

METALLOGRAPHIE OPTIQUE

1. Objectif

Cette expérience a comme objectif de présenter une courte introduction aux techniques de polissage et d'attaque chimique, ainsi qu'à l'examen optique d'une microstructure. En particulier, nous allons étudier des échantillons de différents aciers dans des états austénitisés et trempé.

L'analyse des micrographies se porte sur une description qualitative et quantitative des constituants d'alliages. Un logiciel de traitement d'image est utilisé pour la détermination de la répartition des phases. Ceci permet souvent de déterminer de façon simple la concentration d'un alliage binaire.

2. Métallographie optique

La métallographie optique permet d'obtenir des informations sur les éléments constitutifs des microstructures, telles que les fissures, la texture, la dimension des grains et les différentes phases présentes. Afin de rendre ces éléments visibles à partir d'une surface polie, il est nécessaire de leur donner un contraste, soit par un relief, soit par une couche d'interférence. Le relief est généralement obtenu par une dissolution sélective des phases à l'aide d'acides. Cependant, pour certains alliages formant des couches d'oxydes protectrices en surface, tels que l'aluminium, les aciers inoxydables et le titane, il devient nécessaire de recourir à une attaque électrochimique. Le courant électrique aide à dissoudre les couches d'oxyde.

Dans certains cas, lorsque l'on s'intéresse à la dimension des grains d'un alliage monophasé par exemple, il est plus intéressant d'adopter une méthode sensible à leur orientation cristallographique. Ce procédé se base sur la croissance de films épitaxiaux d'oxydes. Ces couches peuvent être créées par déposition ionique ou électrochimique. La vitesse de croissance et donc l'épaisseur de ces couches d'oxyde obtenue à la fin est très sensible à l'orientation cristallographique et à la nature chimique du substrat métallique. Le contraste résulte de l'interférence des ondes lumineuses réfléchies d'une part à l'interface film-métal et d'autre part à la surface du film. Selon l'épaisseur du film, certaines couleurs (= longueurs d'onde) de la lumière sont amplifiées et d'autres anéanties par interférences constructives et destructives. En observant la micrographie sous lumière blanche, les grains se révèlent ainsi par les différentes couleurs du spectre lumineux. En filtrant la lumière incidente et en utilisant des polariseurs, il est possible d'augmenter davantage le contraste.

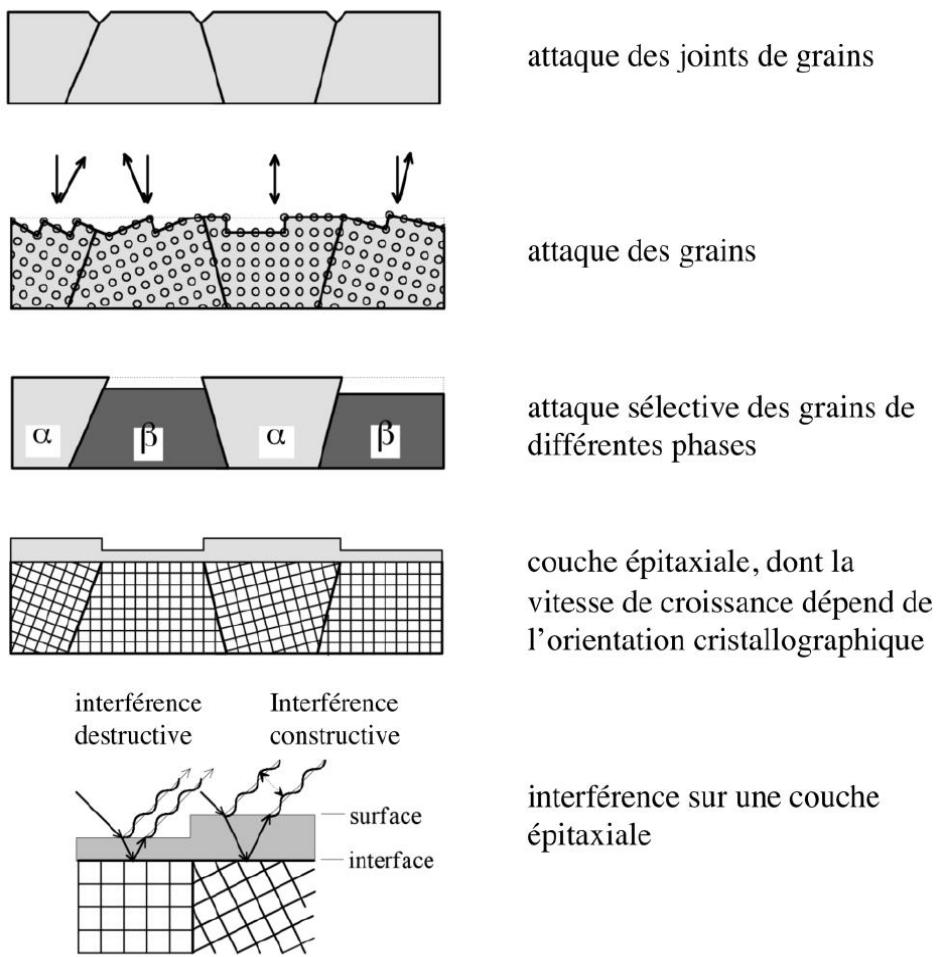


Fig. 1 Les différentes méthodes utilisées dans la métallographie pour mettre en évidence la structure des grains

3. Stéréologie

La stéréologie est la science qui permet de quantifier certaines caractéristiques tridimensionnelles telles que les volumes et les fractions volumiques des différentes phases, la dimension des grains et même leur distribution de taille, à partir de données provenant de sections planes (espace 2-D), d'intersection de lignes (espace 1-D), ou même de points (espace 0-D). Les principes utilisés pour déterminer les fractions volumiques ont été établis par Delesse puis Rosiwal (géologistes) en 1898.

"Imaginons une fibre rocheuse ou un prisme très fin... la longueur mesurée de ses composants (sur une micrographie) montre les mêmes proportions relatives que la composition du rocher dont il provient..."

Cette citation résume le principe permettant d'obtenir la fraction volumique à partir d'une micrographie. D'autres caractéristiques comme la distribution de la taille des grains, leur volume moyen et la surface totale des joints des grains peuvent être déterminés par l'intermédiaire des suppositions simplificatrices concernant la forme des grains. La stéréologie se base sur les hypothèses et les résultats de la statistique des phénomènes aléatoires. Il importe donc que la surface

présentée par la micrographie est une surface représentative c.-à-d. résulte d'une coupe aléatoire de l'échantillon.

a. Mesure de la fraction volumique

Analyse des aires de surface

Dans cette méthode on détermine sur la micrographie la surface totale des grains α et celle des grains β . La fraction volumique v_j de la phase j correspond alors au rapport entre la somme des surfaces de la phase j et la surface totale (la somme des sommes) :

$$v_j = \frac{\sum_i s_{ji}}{\sum_j \sum_i s_{ji}}$$

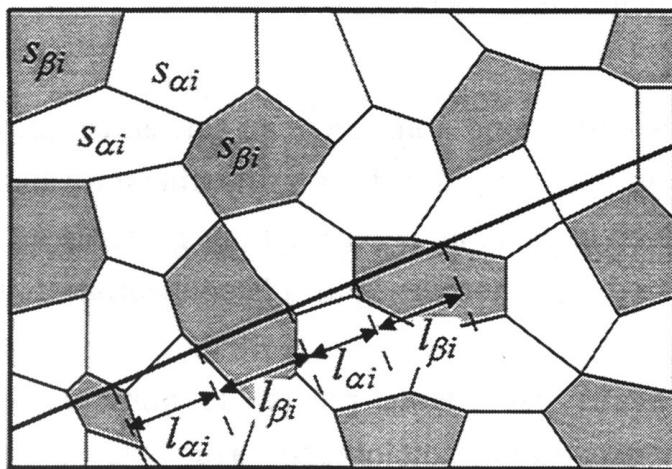


Fig. 2: Analyse quantitative de la microstructure.

Selon une ancienne pratique on découpe les grains d'une photo de la micrographie, ainsi le rapport des poids donne le résultat cherché. Une autre possibilité est de placer une grille millimétrique sur la micrographie et de mesurer les aires des sections α . Les méthodes modernes d'analyse d'images permettent aujourd'hui, après numérisation de l'image, une évaluation plus rapide et sans effort manuel.

Analyse linéaire

Au lieu de déterminer les surfaces, il suffit de tirer une droite sur la photographie et de mesurer la longueur des segments coupés par les deux phases. La fraction volumique v_j correspond au rapport entre la somme des longueurs dans la phase j et la longueur totale:

$$v_j = \frac{\sum_i l_{ji}}{\sum_j \sum_i l_{ji}}$$

Comptage des points

Afin de déterminer la fraction volumique v_α d'une phase α dans un alliage selon cette méthode, nous

avons besoin d'une micrographie convenablement agrandie et d'une grille transparente d'un nombre fixe de points N_g (p.ex. : $5 \times 5 = 25$). En pratique, on choisit le grossissement de telle manière qu'en moyenne sur chaque grain (α ou autre) ne tombe qu'un seul point. La grille est placée sur la micrographie et on compte le nombre des points N_{ai} qui tombent sur les grains de la phase α .

Un point tombant exactement sur un joint de grain α ne compte que comme demi-point. Cette manipulation peut être répétée plusieurs fois ($i = 1, 2, 3, \dots, r$) afin d'augmenter la précision du résultat final. Au terme de r répétitions, nous avons étudié la présence de la phase au total $N = rN_g$ points et trouvé $N_a = \sum_{i=1}^r N_{ai}$ fois une réponse affirmative. La fraction volumique de phase α est alors $v_\alpha = \frac{N_a}{N}$.

La procédure décrite ci-dessus correspond à un tirage au sort en ce qui concerne la réponse à la question : est-ce que, oui ou non, un point de la grille choisi au hasard est-il à l'intérieur d'un grain α ? La probabilité avec laquelle la réponse est oui est égale au volume de la phase α divisé par le volume total ou en d'autres termes égale à la fraction volumique v_α .

b. Mesure de taille de grains

Pour déterminer la taille moyenne de grains équiaxes, il convient de compter le nombre de grains N visibles sur une surface S connue (typiquement un cercle ou un rectangle), puis de diviser cette surface par le nombre de grains, les grains intersectés comptant pour 0.5. La magnification doit être choisie de sorte qu'au moins 50 grains soient visibles. On indiquera ensuite le diamètre équivalent d:

$$d = \sqrt{\frac{4S}{\pi N}}$$

Analyse linéaire

Pour cette méthode, il suffit de tirer une droite de longueur l sur la micrographie et de compter combien de grains intersectent cette droite. La taille des grains s'obtient ensuite simplement :

$$d = \frac{l}{N}$$

4. La fraction volumique des phases en équilibre thermique

La fraction volumique des phases en équilibre thermique peut être tirée du diagramme d'équilibre (fig. 3). Considérons un alliage binaire (A-B) de masse totale M avec une composition massique globale de l'espèce B de c_0 . L'élément B est réparti dans des grains ayant les compositions massiques c_α et c_β .

$$c_\alpha = \frac{M_B^\alpha}{M^\alpha} \quad \text{et} \quad c_\beta = \frac{M_B^\beta}{M^\beta}$$

Avec M_B^α et M_B^β la masse des atomes B en phase α et β , et M^α et M^β les masses des phases α et β .

En considérant la conservation de la masse M_B , nous avons :

$$M_B^\alpha + M_B^\beta = M_B = c_0 M \quad \text{ou} \quad c_0 = c_\alpha m_\alpha + c_\beta m_\beta$$

Avec m_α et m_β les fractions massiques des phases α et β :

$$m_\alpha = \frac{M^\alpha}{M} \quad \text{et} \quad m_\beta = \frac{M^\beta}{M}$$

On a alors :

$$m_\alpha + m_\beta = 1$$

$$m_\alpha = \frac{c_\beta - c_0}{c_\beta - c_\alpha} \quad (\text{règle des segments inverses})$$

Comme nous mesurons les fractions volumiques, nous devons encore exprimer m_α et m_β selon v_α et v_β . Or, en considérant $V_{\alpha,\beta}$ le volume des phases α et β et en divisant numérateur et dénominateur par le volume total, on obtient :

$$m_\alpha = \frac{V_\alpha \rho_\alpha}{V_\alpha \rho_\alpha + V_\beta \rho_\beta} = \frac{v_\alpha \rho_\alpha}{v_\alpha \rho_\alpha + v_\beta \rho_\beta}$$

Et finalement, en remplaçant dans l'expression trouvée précédemment pour c_0 :

$$c_0 = \frac{c_\alpha \rho_\alpha v_\alpha + c_\beta \rho_\beta v_\beta}{\rho_\alpha v_\alpha + \rho_\beta v_\beta}$$

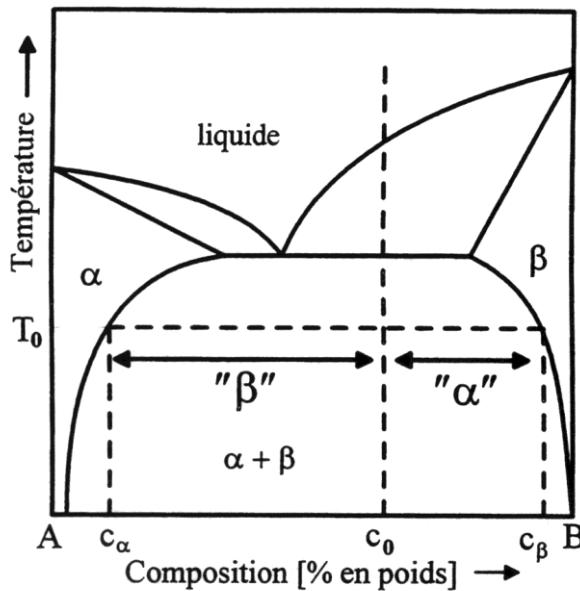


Fig. 3 : Diagramme d'équilibre montrant les segments α et β

Ce développement est également applicable aux structures pseudo-biphasées telles que rencontrées dans les aciers hypoeutectoïdes que l'on peut assimiler à une structure biphasée ferrite (α) + perlite (β). **NB : la perlite est une structure bi-phasée de lamelles de ferrite et de cémentite, même si à l'échelle de nos micrographies elle ressemble à une phase homogène.**

Dans ce cas, la formule précédente se simplifie encore. Les densités de la ferrite et de la perlite sont à 0,5 % près identiques et la composition en carbone de la phase α est souvent négligeable par rapport à $c_\beta = 0,0077$ (= 0,77 %C) :

$$c_0 = c_\beta v_\beta = c_\beta (1 - v_\alpha)$$

Un extrait du diagramme de phases Fe-C est donné en Fig.4. La pseudo-phase perlite se situe à 0.77% pds de carbone. Sur la droite de la figure, il s'agit d'une micrographie d'un acier au carbone avec une teneur en carbone de 0.35. Les régions foncées correspondent à la pseudo-phase perlite.

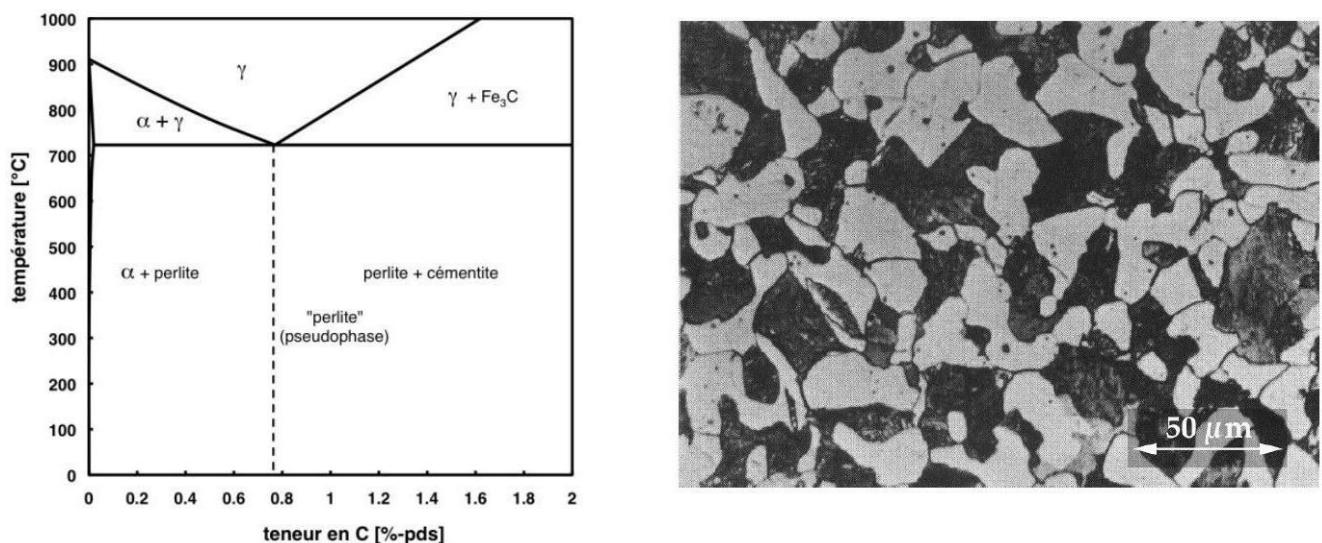


Fig. 4 : Extrait du diagramme de phases Fe-C avec indication de la pseudo-phase perlite (à gauche) et microstructure d'un acier au carbone (0.35% pds C) avec une structure ferrito-perlitique. Les régions foncées sont de la perlite.

5. Matériel

- Echantillons: aciers au carbone
 - S235 (0.17%C, 0.2-0.5%Mn) austénitisé à 900°C suivi d'un refroidissement lent
 - S235 (0.17%C, 0.2-0.5%Mn) austénitisé à 900°C suivi d'une trempe à l'eau
 - Ck45 (0.46%C, 0.65%Mn, (Cr+Mo+Ni)<0.63%) austénitisé à 850°C suivi d'un refroidissement lent
- Matériel d'enrobage: Résine polymérique (Demotec 33)
- Polissoirs : papier grit et pâtes diamantées
- Machine de polissage semi-automatique
- Réactifs d'attaque : Nital 2% (alcool éthylique + HNO₃)

6. Manipulations

Préparation des échantillons

Avant d'enrober les échantillons dans la résine, ne pas oublier de lubrifier les moules afin de faciliter le démoulage. Disposer un échantillon dans chaque moule. Peser et mélanger 30g de poudre et 15g de durcisseur ; laisser polymériser.

Polissage manuel

Choisir un échantillon à polir manuellement. Rincer soigneusement l'échantillon à l'eau pour le polissage avec les papiers abrasifs et à l'alcool pour le polissage avec les disques. Ne passez pas sur un papier abrasif plus fin avant d'avoir éliminé les traces du polissage précédent. N'appuyez pas trop fortement sur l'échantillon car vous risquez de le rayer davantage. Procédez par les étapes suivantes :

- Papier grit 220, 1 à 2 min
- Papier grit 500, 30 s à 2 min
- Papier grit 1000, 30 s à 2 min

Polissage semi-automatique

Les dernières étapes seront réalisées avec une machine de polissage. Son fonctionnement sera expliqué par l'assistant lors du TP. Une fois de plus, les échantillons doivent être rincés entre chaque étape. La

- MD Largo, 4 min
- MD Dac, 8 min
- MD Nap, 3 min

Attaque chimique

Il s'agit de réaliser une dissolution sélective des différentes phases afin de permettre leur observation au microscope. Effectuez une première attaque très courte (quelques secondes) pour pouvoir juger de l'agressivité du produit. Une attaque trop poussée détruit les détails fins et force à repolir l'échantillon.

- Observez d'abord au microscope optique les échantillons attaqués, afin de reconnaître les différentes structures et phases, et décrivez les microographies.
- Pour l'échantillon ferrito-perlitique, déterminer les fractions volumiques des différentes phases grâce au logiciel de traitement d'images ImageJ (voir Annexe). En déduire le taux de carbone de l'échantillon grâce à la loi des segments inverses.
- Pour l'échantillon ferritique, mesurez la taille de grains moyenne en comptant le nombre de grains contenus dans un cercle et par analyse linéaire puis comparer les résultats.

7. Bibliographie

- Quantitative Stereology, Underwood, E.E., Addison Wesley, Reading, Mass., 1970.
- Metals Handbook, vol. 9, p. 125-134. Practical Applications of Quantitative Metallography, eds., J.L. McCall and J.H. Steele Jr., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1984.
- Praktische Metallographie ed. G. Petzow, H. E. Exner, Riederer 1970

Annexe: utilisation d'Image J

Le logiciel ImageJ peut être téléchargé à l'adresse suivante : <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 dans *Known distance* et spécifiez l'unité dans *Unit of length* (pour microns, entrez *um*)
4. Pour effectuer une mesure : *Analyze* → *Measure*; les valeurs retournées dans le tableau peuvent être spécifiées en allant sous *Analyze* → *Set Measurements*

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*)

Quelques conseils/astuces:

1. Il peut être utile d'ajuster au préalable le contraste et la brillance des images *Image* → *Adjust* → *Brightness/Contrast*
2. Différents filtres peuvent être appliqués si l'image n'est pas satisfaisante, par exemple *Process* → *Noise* → *Despeckle*
3. 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*)
4. Différents filtres peuvent également être appliqués aux images binarisées (*Fill Holes*, *Dilate*, *Erode*,...).
5. Pour rogner une image : *Image* → *Crop*