

TP 1 : préparation des échantillons pour l'observation optique



A/ Objectif du TP

L'objectif de ce TP est d'initier l'étudiant aux techniques de préparation d'un échantillon, dans la perspective d'une observation au microscope optique.

B/ Introduction

L'étude micrographique est une méthode d'observation d'un matériau qui consiste à examiner par réflexion au microscope une surface polie et généralement attaqué. Elle permet d'obtenir des renseignements extrêmement divers, par exemple :

- **Sa pureté** : présence éventuelle d'inclusion, de précipité, et d'une façon générale, de phases divers et hétérogénéités de composition.
- **Sa microstructure** : après attaque spécifique : mise en évidence des joints de grains, taille de grains, morphologie des différentes phases en présences, macles de recuit...
- **Les traces d'écrouissage** : glissements, macles de déformation, bandes de pliages, structure fibreuse, structure de bandes, ...

Cette méthode étant comparative, les techniques de préparation de la surface des échantillons doivent permettre d'obtenir des résultats reproductibles. Cet examen est associé aux divers traitements thermiques que l'on peut faire subir matériau étudié.

C/Types de polissage :

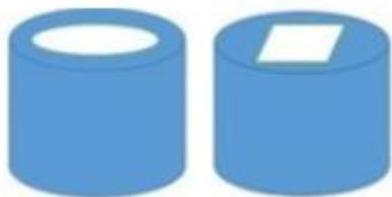
Il existe trois types de polissage :

1. **Polissage mécanique** : est un procédé de finition permettant de retirer, par abrasion, les défauts, rayures ou aspérités de la pièce (disques abrasifs).
2. **Polissage électrolytique** : est une technique de traitement de surface utilisée pour améliorer l'état de surfaces métalliques. Ce procédé repose sur une dissolution anodique contrôlée dans une solution électrolytique, ce qui permet d'éliminer les aspérités microscopiques et obtenir une surface lisse et brillante.
3. **Polissage Chimique** : est un procédé de traitement de surface qui consiste à immerger une pièce métallique dans une solution chimique spécifique, permettant de dissoudre uniformément une fine couche de matériau pour améliorer la qualité de la surface.

D/Etude expérimentale

D.1/Matériels utilisés

1. Les échantillons.
2. Polisseuse à disques.
3. Papiers abrasifs (N° 120,240,400,600,800,1200,2400,4000).
4. Dispositif de séchage d'échantillons.
5. Réactifs.
6. Microscope optique.



1



2



3



4



5



6

NB : lorsque les échantillons sont de petites dimensions, il est



nécessaire de les enrober dans une résine polymérisable.

D.2/ Procédure

- Montez le disque abrasif sur la machine de polissage (polisseuse).
- Commencez le polissage avec un grain de plus en plus fine pour éliminer les irrégularités et les rayures importantes de la surface.
- La durée de polissage est variable on peut l'estimer à 2 ou 3 mn par granulométrie (contrôle visuel).
- Bien nettoyer l'échantillon, afin de le débarrasser des particules du papier précédent qui auraient pu s'introduire ; on utilise en général un bain d'eau.
- Après chaque changement de papier abrasifs. Il faut tourner l'échantillon de 90° et poursuivre l'abrasion jusqu'à effacement complet des traces de l'opération ancienne.

D.3/ Attaque chimique

Après le polissage, on doit tremper l'échantillon dans le réactif chimique afin de révéler la structure. Le séchage se fait à l'aide d'un séchoir.

- **Exemples de Réactifs d'Attaque :**

Tableau		
Métaux	Réactif d'attaque	Condition d'attaque
Fer, fontes	5ml d'acide nitrique + 95ml d'alcool	Quelques secondes à une minute
NICKEL	30% de HNO ₃ 70% CH ₃ COOH	20 s à quelques minutes
cuivre	5g de Fe Cl ₃ 10 cm ³ HCl 100cm ³ H ₂ O	5 s

Enfin, on doit effectuer l'observation microscopique des échantillons polis et chimiquement attaqués.

Compte rendu

1. Pourquoi est-il important d'obtenir une surface parfaitement polie avant l'observation au microscope ?

.....

.....

.....

.....

2. Quel est l'objectif de l'attaque chimique dans la préparation des échantillons métalliques ?

.....

.....

.....

3. Donner une interprétation à la structure observée ?

.....

.....

.....

.....

4. Quelle est la forme et quelle est la taille des grains observés dans la microstructure ?

.....

.....

.....

.....

5. Comment peut-on distinguer les phases présentes dans la microstructure ?

.....

.....

.....