

# PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE NICKEL

## INTRODUCTION

Le nickel est un métal très abondant dans l'univers mais malgré cela, il ne l'est pas au niveau de la croûte terrestre. Le nickel peut être présent sous forme métallique sur Terre mais uniquement lorsqu'il provient des météorites sinon il est présent sous forme de minerais. La proportion de nickel dans ces minerais est faible, autrement dit les teneurs en autres éléments sont importantes.

Parmi eux se trouvent le fer, le cuivre, le cobalt, le magnésium, le soufre, l'arsenic, etc...

Trois types de minerais se distinguent alors, les minerais arséniés, les minerais sulfurés et les minerais oxydés. Généralement les minerais arséniés et sulfurés sont exploités dans des mines souterraines parfois très profondes (environ 2000m) tandis que les minerais oxydés sont toujours exploités à ciel ouvert puisqu'ils se forment en surface.

### NIKEL

Symbole : Ni

N° atomique : 28

Densité : 8,9

Masse molaire : 58,7g.mol<sup>-1</sup>

T°C fusion : 1440°C

## ÉLABORATION

La multitude d'éléments présents dans les minerais rend l'élaboration du nickel complexe puisqu'elle nécessite une succession de plusieurs opérations. En revanche l'objectif est simple, il s'agit d'obtenir un produit avec une haute concentration en nickel.

### L'élaboration peut être résumée de la manière suivante :

- La première étape est la concentration qui consiste en la succession de grillages partiels suivis de fusions réductrices : il s'agit de chauffer à haute température dans une atmosphère oxydante qui a pour but d'enrichir la matière première en nickel en éliminant au maximum les impuretés.

La matière obtenue se nomme : « speiss » si le nickel est combiné à de l'arsenic (mélange de nickel, cobalt et arsenic) et « matte » s'il est combiné avec du soufre (mélange de nickel, cuivre et soufre). Un ultime grillage a lieu pour transformer les matières obtenues en oxydes.

- La seconde étape est le traitement des minerais oxydés, qui consiste de manière très générale, à réduire les oxydes combinés au métal ou de réduire directement le nickel métallique.

Du fait de la multitude d'oxydes existants, plusieurs procédés sont réalisables mettant en jeu soit différents traitements thermiques soit différentes solutions chimiques ayant pour but de réduire des oxydes bien précis.

## PROPRIÉTÉS & UTILISATIONS

Le nickel est un métal résistant à la corrosion, relativement dur et ayant pour avantage d'être malléable, tenace, ductile et aisément laminable. Il est ferromagnétique et présente une bonne conductivité électrique et thermique.

Ce métal est très rarement utilisé pur. L'utilisation du nickel se fait majoritairement en tant qu'élément d'alliage ou élément d'addition :

- **Aciers inoxydables**, addition de nickel pour améliorer la résistance à la corrosion,
- **Invar/Kovar**, alliage de fer, de nickel (et de chrome pour le Kovar) bénéficiant d'un coefficient de dilatation thermique très faible, utilisé en horlogerie, topographie, appareils de mesures, ...
- **Cunife et Fernico**, alliage de cuivre, nickel et fer possédant le même coefficient de dilatation thermique que certains verres.
- **Phynox**, superalliage austénitique de cobalt, chrome, nickel, fer et molybdène employé pour sa très grande résistance à la corrosion,
- **Maillechort**, alliage de cuivre, de nickel et de zinc utilisé pour son caractère peu oxydable et son apparence argenté, dans la bijouterie, les instruments de musique, instruments de précision, horlogerie, ...
- **AlNiCo**, alliage d'aluminium, nickel et cobalt utilisé pour ses caractéristiques ferromagnétiques permettant la fabrication d'aimants permanents (aimant AlNiCo),
- **Alliages or-nickel** utilisés dans la bijouterie pour ses couleurs et ses meilleures propriétés mécaniques, ...

Néanmoins, sa principale utilisation non-alliée se fait sous forme de revêtement. Le nickel présente un caractère inoxydable à l'air ambiant et associé à son aspect brillant et esthétique, il est employé pour la protection contre la corrosion, l'amélioration de propriétés mécaniques (résistance à l'usure, abrasion, frottement) et/ou pour améliorer l'apparence.

Ces opérations de revêtements sont appelées « nickelage ». Il en existe deux types : le nickelage électrolytique et le nickelage chimique.

Le nickel bénéficie lui aussi de ces propres alliages (%Ni > 50%), ils sont pratiquement tous utilisés pour leur résistance à la corrosion/oxydation et leur résistance au fluage, parmi eux :

- **Les alliages cuivre-nickel (Monel)**, qui sont plus résistants mécaniquement que le nickel non-allié et qui résistent très bien à la corrosion en milieu chimique. Ils sont traitables thermiquement et avec l'ajout d'aluminium et de titane, les alliages conservent leur résistance à la corrosion et voient leurs caractéristiques mécaniques augmentées. Par conséquent, ils sont employés dans l'industrie maritime, l'industrie pétrolière, industrie gazière, dans le transport de vapeur et d'eau liquide (douce et de mer), dans des chaînes, des câbles, ...

Exemple de nuance : Ni-Cu35 (Monel ou Alloy 400) ; Ni-Cu35AlTi (Monel ou Alloy K-500).

- **Les alliages nickel-chrome**, qui possèdent une résistivité élevée, une très bonne résistance à l'oxydation et une bonne résistance mécanique à chaud. Grace à ces caractéristiques, ils sont souvent utilisés pour les résistances de chauffage électrique (fours électriques, grille-pain, séchoirs, ...). Du fer peut être ajouté aux alliages de nickel-chrome et cette addition permet d'augmenter la tenue au fluage.

Exemple de nuance : Ni-Cr20 (Chromel A) ; NiCr14Fe6 (Inconel 600).

• **Les superalliages base nickel**, sont des alliages à hautes performances, qui initialement, désignent les alliages mis au point pour les pièces de turboréacteurs (industrie aéronautique). Ils sont aujourd'hui également utilisés dans l'industrie de la production d'énergie électrique, l'industrie pétrolière, l'industrie automobile, l'industrie chimique, l'industrie nucléaire, ...

Leurs intérêts résident principalement dans leurs excellentes tenues mécaniques à haute température (résistance fluage, oxydation/corrosion, ductilité, fatigue, ...). Certains alliages présentent aussi des qualités en cryogénie.

Les superalliages base nickel ont une teneur en nickel supérieure à 50%. Une multitude d'éléments d'additions peut être ajoutée et des traitements thermiques sont réalisables dans l'objectif d'influencer les propriétés mécaniques en modifiant la microstructure des alliages.

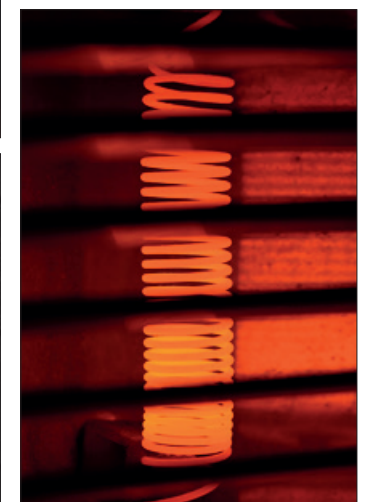
Exemple de nuance : Inconel (625 ou 718) ; Hastelloy ; Nimonic ; Rene Alloy,

• **Les autres alliages de nickel**, tels que :

**Les alliages nickel - titane** (Ni-Ti) appelés « Nitinol » qui bénéficient des propriétés de mémoire de forme et de super-élasticité permettant d'endurer des déformations sévères mais pouvant retrouver leur forme initiale. Ils sont utilisés dans le secteur aérospatial (manchons d'accouplements, dispositif Frangibolt, panneaux solaires), le secteur biomédical (instrumentation, stents, ...) et le secteur commercial (équipement vestimentaire et sportif, ...).

**Les alliages permalloy** qui sont des alliages à base de nickel et de fer, employés pour leur propriétés magnétiques. Parmi ces dernières on retrouve : leur perméabilité magnétique et leur magnéto-résistance élevée ainsi que leur champ coercitif et leur magnétostriction faible.

**Les alliages alu-ni**, constitués à 95% de nickel (avec du manganèse, de l'aluminium et du silicium), sont utilisés pour réaliser des thermocouples.



## PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE

De manière générale, au cours de l'élaboration, des opérations de transformations et des différents traitements mécaniques, thermiques et chimiques, les propriétés et les microstructures du nickel et ses alliages sont influencées. Toutes ces influences amènent alors à la réalisation de contrôles qualité métallographiques tels que : les examens de microstructures, les recherches de porosités et/ou d'hétérogénéités, la recherche et l'examen d'inclusions et/ou de précipités, les essais de dureté, les contrôles d'érouissage, de taille de grain, de dimensionnement, ...

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 « TRONÇONNAGE ».
- 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 MÉTALLOGRAPHIQUE » 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 du nickel.

En d'autres termes il est indispensable d'éviter un échauffement ou une déformation du métal pouvant entraîner un érouissage. 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 T202



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 pourra présenter des risques pour la meule de tronçonnage, pour la pièce voire également pour 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.



	NICKEL & ALLIAGES
Micro-tronçonnage	UTW S Ø180 mm MNF AO
Tronçonnage de moyenne capacité	MNF AO S
Tronçonnage de grande capacité	MNF AO S

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, si nécessaire, à l'aide d'un papier abrasif grossier par exemple, dans le but d'éliminer les 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 (gap 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 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 procédés d'enrobages :

• **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 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.



NICKEL & ALLIAGES	
A chaud	Epoxy Phénolique Allylique
A froid	KM-U KM-B IP - IP FAST 2S*

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

\* Adaptée 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.

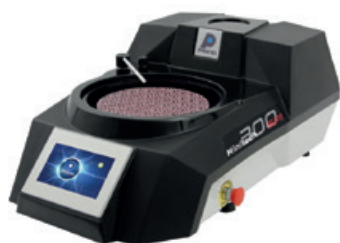


Fig 7 :

MINITECH 300 SPI

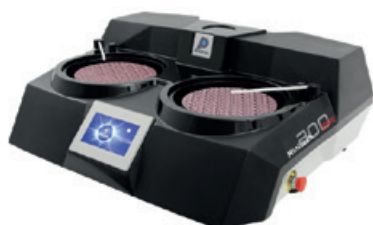


Fig 8 :

MINITECH 300 DPI et DP2

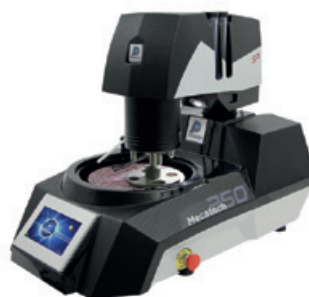


Fig 9 :

MECATECH 250 SPI



Fig 10 :

MECATECH 300 SPC

**La gamme de polisseuses manuelles MINITECH** intègre les technologies les plus avancées. Conviviales, fiables et robustes, 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 très complète. Peu importe le nombre ou la taille des échantillons, MECATECH garantit un polissage optimal.

Le titane est un matériau qui se poli de manière très particulière, il est relativement tendre et enclin à un écrouissage et une déformation plastique. De ce fait, lors d'un process de polissage où habituellement la matière est découpée/retirée par l'abrasif, la matière aura dans la cas présent tendance à se « rabattre » sur elle-même, on parle de « beurrage ». Ce phénomène n'est pas souhaité et gêne beaucoup l'observation microscopique. Le titane possède donc des gammes de polissage qui lui sont propres et spécifiques afin de garantir l'obtention d'une surface d'examen excellente.

## CONSOMMABLES ET GAMMES DE POLISSAGE

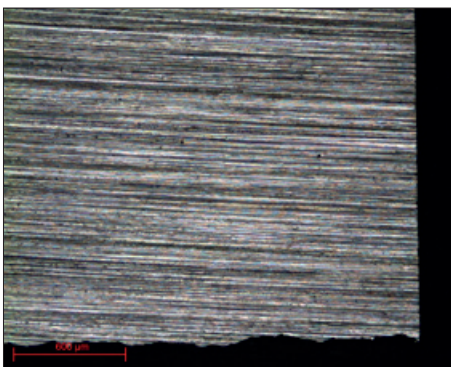
La gamme de polissage ci-dessous est donnée pour une préparation automatique des échantillons (pour du polissage manuel : ne pas prendre en compte les paramètres de tête). Elle est la plus polyvalente et couramment utilisée, elle est renseignée à titre d'information et de conseil.

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). Celle donnée ci-dessous est standard et peut, par conséquent, être modifiée selon le besoin.

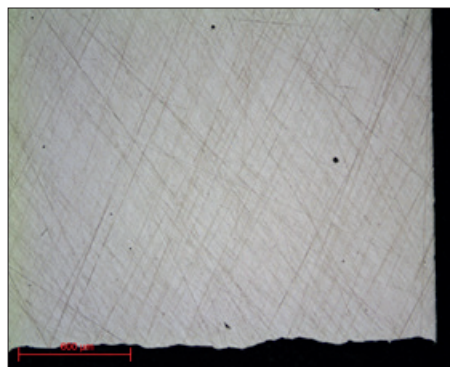
Les forces d'appui varient selon la taille des échantillons mais de manière générale il sera appliqué : 1daN par 10mm de diamètre d'enrobage pour les étapes de pré-polissage (ex : Ø40mm = 4 daN) puis la force sera diminuée de 0,5daN à chaque étape de polissage avec une suspension abrasive.

### GAMME N°1

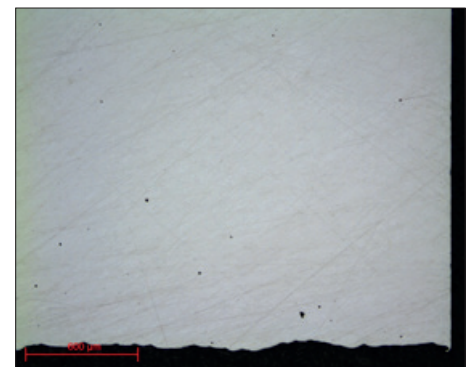
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P320	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	4'
3	RAM	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
4	NT	1µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	SUPRA	SPM / Eau	150	100	→ ←	1'



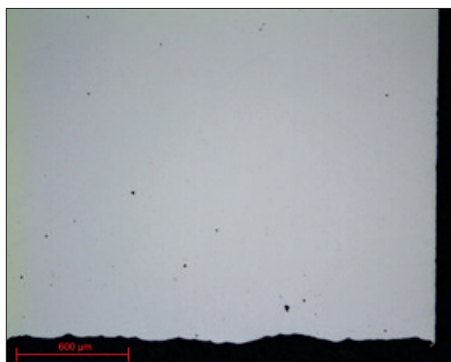
Micrographie 1 :  
Etat de surface P320 obj x5



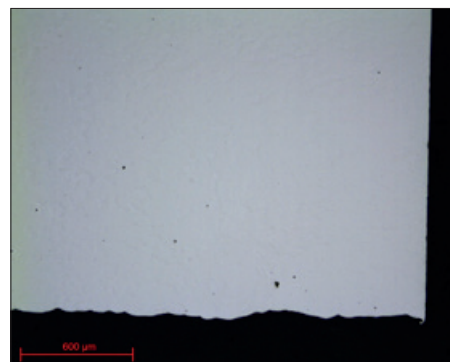
Micrographie 2 :  
Etat de surface TOP 9µm obj x5



Micrographie 3 :  
Etat de surface RAM 3µm obj x5



Micrographie 4 :  
Etat de surface NT 1µm obj x5



Micrographie 5 :  
Etat de surface SUPRA SPM obj x5

Une alternative à la suspension de silice colloïdale (SPM) utilisée pour la dernière étape du process de polissage est envisageable et il s'agit de la suspension d'alumine N°3 (0,8µm).

La gamme de polissage donnée ci-dessus est complète et n'est pas nécessairement à effectuer entièrement en fonction des examens métallographiques à réaliser.

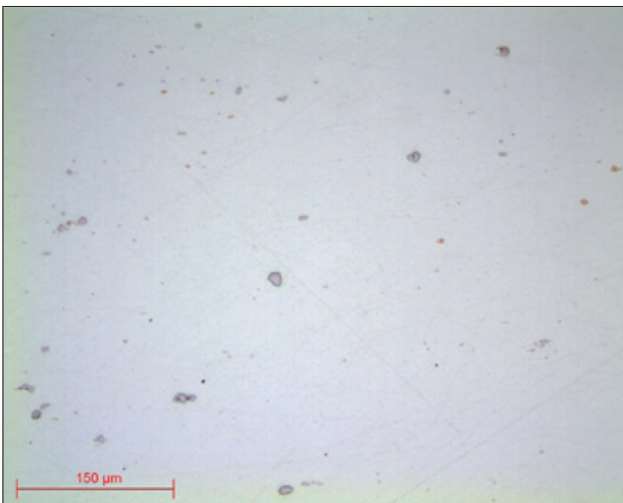
Dans le cas où le nickel ne serait pas l'élément principal du matériau à polir il est nécessaire d'adapter la gamme de polissage en fonction des propriétés de ce même matériau.

A l'issue de cette préparation, les échantillons polis peuvent être observés directement sans attaque métallographique.

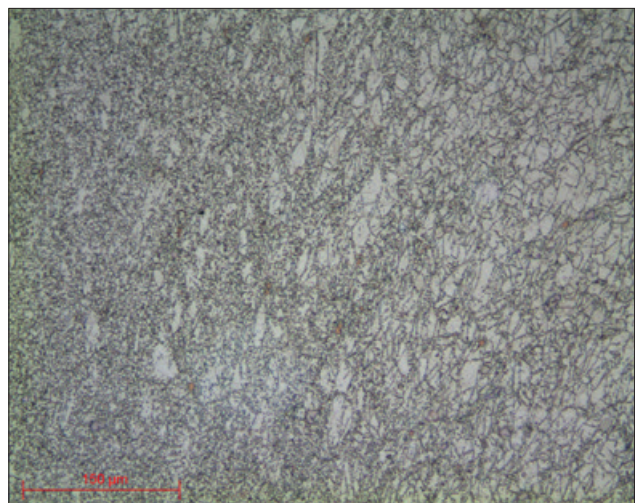
L'attaque métallographique du nickel et de ses alliages se fait communément à l'aide du réactif d'ADLER. L'attaque crée des différences de relief et/ou de couleur entre les différents constituants et permet leur observation.

## MICROSCOPIE

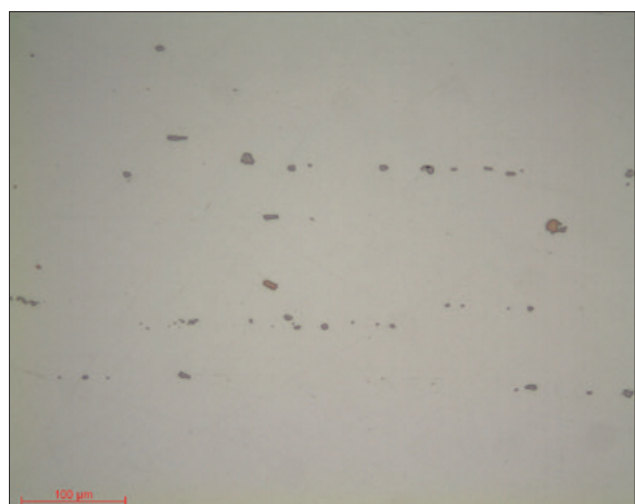
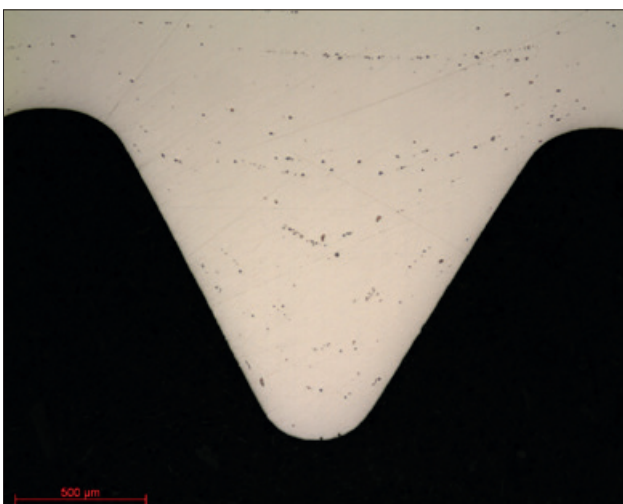
Les micrographies présentées ont été réalisées au moyen du logiciel **PRESI VIEW** :



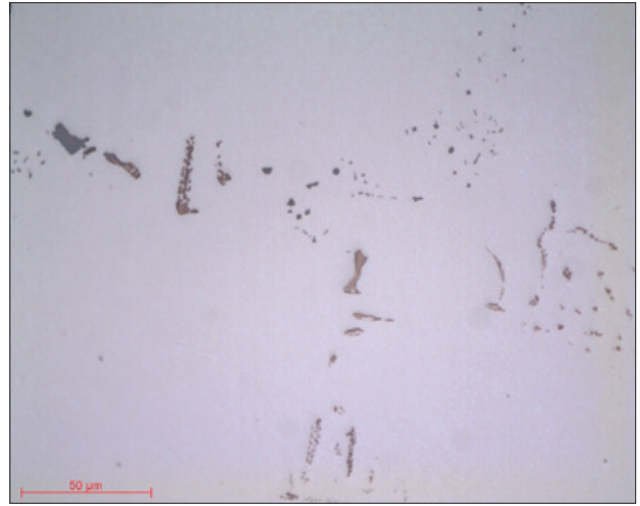
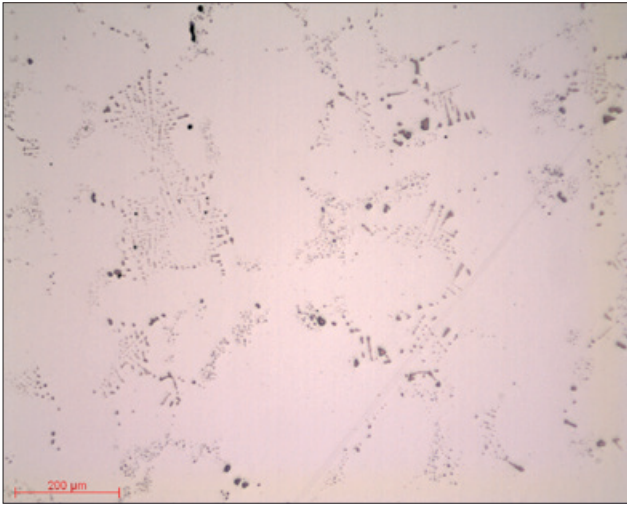
Micrographie 6 : Base nickel poli jusqu'au 1µm obj x20



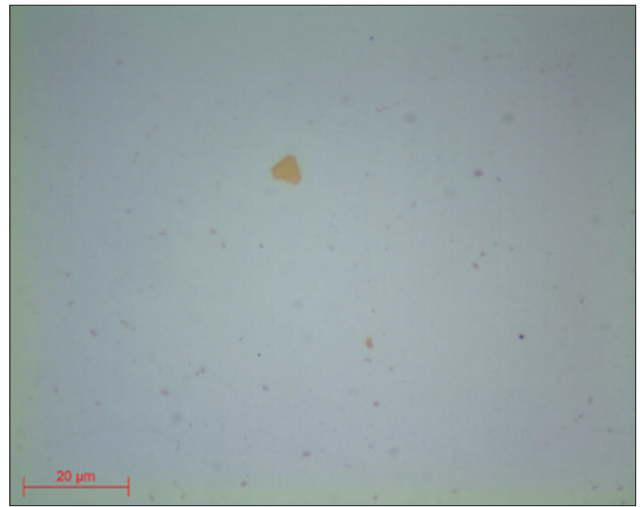
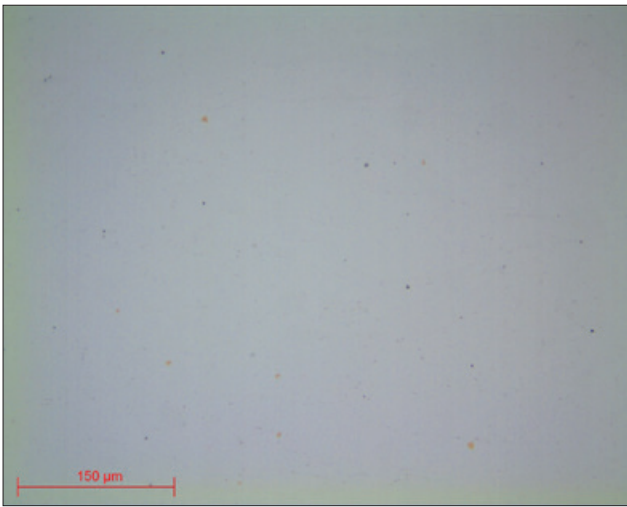
Micrographie 7 : Base nickel poli jusqu'au 1µm attaqué au réactif ADLER obj x20



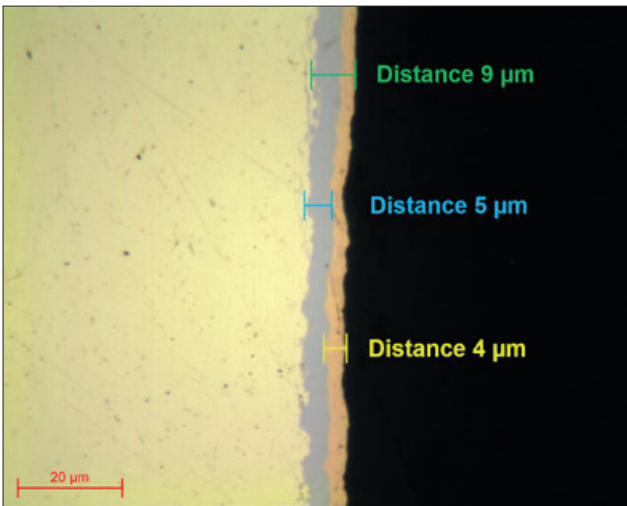
Micrographies 8 et 9 : Vis base nickel poli jusqu'au 1µm obj x5 et obj x20



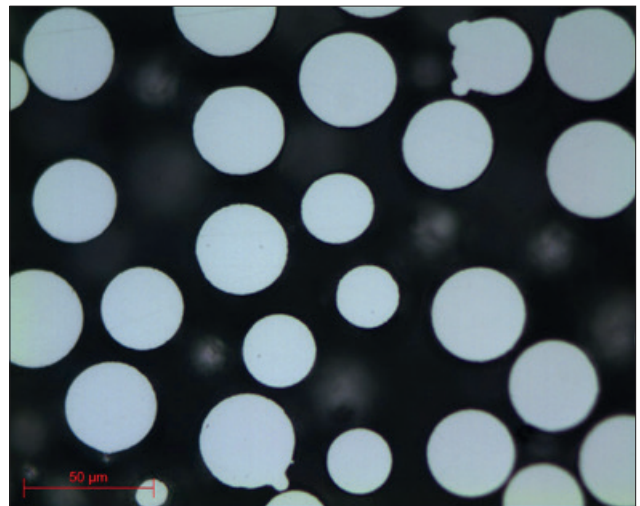
Micrographies 10 et 11 : Superalliage poli jusqu'au SPM obj x20 et obj x50



Micrographies 12 et 13 : Superalliage poli jusqu'au SPM obj x20 et obj x100



Micrographie 14 : Dépôt d'or sur dépôt de nickel sur substrat laiton obj x100



Micrographie 15 : Echantillon de poudre de superalliage obj x50