

TP Microstructures

1. Objectifs du TP

Le but de ce TP est de se familiariser avec l'étude des microstructures par microscopie optique et électronique. Les microstructures sont abondamment étudiées en science des matériaux car elles sont d'une importance capitale pour déterminer un grand nombre de propriétés. En effet, la microstructure définit les propriétés physiques et le comportement d'un matériau, en modifiant la microstructure il est possible d'obtenir des propriétés spécifiques. Des échantillons appartenant à différentes classes de matériaux seront observés et caractérisés. Ce TP permettra, entre d'autres, de prendre conscience des différentes échelles rencontrées ainsi que des caractéristiques importantes spécifiques à chaque type de microstructure.

2. Méthode

Les échantillons sont déjà polis et peuvent directement être observés. L'observation de la plupart des échantillons se fait par microscopie optique. Le traitement des images obtenues est ensuite réalisé avec le logiciel ImageJ.

(<http://rsb.info.nih.gov/ij/download.html>)

Pour effectuer des mesures, il convient tout d'abord de définir l'échelle :

1. Sélectionnez l'outil *straight line*
2. Tracez une ligne droite de même longueur que la barre d'échelle (en maintenant la touche Shift enfoncée) ; pour augmenter l'épaisseur du trait : *Edit* → *Options* → *Line Width*
3. *Analyze* → *Set Scale* : insérez la valeur adéquate sous *Known distance* et spécifiez l'unité sous *Unit of length* (pour microns, entrez um)
4. Pour effectuer une mesure : *Analyze* → *Measure* (ou CTRL+M); les valeurs retournées peuvent être spécifiés en allant sous *Analyze* → *Set Measurement*

Pour binariser une image :

1. Convertir l'image en niveaux de gris : *Image* → *Type* → *16-bit*
2. Ajustez le seuil : *Image* → *Adjust* → *Threshold* et *Apply*
3. Pour une fraction surfacique, sélectionnez une région et mesurez-la (après avoir coché la case *%Area* dans *Set Measurements*)

Pour des statistiques sur des particules :

1. Après binarisation de l'image, *Analyze* → *Analyze Particles* : entrez une taille minimale, *Show Outlines*, *Display Results*, *Exclude on edges*, *Summarize*.

Quelques conseils/astuces :

- Il peut être utile d'ajuster au préalable le contraste et la brillance des images *Image* → *Adjust* → *Brightness/Contrast*
- Différents filtres peuvent également être appliqués, par exemple *Process* → *Noise* → *Despeckle*
- Il peut s'avérer pratique de dupliquer l'image (*Image* → *Duplicate*) et il est toujours possible de revenir à la dernière version enregistrée de l'image (*File* → *Revert*)
- Différents filtres s'appliquent également aux images binarisées (*Fill Holes*, *Dilate*, *Erode*, ...)
- Pour rogner une image : *Image* → *Crop*

Différentes grandeurs permettent d'exprimer une taille de particules, de fibres, etc. On utilisera ici le diamètre équivalent, c'est-à-dire le diamètre du cercle possédant la même surface que la particule analysée (cette grandeur est adaptée dans le cas où les particules sont proches d'être sphériques). Il convient également d'effectuer un nombre de mesures N permettant d'obtenir une valeur représentative et d'exprimer les résultats sous forme : $\bar{d} = d \pm \sigma_d$, où $\bar{d}$ est la moyenne arithmétique des résultats et σ_d l'écart type.

3. Matériaux à observer

3.1. Métaux

Les premiers échantillons à disposition sont des mousses d'aluminium préparées par infiltration de préformes en sel. Les mousses métalliques contiennent généralement une fraction élevée de porosité, ce qui les rend extrêmement légères. Elles ont diverses applications, par exemple comme élément structural léger, pour l'absorption d'énergie, l'amortissement ou encore l'isolation.

1. Déterminez la densité d'une mousse d'aluminium, (grains de sel préalablement dissous dans l'eau) à l'aide d'une balance de précision et un pied à coulisse. ($\rho_{Al}=2.7 \text{ g/cm}^3$)
2. Déterminez la densité d'une mousse d'aluminium par observation à le stéréomicroscope Nikon SMZ1270. Cet échantillon fut préalablement peint en noir et poli afin de faire ressortir les porosités. (On peut considérer que la fraction surfacique est la même que la fraction volumique car il s'agit d'un matériau isotrope)
3. Calculez le module $\tilde{E}$ des mousses ($E_{Al}=68 \text{ GPa}$) :

$$\frac{\tilde{E}}{E_{Al}} = \left(\frac{\tilde{\rho}}{\rho_{Al}} \right)^2$$

4. Comparez les modules de rigidité spécifiques (E/ρ) des mousses et de l'aluminium massif.

3.2. Bois

Le bois est un matériau naturel anisotrope, c'est-à-dire avec des propriétés qui varient selon la direction, possédant une structure cellulaire variant d'une espèce à l'autre. On distingue deux grandes classes :

- Les **résineux** (softwood) sont constitués à 90% de cellules allongées, appelées trachéides, qui servent à conduire la sève et soutenir l'arbre. Elles ont une longueur de 2-9mm et une section rectangulaire de 15-50 μm . Le bois de printemps est composé de grosses cellules à parois fines alors que les cellules du bois d'été sont plus petites avec des parois plus épaisses. Les cernes annuels sont facilement distinguables.

- La microstructure des **feuillus** (hardwood) est la plus complexe, car ils possèdent également des vaisseaux pour la conduction de la sève primaire et des fibres qui accroissent la résistance du tronc. On distingue encore les feuillus à zones poreuses (chêne, châtaignier) des feuillus à pores diffus (hêtre, peuplier), selon que leurs pores soient regroupés par endroits ou répartis aléatoirement.

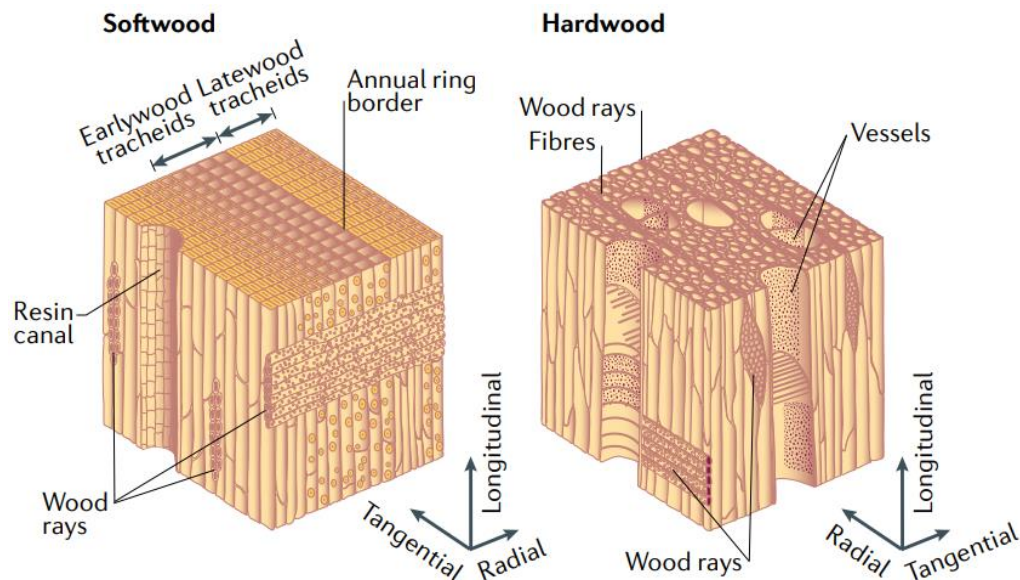


Figure 2: Vue schématique de la microstructure du bois et les 3 directions d'anisotropie: longitudinale (axiale), radiale et tangentielle [1].

Les propriétés du bois dépendent ainsi de sa structure et de l'orientation des cellules, le rendant par exemple beaucoup plus rigide dans la direction longitudinale (Fig.2). Le bois est constitué principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. La cellulose se présente sous forme de très longues chaînes de molécules de glucose ($C_6H_{12}O_6$), tandis que les chaînes d'hémicellulose sont plus courtes et contiennent différents types de sucres. Des microfibrilles de cellulose forment les parois des cellules, alors que la lignine et l'hémicellulose forment la matrice qui contient ces cellules.

Deux échantillons sont à votre disposition. Observer les microstructures à l'aide d'un microscope digital (Keyence VHX-5000) :

1. De quel échantillon de bois s'agit-il ?
2. Quels sont les caractéristiques propres à chacun et leurs dimensions ?

3.3. Sphérolites

Les polymères thermoplastiques peuvent être classés selon leur cristallinité entre polymères amorphes (aucun ordre dans leur structure moléculaire) et semi-cristallins (structure ordonnée des chaînes moléculaires, maximum 80% de cristallinité). La cristallisation d'un polymère influence ses propriétés optiques, mécaniques, thermiques et chimiques.

Lorsqu'un polymère thermoplastique (semi-cristallin) fondu se solidifie par refroidissement, les chaînes moléculaires s'ordonnent partiellement. Ce phénomène se produit quand on est dans un rang de températures au-dessus de la température de transition vitreuse et au-dessous de la température de fusion du polymère. Ces chaînes s'ordonnent les unes par rapport aux autres parallèlement. La croissance des régions cristallines se fait dans le sens du plus grand gradient de température (Fig 3a). Des deux côtés des cristallites se trouvent des boucles de pliage amorphes, qui empêchent la croissance de la zone cristalline dans ces deux directions (Fig.3b). La croissance dirigée produit des longues bandes lamellaires. Ces bandes s'empilent au tour des noyaux de cristallisation en formant des superstructures sphériques semi-cristallines appelées sphérolites. Afin d'obtenir des sphérolites à lamelles radiales et symétriques, des conditions de refroidissement isotropes sont nécessaires. Les sphérolites ont une dimension entre 1 et 100 micromètres et forment une grande variété de configuration colorées quand elles sont observées avec un microscope optique en lumière polarisée.

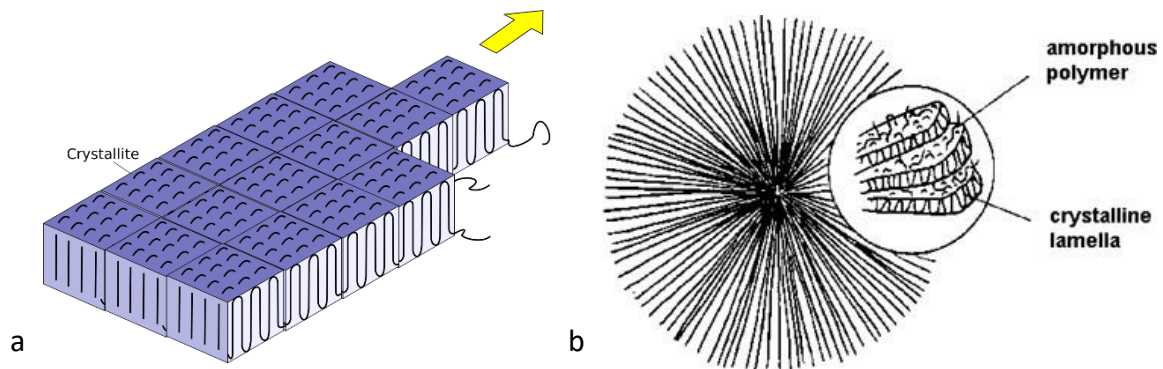


Figure 3: a. Formation d'une lamelle lors de la cristallisation (par refroidissement à partir du fondu) [2], b. Schéma illustrant une sphérolite avec la localisation des parties amorphes et cristallines [3].

1. À l'aide d'une plaque chauffante à 60 °C, faire un film de Polyéthylène glycol (Mn=5000). Refroidir à l'air et observer la formation de sphérolites. Observer la microstructure de ces sphérolites à l'aide d'un microscope optique à lumière polarisée (Nikon Eclipse LV100N). Décrire la morphologie et identifier les différentes parties d'une sphérolite. La plupart des sphérolites ne sont pas sphériques, à quoi cela peut être dû ?
2. Faire un film de PEG comme auparavant, en refroidissant plus brusquement. Comparer la taille et la morphologie des sphérolites. Comment la vitesse de refroidissement affecte la formation de sphérolites ?

3.4. Composites

Un matériau composite est un matériau composé de deux ou plusieurs matériaux, qui, combinés, possèdent des propriétés différentes, qui sont uniques. La majorité des composites est formé de deux matériaux : la matrice et le renfort. Les composites existent dans la nature (par exemple, le bois, comme vu précédemment). Les hommes ont fabriqué et utilisé des composites depuis des milliers d'années (par exemple, le béton composé de sable, agrégats de ciment, de petites pierres et de gravier). Les composites les plus utilisés actuellement sont des polymères renforcés avec des particules, des fibres courtes, des fibres longues ou des fibres continues. Les fibres sont souvent groupées en mèches. Ces dernières sont alignées dans les composites unidirectionnels, elles peuvent également être tissées ou tricotées.

1. Microstructure de composites à plis fins. On a à disposition 3 échantillons composites epoxy/carbone quasi-isotropes. Il se différencient par l'épaisseur de plis utilisés. Observer ces microstructures à l'aide du microscope digital (Keyence VHX-5000).
 - a. La quantité de fibres présentes dans un composite, détermine ces propriétés. Estimer par analyse d'image le volume de fibres contenu dans le composite.
 - b. Mesurer l'épaisseur de plis dans chacun des trois échantillons.
 - c. Décrire l'orientation des plis du stratifié (lay-up) pour chacun des trois cas. Associer l'orientation des plis à l'adjectif quasi-isotrope.
2. Densité des composites
 - a. La densité d d'un composite peut être calculée avec l'équation suivante :

$$\frac{1}{\bar{d}} = \frac{g_f}{d_f} + \frac{g_p}{d_p} + \frac{g_m}{d_m}$$

Où g symbolise la fraction volumique et les indices f , p et m se rapportent respectivement aux fibres, aux particules et à la matrice. En sachant que les densités des fibres de carbone et de la résine epoxy sont respectivement 1.8 et 1.2 g/cm³. Déterminer les densités des composites observés en 1.

- b. Quelle est l'influence de la porosité interne générée par une mauvaise compaction lors de la fabrication sur les propriétés et la densité finale du composite ?

Références

- [1] Chaoji Chen et al., Structure–property–function relationships of natural and engineered wood, Nature Reviews, 2020.
- [2] Georg Menges, Edmund Haberstroh, Walter Michaeli, Ernst Schmachtenberg: Plastics Materials Science Hanser Verlag, 2002, ISBN 3-446-21257-4
- [3] <https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/polymers/spherulites.php>