

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE ACIER INOXYDABLE

INTRODUCTION

Sont appelés « acier inoxydable » les alliages ferreux employés pour leur résistance à un grand nombre de milieux corrosifs. Pour qu'un acier soit inoxydable (couramment appelé inox) il doit obligatoirement avoir une teneur en chrome, pouvant être variable, toujours supérieure à 10,5% selon la norme, 12% en pratique, et une teneur en carbone comprise entre 0,02% et 1,2%.

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**

CHROME

Symbole : **Cr**

N° Atomique : **24**

Densité : **7,15**

Masse molaire : **52 g.mol⁻¹**

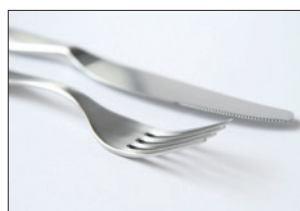
T°C fusion : **1907 °C**

C'est cette teneur en chrome qui donne le caractère inoxydable à l'acier en réagissant avec l'oxygène de l'air pour former une couche protectrice d'oxyde de chrome (appelée film de passivation) :



Certains autres éléments sont ajoutés (éléments d'additions) composant ainsi une nuance d'acier inoxydable. Ces éléments permettent d'améliorer la tenue à la corrosion ou les propriétés mécaniques. Le nickel est l'élément le plus commun mais il est fréquent de retrouver également du molybdène, du cuivre, du titane, du silicium, du niobium, de l'aluminium, du tungstène ...

Sa résistance à la corrosion associée à ses propriétés mécaniques fait de l'acier inoxydable un matériau incontournable dans beaucoup de domaines d'applications tels que l'aéronautique, l'industrie automobile, chimique, navale, dans la médecine et la chirurgie, les ustensiles de cuisine, objets du quotidien, les outillages, ...



MÉTALLURGIE DES ACIERS INOXYDABLES

Parmi toutes les nuances d'acier inoxydable, cinq catégories se distinguent en fonction de leur composition et leur constitution métallurgique :

- **Les aciers inoxydables ferritiques**, ont une très faible teneur en carbone (< 0,1%) et présentent donc une structure ferritique. Leur résistance à la corrosion augmente en fonction de leur teneur en chrome pouvant aller de 12% à plus de 25%.

Ces aciers sont magnétiques et lorsqu'ils sont stabilisés (addition de titane, niobium et zirconium) ils sont soudables. Leur structure en revanche limite leurs propriétés mécaniques (résistance et dureté notamment).

Exemple de nuance : X6Cr17 (AISI : 430).

- **Les aciers inoxydables martensitiques**, ont une teneur en carbone suffisante (> 0,08% et jusqu'à 1,2%). Ils sont composés de 12% à 18% de chrome et possèdent généralement une résistance à la corrosion plus faible que les autres classes d'acier inoxydable du fait de leur structure martensitique.

Cette structure est obtenue par traitement thermique et ces aciers inoxydables ont un comportement comparable à celui des aciers traités classiques. Ils sont par conséquent magnétiques et employés lorsque les caractéristiques mécaniques nécessitent d'être élevées.

Exemple de nuance : X20Cr13 (AISI : 420).

- **Les aciers inoxydables austénitiques**, sont les plus couramment utilisés. Leur résistance à la corrosion est excellente et ils possèdent une ductilité élevée. Leur teneur en chrome est comprise entre 16% et 20% et ils ont teneur en nickel assez importante couramment comprise entre 8% et 10%. C'est cette teneur en nickel qui confère à l'acier inoxydable sa structure austénitique. D'autres éléments peuvent être ajoutés et/ou la teneur en carbone peut être amoindrie dans le but d'améliorer la tenue à la corrosion.

Cette structure rend ces aciers inoxydables amagnétiques. Leurs propriétés mécaniques sont influencées par travail à froid (traitements thermiques non réalisables).

Exemple de nuance : X5CrNi18-10 (AISI : 304) ou X2CrNiMo17-12-2 (AISI : 316L).

- **Les aciers inoxydables à durcissement par précipitations**, sont des nuances composées de plusieurs éléments d'additions en plus d'une teneur en chrome comprise entre 13% et 17%, tels que le cuivre, l'aluminium, le molybdène et le niobium.

Ces aciers inoxydables voient leurs propriétés mécaniques améliorées en subissant un traitement thermique visant à précipiter des composés intermétalliques. Les nuances sont très fréquemment à matrice martensitique.

Exemple de nuance : W8CrNiMoAl15-7-2 (AISI : 630(17-4PH)).

- **Les aciers inoxydables austéno-ferritiques** (communément appelés duplex), présentent une structure à parts sensiblement égales entre une structure ferritique et une structure austénitique. Le but est d'obtenir des propriétés mécaniques supérieures aux aciers inoxydables purement ferritiques ou austénitiques.

Leur teneur en chrome est élevée (> 20%) et ils se caractérisent par l'ajout d'azote comme élément d'addition favorisant leur durcissement structural et en augmentant leur ténacité.

Exemple de nuance : X2CrNiMoN22-5-3 (AISI : 2205).

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE

De manière générale, l'élaboration, les opérations de transformations et les différents traitements mécaniques, thermiques et de surface influencent les propriétés et les microstructures des aciers inoxydables. Toutes ces influences amènent alors à la réalisation de contrôles qualité métallographiques tels que : les examens de microstructures, les contrôles de soudure, les recherches de porosités et/ou d'hétérogénéités, les examens d'inclusions, les essais de dureté, les contrôles d'écrouissage, de taille de grain, ...

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.

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 inoxydable.

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 1 : MECATOME T210



Fig 2 : MECATOME ST310




Fig 3 : 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.



	ACIER INOXYDABLE
Micro-tronçonnage	UTW S Ø180 AO
Tronçonnage de moyenne capacité	A AO
Tronçonnage de grande capacité	A AO

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. C'est la dureté de la pièce qui va déterminer la meule à sélectionner.

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 sur l'échantillon et limite ainsi le phénomène de retrait (espace entre la résine et l'échantillon).

Si le phénomène de retrait persiste, il peut amener des problèmes lors du polissage. Des grains d'abrasifs sont susceptibles de se loger dans cet espace 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 4 : 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 5 : 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.



Fig 6 : Appareil d'enrobage sous vide
POLY'VAC


LE +

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

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

Afin de répondre aux besoins, PRESI propose toute une gamme de moules d'enrobage à froid. 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.



	ACIER INOXYDABLE
A chaud	Epoxy Phénolique Allylique
A froid	IP KM-U KM-B 2S*

Tableau 2 : Choix du type de résine d'enrobage adapté

* 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.

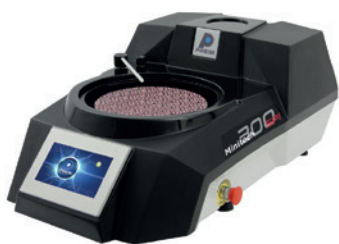


Fig 7 :

MINITECH 300 SP1

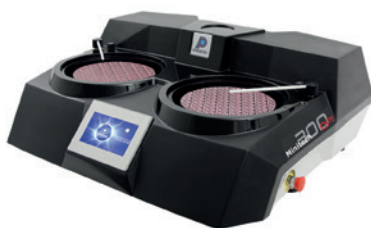


Fig 8 :

MINITECH 300 DP1 et DP2



Fig 9 :

MECATECH 300 SPC



Fig 10 :

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

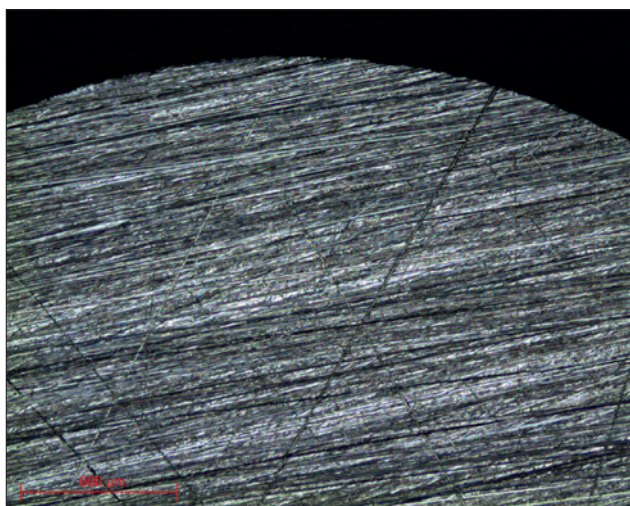
Toutes les gammes de polissage ci-dessous sont données pour une préparation automatique des échantillons (pour du polissage manuel : ne pas prendre en compte les paramètres de tête). Elles sont les plus couramment utilisées et sont renseignées à titre d'information et de conseil.

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.

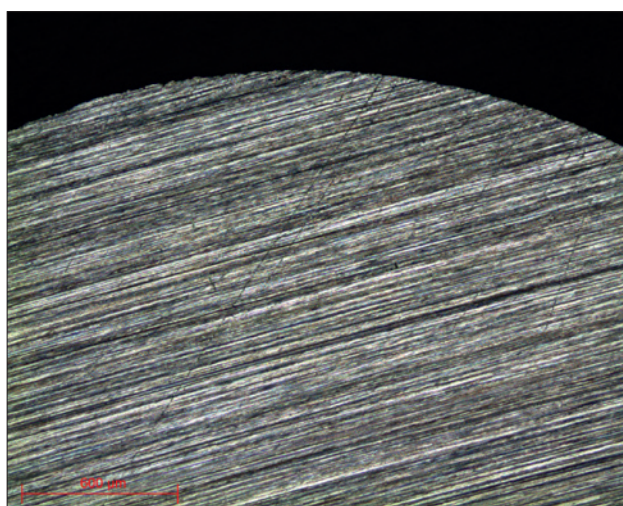
Les forces d'appui varient selon la taille des échantillons mais de manière générale il sera appliqué : 1daN par 10mm de diamètre d'enrobage pour les étapes de pré-polissage (ex : Ø40mm = 4 daN) puis la force sera diminuée de 0,5daN à chaque étape de polissage avec une suspension abrasive.

GAMME N°1

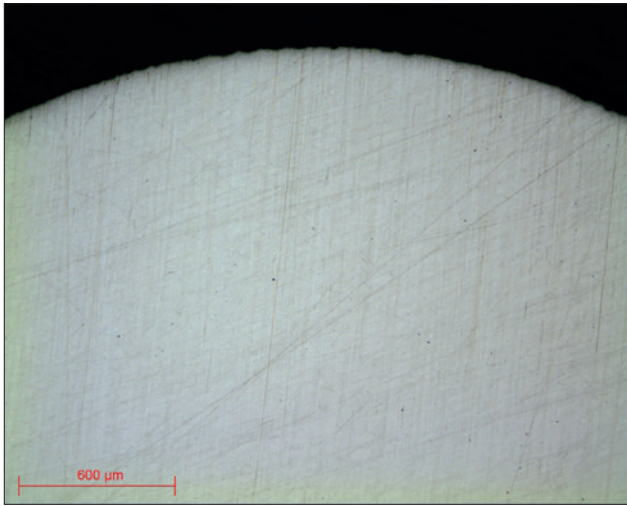
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P320	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	SiC P1200	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
3	RAM	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
4	NT	1µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	NT	Al ₂ O ₃ N°3 / Eau	150	100	→ ←	1'



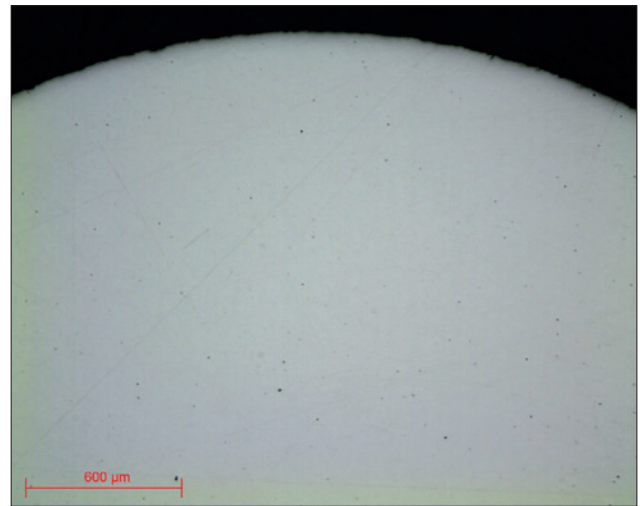
Micrographie 1 :
Etat de surface P320 obj x5



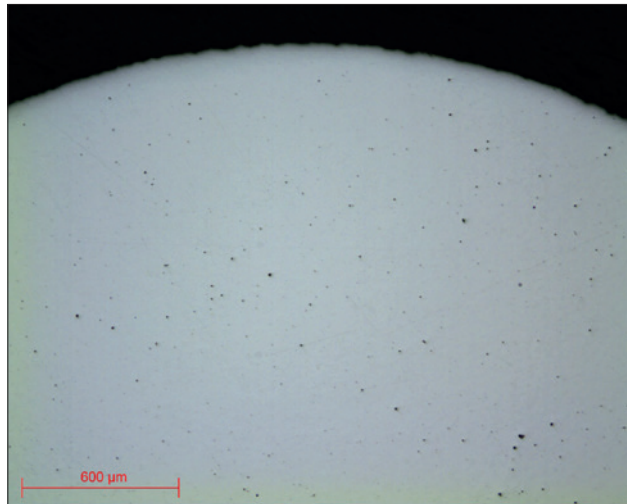
Micrographie 2 :
Etat de surface P1200 obj x5



Micrographie 3 :
Etat de surface RAM 3µm obj x5



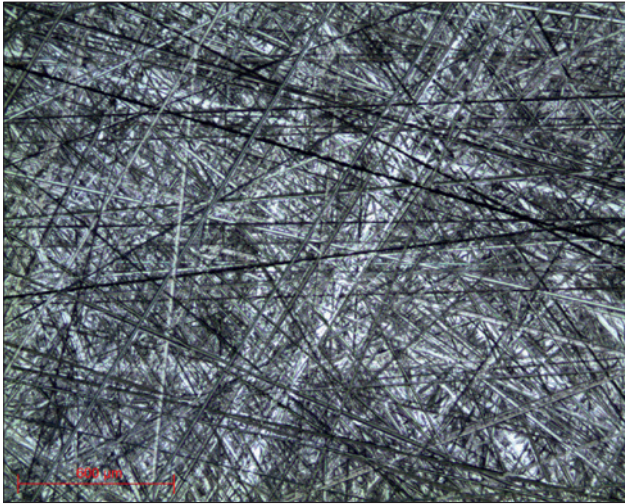
Micrographie 4 :
Etat de surface NT 1µm obj x5



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

GAMME N°2

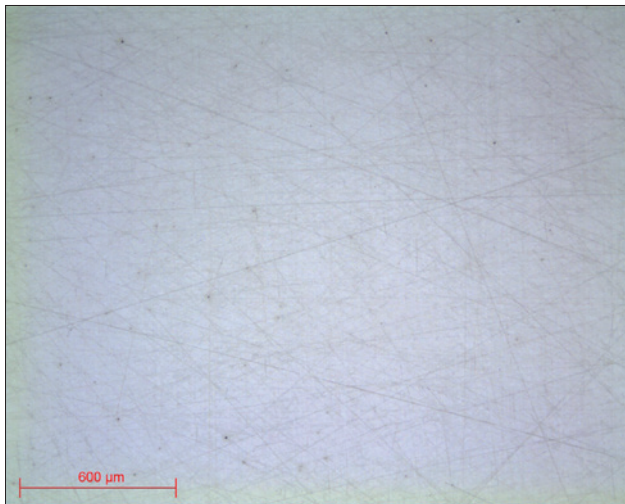
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	I-Max R 54µm	Ø / Eau	300	150	→ →	3'
2	I-Max R 18µm	Ø / Eau	300	150	→ →	3'
3	ADR II	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	4'
4	NT	1µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	NT	Al ₂ O ₃ N°3 / Eau	150	100	→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



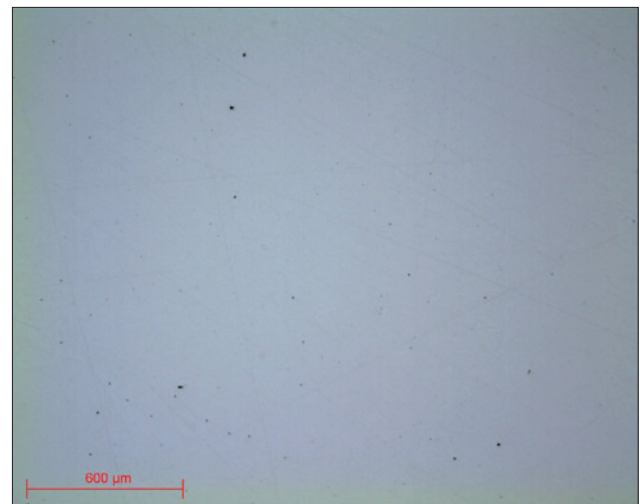
Micrographie 6 :
Etat de surface I-Max R 54µm obj x5



Micrographie 7 :
Etat de surface I-Max R 18µm obj x5



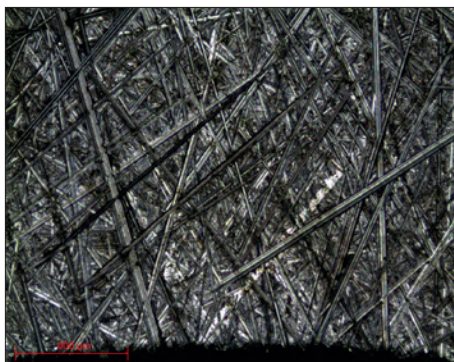
Micrographie 8 :
Etat de surface ADR II 3µm obj x5



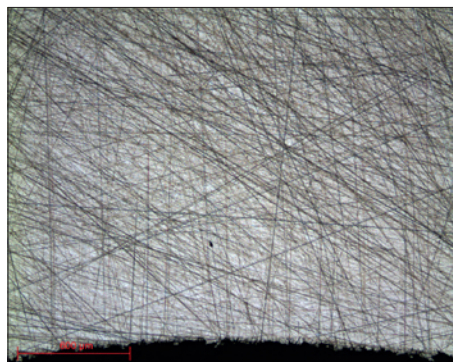
Micrographie 9 :
Etat de surface NT 1µm obj x5

GAMME N°3

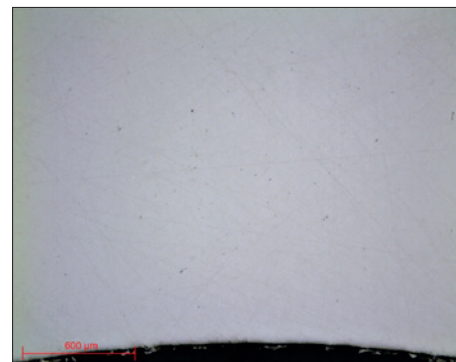
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P80	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	MED R	9µm super abrasif / Ø	150	135	→ →	3'
3	ADR II	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	3'
4	NT	1µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	NT	Al ₂ O ₃ N°3 / Eau	150	100	← →	1'



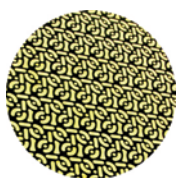
Micrographie 10 :
Etat de surface P80 obj x5



Micrographie 11 :
Etat de surface MED R 9µm obj x5



Micrographie 12 :
Etat de surface ADR II 3µm obj x5



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

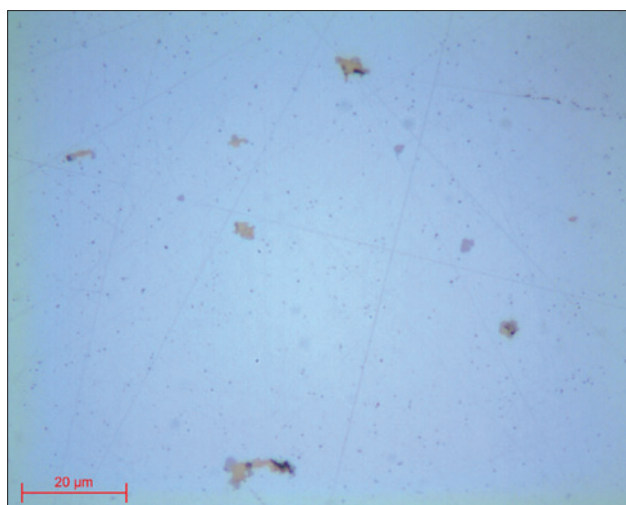
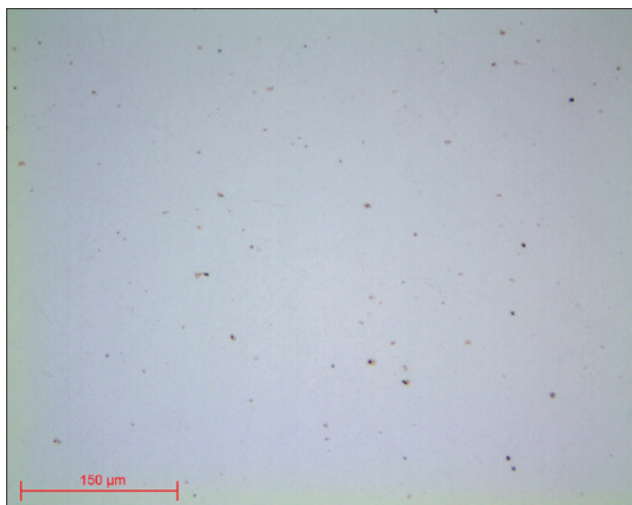
Tableau N°3 : Choix de la gamme

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

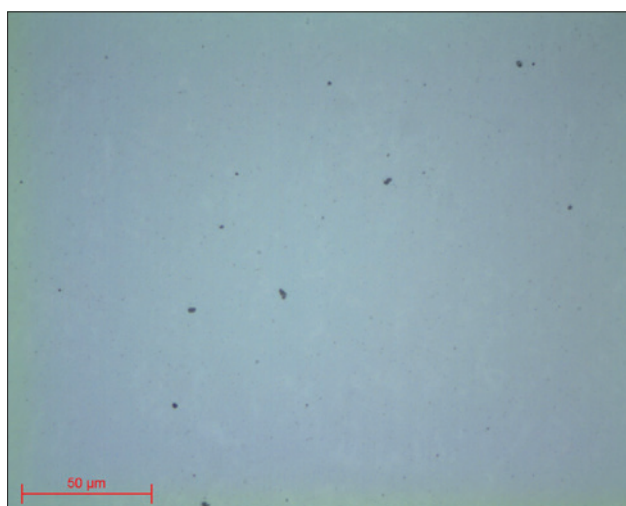
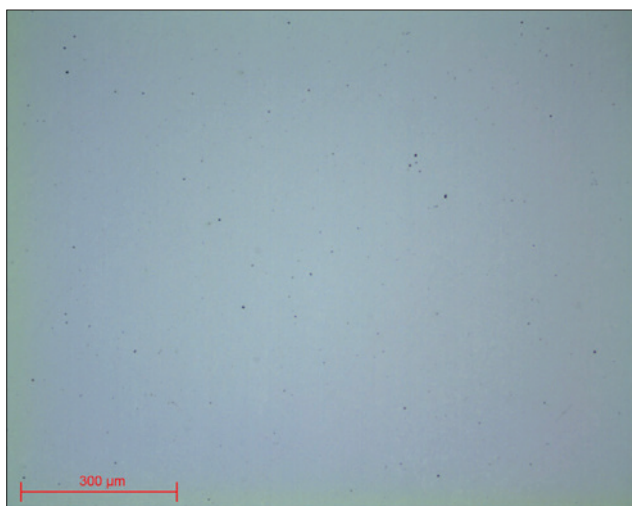
A l'issue de cette préparation, les échantillons polis peuvent être observés directement sans attaque métallographique. Sinon, l'attaque métallographique se fait communément à l'aide du réactif d'ADLER. Elle peut également se faire également avec les réactifs de MARBLE ou de KALLING. L'attaque crée des différences de relief et/ou de couleur entre les différents constituants et permet ainsi leur observation.

MICROSCOPIE

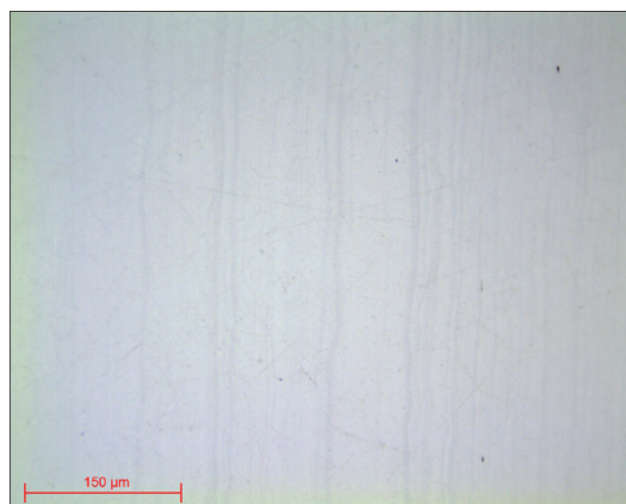
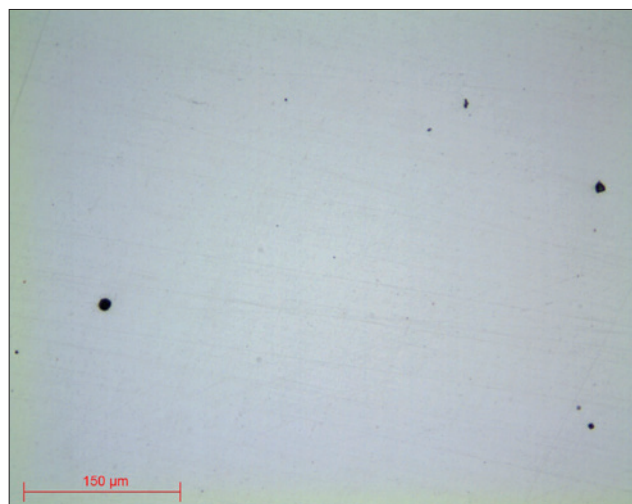
La totalité des micrographies présentée a été réalisée au moyen du logiciel **PRESI VIEW** :



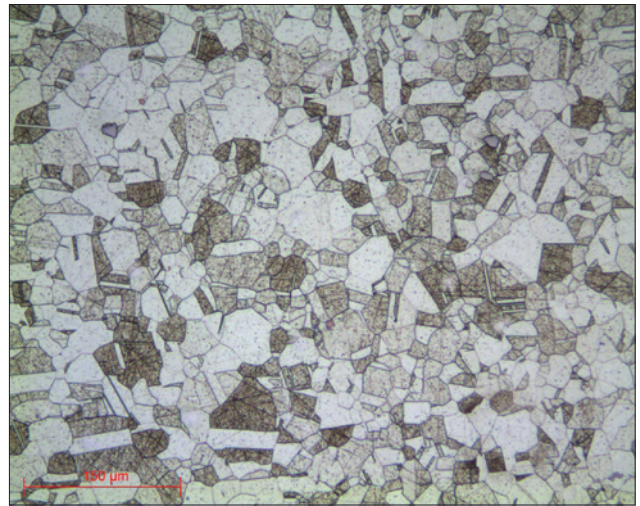
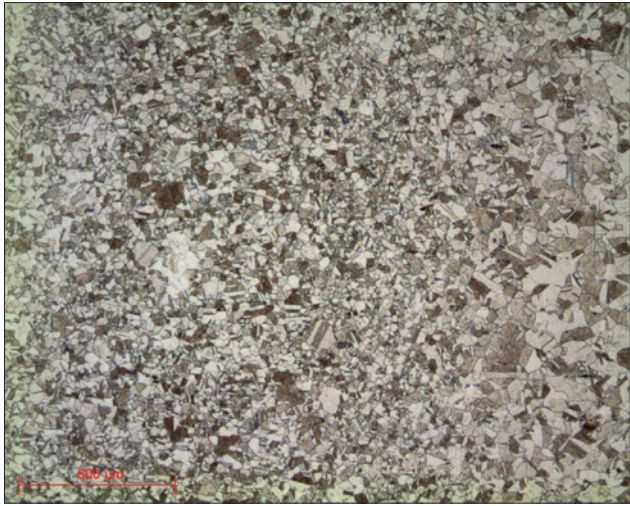
Micrographies 13 et 14 :
Acier inoxydable poli jusqu'à 1µm obj x20 et x100



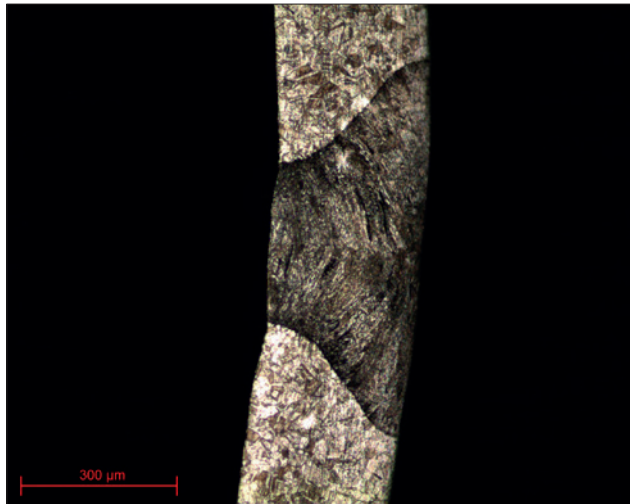
Micrographies 15 et 16 :
Acier inoxydable poli jusqu'à Al₂O₃ N°3 obj x10 et x50



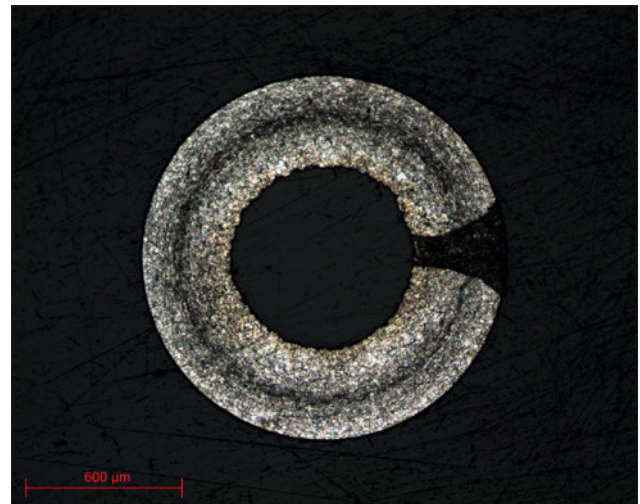
Micrographies 17 et 18 :
Aciers inoxydables polis jusqu'à Al₂O₃ N°3 obj x20



Micrographie 19 et 20 :
Acier inoxydable attaqué avec ADLER obj x5 et obj x20



Micrographie 21 :
Acier inox attaqué avec ADLER obj x10



Micrographie 22 :
Acier inox attaqué avec MARBLE obj x5