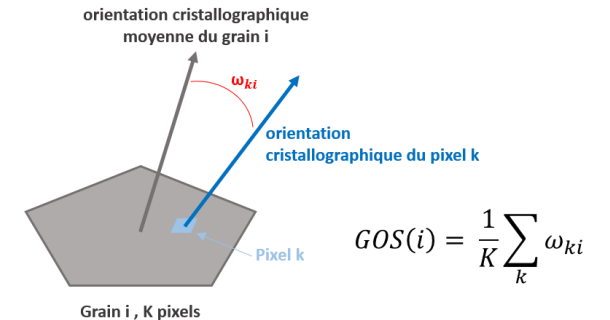
Evolution en température

Dans certains matériaux métalliques :

Ecouissage + mise en température = **recristallisation** (apparition de nouveaux grains équiaxes non déformés).

EBSD sur massif (1 pixel = 0,5 µm), surface totale 1x1,5 mm² (statistique).

Etude de la **cinétique de recristallisation** : Grain Orientation Spread (GOS).



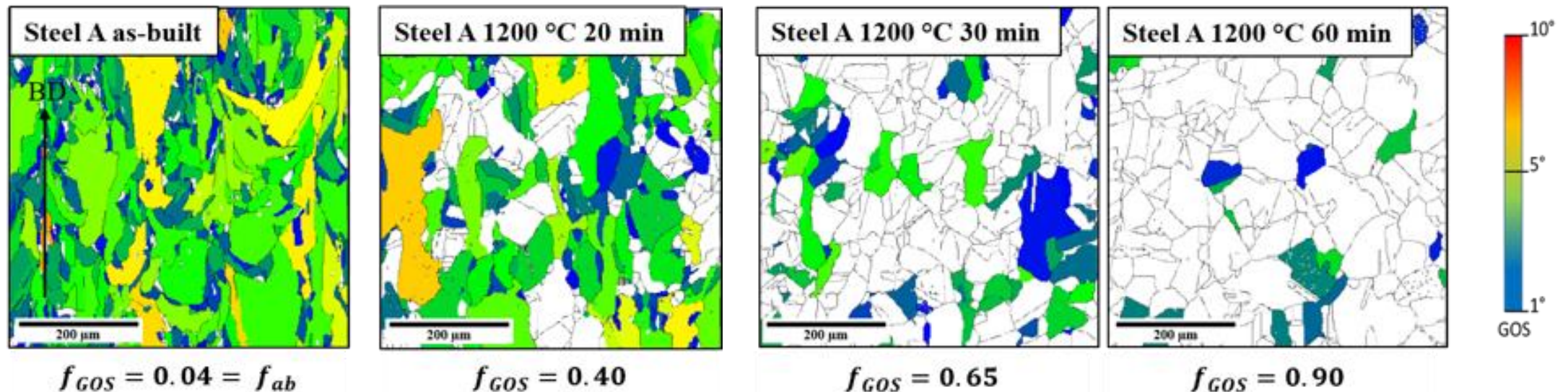
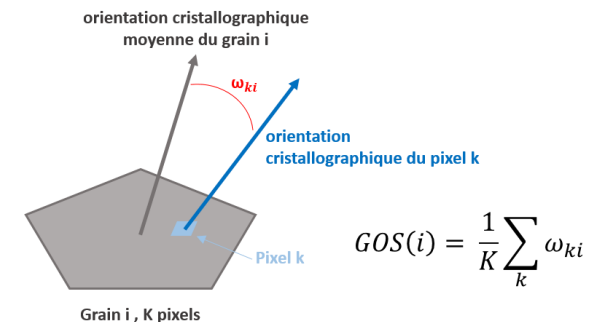
Evolution en température

Dans certains matériaux métalliques :

Ecrouissage + mise en température = **recristallisation** (apparition de nouveaux grains équiaxes non déformés).

EBSD sur massif (1 pixel = 0,5 µm), surface totale 1x1,5 mm² (statistique).

Etude de la **cinétique de recristallisation** : Grain Orientation Spread (GOS).



Evolution en température

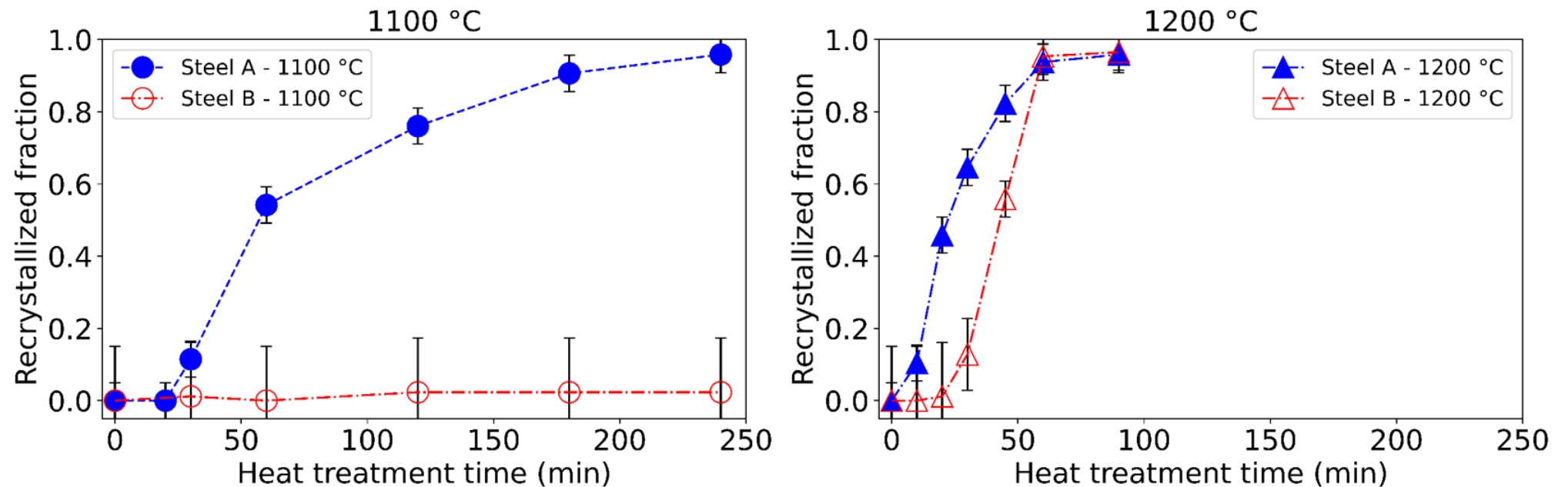
Dans certains matériaux métalliques :

Ecouissage + mise en température = **recristallisation** (apparition de nouveaux grains équiaxes non déformés).

EBSD sur massif (1 pixel = 0,5 μm), surface totale 1x1,5 mm² (statistique).

Etude de la **cinétique de recristallisation** : Grain Orientation Spread (GOS)

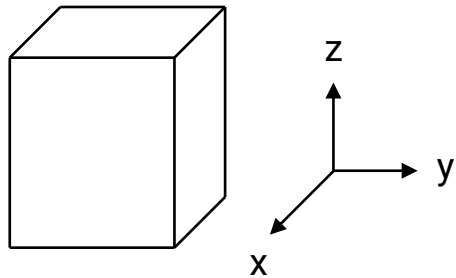
Effet de la microstructure de départ sur les cinétiques de recristallisation.



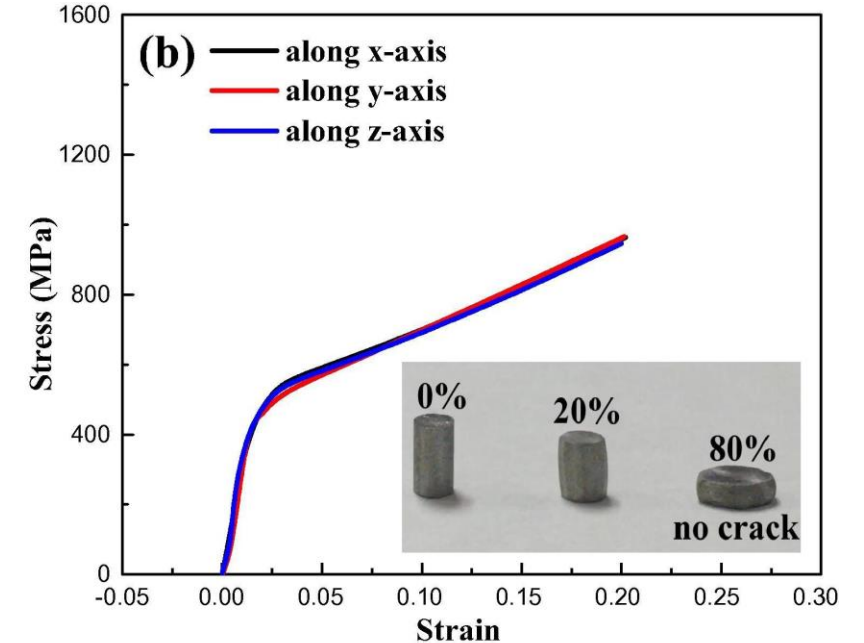
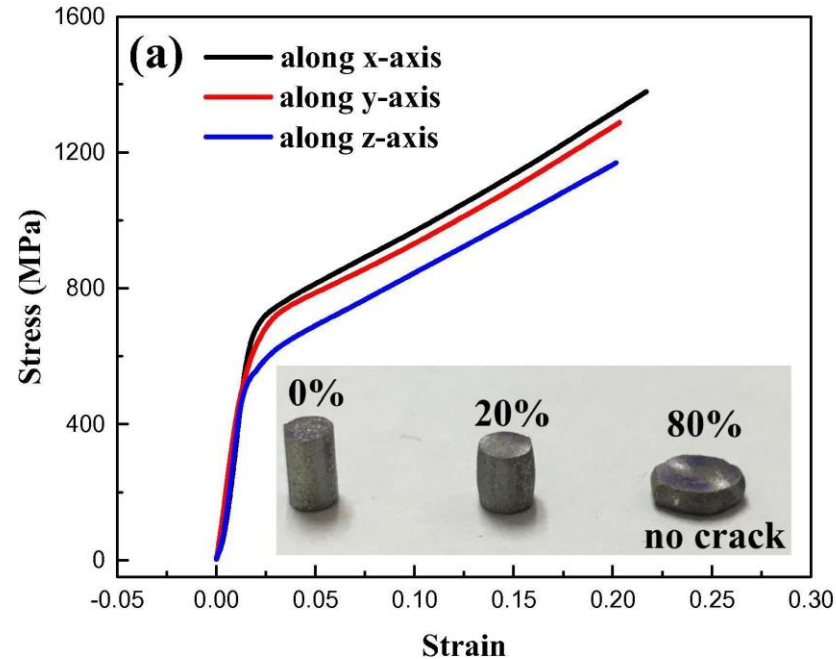
Propriétés mécaniques

Dans l'état brut de fabrication : microstructure orientée et déformée : matériau **dur mais anisotrope**.

Dans l'état recristallisé : microstructure sans orientation particulière et non déformée : matériau **plus mou mais isotrope**.



Direction de fabrication : axe z

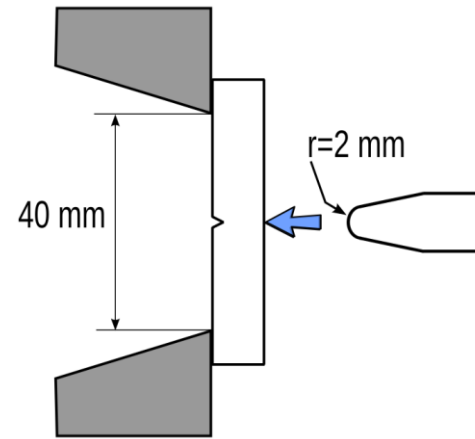
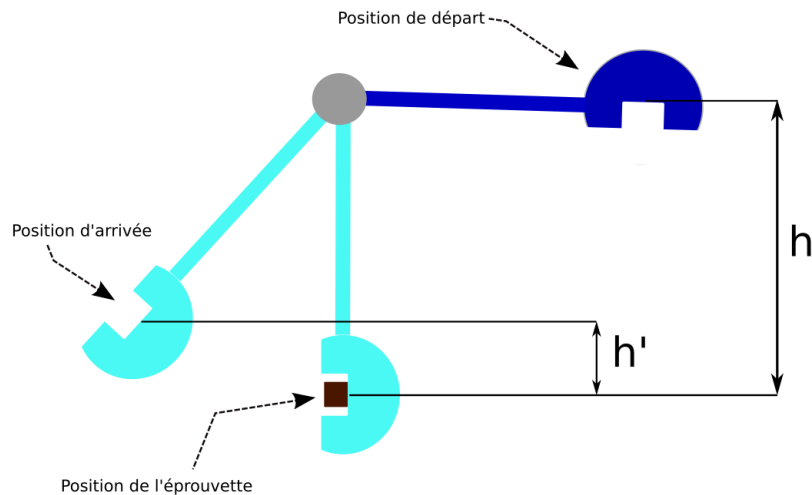


Courbes de compression (a) dans l'état brut de fabrication, (b) après traitement thermique

Propriétés mécaniques

Pour des applications industrielles, **la résistance à la rupture** est une propriété plus pertinente que les propriétés en traction/compression.

Caractérisation de la résistance à la rupture : **essais Charpy**.



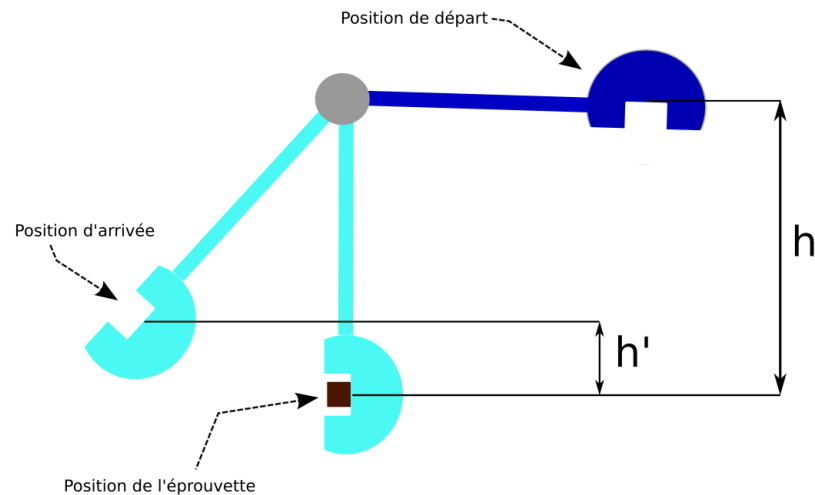
Principe de l'essai Charpy (wikipedia)

Propriétés mécaniques

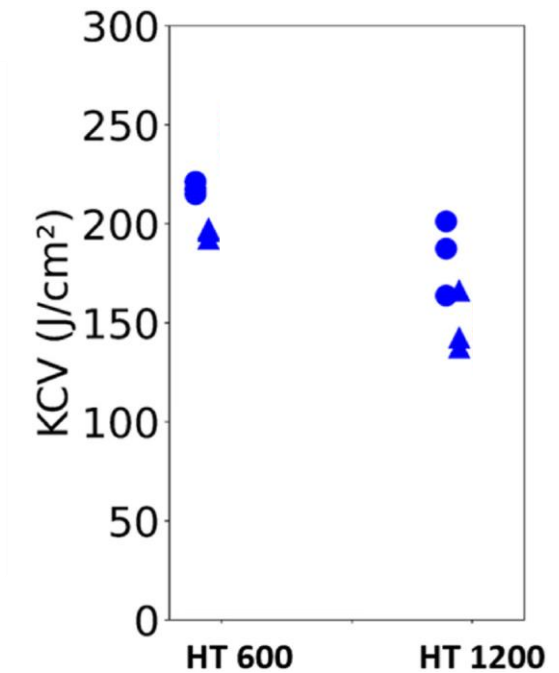
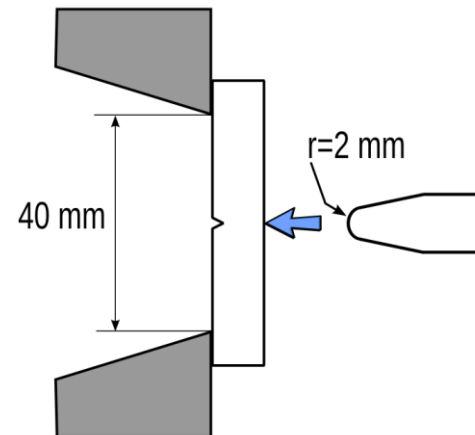
Pour des applications industrielles, **la résistance à la rupture** est une propriété plus pertinente que les propriétés en traction/compression.

Caractérisation de la résistance à la rupture : **essais Charpy**.

Le matériau recristallisé résiste moins bien à la rupture ! Pourquoi ?



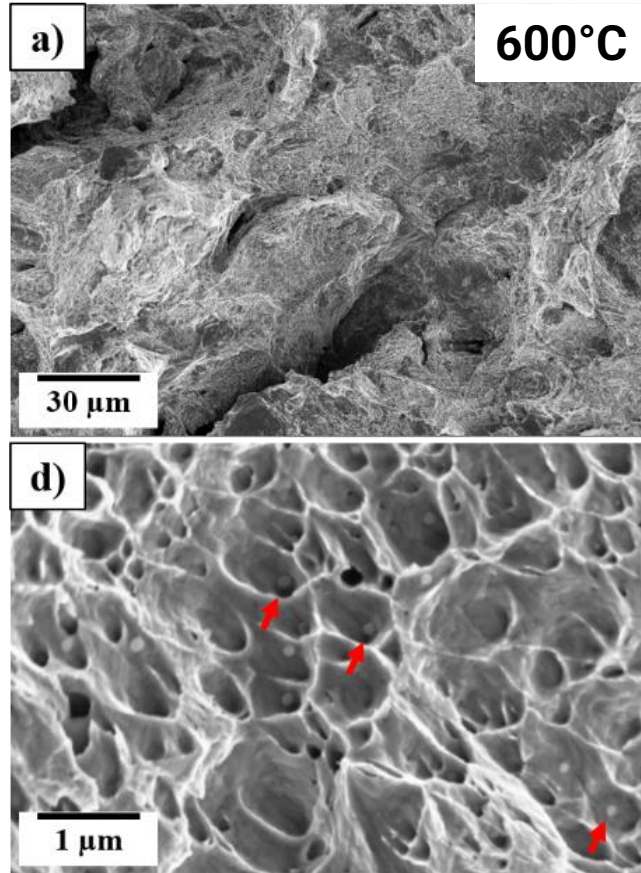
Principe de l'essai Charpy (wikipedia)



*Energie de rupture de l'acier 316L-LPBF
traité à 600°C et à 1200°C*

Propriétés à rupture

Observations SE de la surface d'une demi-éprouvette rompue.



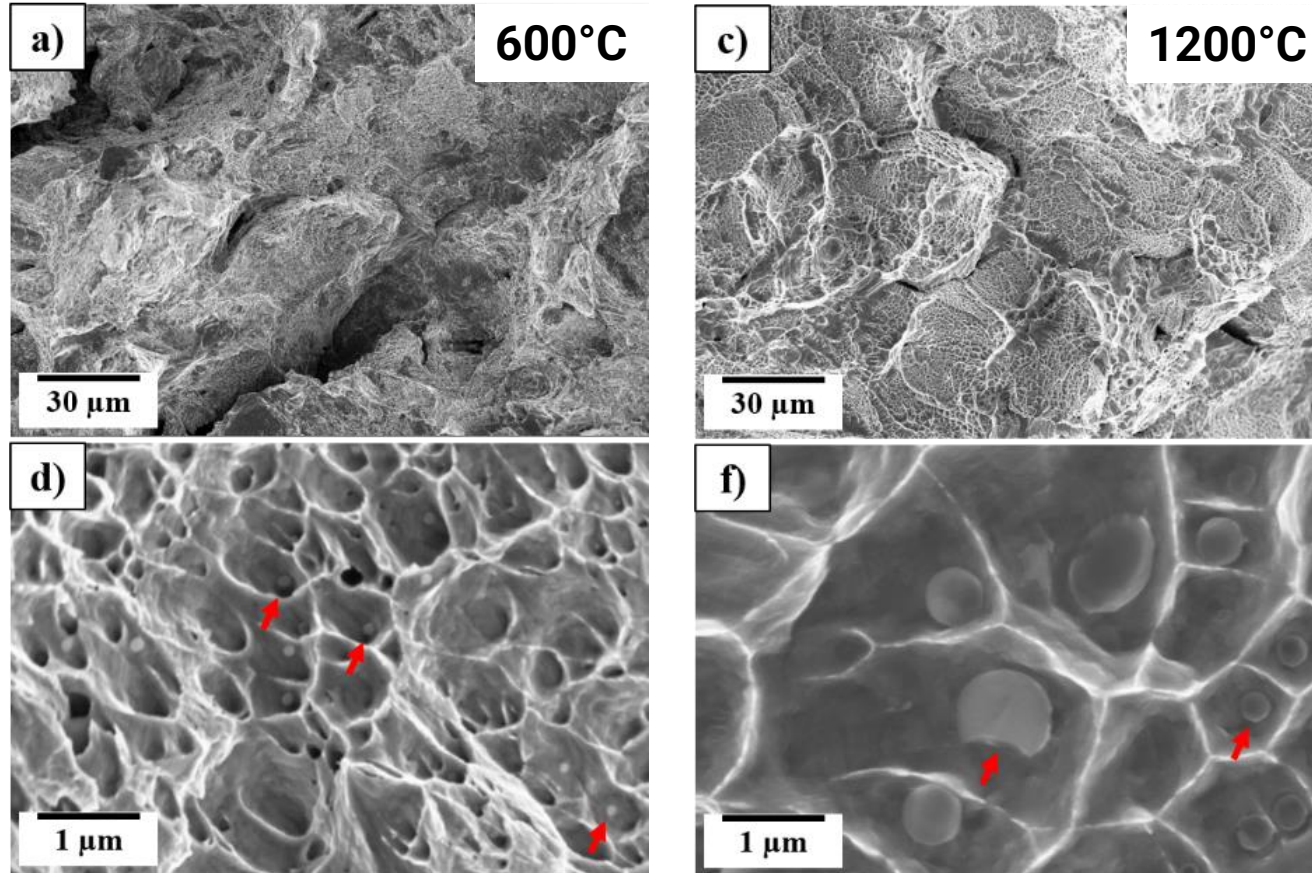
Après 1h à 600°C :

A faible grossissement, pas de motif particulier.

A fort grossissement, la rupture s'initie sur des particules ~10 nm.

Propriétés à rupture

Observations SE de la surface d'une demi-éprouvette rompue.



Après 1h à 600°C :

A faible grossissement, pas de motif particulier.

A fort grossissement, la rupture s'initie sur des particules ~10 nm.

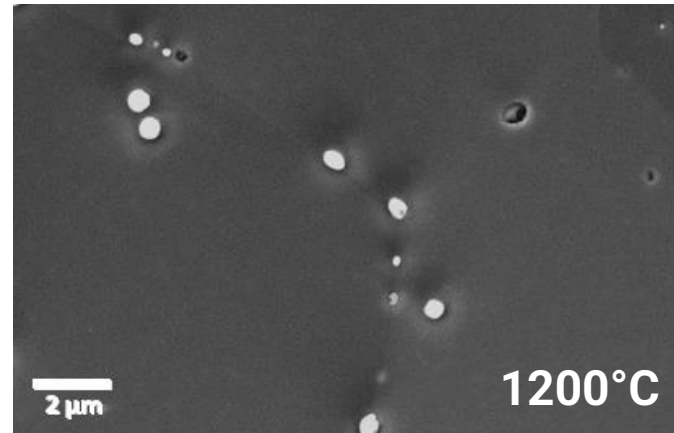
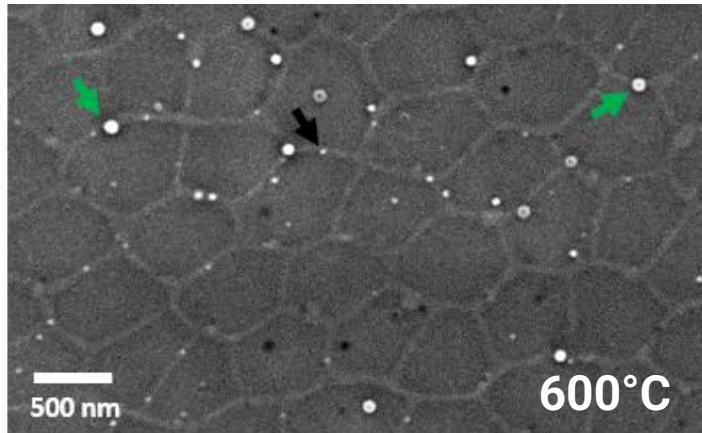
Après 1h à 1200°C :

A faible grossissement, polyèdres : grains ?

A fort grossissement, la rupture s'initie sur des particules ~500 nm.

Propriétés à rupture

Observation SE sur lames minces (InLens, en forçant le contraste) :



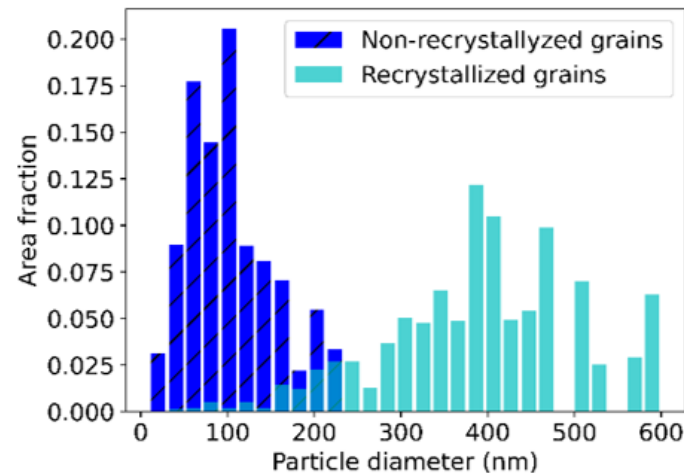
Après 1h à 600°C :

Petites particules entre les dendrites.

Après 1h à 1200°C :

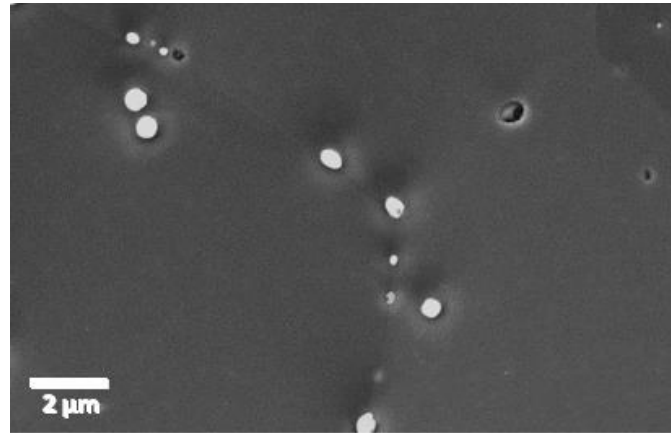
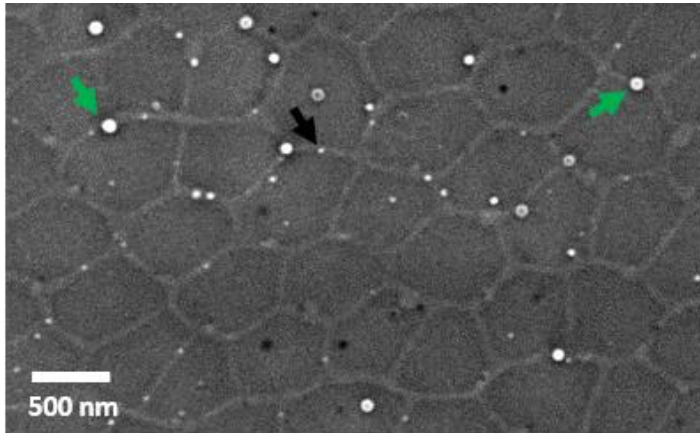
Grosses particules entre les grains.

Dans les 2 cas : oxydes (MET-EDX)



Propriétés à rupture

Observation SE sur lames minces (InLens, en forçant le contraste) :



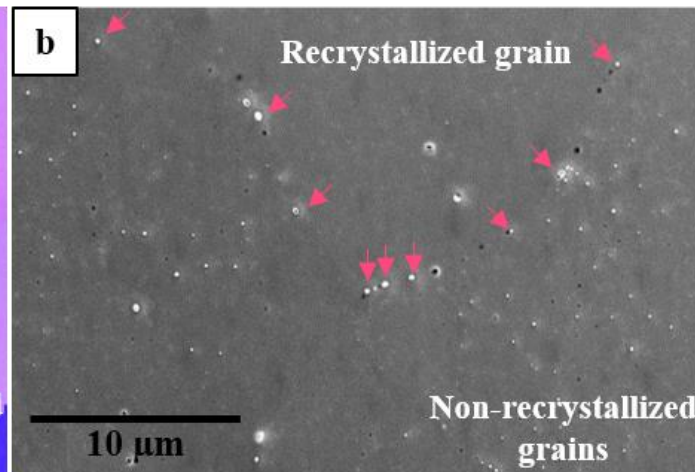
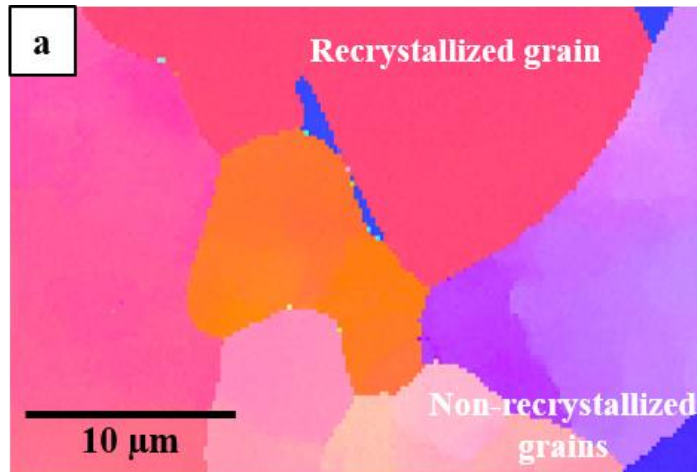
Après 1h à 600°C :

Petites particules entre les dendrites.

Après 1h à 1200°C :

Grosses particules entre les grains.

Dans les 2 cas : oxydes (MET-EDX)



Synergie entre **recristallisation** et **grossissement** des oxydes !

La présence de gros défauts entre les grains diminue la résistance à la rupture.

Conclusion

Dans cet exemple, la microscopie à balayage (+ EBSD) a permis de comprendre :

- La relation entre procédé et microstructure
- L'évolution de cette microstructure en température
- La relation entre microstructure et propriétés mécaniques
- Les mécanismes menant à la rupture du matériau

Le **choix de la microstructure** (et donc des traitements thermiques) dépend des **propriétés recherchées** :

- S'il faut un matériau **isotrope en traction**, la microstructure **recristallisée** sera la meilleure.
- S'il faut un matériau **résistant à la rupture**, la microstructure **non recristallisée** sera la meilleure.

Conclusion

Dans cet exemple, la microscopie à balayage (+ EBSD) a permis de comprendre :

- La relation entre procédé et microstructure
- L'évolution de cette microstructure en température
- La relation entre microstructure et propriétés mécaniques
- Les mécanismes menant à la rupture du matériau

Le **choix de la microstructure** (et donc des traitements thermiques) dépend des **propriétés recherchées** :

- S'il faut un matériau **isotrope en traction**, la microstructure **recristallisée** sera la meilleure.
- S'il faut un matériau **résistant à la rupture**, la microstructure **non recristallisée** sera la meilleure.

Merci pour votre attention

Remerciements à toute l'équipe μ MAX du Centre des Matériaux.