

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE MATÉRIAUX COMPOSITES

INTRODUCTION

Les matériaux composites sont des matériaux constitués d'un assemblage de deux éléments. La combinaison des qualités respectives de ces éléments vise à améliorer les performances générales du matériau. Les deux composants sont le renfort et la matrice :

LE RENFORT

Constitue l'ossature du matériau et fournit l'essentiel de ses propriétés mécaniques. Les renforts sont classés selon leur nature (polymère, métal, verre, ...) leur forme (fibres courtes, fibres longues, particules/charges renforçantes) et leur disposition (tissé ou non tissé). Les formes les plus couramment rencontrées sont les fibres. Parmi les plus employées on retrouve :

- **Les fibres de verre** : qui sont le type de renfort le plus présent industriellement, ayant un très bon rapport performance/prix, adhérant à toutes les résines et résistant aux températures et à l'humidité.
- **Les fibres de carbone** : qui bénéficient d'excellentes propriétés mécaniques (supérieures à celles des fibres de verre), d'une très bonne tenue aux températures et à l'humidité et d'une bonne conductivité thermique et électrique. Son coût est néanmoins relativement élevé.
- **Les fibres d'aramide** : aussi connues sous le nom de « Kevlar », qui présentent de très bonnes résistances à la rupture, aux vibrations, aux chocs et à la fatigue. Son prix est élevé.
- **Les fibres végétales** : telles que le lin ou le chanvre, ont l'avantage d'avoir de bonnes propriétés mécaniques et d'être écologiques pour un faible coût.
- **Les fibres Dyneema** (Polyéthylène de masse molaire très élevée) utilisées pour leurs excellentes propriétés mécaniques et leurs résistances aux milieux agressifs.

LA MATRICE

Assure la cohésion du matériau, elle permet la transmission et la répartition des efforts mécaniques au sein du composite. Elle donne également la forme du matériau et protège le renfort de l'environnement extérieur. La nature de la matrice définit trois catégories de composites :

- **Les composites à matrice organique (CMO)** : autrement dit à matrice polymère, qui représentent les volumes les plus importants à l'échelle industrielle. Parmi eux il se distingue les composites à grande diffusion utilisés pour leur faible coût et pour des pièces faiblement sollicitées et puis les composites à hautes performances employés pour leurs excellentes caractéristiques mécaniques dans l'aéronautique, les sports et les constructions. Il existe deux types de matrice organique :

> Les résines polymères thermoplastiques, dont la mise en forme est réalisée par la fusion du polymère à l'état solide par simple apport de chaleur. Cette opération est réversible. Parmi ces polymères on retrouve : le polypropylène (PP), le polyamide, le polysulfure de phénylène (PPS) ou encore le polyéther-éther-cétone de phénylène (PEEK).

> Les résines polymères thermodurcissables, qui sont à l'état liquide et qui sont mis en forme (et par conséquent solidifiées) à l'aide d'une réaction de polymérisation. Cette opération est irréversible. Elles possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques, idéales pour les pièces structurelles et peuvent être utilisées à des températures élevées. Parmi ces résines on retrouve : les polyesters insaturés (UP), les époxy (EP), les phénoliques (PF) ou encore les polyimides thermodurcissables (PIRP).

• **Les composites à matrice céramiques (CMC)** : sont caractérisées par un ensemble de fibres céramiques incorporées dans une matrice elle aussi en céramique. L'objectif est de mettre en jeu les propriétés connues des céramiques (résistance aux hautes températures, isolation électrique, résistance à la corrosion, aux vibrations, dureté, ...) en comblant leur inconvénient le plus important : leur très faible ténacité (c'est-à-dire leur sensibilité aux chocs et à la brisure sous l'effet de contraintes thermiques et mécaniques). Les fibres de céramiques viennent alors faire opposition à la propagation des fissures et améliorent la résistance à la rupture. Les fibres et matrices fréquemment rencontrées sont les suivants : le carbure de silicium (SiC), l'alumine (Al₂O₃), la silice (SiO₂) ou le composé mixte alumine-silice appelé « mullite » (3Al₂O₃, 2SiO₂).

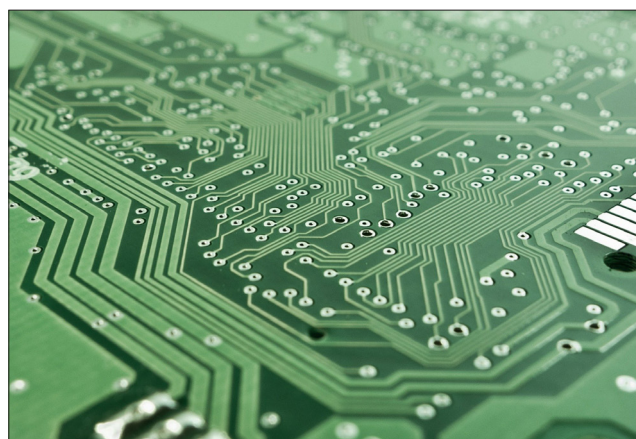
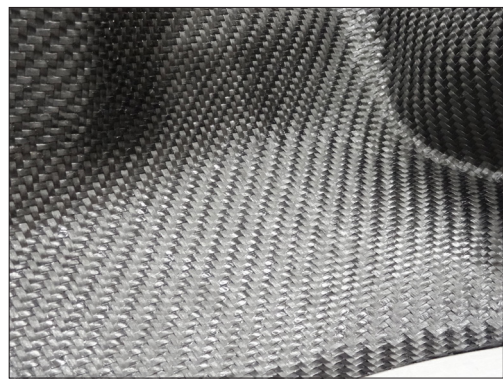
• **Les composites à matrices métalliques (CMM)** : qui se composent généralement d'une matrice en métal léger (exemple : aluminium, titane, magnésium, zinc, ...) et d'un renfort. Ce renfort peut être : soit sous forme de particules ou de fibres courtes de céramique améliorant légèrement les propriétés mécaniques, soit sous forme de fibres longues de céramique ou de métal procurant de bien meilleures propriétés mécaniques mais rendant la mise en forme plus coûteuse. L'avantage de ces composites réside dans leurs très bonnes caractéristiques mécaniques, en revanche elles sont limitées par leur densité plus élevée et leur coût.

Parmi les matériaux composites les plus fréquemment rencontrés au quotidien on peut citer : les composites naturels tels que le bois ou les os et les composites artificiels tels que le béton armé ou le contreplaqué.

=> De manière générale, les matériaux composites présentent de nombreux avantages, notamment grâce à leur capacité à être conçus à la carte. Pour une même application ils peuvent être utilisés comme substitut à d'autres matériaux. Les composites offrent, pour des propriétés équivalentes, des solutions : moins volumineuses, plus fortes, plus rigides, et/ou plus résistantes (aux charges, aux chocs, aux environnements chimiques, ...), avec une meilleure durée de vie, une meilleure isolation, etc.

Le plus gros intérêt de ces matériaux réside néanmoins dans leur faible densité. En d'autres termes la combinaison de leur incroyable légèreté et de leurs excellentes propriétés mécaniques rend les matériaux composites incontournables dans certains domaines et tout particulièrement dans l'aéronautique et l'aérospatial (allègement des structures). Mais les matériaux composites trouvent également des applications dans bien d'autres domaines tels que les transports maritimes et ferroviaires, le bâtiment ou encore les sports et loisirs.

Le choix de la nature du renfort et de la matrice du composite se fait alors en fonction de leurs futures utilisations et par conséquent en fonction du cahier des charges que ces matériaux devront respecter.



PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE

De manière générale, au cours de l'élaboration, de la conception, des opérations de transformations et/ou des différents traitements mécaniques, thermiques et chimiques, les propriétés et les structures des matériaux constituant le composite sont influencées.

Toutes ces influences amènent alors à la réalisation de contrôles qualité métallographiques tels que : les examens de dimensionnement, d'arrachement, de structures et 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'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 : 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 composite.

En d'autres termes il est indispensable d'éviter un échauffement, une déformation ou une dégradation quelconque du matériau. 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 T265



Fig 3 : MECATOME T305

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.

CONSOUMABLES

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.

Le choix du type de meule de tronçonnage se fait en fonction des propriétés du matériau et tout particulièrement de sa dureté. Il est donc nécessaire d'adapter les consommables en fonction de la constitution du matériau composite à découper (Cf. Lab'Notes associée au matériau pour plus d'informations). Le choix des consommables a été effectué en fonction du matériau majoritaire (polymère, métal léger ou céramique).

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



	Composites à matrice organique	Composites à matrice métallique	Composites à matrice céramique
Micro-tronçonnage	UTW S Ø180 MNF LM+ LR ELD	UTW S Ø180 MNF ELD	UTW S Ø180 LM / LM+ LR ELD
Tronçonnage de moyenne capacité	MNF LM+ LR ELD	T MNF F ELD	LM / LM+ LR ELD
Tronçonnage de grande capacité	MNF LM+ LR ELD	T MNF ELD	LM / LM+ LR ELD

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 à l'aide par exemple d'un papier abrasif grossier 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 ce 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'examen 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



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

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.

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. 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.

	Composites à matrice organique	Composites à matrice métallique	Composites à matrice céramique
A chaud	Ø	Epoxy Phénolique Allylique	Ø
A froid	KM-U KM-B IP / IP-FAST MA2+	KM-U KM-B IP / IP-FAST 2S*	KM-U KM-B IP / IP-FAST

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

* Adaptée pour les très grandes séries

=> Les céramiques et les composites sont des matériaux fragiles et sensibles à la chaleur et/ou à la pression. Il est par conséquent déconseillé d'effectuer un procédé d'enrobage à chaud pour ce type de matériau.

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 :
Le Cube 250

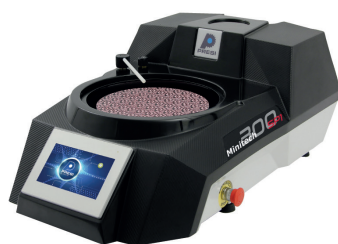


Fig 8 :
MINITECH 300 SPI



Fig 9 :
MECATECH 250 SPI

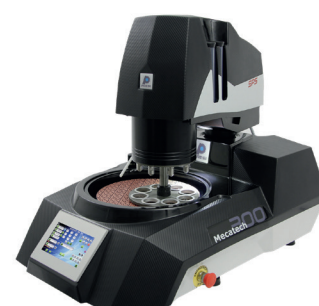


Fig 10 :
MECATECH 300 SPS

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

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.

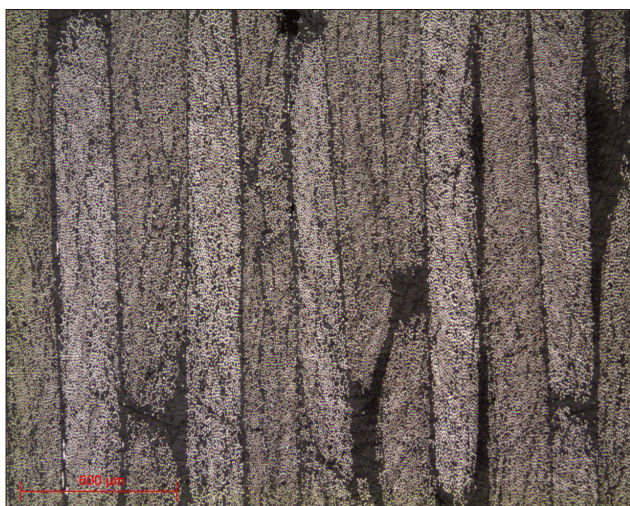
Gamme	N°1	N°2	N°3
Matériau	Composites à matrice organique	Composites à matrice métallique	Composites à matrice céramique

Tableau 3 : Choix de la gamme de polissage

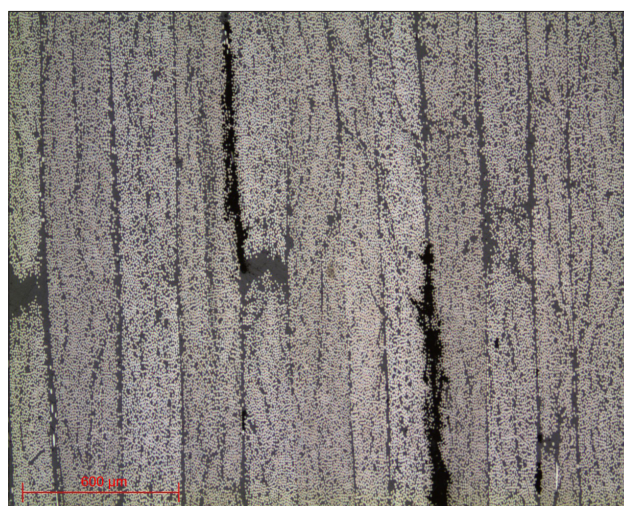
Les process de polissage ont été déterminés en fonction de la nature de la matrice, qui est considérée comme le matériau majoritaire de l'échantillon.

Gamme N°1

N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P600	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	4'
3	STA	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	3'
4	NT	Al2O3 / Eau	150	100	→ ←	1'



Micrographie 1 : Fibres de carbone -
Etat de surface TOP 9µm obj x5



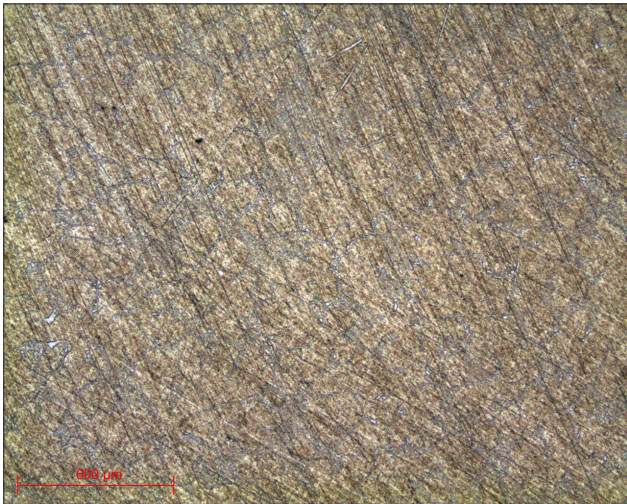
Micrographie 2 : Fibres de carbone -
Etat de surface STA 3µm obj x5



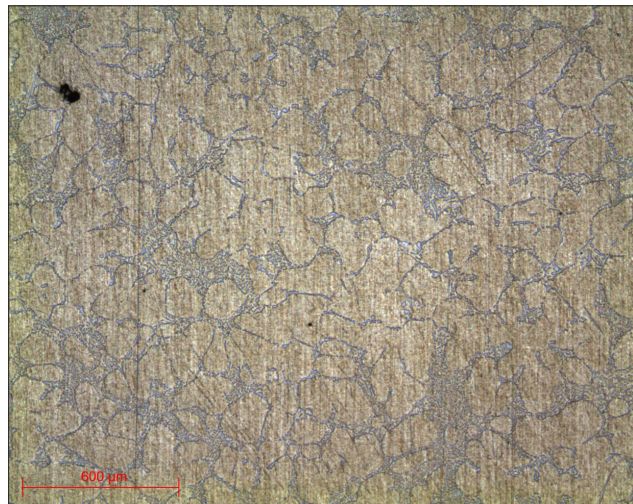
Micrographie 3 : Fibres de carbone -
Etat de surface NT Al2O3 N°1 obj x5

Gamme N°2

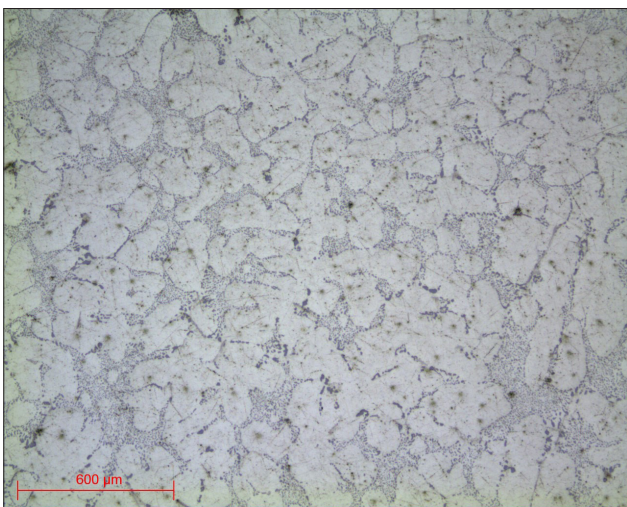
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P320	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	TOP	9µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
3	RAM	3µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
4	NT	1µm LDM / Reflex Lub	150	135	→ →	1'
5	SUPRA	SPM / Eau	150	100	→ ←	1'



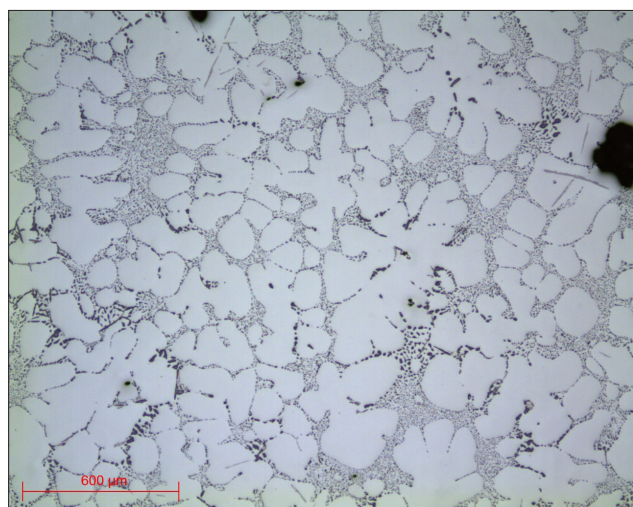
Micrographie 4 : Aluminium -
Etat de surface TOP 9µm obj x5



Micrographie 5 : Aluminium -
Etat de surface RAM 3µm obj x5



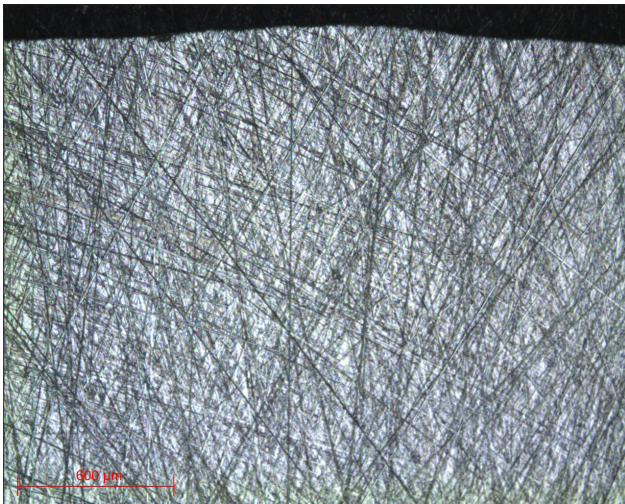
Micrographie 6 : Aluminium -
Etat de surface NT 1µm obj x5



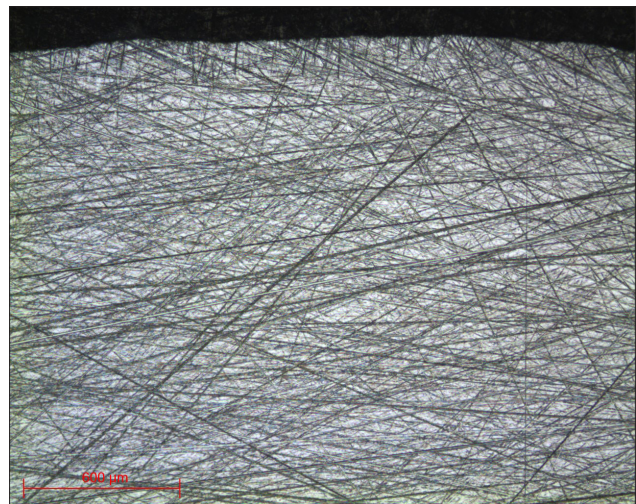
Micrographie 7 : Aluminium -
Etat de surface SUPRA SPM obj x5

Gamme N°3

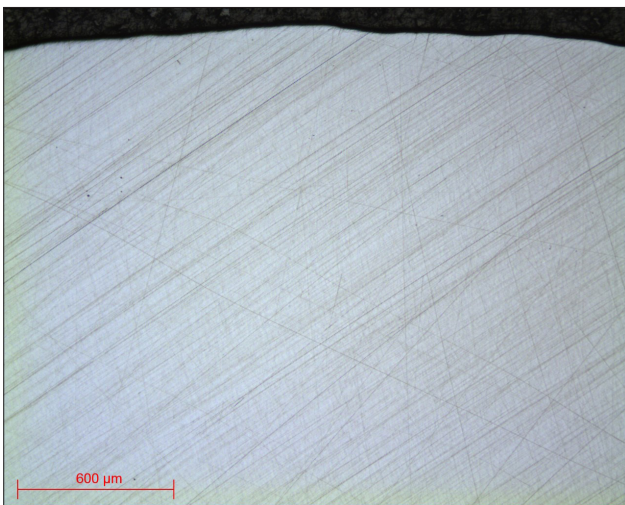
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	Tissediam 40µm	Ø / Eau	300	150	→ →	2'
2	Tissediam 20µm	Ø / Eau	300	150	→ →	2'
3	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	5'
4	NWF+	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
5	SUPRA	SPM / Eau	150	100	← ←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



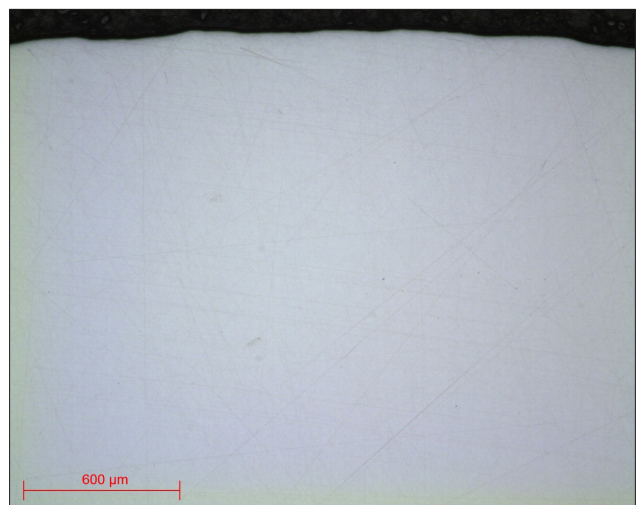
Micrographie 8 : Zirconium -
Etat de surface TISSEDIAM 40µm obj x5



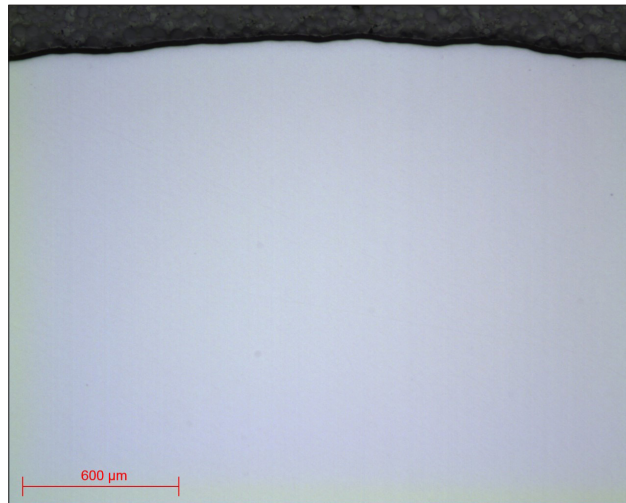
Micrographie 9 : Zirconium -
Etat de surface TISSEDIAM 20µm obj x5



Micrographie 10 : Zirconium -
Etat de surface TOP 9µm obj x5



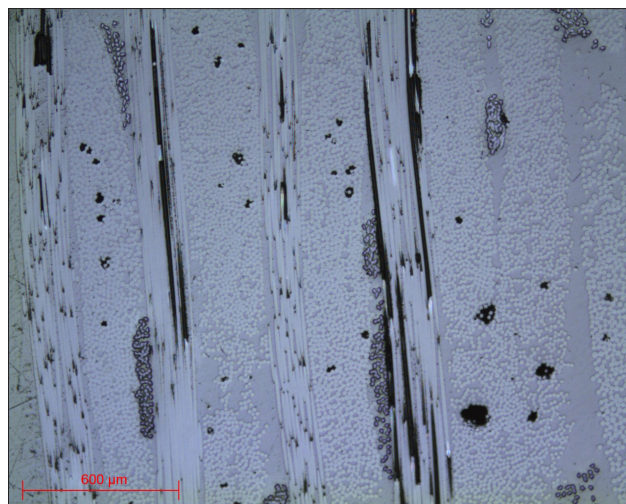
Micrographie 11 : Zirconium -
Etat de surface NWF+ 3µm obj x5



Micrographie 12 : Zircon -
Etat de surface SUPRA SPM obj x5

Toutes les gammes de polissage renseignées ci-dessus sont des gammes standards et polyvalentes qui peuvent être modifiées en fonction des subtilités des échantillons. Par exemple la gamme N°2 n'est valable que pour les métaux légers tels que l'aluminium, le cuivre ou le zinc. (Cf Lab'Notes associée au matériau à traiter pour plus d'informations).

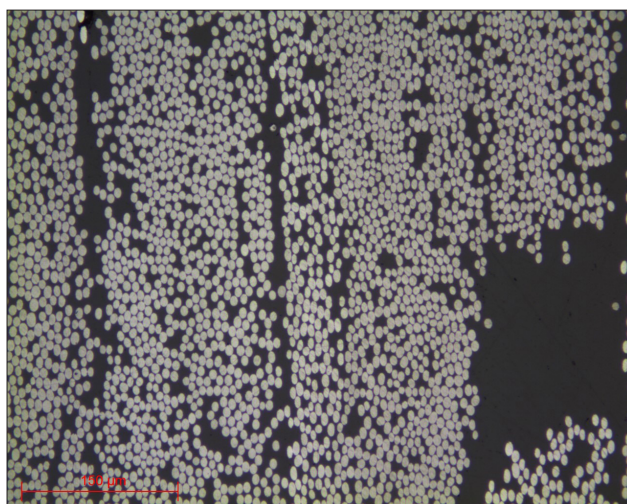
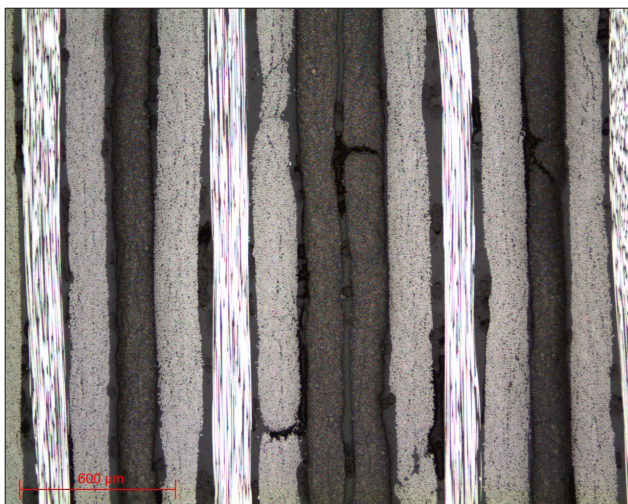
Le risque principal lors du polissage d'échantillons composites, et tout particulièrement ceux présentant un fibrage, est l'arrachement. Sous l'effet du polissage, la matière de l'échantillon est retirée progressivement découvrant ainsi les fibres qui sont susceptibles de s'arracher. Selon le plan selon lequel la préparation de surface a lieu (longitudinalement ou transversalement) ce phénomène peut être plus ou moins favorisé (voire inévitable). Si de l'arrachement survient il est alors nécessaire d'adapter la gamme de polissage. Les actions réalisables sont : la modification de la force d'appui par échantillon, le remplacement du support ou de l'abrasif pouvant être trop agressifs, le réglage de la quantité de lubrifiant ou l'ajustement des temps d'étapes.



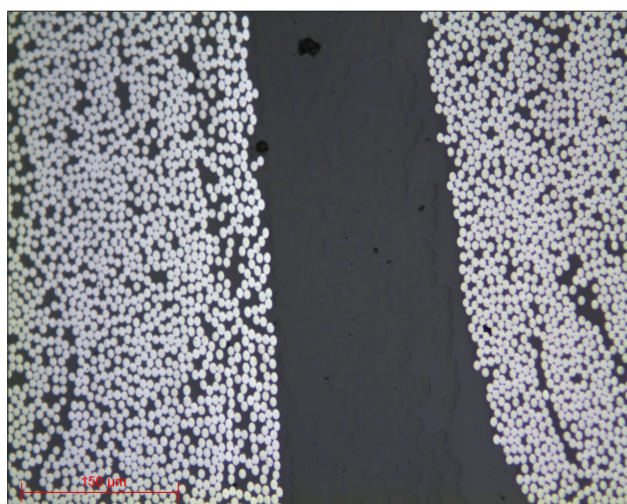
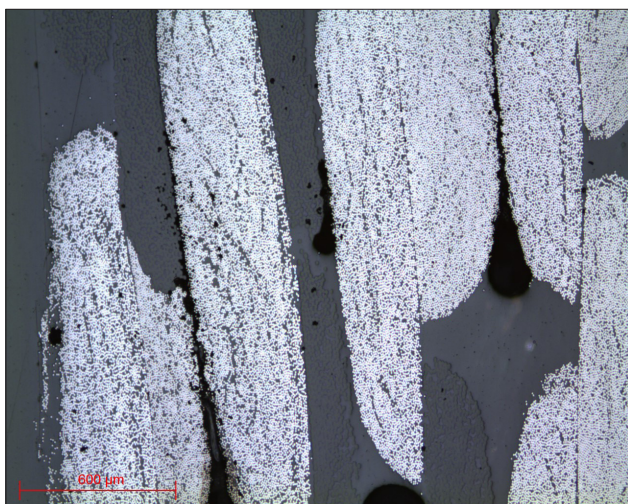
Micrographie 13 : Fibres de verre -
Exemple arrachements obj x5

MICROSCOPIE

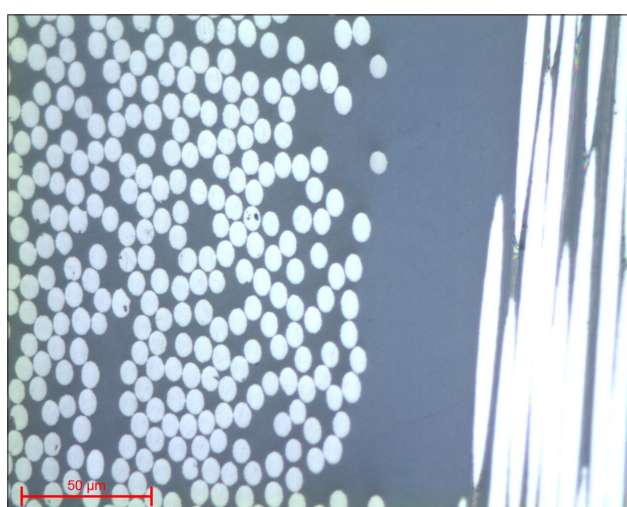
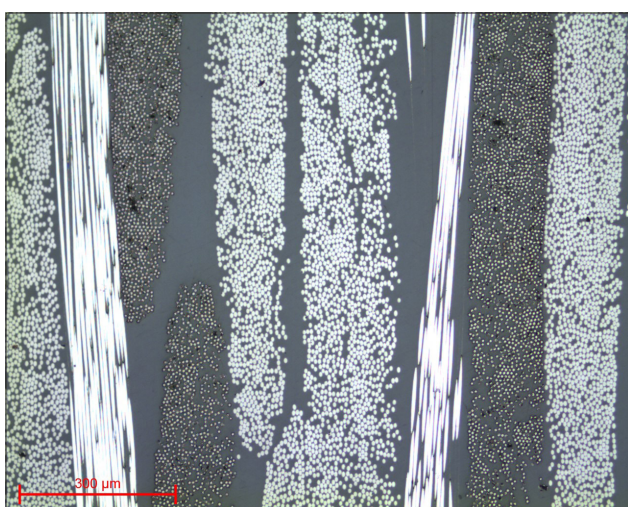
Les micrographies présentées ont été réalisées au moyen du logiciel **PRESI VIEW** :



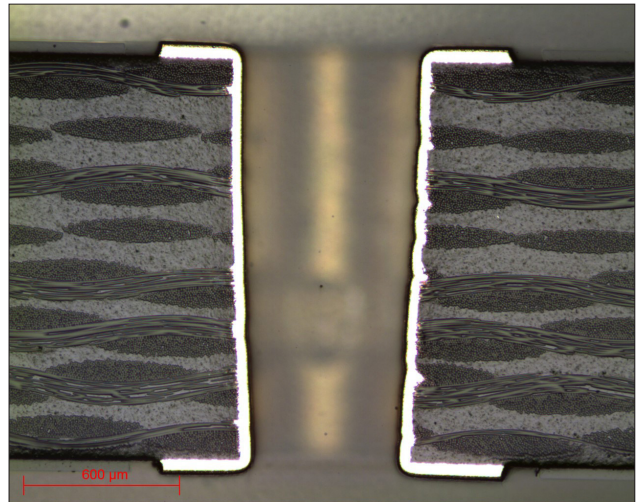
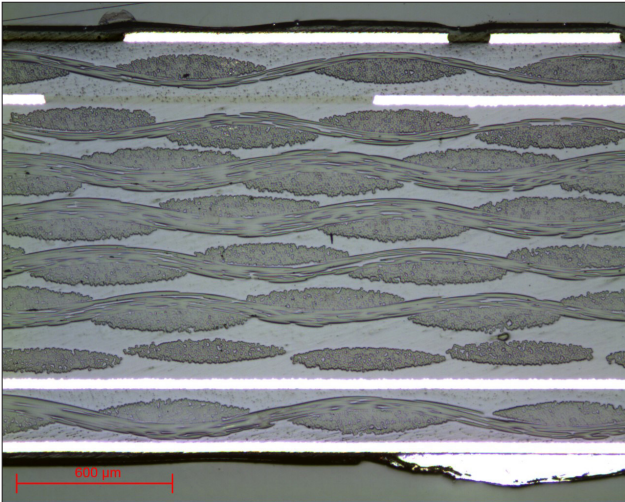
Micrographies 14 et 15 : Fibres de carbone obj x5 et obj x20



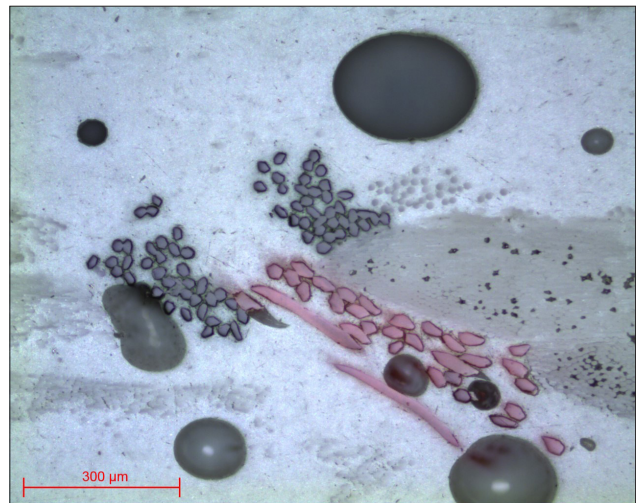
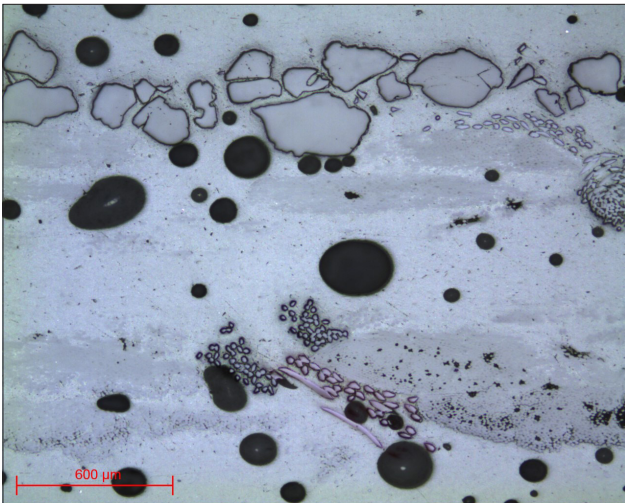
Micrographies 16 et 17 : Fibres de verre et de carbone obj x5 et obj x20



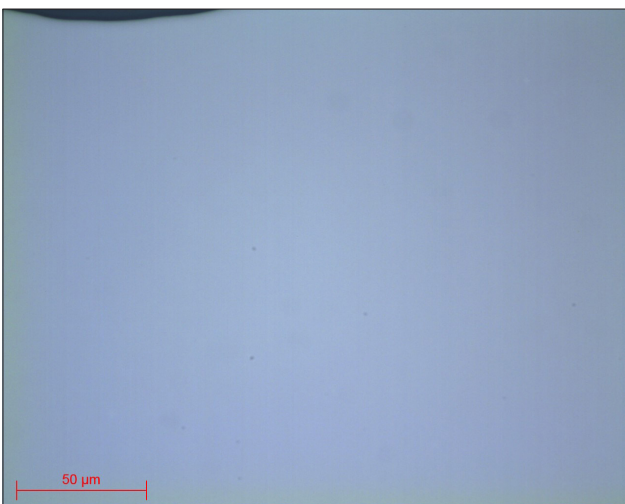
Micrographies 18 et 19 : Fibres composites obj x5 et obj x10



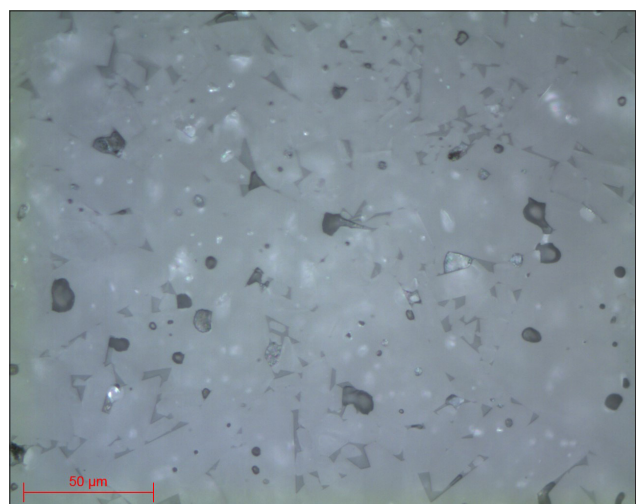
Micrographies 20 et 21 : Composite - Carte électronique obj x5



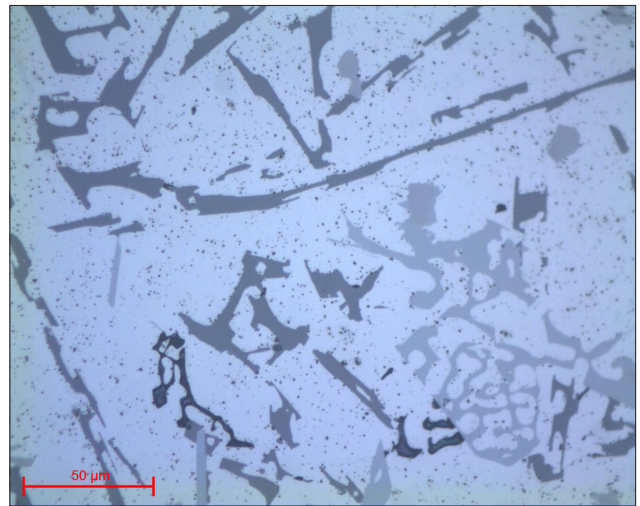
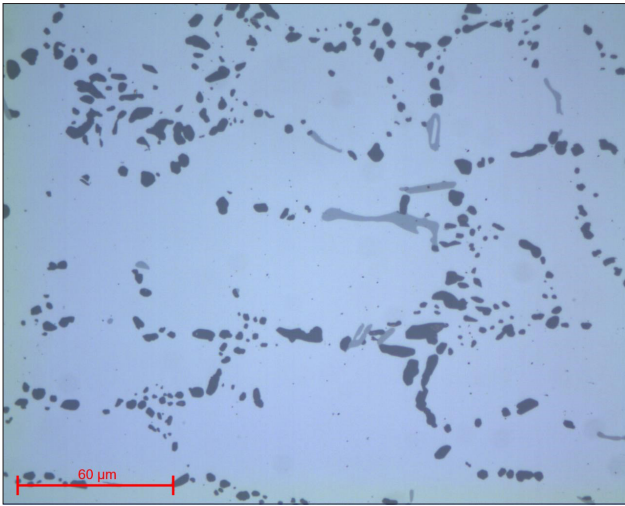
Micrographies 22 et 23 : Matériaux composites obj x5 et obj x10



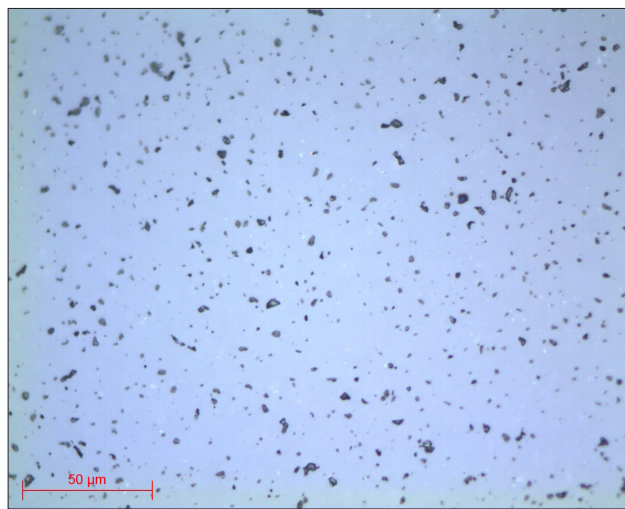
Micrographie 24 : Céramique - Zircon (ZrO₂) obj x50



Micrographie 25 : Céramique - Alumine (Al₂O₃) obj x50



Micrographies 26 et 27 : Alliages d'aluminium obj x50



Micrographie 28 : Céramique -
Carbures de silicium (SiC) obj x50