

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE MÉTAUX PRÉCIEUX

INTRODUCTION

Un métal précieux est défini comme un élément chimique métallique naturel qui est rare et dont la valeur économique est très haute. Les propriétés physiques et chimiques sont également importantes pour la détermination d'un métal précieux. Ils ont une bonne résistance à la corrosion, sont ductiles et ont un aspect brillant.

Les trois métaux précieux les plus connus sont l'or, l'argent et le platine. Le palladium peut s'ajouter à cette liste selon certains pays. Par extension, certains métaux de la famille du platine sont considérés comme des métaux précieux tels que le rhodium, le ruthénium, l'osmium et l'iridium.

Ces métaux sont rares du fait de leur faible présence dans la croûte terrestre. Les métaux précieux ont la particularité d'être cotés en bourses. Ce sont des investissements mais également des matières premières industrielles.

Pour résumer, un métal est précieux s'il est rare, si sa demande est forte et si sa valeur de marché est importante.

OR

Symbole : **Au**
N° atomique : **79**
Densité : **19,3**
Masse molaire : **197 g.mol⁻¹**
T°C fusion : **1063°C**

ARGENT

Symbole : **Ag**
N° atomique : **47**
Densité : **10,5**
Masse molaire : **107,9 g.mol⁻¹**
T°C fusion : **961°C**

PLATINE

Symbole : **Pt**
N° atomique : **78**
Densité : **21,1**
Masse molaire : **195,1 g.mol⁻¹**
T°C fusion : **1770 °C**

LES PRINCIPAUX MÉTAUX PRÉCIEUX

L'OR

C'est un métal qui est utilisé depuis l'Antiquité. Il existe sous forme pur à l'état naturel ou bien sous forme d'alliage. Il est très ductile et malléable, cela en fait un métal très facile à travailler. De couleur jaune, après polissage il a un éclat important.

En condition ambiante, il est chimiquement stable. Il ne s'oxyde ni à l'air, ni à l'eau. L'or est principalement utilisé dans l'art et la bijouterie. Cependant, il est peu utilisé sous sa forme pure dans la réalisation de bijoux.



Désormais c'est sous forme d'alliage, qui le rigidifie et lui permet de nuancer sa couleur, que l'or est travaillé. L'or peut être allié à de l'argent, du cuivre, ou encore du platine ou du palladium. Ces alliages vont donner différentes teintes à l'or qui ne sera plus doré et apporter d'autres propriétés notamment moins de ductilité.



Il est utilisé en électronique pour sa bonne tenue à la corrosion et sa haute conductivité électrique et thermique. Il est notamment employé dans les microprocesseurs. L'or est également utilisé en médecine, notamment pour la dentisterie.

L'ARGENT

L'argent est extrait des minerais de cuivre, de plomb, de zinc ou encore d'or. Ce métal précieux blanc et brillant est tout comme l'or, malléable et ductile. Il a également un grand pouvoir réflecteur.



L'argent est beaucoup utilisé dans le domaine de la joaillerie en métal massif ou en recouvrement par galvanoplastie. Pour renforcer ses caractéristiques mécaniques, l'argent est parfois allié avec du cuivre. Il peut se ternir notamment lorsqu'il est en présence de sulfure.

L'argent a longtemps été utilisé pour la frappe de monnaie. Il est encore employé pour cette application aujourd'hui mais principalement pour des pièces de collection ou des médailles.

L'argent sert souvent dans le domaine de l'électronique et l'électricité. Ce métal est un très bon conducteur thermique et électrique.



Dans le domaine de la photographie, l'argent (sous la forme d'halogénure d'argent) a servi au début des années 90. Désormais avec le développement des appareils numériques, il est beaucoup moins utilisé. L'argent est également usité dans le domaine de la chimie, de l'optique...

LE PLATINE

Ce métal de couleur gris-blanc, d'aspect brillant, se trouve sous forme native, ou bien sous forme de minerais avec du cuivre ou du nickel. Le platine résiste bien à la corrosion et à l'oxydation sous haute température. Il est inaltérable. Tout comme l'or et l'argent, il est ductile et malléable. Ce métal a des qualités autant techniques que décoratives.

Le platine peut être déposé en surface par dépôt électrolytique. C'est pourquoi dans le domaine médical il est utilisé pour recouvrir les outils chirurgicaux ou pour l'élaboration de certaines prothèses ou des stimulateurs cardiaques. Il est possible de trouver le platine également dans les prothèses dentaires.



Le platine est également employé dans l'industrie automobile (pour les pots catalytiques) avec le palladium et le rhodium. Des creusets et pots en platine sont utilisés dans les laboratoires chimiques et pharmaceutiques.

Le platine sous forme de sel (carboplatine et cisplatine) est employé dans le traitement de certains cancers. Tout comme l'argent et l'or, il constitue un élément essentiel pour la réalisation de bijoux. En joaillerie, il peut être pur à 95% (contre 75% pour un alliage d'or). Le platine étant plus rare que l'or, il est également bien plus cher.



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 métaux précieux.

En d'autres termes il est indispensable d'éviter un échauffement ou une déformation des métaux précieux 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 1 : MECATOME T205



Fig 2 : MECATOME T215

Pour la découpe des métaux précieux, il est généralement conseillé de s'orienter vers des micro-tronçonneuses, adaptées aux dimensions des échantillons de métaux précieux. La Mecatome T205 voire la Mecatome T215 sont toutes indiquées pour la découpe de pièces de bijouterie par exemple.

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. Sur les figures 3 à 6, ce sont des exemples de bridage possibles pour des pièces de bijouterie.



Fig. 3-4-5-6 : Bridage bijoux

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.

	MÉTAUX PRÉCIEUX
Micro-tronçonnage	S Ø180 mm UTW
Tronçonnage de moyenne capacité	MNF
Tronçonnage de grande capacité	MNF

Tableau 1 : Choix du type de meule de tronçonnage

=> 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.

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 (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 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 7 : 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 8 : 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 9 : 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.

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.


		MÉTAUX PRÉCIEUX
		Phénolique Allylique fibre de verre
A chaud		
A froid		KM-U Ma2+

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

Dans le cas d'un contrôle de revêtement par exemple, il est conseillé de favoriser l'utilisation d'une résine avec un faible retrait. Pour le contrôle général, une résine un peu moins qualitative sera suffisante. Le choix de la résine est à adapter en fonction de l'objectif final des observations souhaitées.

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.

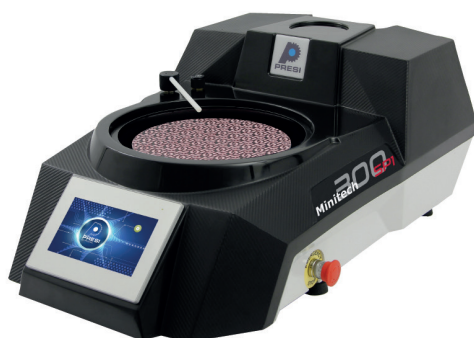


Fig 10 : MINITECH 300 SP1



Fig 11 : 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.

CONSOMMABLES ET GAMMES 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.

La première gamme est adaptée pour le polissage de **l'argent** :

N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	P600 SiC	Ø / Eau	250	80	→ →	1'
2	P1200 SiC	Ø / Eau	250	80	→ →	1'
3	ADR II	9µm LDP / Reflex Lub	400	80	→ →	2'
4	ADR II	3µm LDP / Reflex Lub	400	80	→ →	2'
5	RFI	Alumine n°2 / Eau	200	80	→ ←	1'

Le polissage de l'argent s'effectue avec une gamme assez atypique.

Les premières étapes sont réalisées à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie moyenne à fine. Les vitesses de rotation sont aussi particulières afin de limiter l'incrustation d'abrasifs dans la matière.

Les étapes 3 et 4 sont faites à l'aide du tissu ADRII. Ce tissu a des fibres souples qui permettent de polir au mieux l'argent.

Enfin, la dernière étape, c'est un tissu RFI qui est utilisé avec une suspension d'alumine Presi n°2. Lors de cette étape, il est conseillé d'humidifier au préalable le tissu pendant quelques secondes. Un rinçage en fin d'étape est préférable afin de nettoyer le tissu et l'échantillon de la suspension d'alumine. La rotation de la tête est inversée par rapport au plateau, afin de conserver au maximum la suspension sur le support.

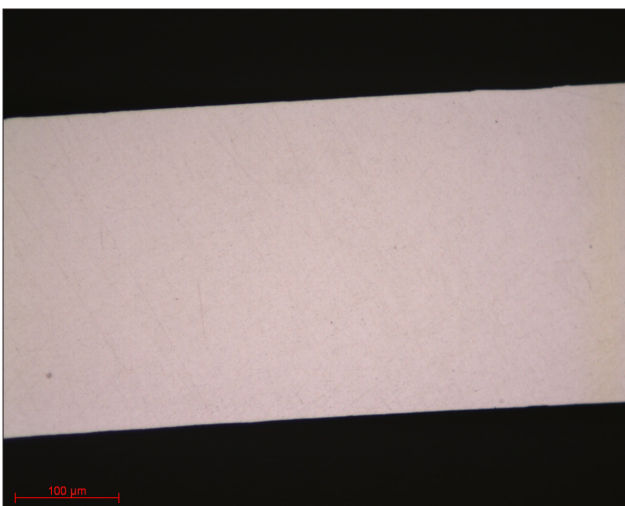


Fig. 12 : Argent finition alumine objx20

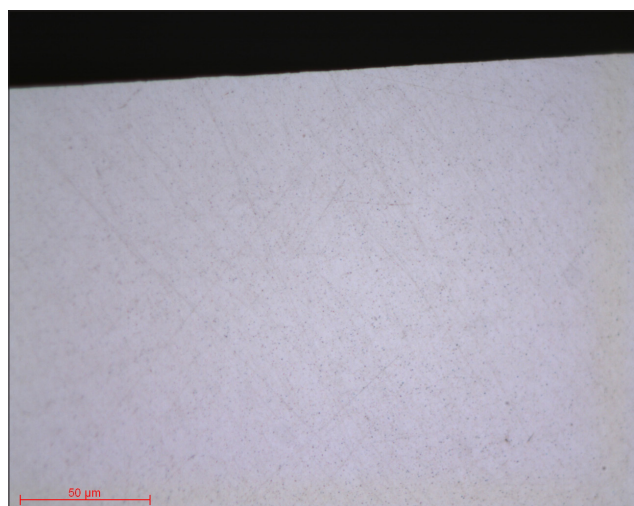


Fig. 13 : Argent finition alumine objx50

Ci-dessous, la gamme a été établie pour un échantillon de **cuivre avec un dépôt d'argent** :

N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	P1200 SiC	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	TOP	9µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
3	RAM	3µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
4	TFR	1µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	SUPRA	SPM / Eau	150	100	← →	1'

La première étape est encore une fois réalisée à l'aide d'un papier abrasif fin. Ici, la gamme est orientée pour le polissage du cuivre, c'est pourquoi l'on retrouve l'utilisation de suspension diamantée monocristalline moins agressive pour le cuivre. Enfin, la dernière étape est réalisée à l'aide d'une suspension de silice colloïdale (SPM). La mise en œuvre est identique à celle de l'alumine.

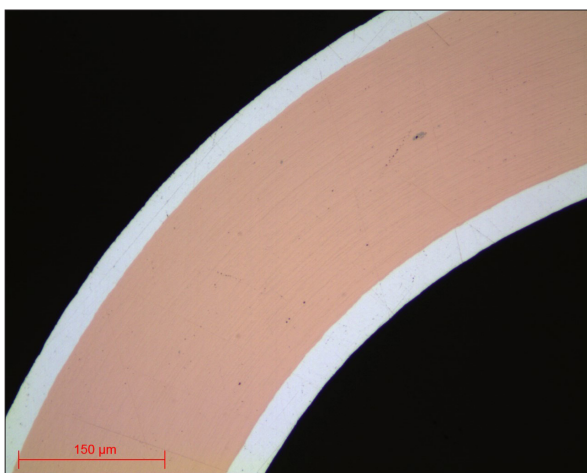


Fig. 14 : Cu dépôt Ag finition SPM objx20

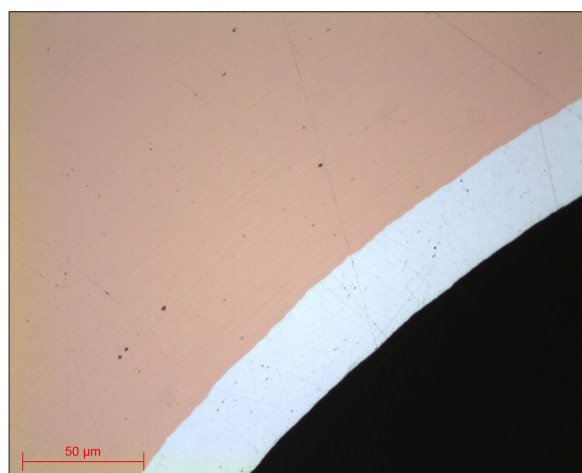


Fig. 15 : Cu dépôt Ag finition SPM objx50

La gamme ci-dessous est adaptée pour le polissage de **l'or (sous forme de dépôt)** :

N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	P600 SiC	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	P1200 SiC	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
3	TOP	9µm Gel 2+ poly / Ø	150	135	→ →	3'
4	ADR II	3µm Gel 2+ poly / Ø	150	135	→ →	2'
5	NT	1µm Gel 2+ poly / Ø	150	135	→ →	1'
6	SUPRA	SPM / Eau	150	100	← →	1'

Dans le cas présent, l'or se trouve sous forme de dépôt sur un échantillon d'électronique. La gamme de polissage débute par l'utilisation de papiers abrasifs.

Elle se poursuit par le polissage à l'aide des suspensions diamantées polycristallines Gel 2+ sur des tissus de polissage (TOP, ADRIL et NT). Ces suspensions contiennent l'abrasif diamant et le lubrifiant, c'est un produit 2 en 1. Leur formulation « gel » permet au produit de rester plus longtemps sur le tissu de polissage.

La dernière étape est faite également avec la suspension de silice colloïdale SPM.

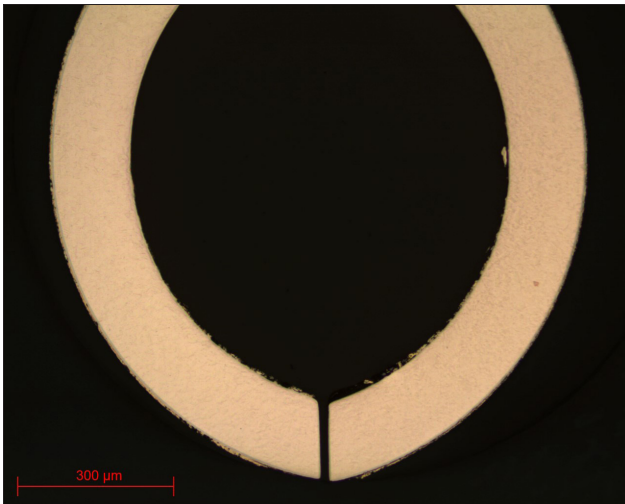


Fig. 16 : Cu dépôt d'Or finition SPM objx10

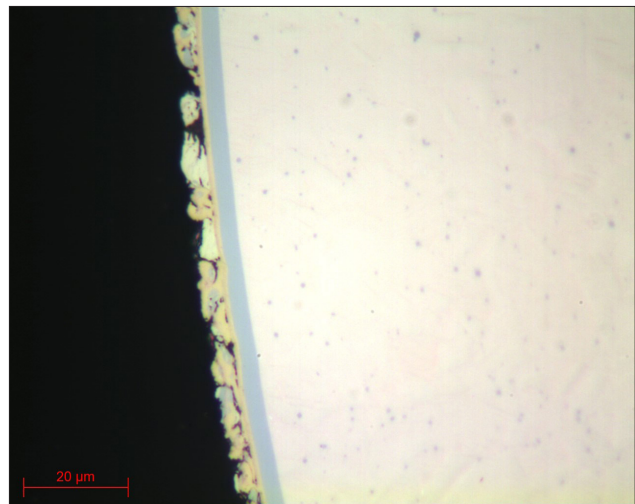


Fig. 17 : Cu dépôt d'or finition SPM objx100

L'or sous forme allié peut également être poli avec la gamme suivante :

N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	P1200 SiC	Ø / Eau	300	150	→	1'
2	TOP	9µm LDM / Reflex Lub	150	135	→	2'
3	RAM	3µm LDM / Reflex Lub	150	135	→	2'
4	NT	1µm LDM / Reflex Lub	150	135	→	1'
5	SUPRA	SPM / Eau	150	100	←	2'

Cette seconde gamme de polissage est assez similaire à celle du cuivre avec le dépôt d'argent.

La première étape est faite avec un papier abrasif P1200.

Les suspensions diamantées monocristallines LDM 9 µm, 3 µm et 1 µm sont utilisées avec les tissus de polissage TOP, RAM et NT.

Enfin, la dernière étape est menée à l'aide de la suspension de silice colloïdale (SPM). Cette étape de superfinition permet d'améliorer l'état de surface pour l'observation finale.

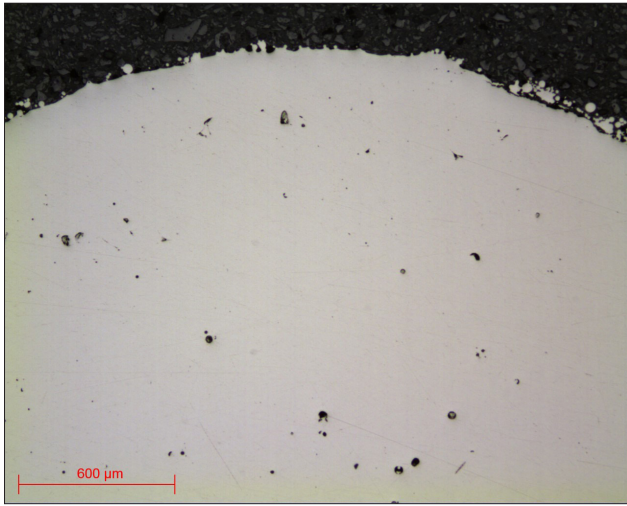


Fig. 18 : Or - finition SPM objx5

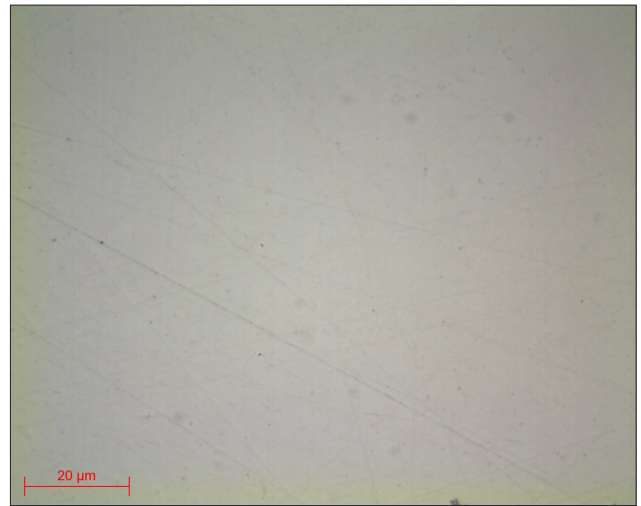


Fig. 19 : Or - finition SPM objx100