

CERAMIQUES TECHNIQUES EXAMEN OPTIQUE DE LA MICROSTRUCTURE

Page 1/17

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la définition d'un mode opératoire permettant l'examen optique de la microstructure de céramiques techniques.

L'examen pouvant s'effectuer, soit sur des éprouvettes brutes sur lesquelles on effectue une certaine préparation, soit sur des pièces à l'état tel (par exemple pastilles de poussoirs de moteurs thermiques).

Elle permet la mise en évidence de défauts permettant de caractériser un lot de pièces ou d'éprouvettes.

2.DEFINITIONS

Les définitions des différents types de défauts de la microstructure sont données ci-dessous.

Type A :

Fissure (visible au ressuage).

Défaut dont la longueur (quelques mm) est très supérieure à la largeur (quelques dizaines de μm) situé le plus souvent sur la tranche.

Type B1 :

Eclat détaché visible au ressuage, situé généralement sur une arête.

Type B2 :

Eclat non détaché, situé sur une arête ou sur une face.

Type C :

Défaut filiforme au ressuage.

Défaut long, fin et sinueux comme un fil, visible au ressuage (ou au microscope en lumière polarisée).

Type D :

Pore circulaire.

Trou de forme à peu près circulaire.

Type E :

Pore de forme complexe.

Trou dont la forme ne répond pas aux 2 types D et F.

Type F :

Pore de forme allongée.

Trou dont le rapport longueur/largeur est grand (rapport d'ordre 10).

Type G :

Rayure.

Trace en forme de sillon laissé sur la face polie par un grain de polissage ou un arrachement.

Type H :

Réseaux de porosités (visible au ressuage).

Porosités intergranules ou larges zones de microporosités (taches blanches).

3.PRINCIPE

Une première étape de ressuage avec une observation en lumière ultraviolette met en évidence des défauts d'au moins une grande dimension (par exemple des fissures).

La seconde étape consiste à repérer les plus gros défauts observés sur les faces polies des pastilles à l'aide d'une lunette binoculaire et à les coter grâce au réticule gradué d'un microscope optique.

Par ressuage on entend l'immersion des pièces dans un liquide pénétrant fluorescent et la détection des défauts ressuants (craquelures, porosités, etc.) sous la lampe ultraviolette (4.5) après rinçage et séchage des pièces.

4. APPAREILLAGE ET REACTIFS

4.1. INSTALLATION DE RESSUAGE

comprenant les bains suivants :

- bain de ressuage fluorescent de ARDROX, référence P6 F2 ou de BABBCO, référence HM3 A,
- bain de rinçage à l'eau.

4.2. POLISSEUSE AUTOMATIQUE AVEC PORTE-ECHANTILLON AVEC TOILES EN ACIER INOXYDABLE

4.3. TRONÇONNEUSE A MEULE DIAMANTEE AVEC LUBRIFICATION A L'EAU

4.4. ETUVE DE SECHAGE

pouvant être réglée à 60 °C ou 100 °C à ± 2 °C.

4.5. LAMPE ULTRAVIOLETTE DE TYPE "LAMPE A VAPEUR DE MERCURE"

équipée d'un filtre optique de 365 nm ayant un niveau d'éclairement énergétique minimal à 380 mm de 1500 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ et qui doit être contrôlée avant chaque essai.

4.6. LUNETTE BINOCULAIRE A GROSSISSEMENT 10

avec un dispositif d'éclairage directement dans l'axe optique par miroir semi-réfléchissant (type éclairage de microscope).

4.7. MICROSCOPE OPTIQUE AVEC GROSSISSEMENTS 50 ET 200

comportant les éléments suivants :

- platine à déplacement XY,
- réticule oculaire gradué ou écran de projection sur lequel on place un transparent gradué,
- dispositif de prises de vues (utilisé dans le cas de défauts critiques).

4.8. PAPIER ABSORBANT NON PELUCHEUX

4.9. STYLO FEUTRE

4.10. PATES DIAMANTEES

à 2 - 6 - 9 et 30 μm .

4.11. COLLE CYANOACRYLATE

4.12. SOLVANT : TRICHLORETHYLENE OU ACETONE TECHNIQUE

5. PREPARATION DES EPROUVETTES

5.1. CAS DE PIÈCES

5.1.1. PIÈCES A SURFACE POLIE

Les pièces doivent être propres, exemptes de graisse. Elles sont normalement utilisables dans l'état, après leur déconditionnement série. Dans le cas contraire, procéder comme suit :

- Dégraisser les pièces à l'aide du solvant (4.12).
- Sécher à l'étuve (4.4), réglée à $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

5.1.2. PIÈCES A SURFACE NON POLIE

Les pièces doivent être préparées sur la polisseuse (4.2).

- Fixer les pièces sur le porte-échantillon de la polisseuse.
Nota : *Si les pièces ont deux faces parallèles (parallélisme inférieur à 0,05 mm) les coller sur un plateau circulaire plan à l'aide de la colle (4.11).*
- Les polir à l'aide de la polisseuse (4.2) en suivant la gamme donnée ci-dessous, sans appliquer de pression supplémentaire.
 - 1 min 30 s avec la pâte diamantée à $30\text{ }\mu\text{m}$ (4.10),
 - 1 min 30 s avec la pâte diamantée à $9\text{ }\mu\text{m}$ (4.10),
 - 1 min 30 s avec la pâte diamantée à $6\text{ }\mu\text{m}$ (4.10),
 - 1 min 30 s avec la pâte diamantée à $2\text{ }\mu\text{m}$ (4.10).
- Rincer abondamment à l'eau les échantillons entre chaque plateau.

Nota : *La surface polie doit présenter une microstructure nette faisant bien apparaître les porosités sombres sur fond clair, sans rayures.*

- Décoller les pièces du plateau porte-échantillon en l'étuvant dans l'étuve (4.4) réglée à $100\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 30 minutes puis en cisillant la colle par un coup porté sur le côté de la pièce à l'aide d'un objet non métallique.

5.2. CAS D'EPROUVETTES

La face à observer doit avoir une surface supérieure ou égale à 3 cm^2 .

- Découper l'éprouvette à l'aide de la tronçonneuse (4.3) de façon à obtenir 2 faces parallèles pour le polissage (voir paragraphe 5.1.2).
- Polir l'une des faces conformément au paragraphe 5.1.2.

6.MODE OPERATOIRE

6.1.EXAMEN PAR RESSUAGE

- Placer la pièce dans un panier grillagé ou tout autre dispositif facilitant les manipulations.
- Plonger le panier contenant la pièce dans le bain de ressuage (4.1) pendant 5 à 10 minutes.
- Sortir le panier en l'égouttant.
- Rincer à grande eau la pièce en la brassant dans plusieurs bains d'eau claire puis en l'aspergeant avec un jet d'eau sous pression (~ 2 bar).
- Sécher la pièce :
 - soit dans l'étuve (4.4) jusqu'au séchage,
 - soit en l'essuyant avec du papier absorbant (4.8).
- Observer sous la lampe (4.5) dans l'heure qui suit le séchage, toute la surface de la pièce ou de l'éprouvette en gardant une incidence normale par rapport au faisceau.
- Repérer les défauts suivants, classés par type :

Type A :

Fissure (voir annexe 1) bien visible de longueur 300 μm à quelques millimètres et de largeur 10 à 50 μm .

Type B :

Eclat détaché ou non détaché (voir annexe 2) visible à partir de 300 μm de longueur.

Type C :

Défaut filiforme ressuant (voir annexe 3) visible au ressuage et au microscope optique mais en lumière polarisée uniquement, car une partie seulement du défaut poreux débouche sur la face polie.
Taille : longueur 300 μm à 1 mm, largeur 10 à 30 μm .

Type H :

Réseau de porosité (voir annexe 8) constitué de porosités intergranules ou de microporosités, observable sur toute la pièce, bien visible car les microporosités retiennent bien le ressuant et peuvent être groupées pour former des "taches" d'environ 1 mm².

- Ecarter la pièce jugée "mauvaise" ou "douteuse" sur laquelle on a entouré le défaut au stylo feutre (4.9), celle-ci doit être examinée conformément au paragraphe 6.2.

6.2.EXAMEN A LA LUNETTE BINOCULAIRE ET AU MICROSCOPE OPTIQUE

Un premier examen à la lunette binoculaire (4.6) permet de repérer les plus gros défauts et l'examen au microscope optique (4.7) permet l'observation détaillée de ces défauts.

6.2.1.EXAMEN A LA LUNETTE BINOCULAIRE

Cet examen permet d'observer des éclats, des pores et des rayures.

- Observer la zone polie (face) au grossissement 10 avec un éclairage en incidence normale (la zone polie apparaît claire et les pores apparaissent sombres).
- Repérer les défauts suivants classés par type :

Type B1 :

Eclat détaché (voir annexe 2).

Type D :

Pore circulaire (voir annexe 4).

Type E :

Pore de forme complexe (voir annexe 5).

Type F :

Pore de forme allongée (voir annexe 6).

Type G :

Rayures (voir annexe 7).

- Repérer les éclats détachés (écaillage) et entourer les plus gros pores de types D, E ou F à l'aide du stylo feutre (4.9).
- Repérer également les rayures de largeur importante (supérieure à 15 μm).

Nota : Dans des cas douteux, prendre éventuellement des photos. Les rayures produites lors de la préparation d'éprouvettes ne doivent pas être considérées.

Si d'autres types de défauts que ceux décrits dans cette méthode sont repérés, il faut bien noter leurs dimensions, leurs localisations ainsi que la fréquence d'apparition.

6.2.2.EXAMEN AU MICROSCOPE OPTIQUE

- Se positionner sur les défauts à l'aide du faible grossissement (x 50).
- Mesurer les dimensions du défaut au grossissement (x 200) suivant leur plus grande dimension avec une précision de $\pm 5 \mu\text{m}$.
- Pour la détermination du type de défaut, se servir des représentations photographiques données en annexes.

7. EXPRESSION DES RESULTATS

- Identifier le ou les défauts :
 - par leur type (voir annexes 1 à 8),
 - par leurs dimensions exprimées en micromètres.
- Remplir le tableau (voir annexe 9) en fonction du nombre de pièces examinées comme indiqué ci-dessous :

7.1. COLONNE INTITULEE "RESSUAGE"

- Si un défaut est repéré au ressuage, faire une croix dans la case correspondant au type de défaut rencontré.
- Sinon, faire une croix dans la colonne intitulée "Pas de défaut".

7.2. COLONNE INTITULEE "BINOCULAIRE - MICROSCOPE"

- Dans la colonne intitulée "Pore", noter la taille en μm du plus grand défaut mesuré au § 6.2.2 ; l'inscrire dans la colonne correspondant à son type (D, E ou F).
- Si une rayure critique est détectée au § 6.2.1, inscrire dans la colonne intitulée "Rayure", la largeur de celle-ci en μm .
- Si un éclat détaché critique est détecté au § 6.2.1, inscrire sa taille en μm dans la colonne intitulée "Eclat détaché".

7.3. COLONNE INTITULEE "BILAN"

Faire une croix :

- soit dans la colonne intitulée "Acceptation",
- soit dans la colonne intitulée "Refus", suivant les maxima admissibles donnés par les documents.

8. PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :

- la référence de la présente méthode,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode, par exemple la détection de défauts non décrits dans ce document, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Il doit comporter aussi le tableau d'examen, représenté en annexe 9, dûment rempli.

Nota : Des photos de défauts critiques peuvent être jointes au procès-verbal d'essai.