

Chapitre 5

INSTRUMENTS

DE CARACTERISATION

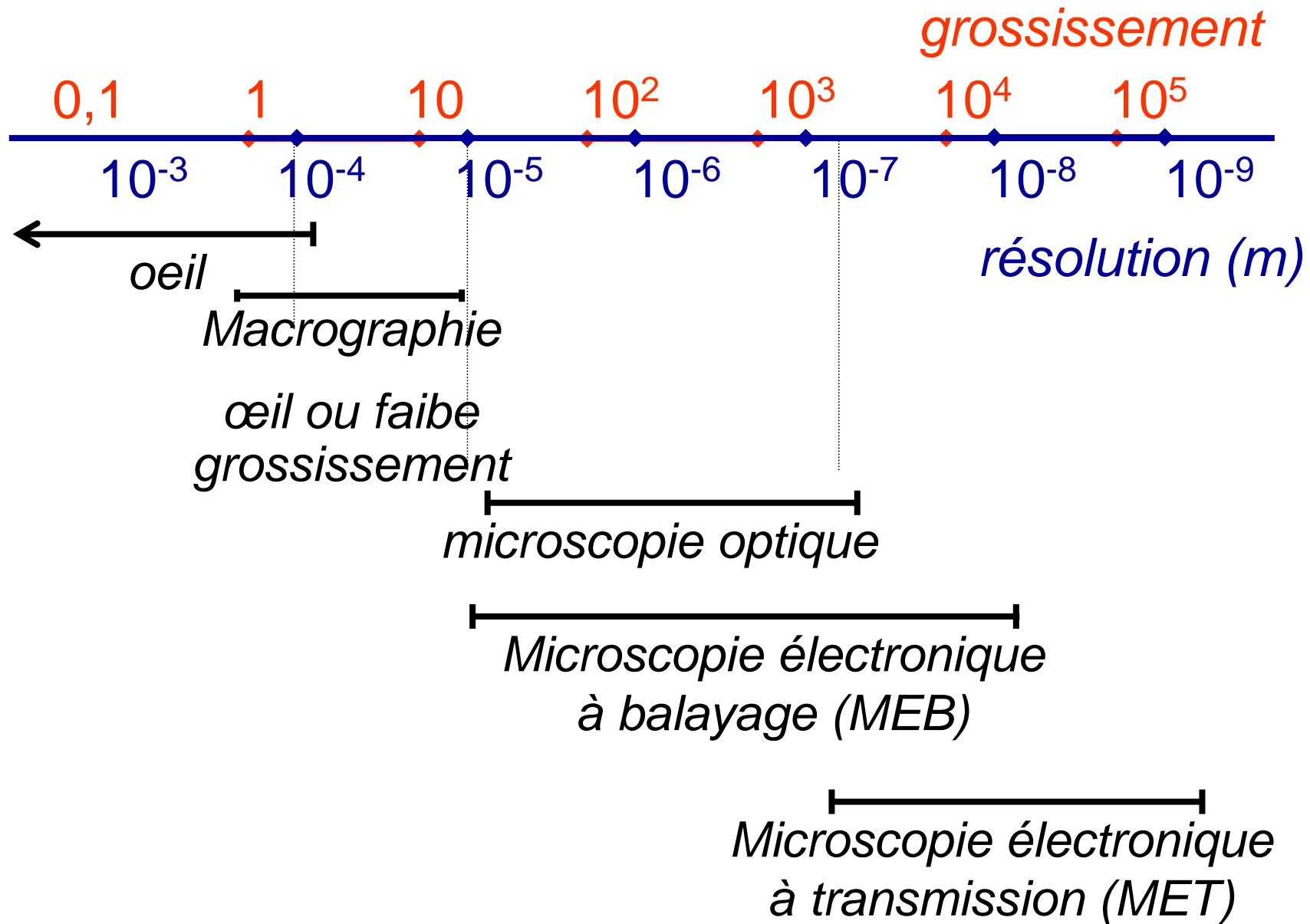
DES MICROSTRUCTURES

Les propriétés mécaniques (R_e , R_m , A , Z , $E...$)
dépendent de la microstructure des matériaux

→ contrôler leurs propriétés, il faut décrire et
quantifier leur microstructure

Microstructure

{ nature densité et arrangement des défauts
nature des phases en présence
morphologie des phases
dispersion des phases



5.1 Microscopie optique

Observation de la microstructure de matériaux opaques

- métaux, alliages
- céramiques

Réflexion de la lumière sur une surface préparée à cette effet

- coupe métallographique

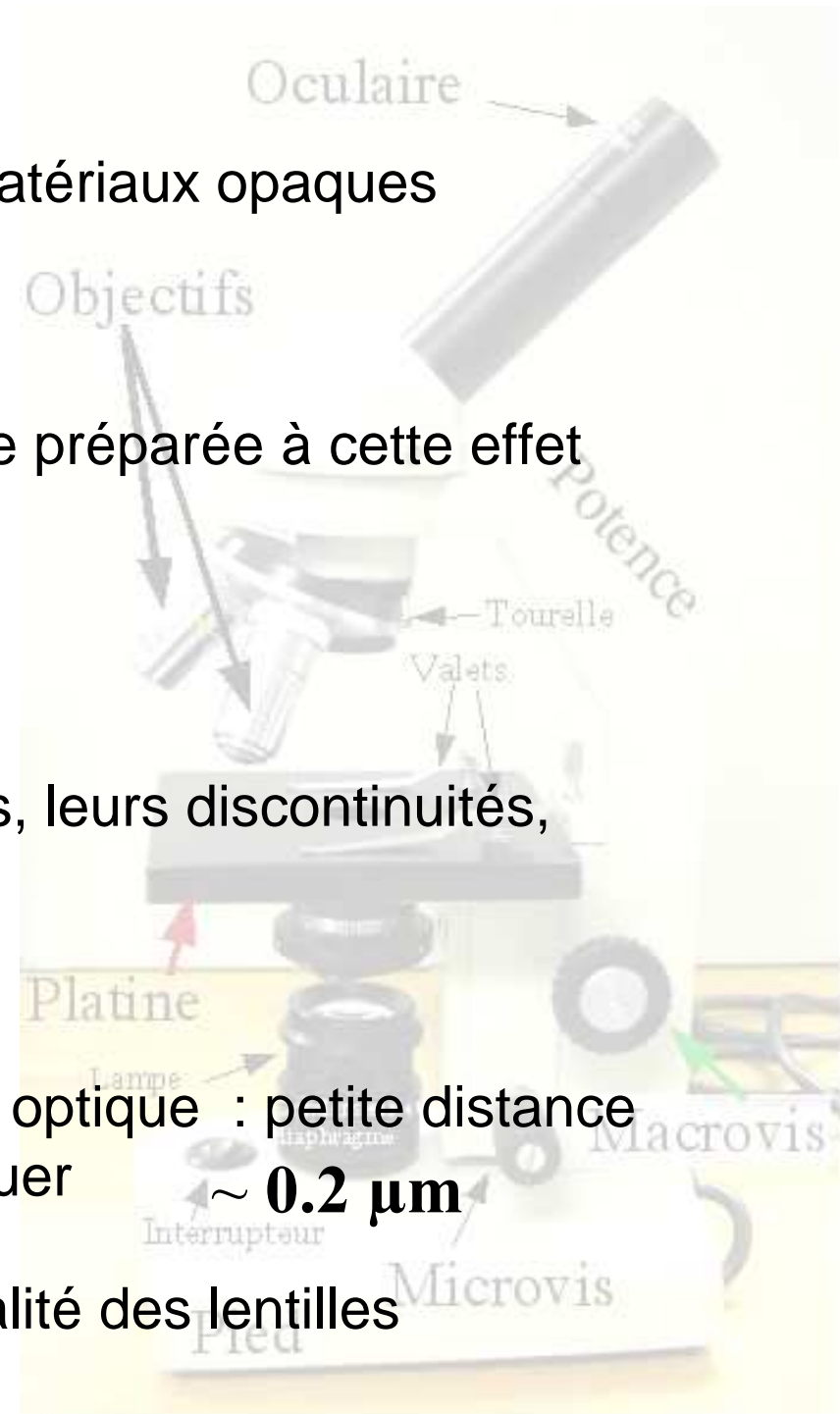
Mise en évidence

- des différents constituants
- des grains et joints de grains, leurs discontinuités,
- des figures cristallines

Pouvoir de résolution d'un microscope optique : petite distance séparant 2 objets que l'on peut distinguer

$\sim 0.2 \mu\text{m}$

Dépend de λ de la lumière et de la qualité des lentilles



➤ Préparation des échantillons

la découpe

l'enrobage

le polissage

l'attaque chimique ou électrochimique

➤ La découpe

Nécessaire si les pièces à analyser sont de grande dimension.

Les outils

Tronçonneuse

Scie à fil

➤ L'enrobage

Elle consiste à enrober l'échantillon dans une résine

Polir des échantillons trop petits pour être manipulés

Assurer une bonne préparation des bords.

➤ Polissage

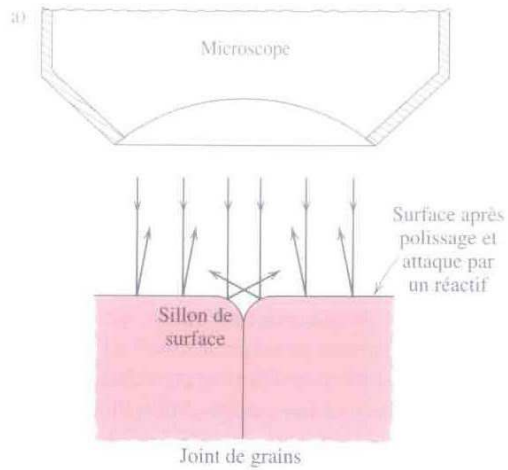
→ Obtenir une surface plane poli (miroir)
propre

➤ Attaque chimique

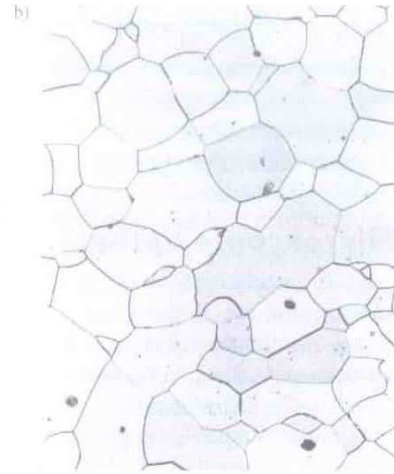
Le but de l'attaque métallographique est de créer un contraste révélant la microstructure du matériau lorsque celle-ci n'apparaît pas à l'issue du polissage

Les différents constituants n'ont plus le même pouvoir réfléchissant ou changent de couleur

→ Taille, forme des grains, composition



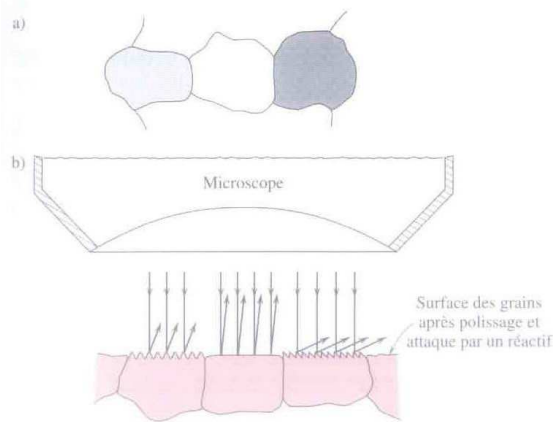
a



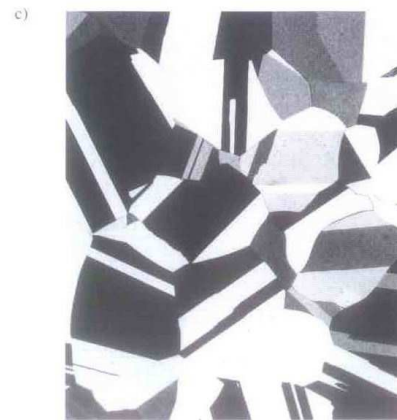
b

a : section d'un joint de grains. En surface, la réflexion de la lumière est modifiée par le sillon résultant de l'attaque par un réactif.

b : micrographie de la surface d'un échantillon d'alliage Fe-Cr après polissage et attaque chimique. Les joints de grains apparaissent + sombres (x100)



a

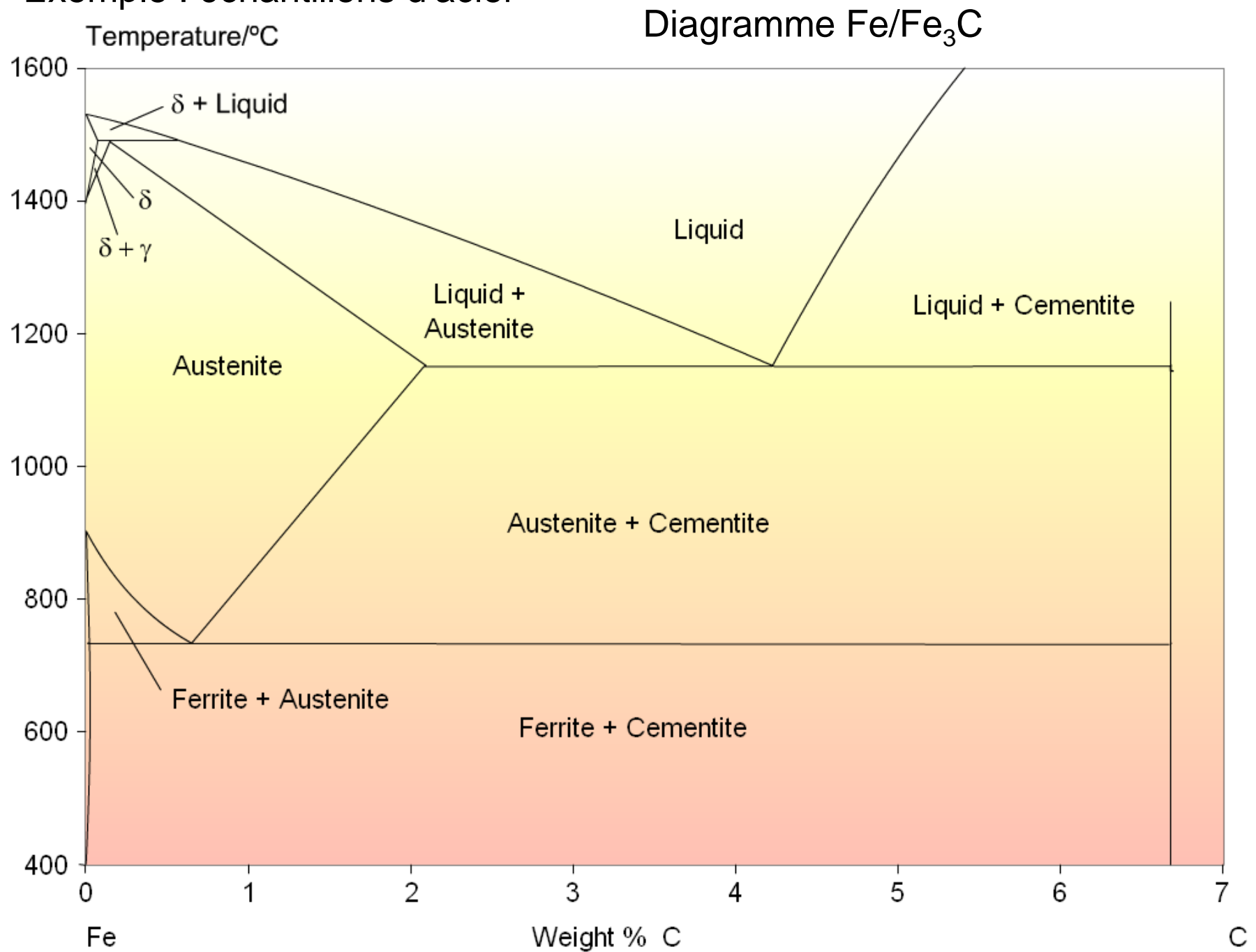


b

a : représentation de la section de 3 grains dont les caractéristiques optiques et la texture varient en fonction de l'orientation cristallographique

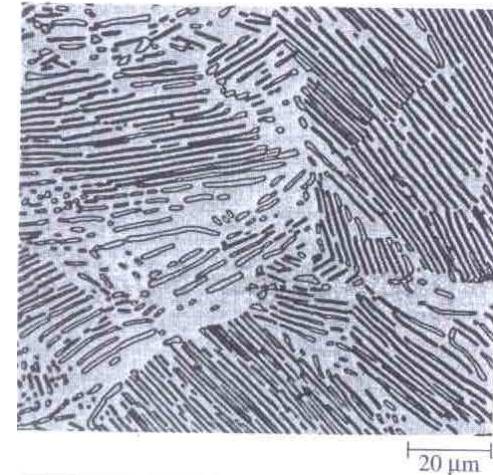
b : micrographie d'un échantillon de laiton polycristallin (x60)

➤ Exemple : échantillons d'acier



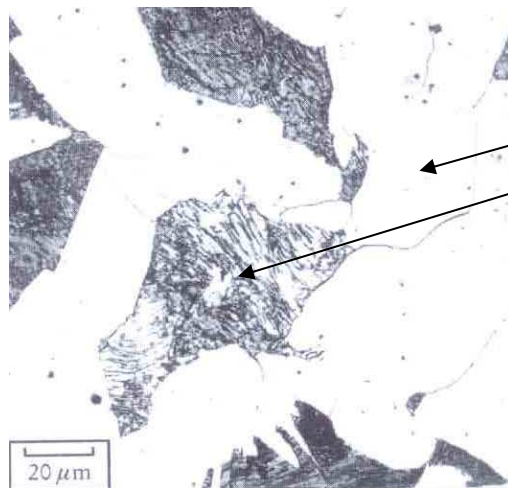
Acier de composition eutectoïde : 0.76% m de carbone

Lorsqu'un acier de composition eutectoïde est refroidi lentement sous la température eutectoïde la microstructure formée de couches alternées de deux phases la ferrite α et la cémentite Fe_3C est appelée **perlite**



Acier de composition hypo-eutectoïde : $0.022\%m < C < 0.76\%m$

Si l'on refroidit un acier de composition hypoeutectoïde sous la température eutectoïde ($727^\circ C$), les microconstituants sont : ferrite α pro-eutectoïde (se formant dans le domaine de phase $\gamma + \alpha$) + perlite

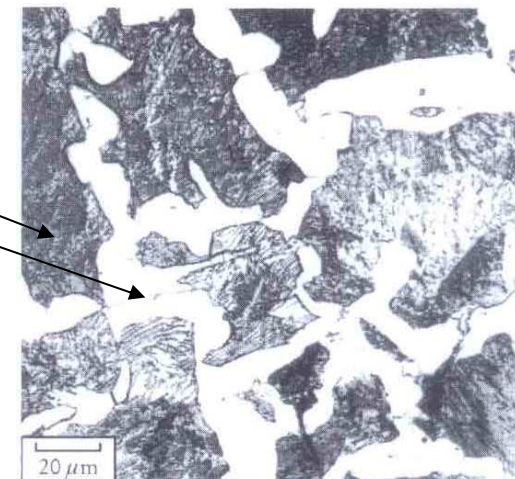


$\alpha + \text{perlite}$

+ % $mC \nearrow$ + la quantité de perlite \nearrow

0,2% m C

0,6% m C

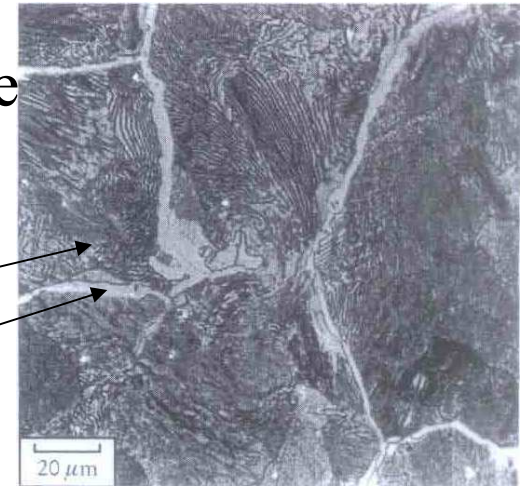


Acier de composition hypereutectoïde : $0.76\%m < C < 2.14\%m$

Lors du refroidissement d'un acier de composition hypereutectoïde de la cémentite (Fe_3C) pro-eutectoïde se forme dans le domaine de phase $\gamma + Fe_3C$.

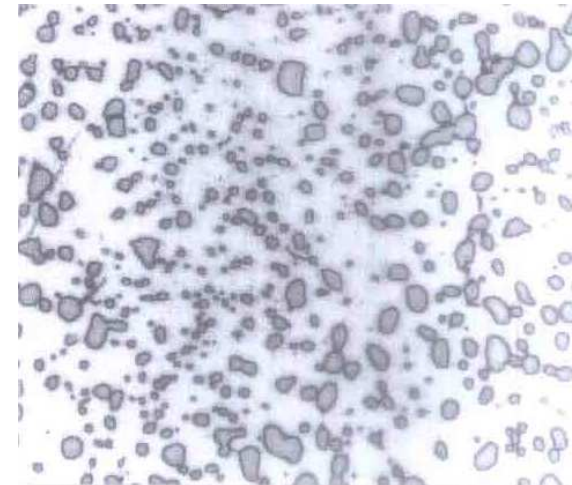
La perlite se forme au passage du palier eutectoïde

1,4% m C : microstructure perlite + cémentite (Fe_3C)



Acier de composition eutectoïde : $0.76\%m$ C ayant été recuit à $700^{\circ}C$ ($T^{\circ} < T$ eutectoïde) environ 20 h

Microstructure = perlite globulaire
(moins dure que la perlite lamellaire)



5.2 Microscopie électronique à balayage

Le MEB est un instrument très utilisé pour la caractérisation des matériaux

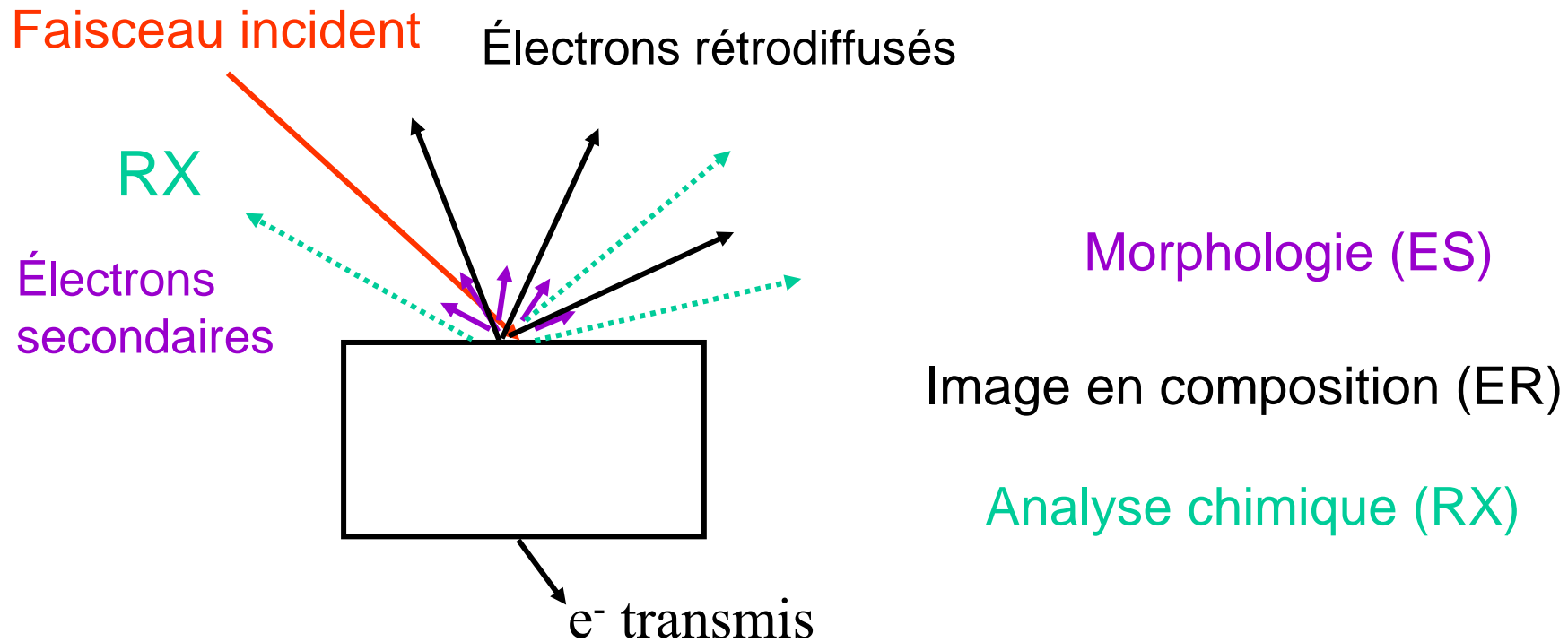
→ Pas de préparation spéciale des échantillons
(sauf isolants : métallisation)

→ Plusieurs informations

Le microscope électronique à balayage permet d'obtenir des informations sur :

- La topographie de la surface d'un objet
- La morphologie des grains le constituant
- Sa composition
- Sa structure cristallographique

Interaction électrons matière



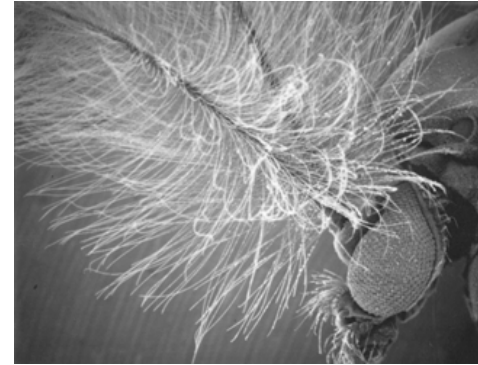
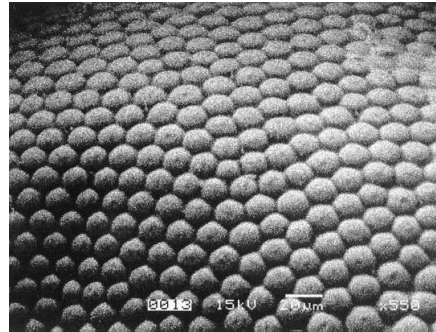
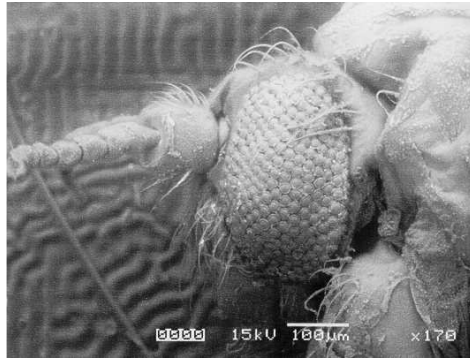
➤ Les électrons secondaires

Faible énergie ($E < 50\text{eV}$)

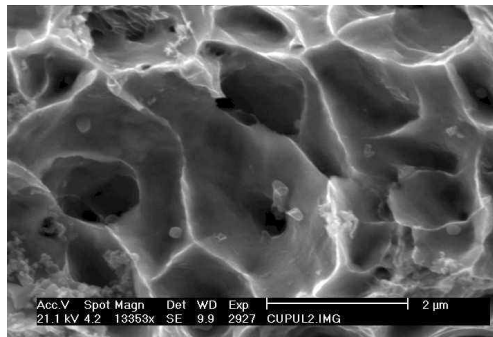
Image de la topographie de la surface de l'échantillon

Morphologie des grains

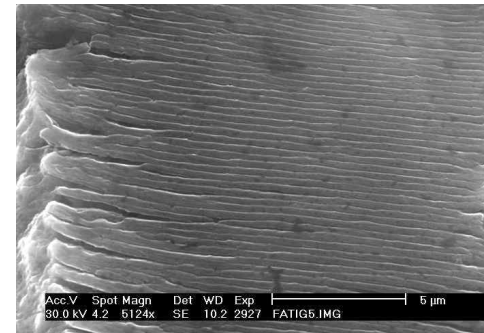
Images obtenues en MEB mode électrons secondaires



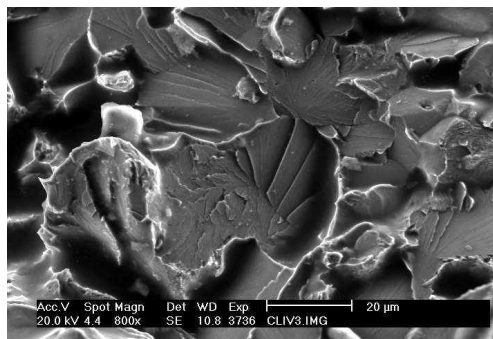
Œil d'insecte
et antenne de
papillon



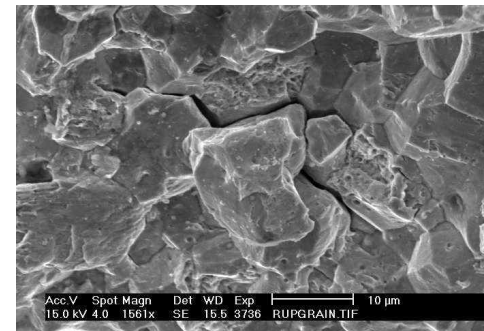
Faciès de rupture
ductile en cupules



Rupture
fragile
en fatigue

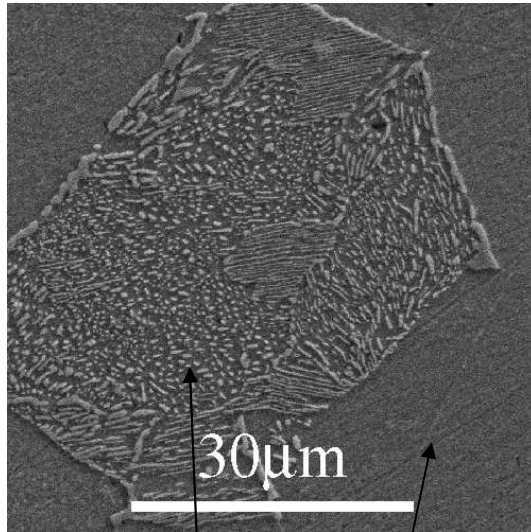


Rupture fragile
transgranulaire

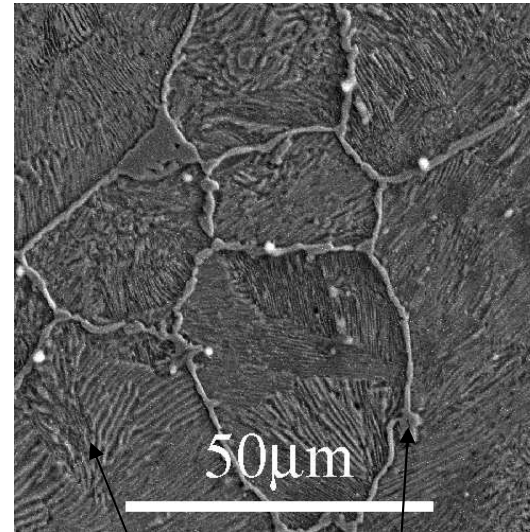


Rupture fragile
intergranulaire

Images obtenues en MEB mode électrons secondaires



Perlite + ferrite



Perlite + cémentite

➤ Les électrons rétrodiffusés

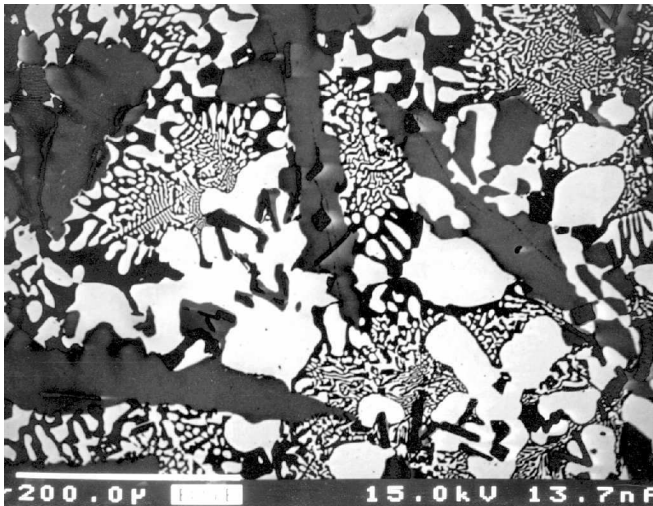
Ce sont des électrons du faisceau incident qui sont diffusés de manière élastique ou quasi-élastique vers l'arrière (en retour) (Back Scattered Electrons BSE) après un choc avec un atome de l'échantillon.

La section efficace de rétrodiffusion varie fortement avec le numéro atomique de l'atome cible

Les régions les plus denses sont plus claires

Les régions les moins denses sont les plus sombres

→ Image en contraste de phase

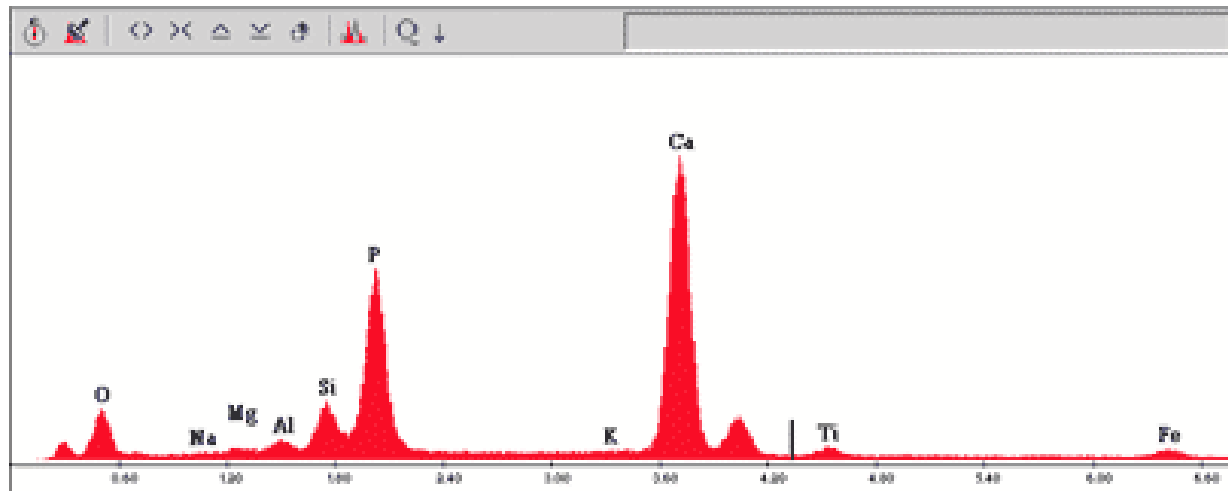


Alliage Zr-Au après traitement thermique approprié image en mode rétrodiffusé contraste de Z, alliage riche en Zr en noir, alliage riche en Au en blanc

➤ Les rayons X

L'émission de rayons X est un processus de désexcitation d'un atome dont un électron de cœur a été arraché

L'émission X est utilisée pour le dosage des éléments de Z à partir de 10 - 11.



Spectre d'émission X.

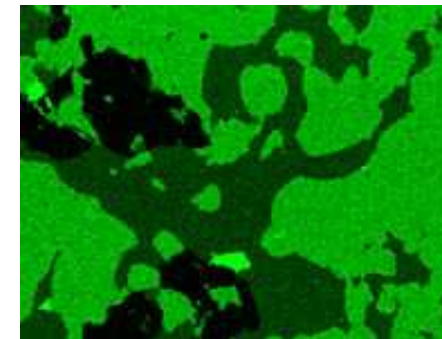
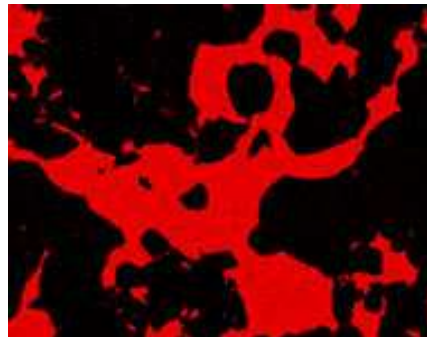
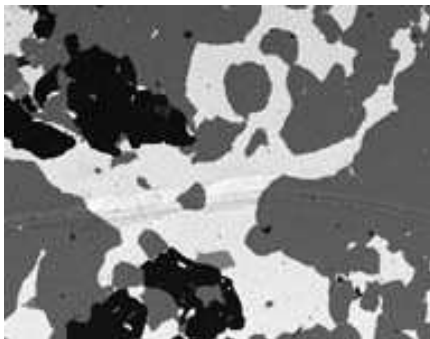
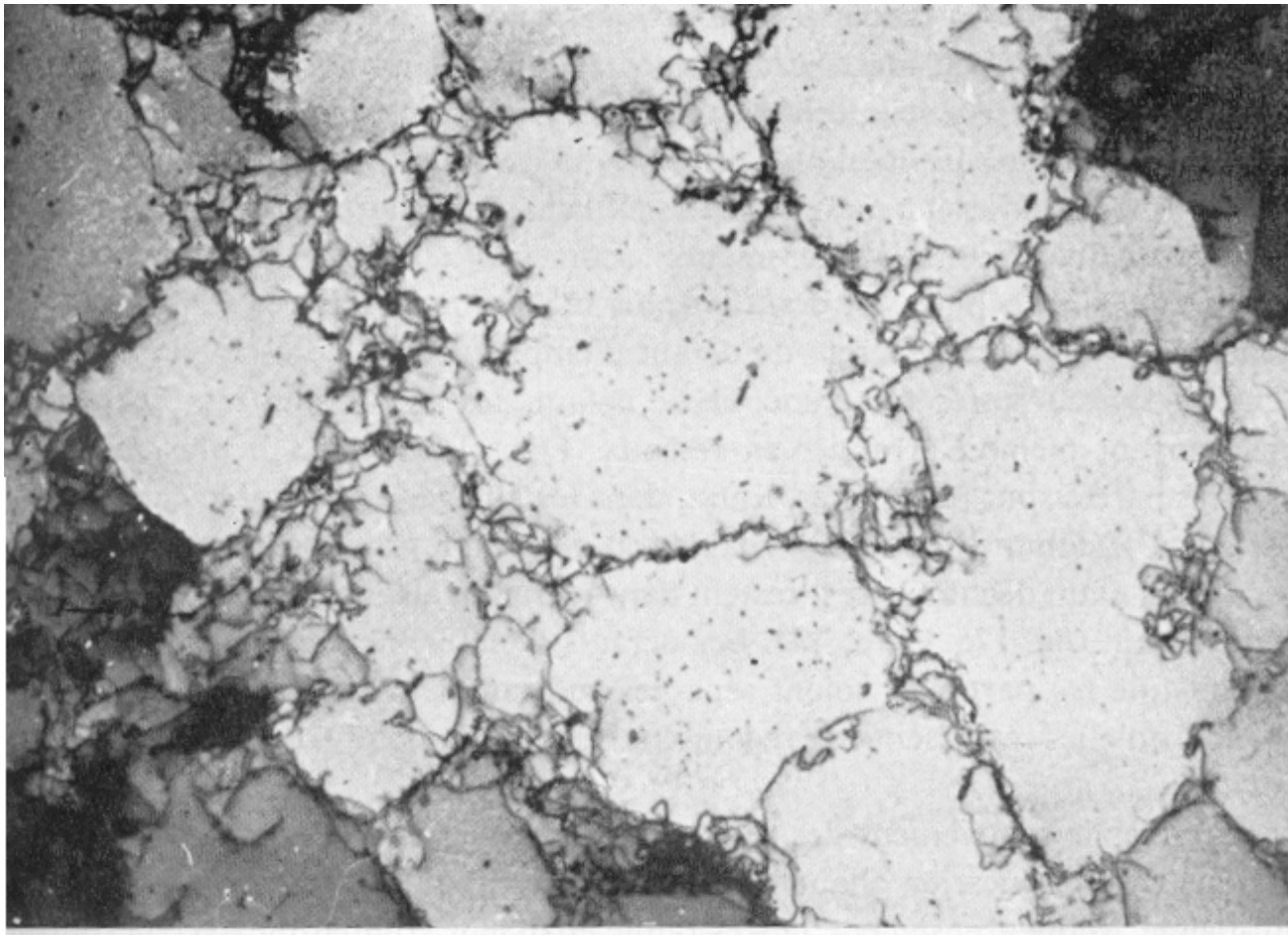


Image BSE (a), répartition du plomb en rouge (b) et répartition du soufre en vert (c).

5.3 Microscopie électronique à transmission

Préparation des échantillons → être transparents pour le faisceau d'électrons (pour une tension d'accélération des électrons de 100 kV $e < 0,2 \mu\text{m}$ pour Al, $e < 0,1 \mu\text{m}$ pour Fe) (amincissement ionique)



*Écrouissage
observation
de dislocations*

MET
x 18000