

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE DE L'ACIER

INTRODUCTION

Est appelé « Acier » un alliage métallique entre l'élément fer et l'élément carbone. La teneur en carbone de l'acier varie entre 0,008% et 2,11% en masse, en dessous on parle simplement de fer, au-delà, l'alliage est appelé « fonte ».

FER

Symbole : Fe

N° Atomique : 26

Densité : 7,8

Masse molaire : 55,8 g.mol⁻¹

T°C fusion : 1538 °C

CARBONE

Symbole : C

N° Atomique : 6

Densité : 2,1 - 2,3 (graphite)

Masse molaire : 12 g.mol⁻¹

ACIER

C'est principalement cette teneur en carbone qui confère à l'acier ses célèbres propriétés telles que sa résistance à la déformation plastique, sa résistance à la rupture, sa résilience et bien sûr sa dureté. Des éléments peuvent également être ajoutés à l'acier, appelés « éléments d'addition », et permettent d'influencer ses propriétés. Ces nouveaux alliages sont appelés « nuances » de l'acier.

L'acier présente néanmoins quelques inconvénients dont notamment une mauvaise résistance à la corrosion - qui pourra être remédiée en effectuant des traitements de surface (peinture, zingage, galvanisation, ...) ou bien par l'utilisation de nuances d'acier dites « inoxydables » - et sa difficulté à être moulé et donc peu recommandé pour les pièces volumineuses.

L'abondance de son minerai et sa facilité à être travaillé ont permis à l'acier « simple » d'être peu onéreux. Ceci, associé à ses propriétés, permet à l'acier d'être le matériau métallique privilégié dans la plupart des domaines techniques : les transports, le bâtiment, l'industrie chimique, l'industrie nucléaire, l'industrie militaire, la vie quotidienne, l'industrie médicale, etc...



ELABORATION DE L'ACIER

La sidérurgie est le secteur industriel de la métallurgie d'élaboration des alliages ferreux. La production d'acier met en œuvre plusieurs filières (fontes ou ferrailles) dans lesquelles sont toujours mis en évidence trois opérations fondamentales :

• L'ÉLABORATION

Elle est destinée à produire la nuance d'acier désirée. L'élaboration est elle-même composée de deux étapes : la première est l'obtention de l'acier brut et la seconde a pour but d'affiner cet acier brut afin d'atteindre la composition et la qualité souhaitée.

• LA COULÉE DE L'ACIER À L'ÉTAT LIQUIDE

qui est suivie par la solidification du métal.

• LA MISE EN FORME (mis à part le cas du moulage) se fait par laminage, à chaud ou à froid et qui aboutit à la production de produits plats (tôles) ou de produits longs (barres, fils, etc...).

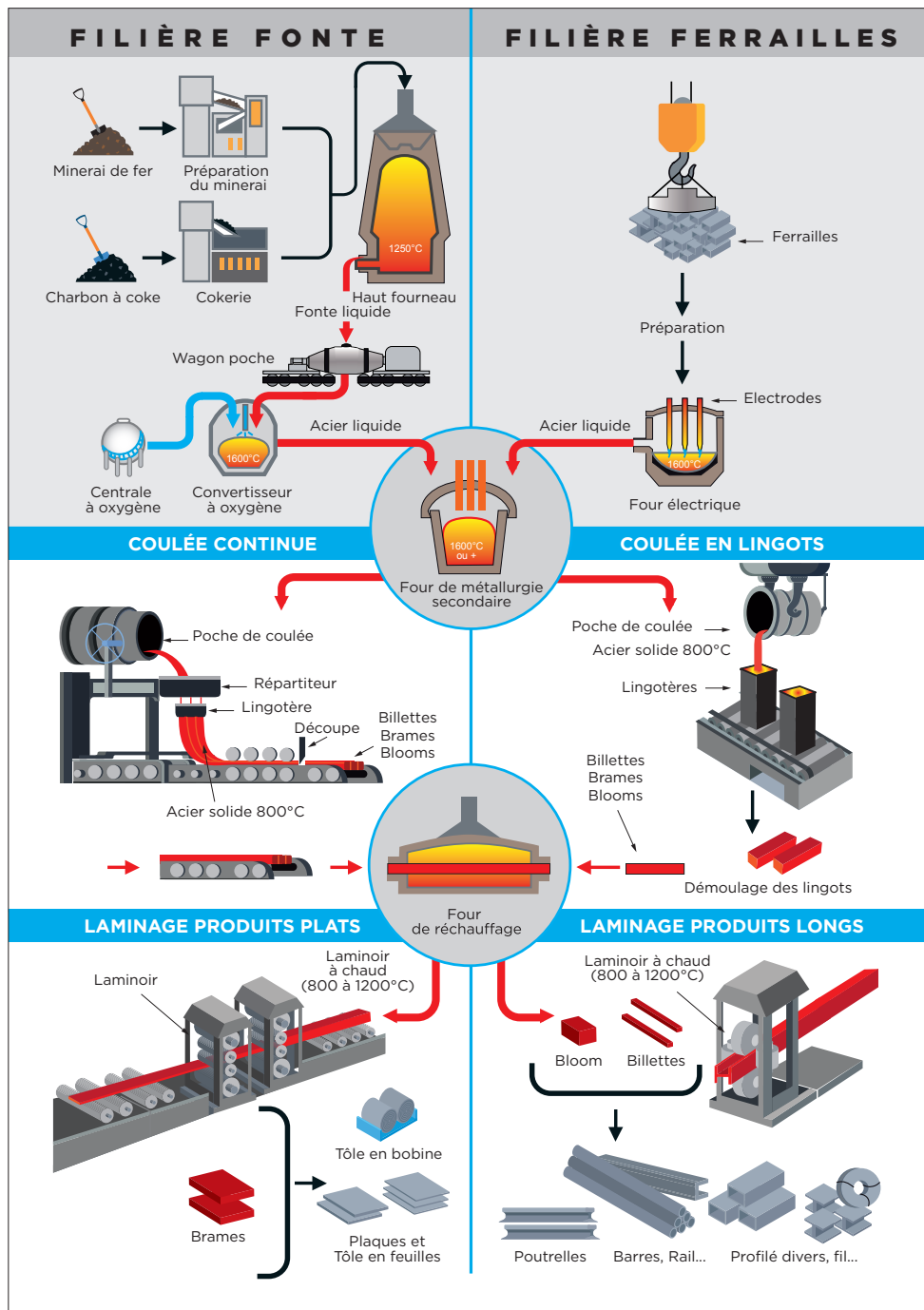


Fig 1 : Opérations sidérurgiques

CLASSIFICATION DES ACIERS

Les aciers se distinguent en trois classes :

• LES ACIERS NON ALLIÉS

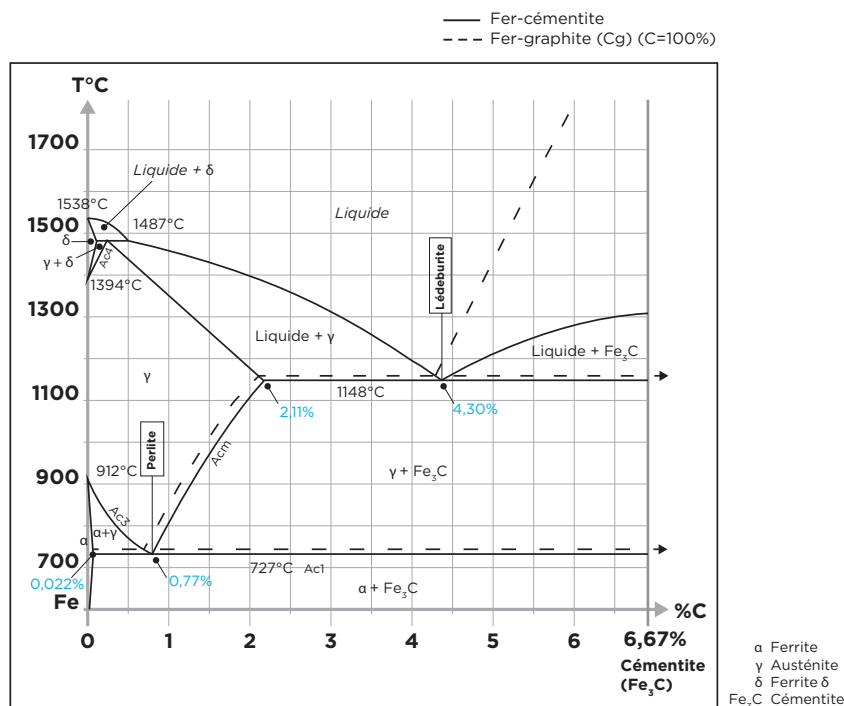
Ils possèdent une très faible teneur en éléments d'addition, destinés à l'usage général ou aux traitements thermiques, soudures, forgeages, ...

• LES ACIERS INOXYDABLES

Ils contiennent au minimum 10,5% en masse de chrome et au maximum 1,2% de carbone, qui sont résistants à la corrosion et au fluage.

• LES ACIERS ALLIÉS (non inoxydables)

Ils possèdent une teneur en éléments d'addition plus ou moins importante, destinés aux trempes et revenus et à l'outillage.



Au sein de ces trois grandes classes, il existe plusieurs distinctions qui elles-mêmes se composent d'une multitude de nuances d'acier différentes. Chacune de ces nuances est également caractérisée par le traitement « thermomécanique

» qu'elle a éventuellement subi, on parle alors d'état métallurgique. Ces traitements ont pour but de modifier la microstructure de l'acier et par conséquent de modifier ses propriétés mécaniques.

=> En résumé, les propriétés des aciers dépendent de leur composition chimique et de leur état métallurgique. **En fonction de toutes ces propriétés, la préparation métallographique des aciers peut être adaptée.**

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE

L'obtention d'une surface d'examen nécessite une succession d'opérations aussi importantes les unes que les autres quel que soit le matériau. Ces étapes sont dans l'ordre :

- Le prélèvement du produit à examiner (si nécessaire), appelé « TRONCONNAGE ».
- La standardisation de la géométrie de l'échantillon prélevé (si nécessaire), appelée « ENROBAGE ».
- L'amélioration de l'état de surface de cet échantillon, appelée « POLISSAGE ».
- La caractérisation de l'échantillon : révélation de la microstructure de l'échantillon par un réactif d'attaque (si nécessaire) appelée « ATTAQUE METALLOGRAPHIQUE » et l'observation microscopique (optique ou électronique).

=> Chacune de ces étapes doit être effectuée rigoureusement sous peine de rendre les étapes suivantes irréalisables.

Pour leur préparation métallographique, les aciers se distinguent selon leur dureté en trois catégories :

- Les aciers dits « doux », « tendres » ou « non-traités ».
- Les aciers dits « mi-durs » ou « traités superficiellement ».
- Les aciers dits « durs » ou « traités ».

TRONÇONNAGE

Le tronçonnage a pour but de prélever une partie précise d'un produit, de manière à obtenir une surface d'examen convenable, sans altérer les propriétés physico-chimiques de l'acier. En d'autres termes il est indispensable d'éviter un échauffement ou une déformation du métal pouvant entraîner un écrouissage. Le tronçonnage est une étape fondamentale qui conditionne la suite de la préparation et l'observation des pièces.

La large gamme de micro-tronçonneuses et tronçonneuses de moyenne et grande capacité PRESI permet de s'adapter à n'importe quel besoin en termes de précision de découpe, de dimensionnement ou de quantité de produits à découper :



Fig 3 : MECATOME T202



Fig 4 : MECATOME T330




Fig 5 : EVO 400

Chacune des tronçonneuses de la gamme bénéficie de consommables et d'accessoires qui leur sont adaptés. Le système de bridage et le choix de ces consommables sont toujours des éléments essentiels pour la réussite d'une coupe métallographique.

=> Le bridage, autrement dit le maintien de la pièce, est primordial. Si la pièce n'est pas bien maintenue, la coupe peut présenter des risques pour la meule de tronçonnage, la pièce ainsi que la machine.

CONSOMMABLES

Toutes les tronçonneuses sont employées avec un liquide de lubrification/refroidissement composé d'un mélange d'eau et d'additif antirouille dans le but d'obtenir une découpe propre et sans échauffement. L'additif permet également de protéger l'échantillon et la machine de la corrosion.



	ACIERS « doux »	ACIERS « mi-durs »	ACIERS « durs »
Micro-tronçonnage	UTW S Ø180 AOF II	UTW S Ø180 AO AOF II	UTW S Ø180 CBN
Tronçonnage de moyenne capacité	A AOF II	A AOF II	S CBN
Tronçonnage de grande capacité	A	AO	S CBN

Tableau 1 : Choix du type de meule de tronçonnage adaptée

=> Le choix du type de meule de tronçonnage doit se faire judicieusement dans le but d'éviter un éventuel refus de coupe, une usure trop importante ou encore une casse de la meule.

ENROBAGE

Les échantillons peuvent être difficiles à manipuler du fait de leur forme complexe, de leur fragilité ou de leur petite taille. L'enrobage facilite ainsi leur manipulation en standardisant leur géométrie et leurs dimensions.

=> Réaliser un enrobage de qualité est essentiel afin de protéger les matériaux fragiles mais également pour obtenir de bons résultats de préparation en vue du polissage et des futures analyses.

Avant d'être enrobé, l'échantillon doit être ébavuré à l'aide d'un papier abrasif grossier par exemple dans le but d'éliminer les éventuelles bavures de coupe. Un nettoyage à l'éthanol (dans un bac à ultrasons pour encore plus d'efficacité) est également envisageable. Cette opération permet à la résine d'adhérer au mieux à l'échantillon et limite ainsi le phénomène de retrait (gap entre la résine et l'échantillon).

Si le phénomène de retrait persiste, il peut amener des problèmes lors du polissage. Des grains abrasifs sont susceptibles de se loger dans le retrait puis de se libérer lors d'une étape ultérieure, il y a alors un risque de pollution pour l'échantillon et le support de polissage. Dans ce cas, un nettoyage au bac à ultrasons entre chaque étape est recommandé.

Il existe deux manières d'enrober :

• **LE PROCÉDÉ À CHAUD** est à privilégier pour des besoins d'exams de bords ou si la préparation métallographique est effectuée dans le but de réaliser des essais de dureté. **Le procédé à chaud nécessite l'utilisation d'une enrobeuse à chaud.**



Fig 6 : MECAPRESS 3

La machine nécessaire à l'enrobage à chaud est la Mecapress 3 :

- Presse d'enrobage à chaud totalement automatique.
- Simple d'utilisation, la mémorisation, l'ajustement des procédés et la rapidité d'exécution en font une machine de haute précision.
- L'enrobeuse à chaud propose six moules de diamètres différents allant de Ø25,4mm à Ø50mm.

LE +

Un des principaux avantages que présente ce procédé est la réalisation d'un enrobage aux faces parfaitement parallèles.

- **LE PROCÉDÉ À FROID** est à privilégier quand :
- Les pièces à examiner sont fragiles / sensibles à la pression
- Les pièces présentent une géométrie complexe (structure en nid d'abeille).
- Le besoin est d'enrober un grand nombre de pièces en série.

Le procédé à froid peut être utilisé avec :



Fig 7 : Appareil d'enrobage sous pression

LE +

Améliore considérablement la qualité, notamment en diminuant le phénomène de retrait (espace entre la résine et l'échantillon), en optimisant la transparence de la résine.



LE +


Machine permettant l'imprégnation sous vide de matériaux poreux enrobés par le biais d'une résine époxy.

Fig 8 : Appareil d'enrobage sous vide
POLY'VAC

Les résines à froid ne fournissent pas toujours un « dos » d'enrobage plan à cause du ménisque. Avant toute opération de polissage, il est possible d'effectuer une courte étape sur un papier abrasif pour éliminer ce ménisque. L'important est de s'assurer que cette rectification rend les deux faces de l'enrobage parallèles.

CONSOMMABLES

Le procédé à froid propose différents moules d'enrobage de diamètre Ø20mm à Ø50mm. Ces derniers sont répartis en plusieurs sortes : des moules optimisés appelés « KM2.0 », des moules en caoutchouc, en téflon ou bien en polyéthylène. L'enrobage à froid permet aussi plus de liberté, c'est pourquoi il existe des moules rectangulaires pour des besoins plus spécifiques.



	ACIERS « doux »	ACIERS « mi-durs »	ACIERS « durs »
A chaud	Phénolique Acrylique Allylique	Epoxy Phénolique Acrylique Allylique	Epoxy Phénolique Acrylique Allylique
A froid	KM-U KM-B MA ²⁺ 2S*	KM-U KM-B IP 2S*	KM-U KM-B IP 2S*

* Adapté pour les très grandes séries

POLISSAGE

La dernière phase incontournable et cruciale du processus de préparation d'un échantillon est le polissage. Le principe est simple, chaque étape utilise un abrasif plus fin que le précédent. L'objectif consiste à obtenir une surface plane et à éliminer les rayures et les défauts résiduels qui gêneraient la réalisation des examens de contrôles métallographiques tels que les analyses microscopiques, les essais de dureté, les contrôles de microstructure ou les contrôles dimensionnels.

PRESI propose une grande gamme de polisseuses manuelles et automatiques, avec un large choix d'accessoires, afin de couvrir tous les besoins, du pré-polissage à la super-finition et du polissage d'échantillons unitaires ou en série.



Fig 9 : CUBE 250



Fig 10 : MINITECH 300 SP1



Fig 11 : MECATECH 300 SPC

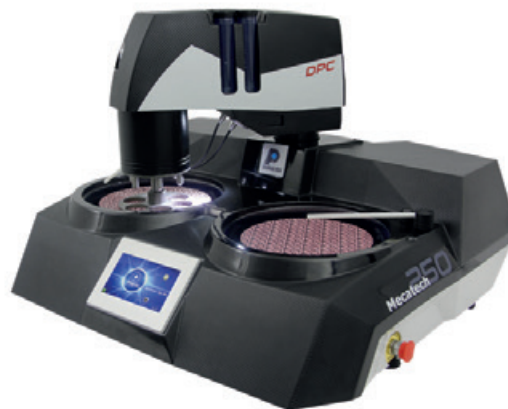


Fig 12 : MECATECH 250 DPC

La gamme de polisseuses manuelles MINITECH intègre les technologies les plus avancées. Conviviale, fiable et robuste, elles apportent une réponse simple à tous les besoins.

La gamme de polisseuses automatiques MECATECH permet un polissage aussi bien manuel qu'automatique. Avec ses technologies avancées, ses puissances moteur de 750 à 1500 W, toute l'expérience de PRESI est concentrée dans cette gamme complète. Peu importe le nombre ou la taille des échantillons, MECATECH garantit un polissage optimal.

CONSOMMABLES ET GAMME DE POLISSAGE

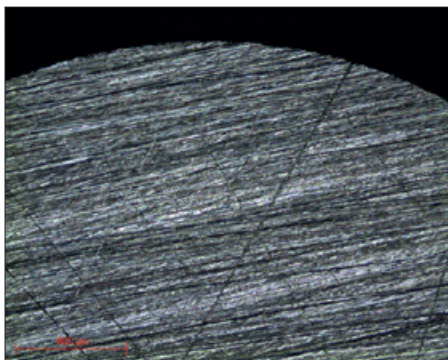
Toutes les gammes de polissage ci-dessous sont données pour une préparation automatique des échantillons (pour du polissage manuel : ne pas prendre en compte les paramètres de tête). Elles sont les plus couramment utilisées et sont renseignées à titre d'information et de conseil.

Toutes les premières étapes de chaque gamme sont appelées « mise à niveau » et consistent à retirer de la matière rapidement afin de mettre à niveau la surface de l'échantillon (et de la résine). Celles données ci-dessous sont standards et peuvent, par conséquent, être modifiées selon le besoin.

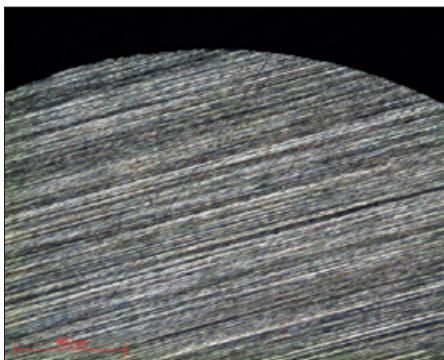
Les forces d'appui varient selon la taille des échantillons mais de manière générale il sera appliqué : 1daN par 10mm de diamètre d'enrobage pour les étapes de pré-polissage (ex : Ø40mm = 4 daN) puis la force sera diminuée de 0,5daN à chaque étape de polissage avec une suspension abrasive.

GAMME N°1

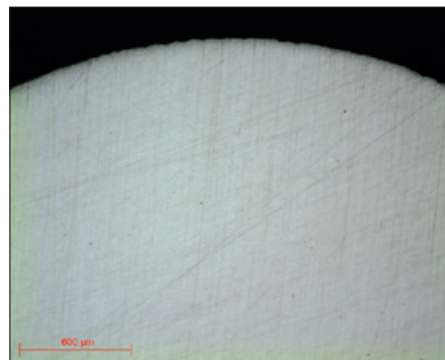
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P320	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	SiC P1200	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
3	RAM	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	3'
4	NT	1µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	NT	Al ₂ O ₃ N°3 / Eau	150	100	→ ←	1'



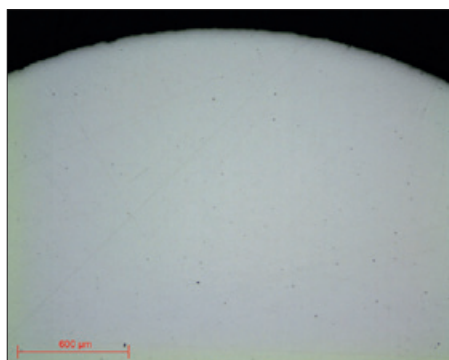
Micrographie 1 :
Etat de surface P320 obj x5



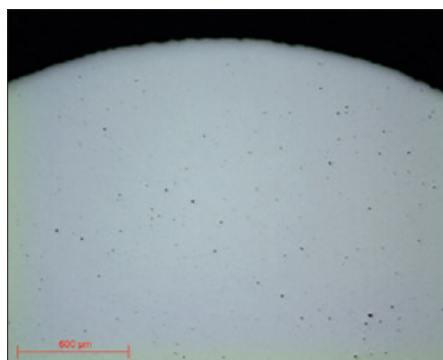
Micrographie 2 :
Etat de surface P1200 obj x5



Micrographie 3 :
Etat de surface RAM 3µm obj x5



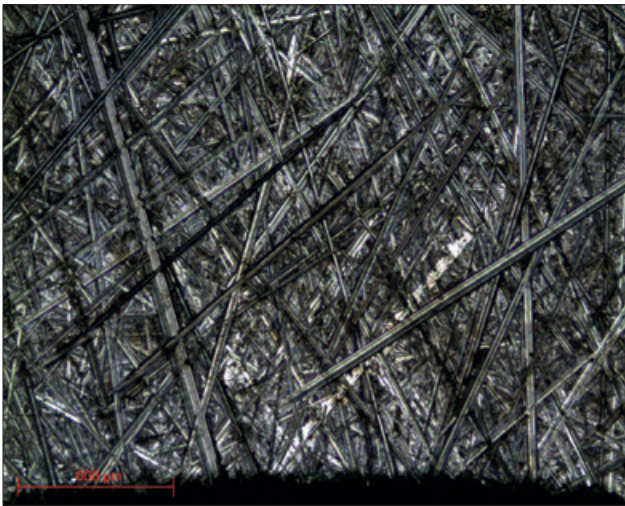
Micrographie 4 :
Etat de surface NT 1µm obj x5



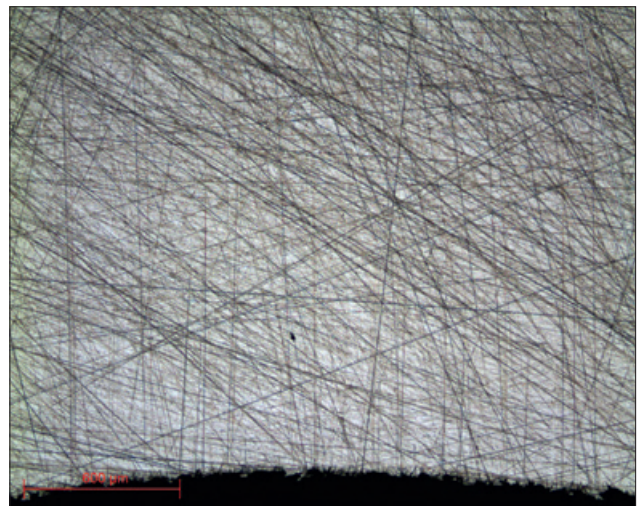
Micrographie 5 :
Etat de surface Al₂O₃ N°3 obj x5

GAMME N°2

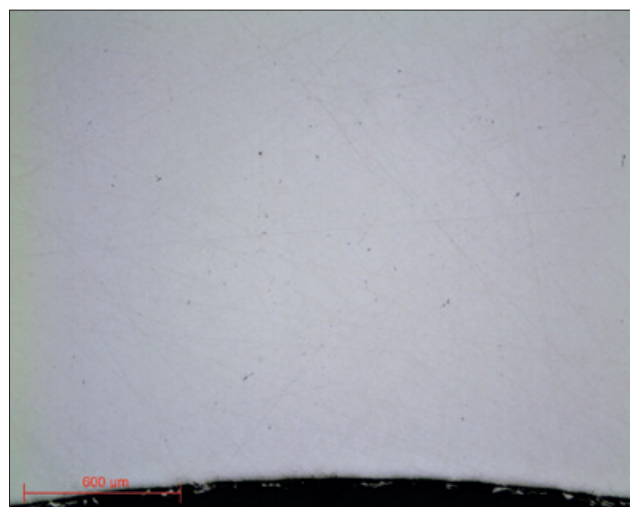
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P180	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	MED R	9µm Super Abrasisif / Ø	150	135	→ →	3'
3	ADR II	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	3'
4	NT	1µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	NT	Al ₂ O ₃ N°3 / Eau	150	100	→ ←	1'



Micrographie 6 :
Etat de surface P80 obj x5



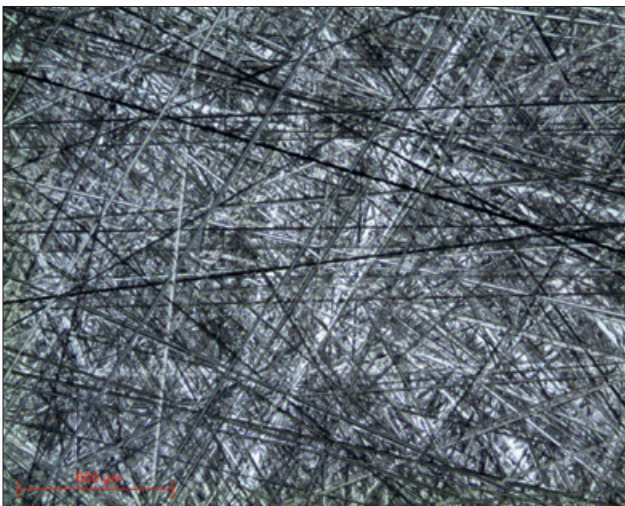
Micrographie 7 :
Etat de surface MED R 9µm obj x5



Micrographie 8 :
Etat de surface ADR II 3µm obj x5

GAMME N°3

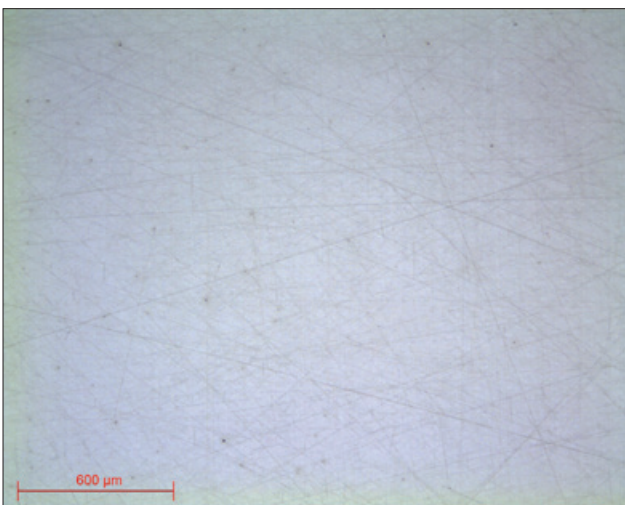
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	I-Max R 54µm	∅ / Eau	300	150	→ →	3'
2	I-Max R 18µm	∅ / Eau	300	150	→ →	3'
3	ADR II	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	4'
4	NT	1µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	NT	Al ₂ O ₃ N°3 / Eau	150	100	← ←	1'



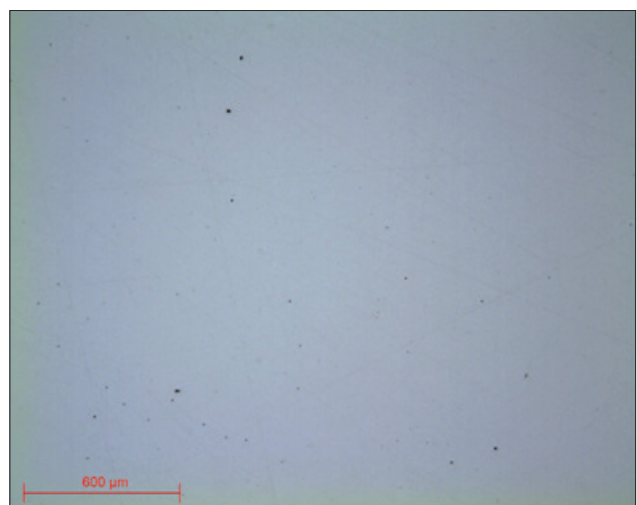
Micrographie 9 :
Etat de surface I-Max R 54µm obj x5



Micrographie 10 :
Etat de surface I-Max R 18µm obj x5



Micrographie 11 :
Etat de surface ADR II 3µm obj x5



Micrographie 12 :
Etat de surface NT 1µm obj x5



	GAMME N°1	GAMME N°2	GAMME N°3
Aciers	Tous	Tous	« Mi-durs » « Durs »
Avantages	Polyvalente	Rapide avec peu d'étapes	<ul style="list-style-type: none">• Grande durée de vie des consommables• Optimisée pour les grandes séries• Excellente planéité

Tableau 3 : Choix de la gamme



Dans le cas particulier où la nuance d'acier à polir serait très sensible à la corrosion, il est possible d'adapter les gammes de polissage. Pour cela, il suffit de remplacer les suspensions diamantées et le lubrifiant aqueux par des suspensions et lubrifiant à base alcool (suspension et lubrifiant ADS).

Dans certains cas et notamment pour la préparation « d'acier durs », un phénomène de « tombée de bords » peut être observé, c'est-à-dire que les bords de l'échantillon sont arrondis. Il est alors conseillé d'utiliser des consommables adaptés tels que les supports I-Max R qui sont plus rigides et fournissent une excellente planéité.

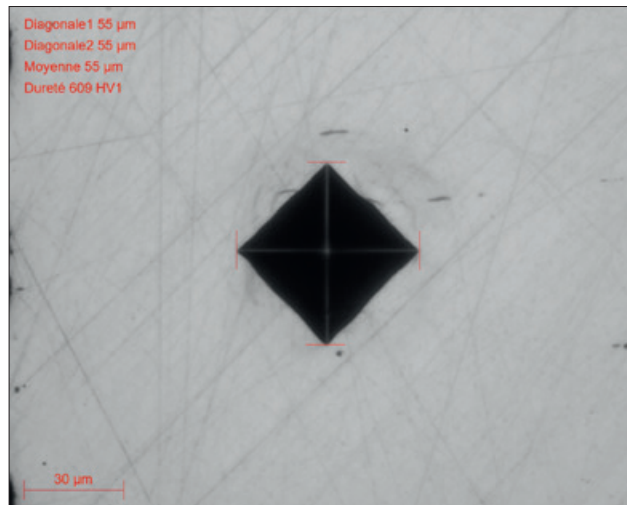
=> Les gammes de polissage données ci-dessus sont complètes et ne sont pas nécessairement à effectuer entièrement en fonction des examens métallographiques à réaliser.

L'ATTAQUE MÉTALLOGRAPHIQUE

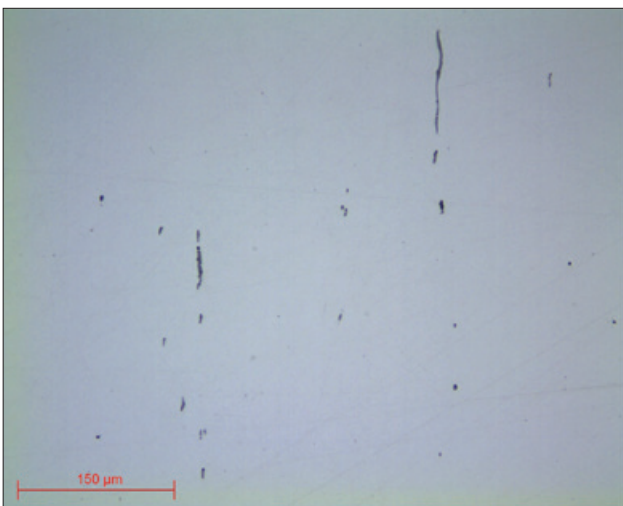
A l'issue de cette préparation, les échantillons polis peuvent être observés directement sans attaque métallographique. L'attaque métallographique se fait communément à l'aide du réactif Nital 4% : solution de 4% d'acide nitrique et 96% d'éthanol. Elle peut également se faire avec un réactif Picral : 4mg d'acide picrique et 100mL d'éthanol. L'attaque crée des différences de relief et/ou de couleur entre les différents constituants et permet de les observer.

MICROSCOPIE

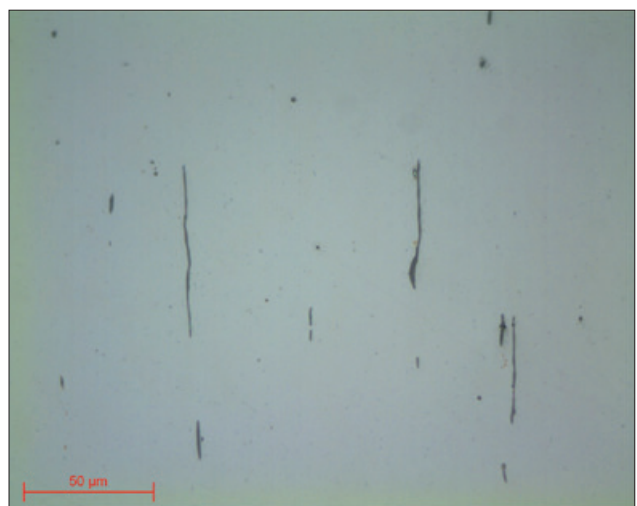
Les micrographies présentées ont été réalisées au moyen du logiciel **PRESI VIEW** :



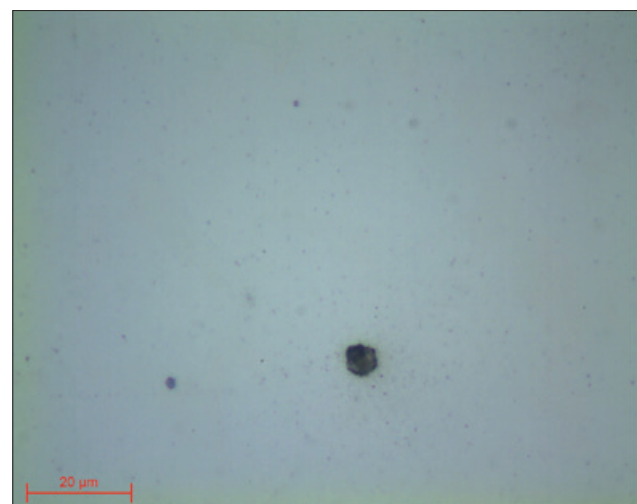
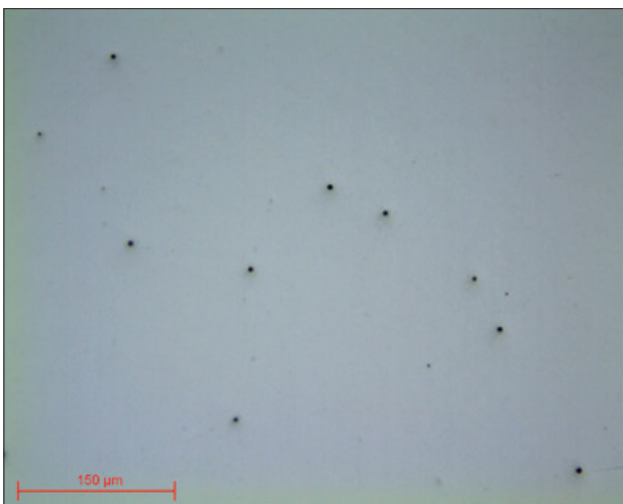
Micrographie 13 : Acier traité poli jusqu'au 3µm idéal pour des essais de dureté obj x20

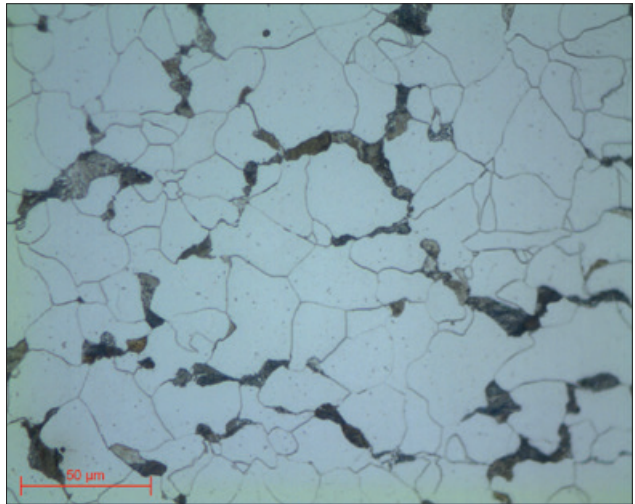
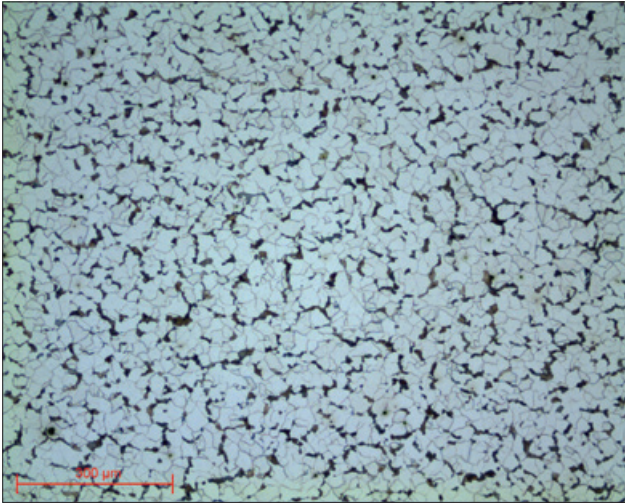


Micrographie 14 : Acier bas carbone poli jusqu'au 1µm
Observation d'inclusions type sulfure et silicate obj x20

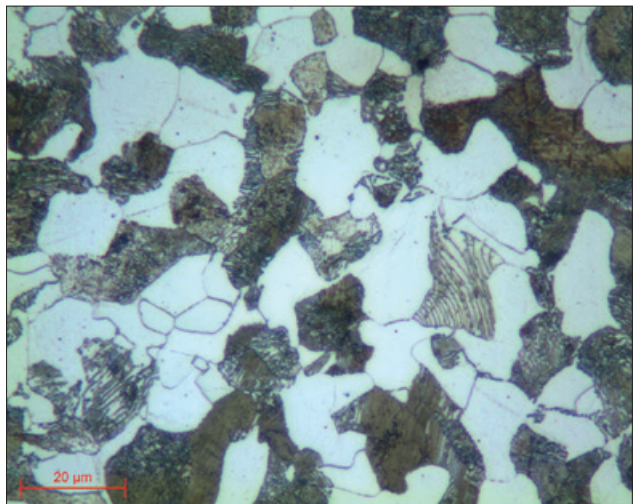
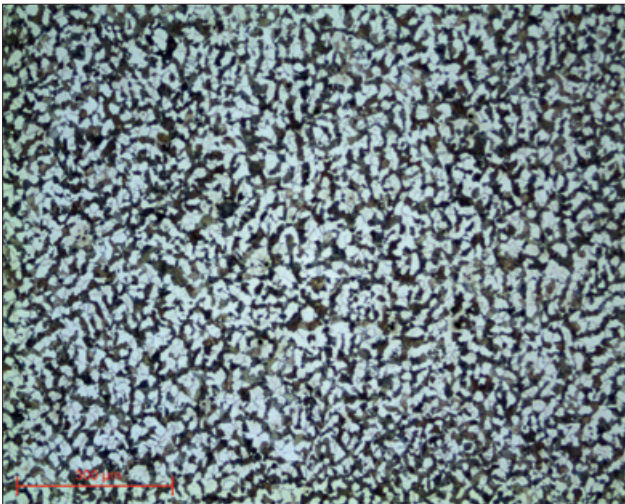


Micrographie 15 : Acier bas carbone poli jusqu'à Al₂O₃ N°3
Observation d'inclusions type sulfure et silicate obj x50

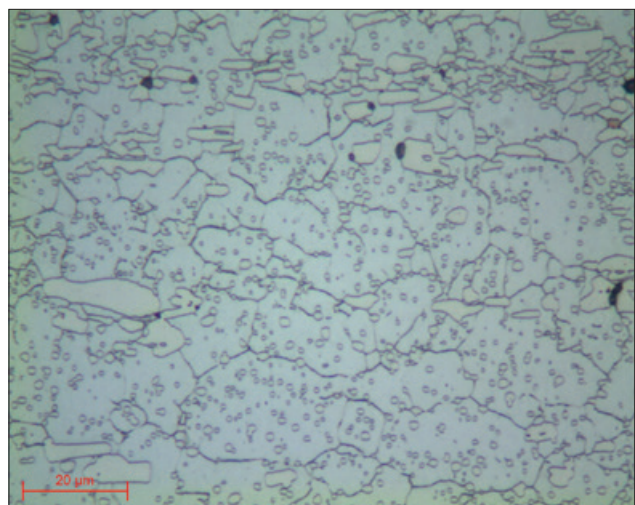
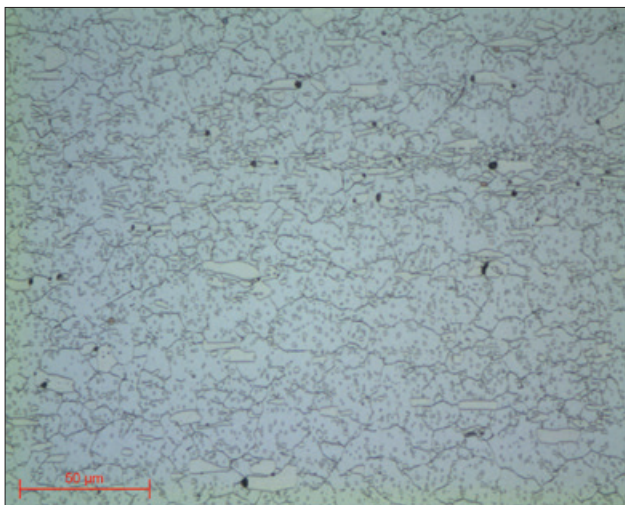




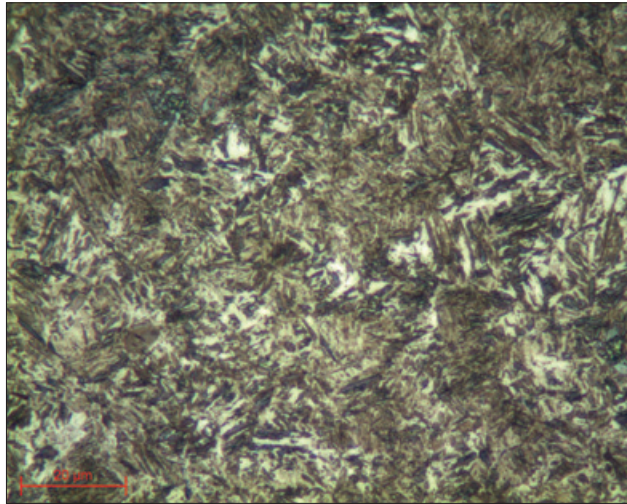
Micrographies 18 et 19 :
Acier hypoeutectoïde - Ferrite et Perlite Attaqué au NITAL 4% obj x10 et x50



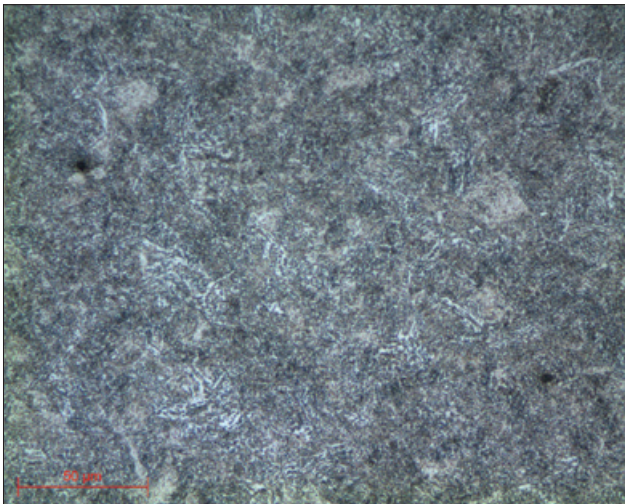
Micrographies 20 et 21 :
Acier hypoeutectoïde - Ferrite et Perlite Attaqué au NITAL 4% obj x10 et x100



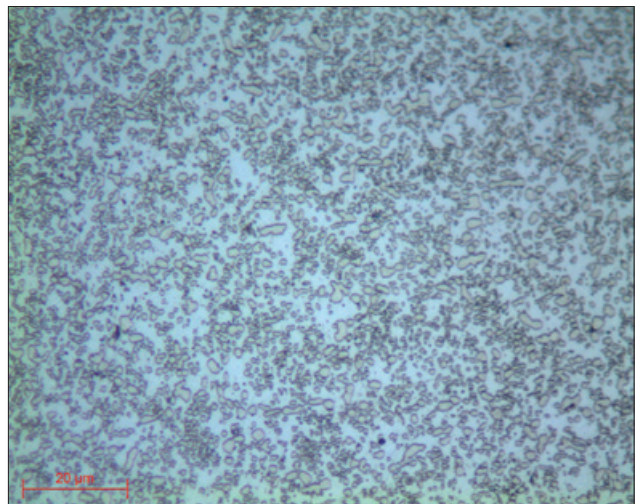
Micrographies 22 et 23 :
Acier hypoeutectoïde - Perlite globulaire Attaqué au NITAL 4% obj x50 et x100



Micrographie 24 : Acier traité - Martensite et Bainite
Attaqué au NITAL 4% obj x50



Micrographie 25 :
Acier hypereutectoïde - Perlite et Cémentite
Attaqué au NITAL 4% obj x50



Micrographie 26 : Acier à outils - Carbures
Attaqué au PICRAL obj x100