

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE CUIVRE & ALLIAGES

INTRODUCTION

CUIVRE

Symbole : Cu
 N° Atomique : 29
 Densité : 9.0
 Masse molaire : 65.3 g.mol⁻¹
 T°C fusion : 1085 °C

QU'EST-CE LE CUIVRE ?

• Le cuivre est un métal qui se trouve le plus souvent sous forme de roche combinée à d'autres éléments (oxyde de cuivre ou sulfure de cuivre).

• Un procédé de fonte métallurgique en plusieurs étapes (figure 1), permet d'obtenir du cuivre pur.

• Il existe également du cuivre faiblement allié (4 à 5% d'éléments d'alliage).

• Le cuivre est un matériau ductile, et est un bon conducteur électrique et thermique.

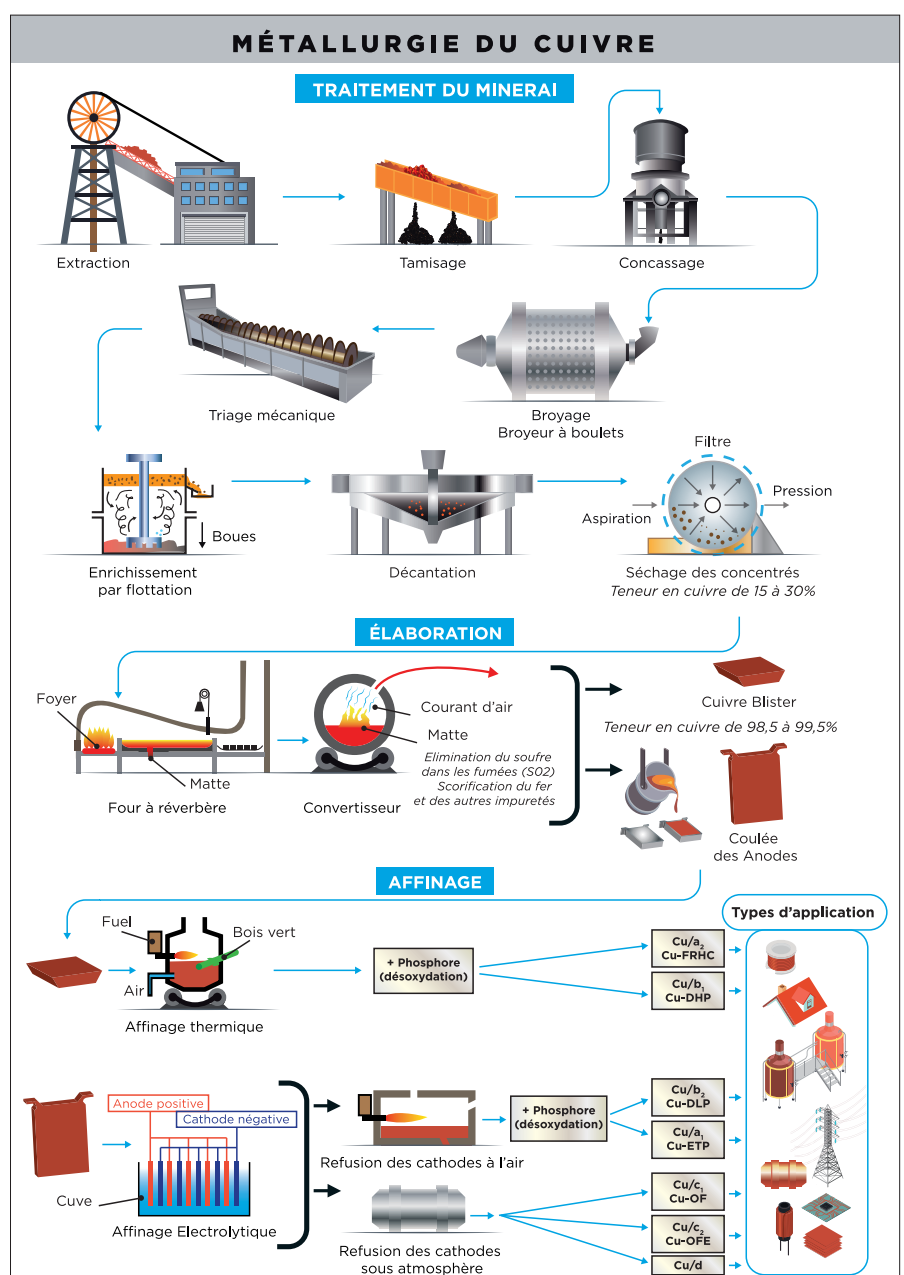
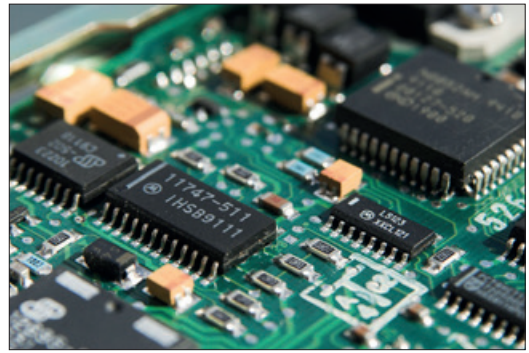
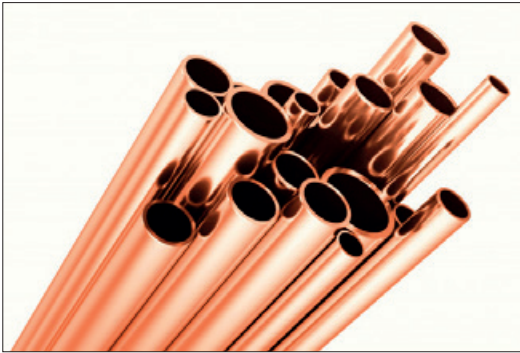


Fig. 1 : Obtention du cuivre

Les domaines d'application sont variés : tubes, fils électriques, dans les circuits imprimés, pour la fabrication d'ustensiles de cuisine ou bien encore d'échangeurs de chaleur.



LES PRINCIPAUX ALLIAGES DE CUIVRE

LE LAITON

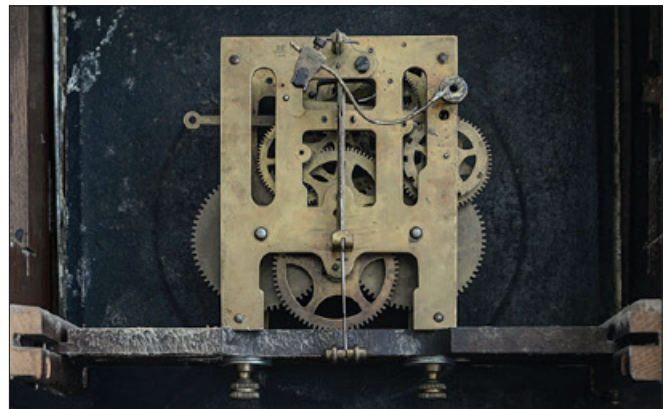
Alliage de cuivre et de zinc dont le pourcentage peut varier de 5 à 40 %. Cet apport en zinc, permet de rendre plus solide cet alliage et donc de faciliter son usinage. Cet alliage peut être utilisé dans l'industrie du décolletage, dans la fabrication de pièces pour la bijouterie ou l'horlogerie...



LE BRONZE

Alliage de cuivre et d'étain. Le pourcentage d'étain peut aller jusqu'à 20% selon son procédé de fabrication. Il peut également avoir des éléments d'addition dont le plomb qui permet une meilleure usinabilité ou le phosphore qui améliore les caractéristiques mécaniques.

Le bronze est plus résistant que le cuivre seul, c'est pourquoi il peut être utilisé comme matériau de frottement.



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.

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 des cuivreux. En d'autres termes, il est indispensable d'éviter un échauffement ou une déformation des cuivreux pouvant entraîner des modifications de structure. 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 2 : MECATOME T202



Fig 3 : MECATOME T330

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, c'est-à-dire le maintien de la pièce, est également primordial. En effet, si la pièce n'est pas bien maintenue, la coupe peut présenter des risques pour le consommable, la pièce et 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.

	CUIVRE LAITON BRONZE
Micro-tronçonnage	MNF UTW S (Ø180 mm)
Tronçonnage de moyenne capacité	MNF
Tronçonnage de grande capacité	MNF

Tableau 1 : Choix du type de meule

=> 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 toute opération d'enrobage, l'échantillon doit être ébavuré à l'aide par exemple, d'un papier abrasif (pour éliminer les éventuelles bavures de coupe) suivi d'un nettoyage à l'éthanol (dans un bac à ultrasons pour encore plus d'efficacité). Cette opération permet à la résine d'adhérer au mieux sur l'échantillon et limite ainsi le phénomène de retrait (gap entre la résine et l'échantillon).

Si le phénomène de retrait persiste, il peut poser des problèmes lors du polissage. Si des grains d'abrasifs se coincent dans le retrait puis se libèrent lors d'une étape ultérieure, il y a un risque de pollution pour le support et l'échantillon. 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'examens 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 laissent toujours un ménisque au dos de l'enrobage. Avant toute opération de polissage, il faut éliminer ce ménisque par une courte étape sur un papier abrasif. L'important est de s'assurer que cette petite rectification au dos de l'enrobage soit parallèle à la face où l'échantillon est à polir.

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.

CONSOMMABLES


		CUIVRE LAITON BRONZE
A chaud		Phénolique Allylique
A froid		KM-U 2S Ma2+

Tableau 2 : Choix du type de résine d'enrobage

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 superfinition et du polissage d'échantillons unitaires ou en série.

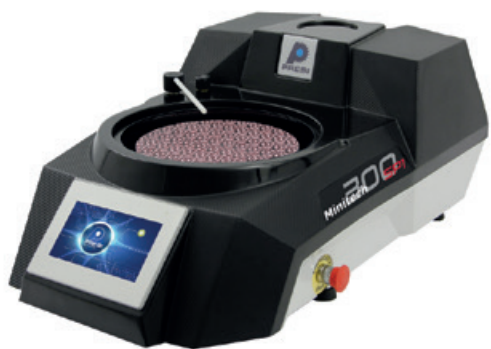


Fig 7 :
MINITECH 300 SP1



Fig 8 :
MECATECH 300 SPC

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 une utilisation aussi bien manuelle qu'automatique. Avec ses technologies avancées, ses puissances moteur de 750 à 1500 W, toute l'expérience de PRESI est concentrée dans cette gamme la plus 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 consiste 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.

La gamme de polissage suivante est une gamme d'ordre général pour le cuivre et ses alliages :

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	TOP	9µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	4'
3	RAM	3µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	3'
4	TFR	1µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	SUPRA	SPM / Eau	150	100	← ←	1'

Nota : la mise à niveau à l'aide du papier abrasif P320 est suffisante pour un échantillon provenant d'une coupe métallographique. Si un enlèvement de matière plus important est nécessaire, il faut utiliser un papier abrasif avec une granulométrie plus importante.

Lors du prépolissage, il n'est pas nécessaire d'inverser les sens de rotation de la tête et du plateau car cela peut détériorer la planéité. Cependant, l'inversion des sens de rotation peut aider si un enlèvement de matière important est à faire.

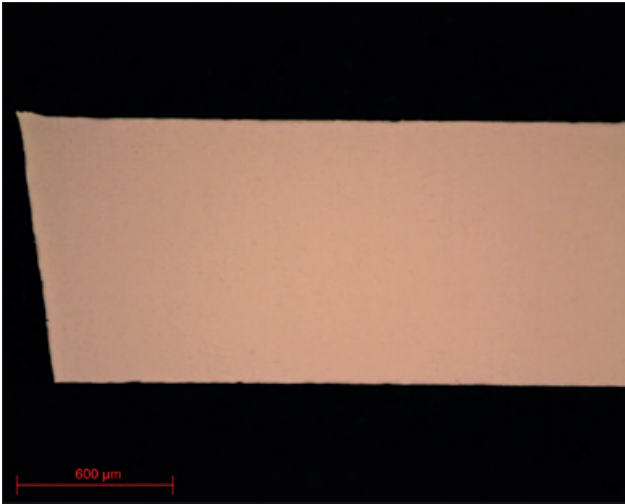


Fig. 9 : Cuivre objx5

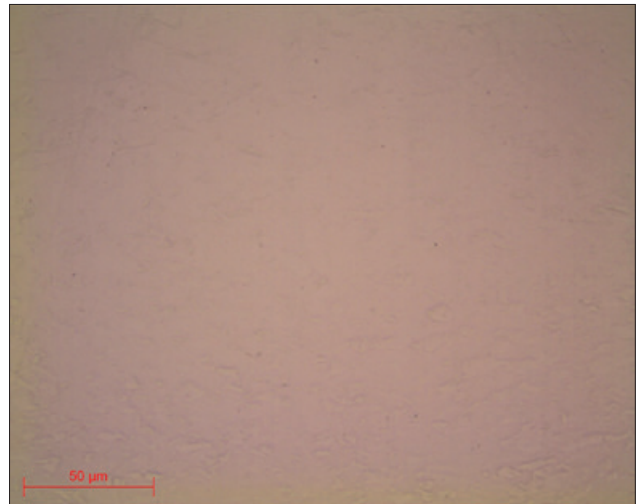


Fig. 10 : Cuivre objx50

L'important dans le polissage du cuivre est l'utilisation de suspensions diamantées monocristallines (LDM ou Gel2+ mono) dont le diamant est de forme plus arrondie (par rapport au diamant polycristallin) pour limiter les incrustations dans les matériaux tendres tels que le cuivre ou ses alliages.

La suspension LDM est utilisée avec le lubrifiant Reflex LUB, qui permet d'humidifier suffisamment le tissu sans le surcharger avec uniquement de la suspension diamantée. Il faut être vigilant dans tous les cas, à ne pas trop mouiller le tissu de suspension ou de lubrifiant, pour ne pas faire « d'aquaplaning » sur le tissu qui ne serait donc plus efficace.

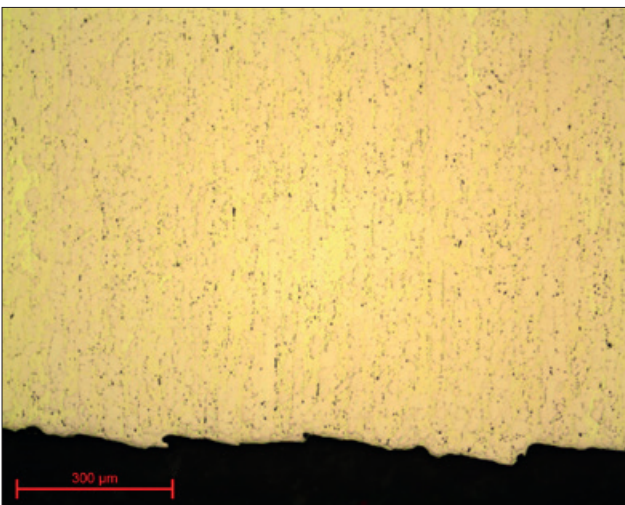


Fig. 11 : Laiton objx10

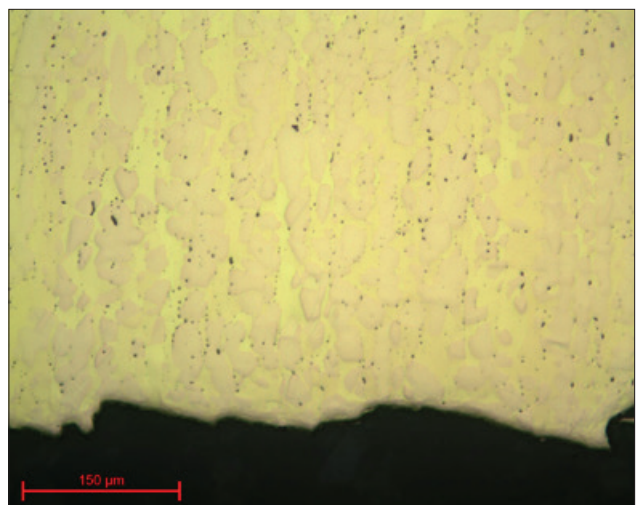


Fig. 12 : Laiton objx20

Le second élément important lors du polissage du cuivre est d'adapter la pression appliquée (manuellement ou en polissage semi-automatique) afin de ne pas incruster des grains de papier abrasif par exemple.

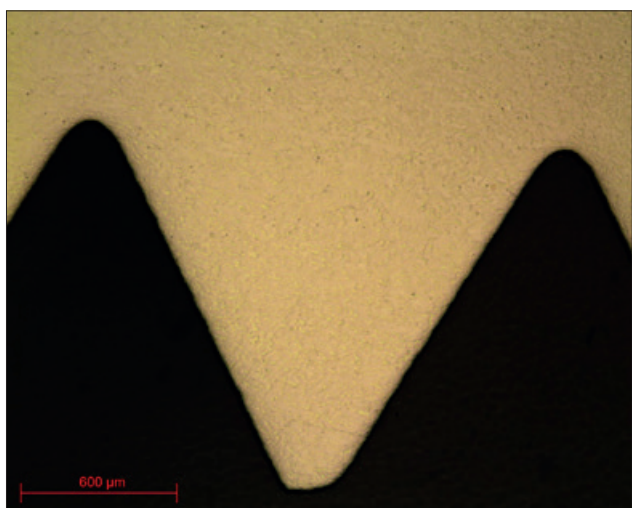


Fig. 13 : Eroux laiton objx5

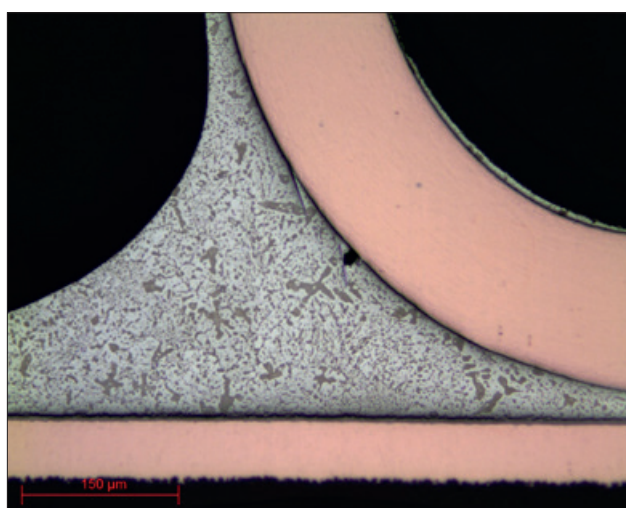


Fig. 14 : Brasure PCB

Enfin, il est conseillé de réaliser une superfinition à l'aide d'une suspension de silice colloïdale. Cette suspension de SPM peut être diluée jusqu'à 7 fois dans l'eau. Lors de cette étape, la rotation de la tête est inversée par rapport au plateau afin de conserver au maximum la suspension sur le tissu de polissage.

En fonction du résultat obtenu, cette étape peut être remplacée par l'utilisation d'une suspension d'alumine PRESI n°2.

Les figures 9 à 14 présentent le résultat sur du cuivre et du laiton après réalisation de la gamme de polissage citée précédemment.

Parfois, il est nécessaire d'adapter la gamme de polissage en fonction de la sensibilité du matériau. Ci-dessous un exemple de gamme pour un revêtement de bronze avec présence de plomb.

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	SiC P4000	Ø / Eau	300	150	→ → →	1'
4	NT	Alumine n°2	150	100	← → →	1'
5	NT	Alumine n°1	150	100	← → →	1'

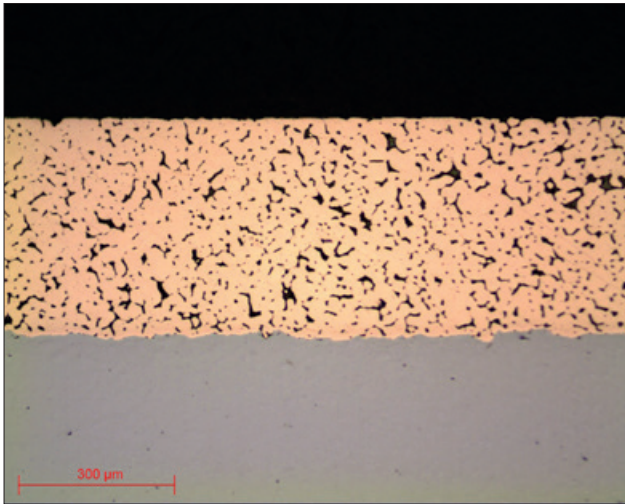


Fig. 15 : Bronze avec plomb objx10

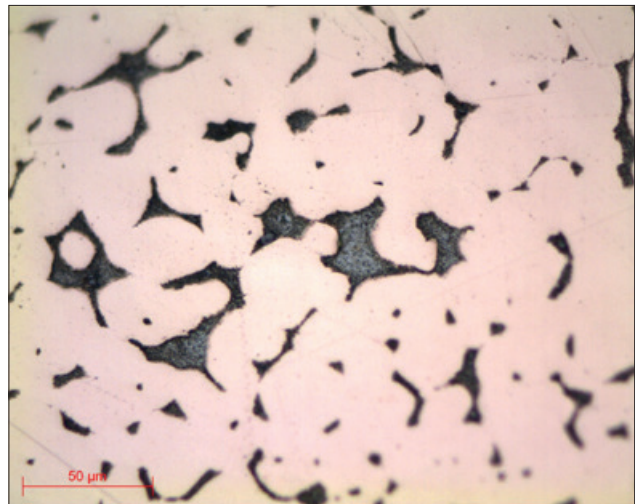


Fig. 16 : Bronze avec plomb objx50

MICROSTRUCTURE

La structure du cuivre se révèle facilement avec des réactifs d'attaque adaptés. L'utilisation de réactif d'attaque permet de révéler des joints de grain, des phases...

Les principaux réactifs sont :

- La solution alcoolique de chlorure de Fe III acide (figure 17)
- Le dichromate de potassium (figure 18)

Ces réactifs sont disponibles dans le catalogue PRESI et d'autres réactifs spécifiques sur demande.

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

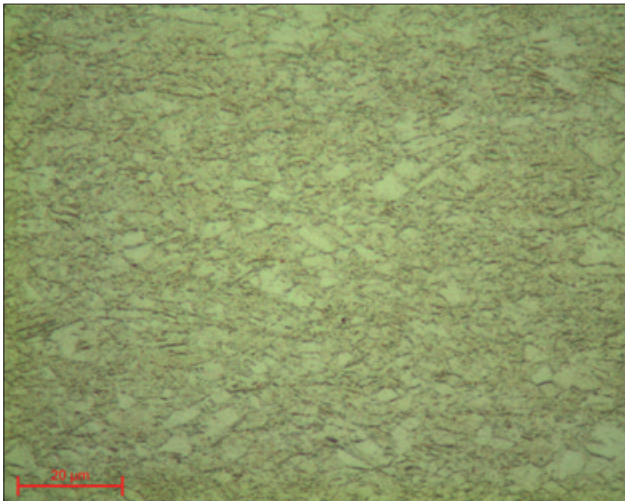


Fig 17 : Laiton après attaque

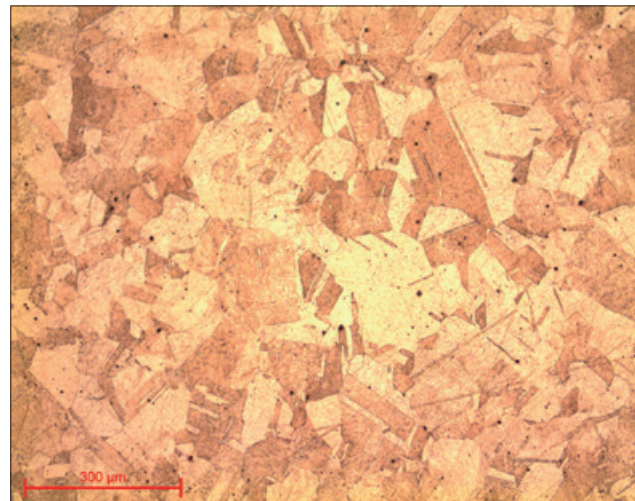


Fig. 18 : Cuivre après attaque objx10

POUR ALLER PLUS LOIN

Les résultats des polissages précédents permettent une observation de qualité sur un microscope optique. Pour une observation plus poussée dans le cadre d'une analyse EBSD dans un microscope électronique à balayage (MEB), il est possible d'utiliser une polisseuse vibrante **VIBROTECH**. Cette machine va permettre d'éliminer l'écroûissage de surface et d'éventuelles rayures résiduelles.



LA VIBROTECH est une machine de polissage vibrante fiable et robuste. Le polissage par vibration est une technique ultra-douce adaptée pour les étapes de superfinitions pour des observations poussées. Très facile d'utilisation, la fréquence et l'amplitude des vibrations peuvent être modifiées en temps réel.

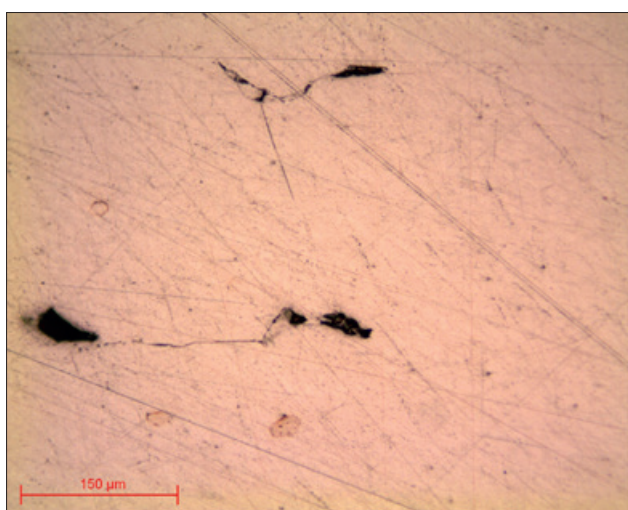


Fig. 20 : Finition 1 µm objx20

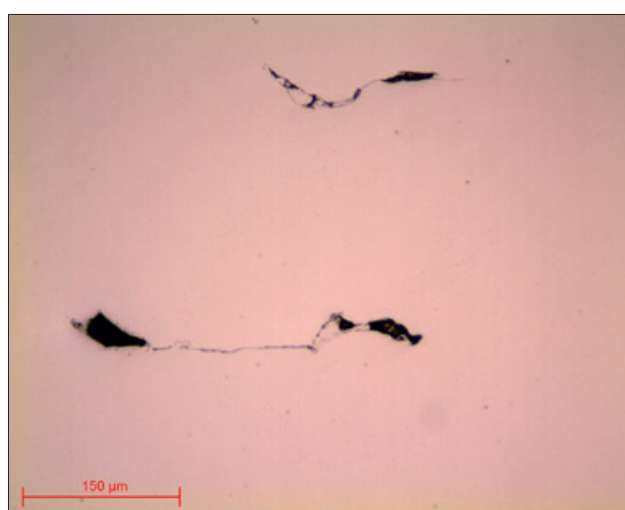


Fig. 21 : Finition SPM avec Vibrotech objx20

L'utilisation de la Vibrotech permet d'éliminer les rayures de l'étape 1 µm (figure 20). Pour ce cas précis, c'est une étape de 2h sur un tissu RFI qui a permis d'obtenir ce résultat (figure 21).

PRESI
www.presi.com

Tél. : 04.76.72.00.21 | Email : presi@presi.com

