

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE MATÉRIAUX CÉRAMIQUES

INTRODUCTION

Les céramiques (appelées « céramiques techniques » dans le domaine industriel) sont des matériaux non métalliques et inorganiques obtenus par l'action de températures élevées. Leur composition est très variée puisque les céramiques regroupent une importante partie des éléments du tableau périodique.

Ce sont des matériaux à haute température de fusion, présentant des duretés très élevées et aucune ductilité. Les procédés de fabrications courants (usinage, fonderie, déformation plastique, ...) ne sont donc pas ou très peu appropriés. Leurs fabrications consistent à mettre en forme une poudre avant de réaliser l'opération de consolidation du produit.

ÉLABORATION

Il existe plusieurs méthodes de mise en forme des céramiques permettant d'obtenir une structure granulaire :

LES PROCÉDÉS PAR VOIE LIQUIDE

Consistent à disperser les poudres céramiques dans un solvant (eau, alcool, ...) dans l'objectif d'obtenir une suspension aux propriétés souhaitées (solvants qui seront éliminés lors de cycles thermiques ultérieurs). Cette suspension obtenue permet de réaliser des opérations de coulage en moule ou en bande et des dépôts par trempage.

Exemple du coulage en bande : la suspension est laminée puis séchée par rayonnement infra-rouge pour ensuite être découpée par laser et assemblée sous forme de multicouches.

LES PROCÉDÉS PAR VOIE PLASTIQUE

Nécessitent de mélanger les poudres de céramiques techniques à des liants organiques dans le but d'obtenir un fluide (liants qui seront éliminés lors de cycles thermiques ultérieurs). Il est ensuite mis en forme par injection ou extrusion.

Exemple de l'injection : le « fluide céramique » est alimenté dans la trémie, il est ensuite chauffé, comprimé et injecté dans le moule avant d'être refroidi et démoulé.

LES PROCÉDÉS PAR VOIE SÈCHE GRANULAIRE

Ont pour objectif d'agglomérer des particules de poudres pour permettre le remplissage d'un moule et pour leur donner une plasticité suffisante afin de se déformer lors du pressage.

Exemple du pressage uni-axial : le moule est rempli avec les poudres céramiques qui sont ensuite pressées et démoulées.

Une fois la structure granulaire obtenue, la dernière étape de la fabrication des céramiques techniques est la consolidation à haute température appelée « **frittage** ». Le principe est d'assembler les grains constituant la céramique par chauffage à très hautes températures (températures inférieures à la température de fusion des céramiques) pendant une longue durée. Cette opération permet également la densification de la céramique (réduction des porosités), le grossissement des grains et l'élimination des différents liants utilisés lors de la mise en forme.

Les céramiques techniques présentent des propriétés physiques diverses qui offrent des solutions adaptées là où les matériaux métalliques et les polymères peuvent être inopérants.

Parmi ces propriétés, les plus importantes sont les suivantes :

- **Propriétés mécaniques** : leur dureté extrême leur confère une très bonne résistance à l'usure, à l'abrasion et à la compression,
- **Propriétés thermiques** : résistance aux très hautes températures (jusqu'à 2000°C), les céramiques sont les matériaux réfractaires par excellence.
- **Propriétés électriques** : certaines céramiques sont d'excellents isolants électriques et d'autres, au contraire, sont des (supra)conducteurs.
- **Propriétés chimiques** : certains de ces matériaux possèdent une inertie chimique, une biocompatibilité et une étanchéité au vide.
- **Propriétés optiques** : certaines céramiques transparentes possèdent des propriétés optiques exceptionnelles (dans le visible, l'IR, ou l'UV).

=> Toutes ces propriétés font des céramiques techniques des matériaux remarquables qui trouvent de très nombreuses applications industrielles :

Le secteur de l'électronique représente 70 à 75% du chiffre d'affaire mondial des céramiques techniques. Leurs diverses compositions et propriétés d'usage permettent aux céramiques électroniques d'avoir des utilisations variées : isolations électriques (Al_2O_3 , SiO_2 , MgO , ...), semi-conducteurs (SiC , Cu_2O , TiO_2 , ...), conducteurs électriques (ReO_2 , $MoSi_2$, LaB_6 , ...) ou encore céramiques magnétiques (Fe_3O_4 , $NiFe_2O_4$, ...).

Le secteur médical emploie aussi des céramiques qui sont communément appelées « biocéramiques ». Elles sont utilisées dans les instruments et systèmes médicaux, dans le domaine de la chirurgie reconstructrice (prothèses, implants, substitut osseux, ...) et dans le domaine dentaire (implants, bridges, ...). L'alumine (Al_2O_3) et la zircone (ZrO_2) sont les céramiques les plus répandues du fait de leur densité, pureté, de leurs qualités tribologiques et de leurs résistances mécaniques.

Les céramiques techniques sont couramment utilisées en tant que filtres ou membranes dans le domaine de **l'énergie et de l'environnement**. Des filtres à particules ou encore des pots catalytiques (pouvant présenter une structure en nid d'abeilles) sont en céramiques et permettent de filtrer et/ou de dégrader les polluants des gaz (SiC souvent utilisé pour sa conductivité thermique mais aussi Al_2O_3 , CeO_2 , ZrO_2 sur lesquelles sont déposés des métaux nobles dans le cas particulier des pots catalytiques). Des céramiques sont également employées en tant que combustibles dans le domaine nucléaire (UO_2 , PuO_2 , ...).

L'utilisation des composants céramiques dans le secteur de la **télécommunication** s'est imposée notamment grâce à leurs propriétés de résistance à leur environnement et aux contraintes auxquelles ils sont soumis (humidité, vibrations, variations de températures, ...).

Dans le secteur de **l'aéronautique et du spatial**, les céramiques techniques trouvent également une multitude d'applications (aubes de turbines, miroirs de télescope, capteurs, chambre de combustion, moteurs, ...)

Dans le but de compenser leur fragilité, les céramiques peuvent être employées au sein de matériaux composites. Les céramiques composent généralement la matrice dans laquelle est incorporé un ensemble de fibres (de verre, de carbone, de carbure de silicium, ...) appelé renfort. Ces composites se nomment « composites à matrice céramique » CMC.



PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE

De manière générale, au cours de l'élaboration, de la mise en forme de poudres, des opérations de transformations et/ou des différents traitements mécaniques, thermiques et chimiques, les propriétés et les structures des produits céramiques sont influencées.

Toutes ces influences amènent alors à la réalisation de contrôles qualité métallographiques tels que : les examens de porosités, de dimensionnement, d'arrachement, de structures et microstructures, les recherches d'hétérogénéités, la recherche et l'examen d'inclusions et/ou d'impuretés, les essais de dureté, les contrôles 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 : 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 ni endommager le produit céramique. En d'autres termes il est indispensable d'éviter un échauffement, une déformation ou une dégradation quelconque de la pièce. 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 T205



Fig 2 : MECATOME T215



Fig 3 : MECATOME T265

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.



Céramiques

	Céramiques
Micro-tronçonnage	LM / LM+ / LR
Tronçonnage de moyenne capacité	LM / LM+ / LR
Tronçonnage de grande capacité	LM / LM+ / LR

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

Tableau 1 : Choix du type de meule de tronçonnage

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.

Les matériaux céramiques étant fragiles, le procédé d'enrobage à chaud n'est pas envisageable car les pressions exercées sont trop élevées et risqueraient par conséquent d'endommager les échantillons. Le procédé d'enrobage à froid est alors à privilégier. Certaines géométries complexes nécessitent également d'être enrobées à froid afin de permettre à la résine d'imprégner au mieux l'échantillon. Ce type d'enrobage est également préféré si le besoin est d'enrober un grand nombre de pièces en série.

Le procédé à froid peut être utilisé avec :



Fig 4 : 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 5 : 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 ou du plan de travail. Avant toute opération de polissage, il est conseillé 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. Ces moules d'enrobage sont de diamètre allant de 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.

	Céramiques
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.

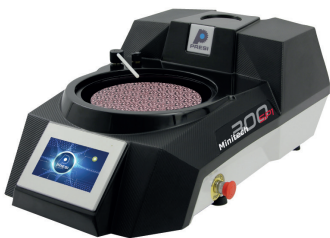


Fig 6 :

MINITECH 300 SPI

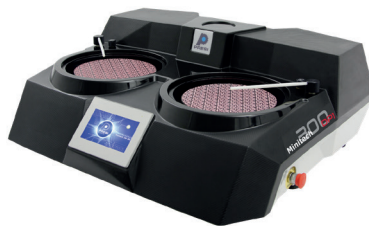


Fig 7 :

MINITECH 300 DP1 et DP2



Fig 8 :

MECATECH 250 SPI

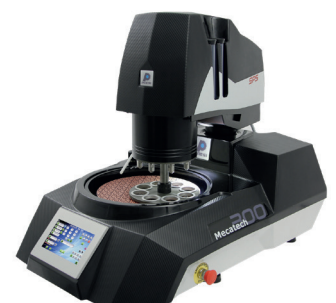


Fig 9 :

MECATECH 300 SPS

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.

CONSOMMABLES ET GAMMES DE POLISSAGE

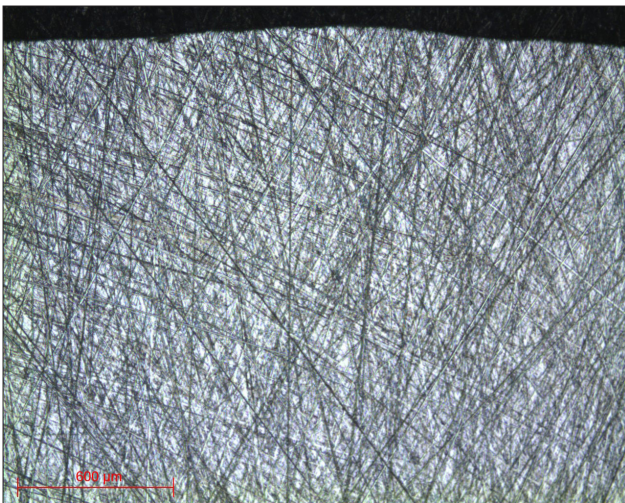
La gamme de polissage ci-dessous est donnée pour une préparation automatique des échantillons (pour du polissage manuel : ne pas prendre en compte les paramètres de tête). Elle est la plus polyvalente et couramment utilisée, elle est renseignée à titre d'information et de conseil.

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.

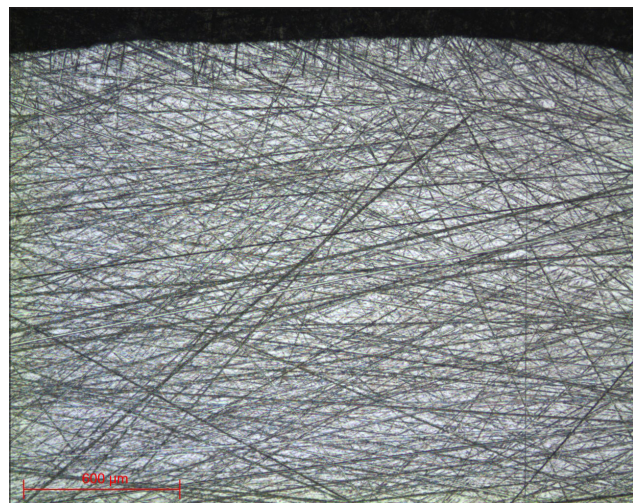
Les forces d'appui varient selon la taille des échantillons mais de manière générale il sera appliqué : 1daN par 10mm de diamètre d'enrobage pour les étapes de pré-polissage (ex : Ø40mm = 4 daN) puis la force sera diminuée de 0,5daN à chaque étape de polissage avec une suspension abrasive.

Gamme N°1

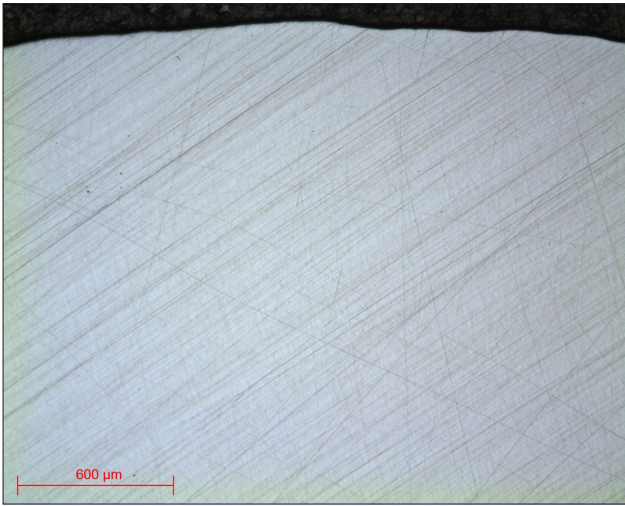
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	Tissediam 40µm	Ø / Eau	300	150	→ →	2'
2	Tissediam 20µm	Ø / Eau	300	150	→ →	2'
3	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	5'
4	NWF+	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
5	SUPRA	SPM / Eau	150	100	→ ←	2'



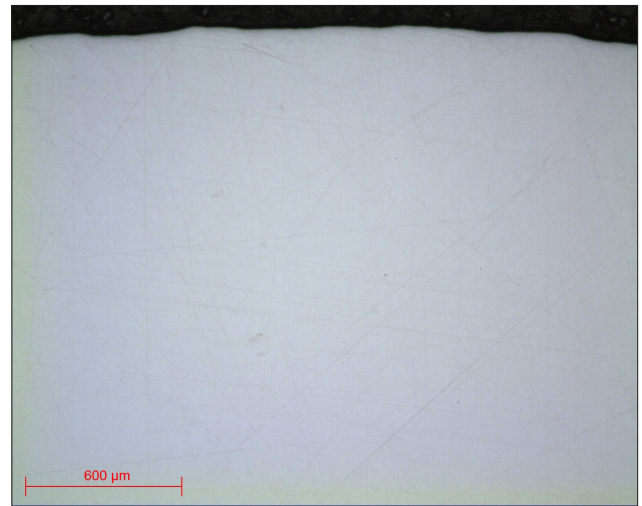
Micrographie 1 : Zircon ZrO2
Etat de surface TISSEDIAM 40µm obj x5



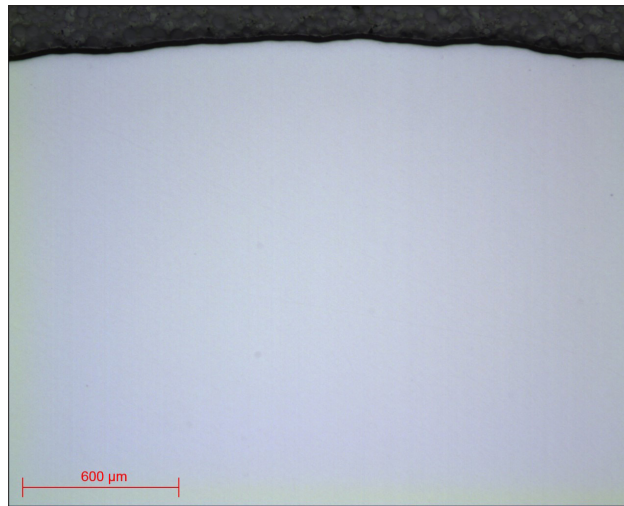
Micrographie 2 : Zircon ZrO2
Etat de surface TISSEDIAM 20µm obj x5



Micrographie 3 : Zirconium ZrO2
Etat de surface TOP 9µm obj x5



Micrographie 4 : Zirconium ZrO2
Etat de surface NWF+ 3µm obj x5



Micrographie 5 : Zirconium ZrO2
Etat de surface SPM 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	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	4'
4	RAM	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	3'
5	NV	CeO2 / Eau	150	100	← ←	1'

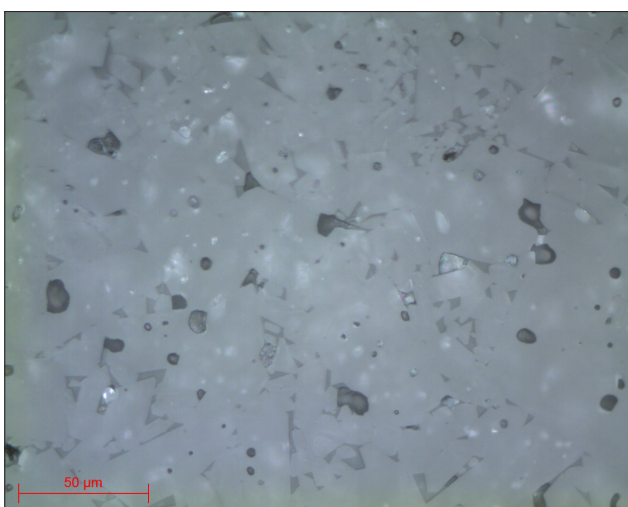
La gamme de polissage N°2 intègre des supports et des suspensions pouvant offrir une alternative à ceux renseignés dans la gamme N°1.

Les gammes de polissage renseignées ci-dessus sont des gammes standards et polyvalentes qui peuvent être modifiées en fonction des subtilités des échantillons. De plus, elles ne sont pas nécessairement à réaliser dans leur intégralité en fonction des besoins d'observations.

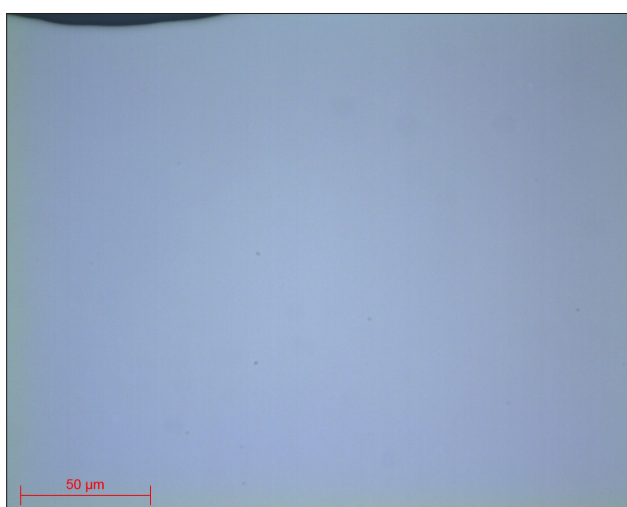
A l'issue de cette préparation, les échantillons polis peuvent être observés directement sans révélation de structure. Néanmoins un des procédés de révélation de structure des céramiques est l'attaque chimique qui permet de créer des différences de relief et/ou de couleur entre les différents constituants et rend possible leur observation.

MICROSCOPIE

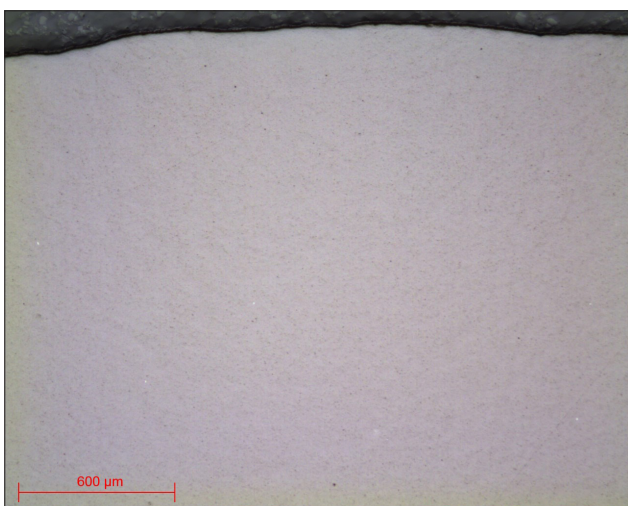
Les micrographies présentées ont été réalisées au moyen du logiciel **PRESI VIEW** :



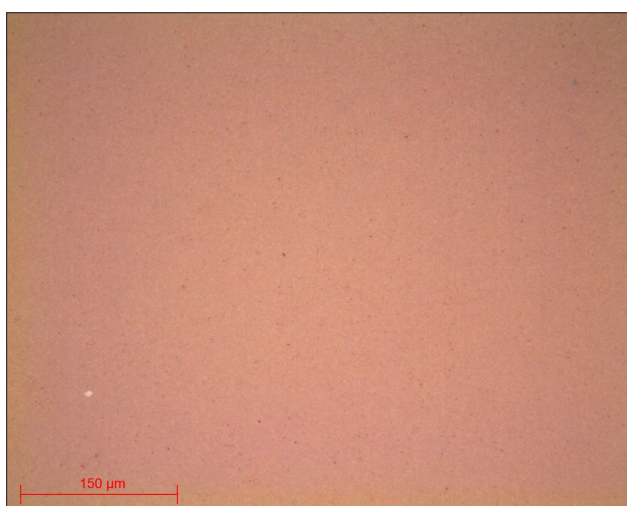
Micrographie 6 : Alumine Al₂O₃
Poli jusqu'au SPM obj x50



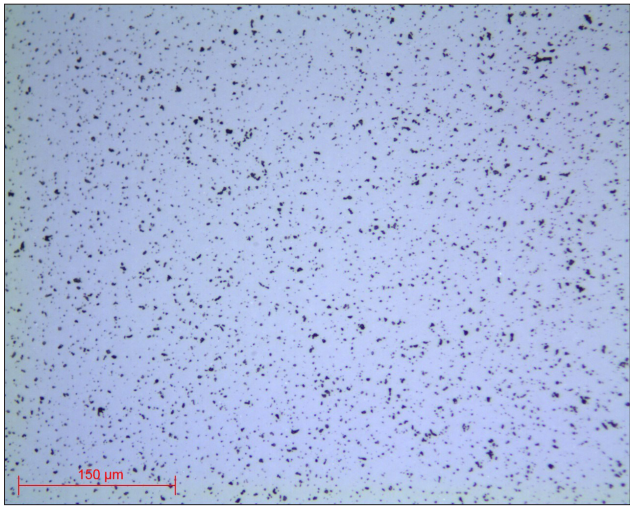
Micrographie 7 : Zircone ZrO₂
Poli jusqu'au SPM obj x5



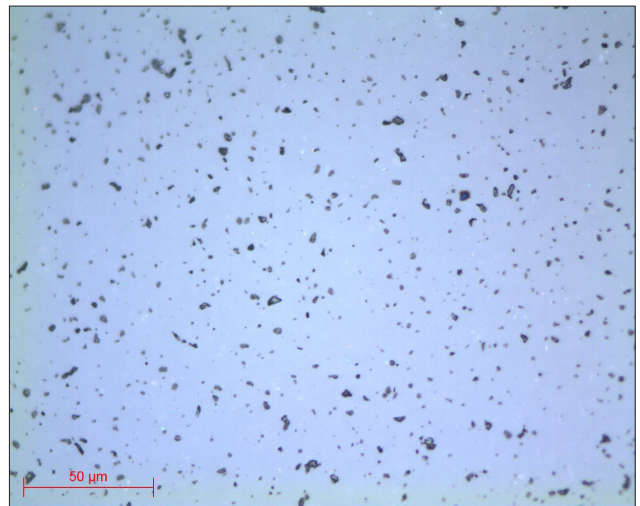
Micrographie 8 : Alumine durcie à la zircone ZTA
Poli jusqu'au SPM obj x5



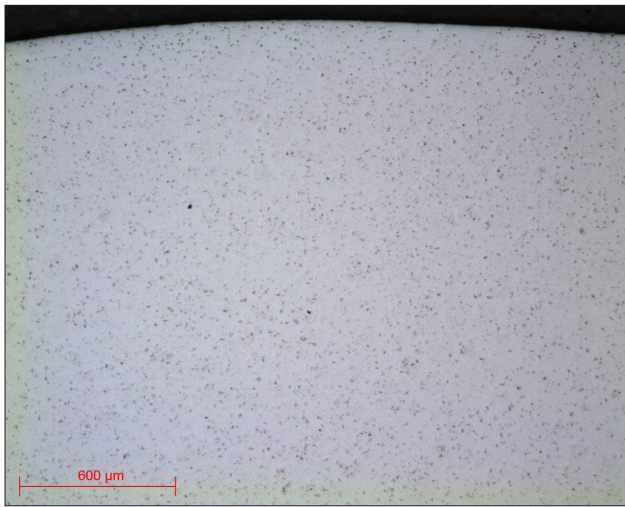
Micrographie 9 : Alumine durcie à la zircone ZTA
Poli jusqu'au SPM obj x20



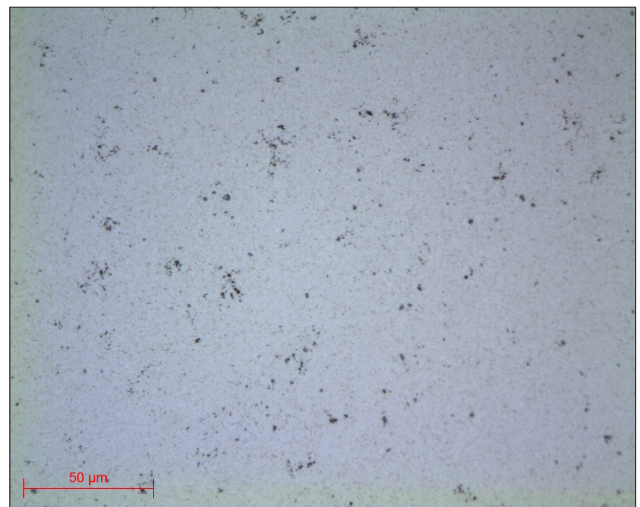
Micrographie 10 : Carbure de silicium SiC
Poli jusqu'au SPM obj x20



Micrographie 11 : Carbure de silicium SiC
Poli jusqu'au SPM obj x50



Micrographie 12 : Carbure de tungstène WC
Poli jusqu'au SPM obj x5



Micrographie 13 : Carbure de tungstène WC
Poli jusqu'au SPM obj x50

PRESI

www.presi.com

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

