



CER Metz des Arts et  
Métiers ParisTech  
4, rue Augustin Fresnel  
57078 Metz Cedex 3  
☎ 03.87.37.54.30

## TP TCM n°2

Présenté et soutenu

par

**Jenna BATIME**

**Rémi CHABROL**

**Arthur HUBERT**

**Pierre-Jean PARADIS**

2011-2012

8GM2

Enseignante responsable : Mme. BERVEILLER

# SOMMAIRE

<b>1.</b>	<b>INITIATION A LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE .....</b>	<b>3</b>
1.1.	Principe du microscope électronique à balayage .....	3
1.2.	Facies de rupture .....	7
<b>2.</b>	<b>ANALYSE DES CONTRAINTES INTERNES PAR DIFFRACTION DES RAYONS X</b>	<b>9</b>
2.1.	Principe de l'analyse par diffraction par rayon X.....	9
2.2.	Analyse des données sous Analyse.....	10
2.3.	Influence du sablage.....	11
2.4.	Etude du comportement de la pièce .....	12
2.5.	Conclusion .....	14

# **1. INITIATION A LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE**

## ***1.1. PRINCIPE DU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE***

### **1.1.1. DESCRIPTION DU MEB**

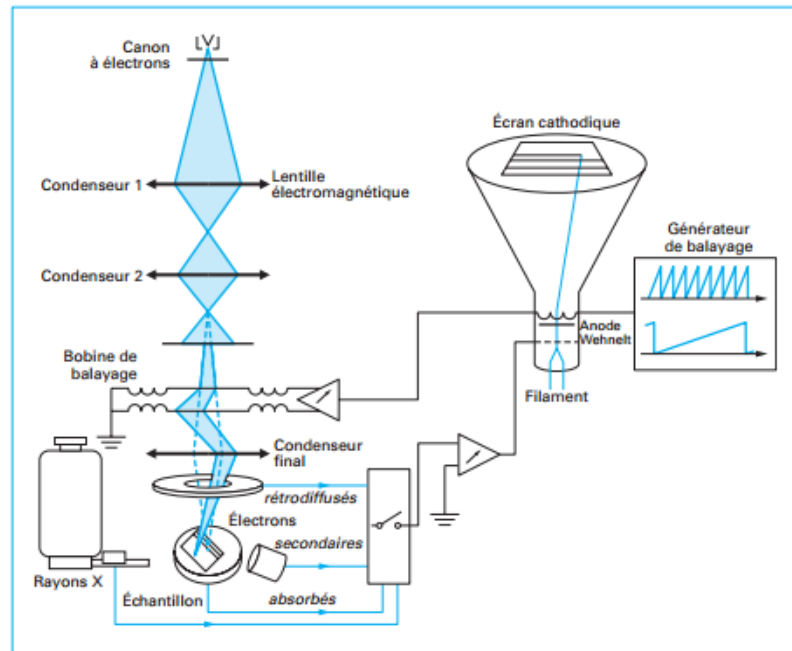
Le Microscope Electronique à Balayage est généralement utilisé pour examiner la microstructure d'échantillons de grandes tailles. C'est un instrument qui utilise une source d'électrons pour balayer l'échantillon.



*Figure 1. Microscope électronique à balayage présent à l'ENSAM*

Ces électrons sont accélérés le long d'une colonne, puis passent dans un ensemble de lentilles pour finalement sonder l'échantillon positionné dans une chambre. La colonne et la chambre sont toutes deux sous vide pour éviter les résidus liés aux atomes de l'air.

La rencontre des électrons avec l'échantillon résulte de plusieurs signaux, dont une image récoltée avec le détecteur approprié.



*Figure 2. Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage*

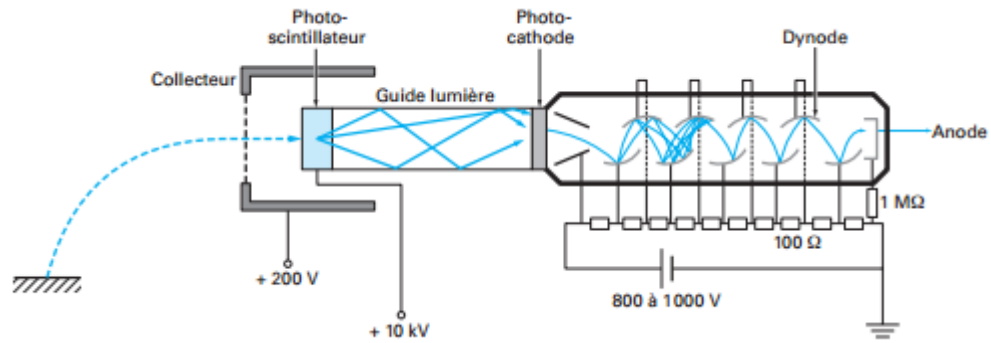
Grâce au Microscope Electronique à Balayage on peut obtenir une résolution très fine (de l'ordre du micron) mais également une profondeur de champ très vaste. On peut également lui ajouter des accessoires permettant d'analyser d'autres caractéristiques de l'échantillon (comme la structure chimique).

Le MEB est donc un outil d'analyse particulièrement complet grâce aux modules qu'on peut lui rajouter. Il est ainsi un nécessaire d'être vigilant quant aux réglages à utiliser suivant la fonction désirée : l'analyse par rayons X n'utilise pas les mêmes réglages que l'analyse de profondeur de champ. De plus, des compromis seront à réaliser : si l'on souhaite une résolution très fine alors la zone scannée sera moins importante.

### **1.1.2. PRODUCTION DU FAISCEAU ELECTRONIQUE**

Le canon à électrons est la source du faisceau d'électrons qui viendra balayer la surface de l'échantillon.

Le principe du canon à électrons est d'extraire les électrons d'un matériau conducteur vers le vide où ils sont accélérés par un champ électrique. Le faisceau d'électrons ainsi obtenu, est traité par la colonne électronique qui en fait une sonde fine balayée sur l'échantillon.



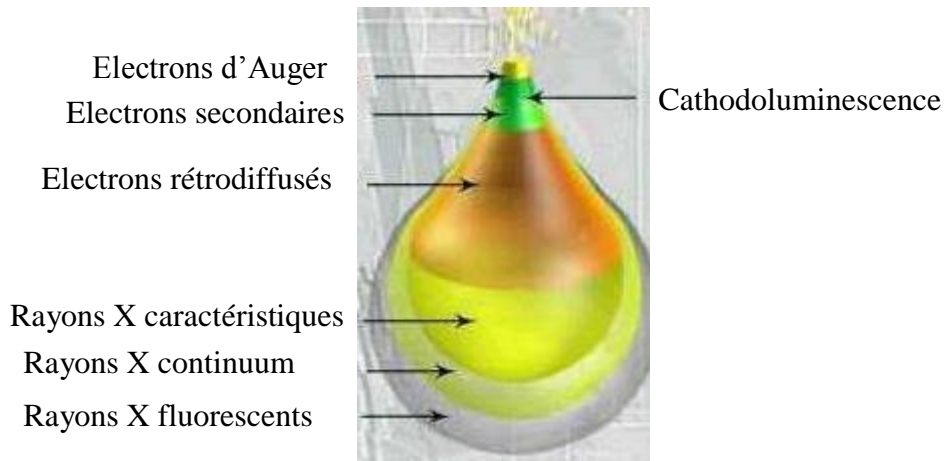
*Figure 3. Principe d'un collecteur d'électrons secondaires*

La qualité des images et la précision analytique que l'on peut obtenir avec un MEB requièrent que le spot électronique sur l'échantillon soit à la fois fin, intense et stable. Une forte intensité dans un spot le plus petit possible nécessite une source « brillante ». L'intensité ne sera stable que si l'émission de la source l'est également.

Il existe des grandeurs physiques pour caractériser le faisceau électronique tel que la brillance, la durée de vie, la stabilité, le courant disponible ainsi que la dispersion énergétique. En effet, la qualité des images et la précision analytique que l'on peut obtenir avec un MEB requièrent que le spot électronique sur l'échantillon soit à la fois fin, intense et stable. Une forte intensité dans un spot le plus petit possible nécessite une source « brillante ». L'intensité ne sera stable que si l'émission de la source l'est également.

### **1.1.3. PARTICULES ELEMENTAIRES DETECTEES ET UTILISEES**

A proximité du point d'impact du faisceau électronique avec l'échantillon, le MEB peut détecter plusieurs types de particules: des électrons d'Auger (électrons émis lors de la désexcitation d'un atome), des électrons secondaires (électrons émis lors de la désexcitation d'un atome) et des électrons rétro-diffusés (électrons résultant de l'impact d'un faisceau d'électrons dit primaire et d'un échantillon). Il peut également détecter des rayons X caractéristiques: continuum et fluorescent.



*Figure 4. Poire de pénétration*

Pour reconstituer une image avec un contraste topographique de la surface, nous avons besoin des électrons secondaires. La propriété utilisée est la cathodoluminescence. La cathodoluminescence est le phénomène optique et électrique que l'on observe lorsqu'un faisceau d'électrons produit par un canon à électrons (par exemple un tube à rayons cathodiques) bombarde un échantillon en phosphore (par exemple), conduisant à l'émission de lumière visible.

#### **1.1.4. AVANTAGES DU MEB**

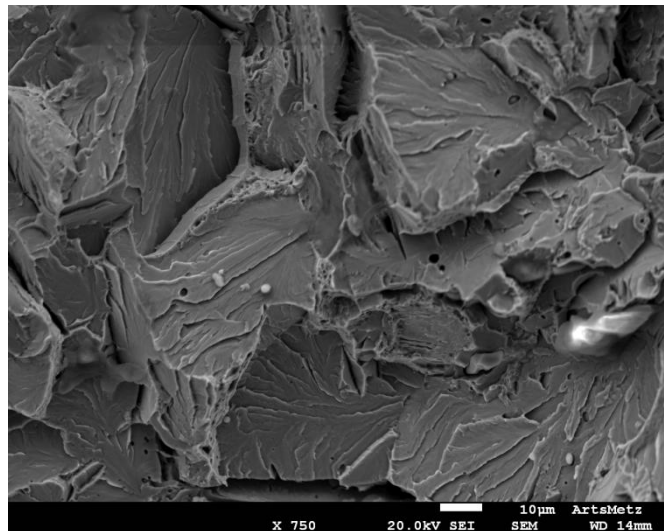
La microscopie électronique à balayage est un outil puissant d'observation des surfaces. Il permet couramment désormais de former à partir des électrons secondaires des images de la surface. Il présente notamment :

- Une meilleure profondeur de champs, qui permet d'observer des échantillons qui ne donneraient pas un bon rendu sur un microscope optique (faciès de rupture, grains de sels, etc.).
- La possibilité de faire des analyses supplémentaires, à l'aide de module que l'on rajoute au MEB. Par exemple on peut faire une analyse des rayons X émis vu précédemment.
- Un grossissement plus grand, le MEB pouvant grossir jusqu'à 300 000x alors qu'un microscope optique est limité à un grossissement de x1 400.
- Une meilleure résolution des images observées.

C'est pour toutes ces raisons que le microscope électronique à balayage est l'équipement de base pour de nombreux de domaine d'application : matériaux, électronique, chimie, biologie.

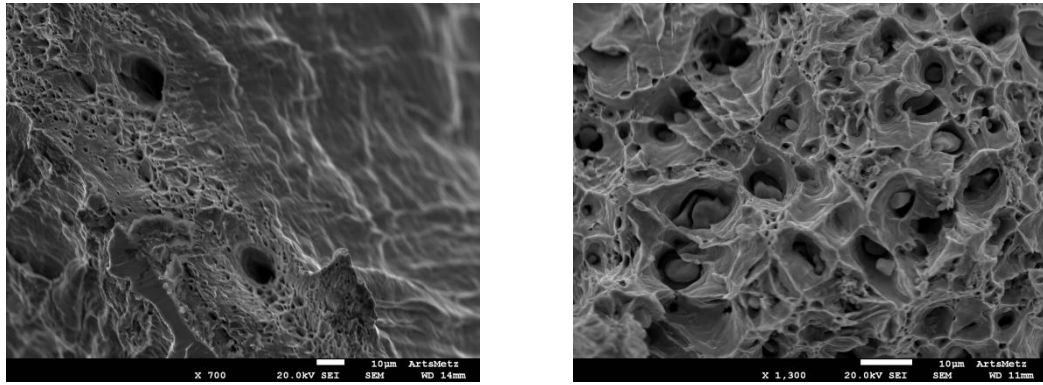
## ***1.2. FACIES DE RUPTURE***

Cette partie se porte sur l'analyse de surface de pièces qui ont subit un essai de traction compression. Comme des images de l'ordre de la dizaine de microns sont souhaitées, le microscope électronique à balayage est employé A partir du faciès, le mécanisme de rupture peut être déterminé. Comme ces matériaux présents sont conducteurs, il n'y a pas de préparation à effectuer sur les échantillons.



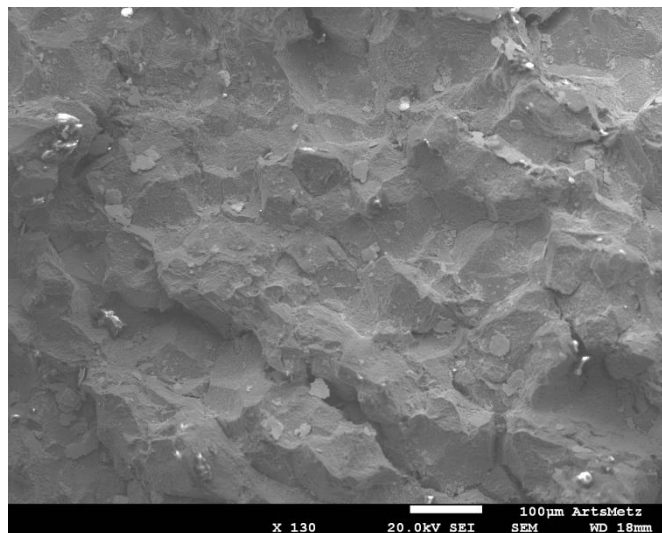
*Figure 5. Rupture n°1: clivage*

Le premier échantillon est une vis sectionnée. On remarque la présence de rivière de clivage. En effet, il y a une cassure du niveau des plans denses. Il s'agit donc d'un matériau fragile qui présente des clivages intra-granulaire. A l'œil nu, l'échantillon est brillant. Cela s'explique par le fait que la surface est plutôt lisse.



*Figure 6. Rupture n°2 : ductile*

Le deuxième échantillon est un échantillon qui présente une zone plutôt perturbé au niveau du relief. Il présente des cupules (sortes de cavité) et des arrachements. Le matériau est dit ‘ductile’. Ces cavitations peuvent donner lieu à une analyse pour faire une cartographie des éléments.



*Figure 7. Rupture n°3 : intra-granulaire*

Ici, il n’y a plus de rivière de clivage, la rupture se produit au niveau des joints de grains (d’où la désignation ‘intra-granulaire’). Cela est dû à la diffusion de petit élément tel que l’argon lors de l’élaboration du matériau. Les éléments en blanc sont des électrons capturés (oxyde). A l’œil nu, l’échantillon est brillant. Cela s’explique par le fait que la surface est plutôt lisse.

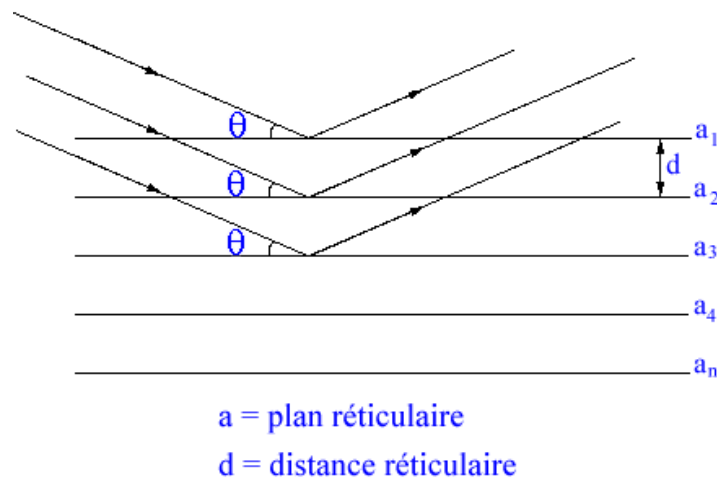
Pour la dernière image, aucun échantillon n’est disponible. On sait toutefois qu’il s’agit d’un mécanisme de rupture dûe à la fatigue où chaque strie provient d’un cycle.



## **2. ANALYSE DES CONTRAINTES INTERNES PAR DIFFRACTION DES RAYONS X**

### ***2.1. PRINCIPE DE L'ANALYSE PAR DIFFRACTION PAR RAYON X***

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (aciers, roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs.



*Figure 8. Principe de la loi de Wulff-Bragg*

Les corps cristallins peuvent être considérés comme des assemblages de plans réticulaires plus ou moins denses. Les plans contiennent les atomes : certains plans contiennent bien plus d'atomes que d'autres en fonction de la formule chimique du minéral. Ces plans réticulaires sont séparés par des distances caractéristiques ( $d$ ) selon la nature du cristal ou du minéral considéré. Trois ou quatre distances réticulaires bien choisies permettent une reconstitution du réseau cristallin du minéral.

Avec un rayonnement de longueur d'onde suffisamment petit on peut obtenir des diffractions par les plans réticulaires (de la même manière que les rayons lumineux sont

diffractés par les petites fentes d'un réseau en optique). Cette réfraction est d'autant plus intense que le plan est « dense » c'est-à-dire riche en atomes.

La théorie a été élaborée concomitamment par W.L. Bragg et G.Wulff : on l'appelle la relation de Wulff-Bragg.

Sous l'effet de la contrainte, la maille cubique va se déformer pour devenir légèrement quadratique. L'angle  $\theta$  va donc changer et on va avoir un décalage des pics sur le graphe  $I = f(2\theta)$ . En utilisant la loi de Bragg ( $\lambda=2.d.\sin\theta$ ) et l'équation de déformation conventionnelle ( $\varepsilon = (d-d_0)/d_0$ ), on obtient :

$$\varepsilon = \frac{\sin \theta_0}{\sin \theta} - 1 = - \cot \theta \cdot \Delta\theta$$

On fait les essais et on trace ensuite  $\varepsilon_{\phi\psi} = f(\sin^2\psi)$ , nous obtenons une droite de pente  $a = \frac{1+\nu}{E} - \sigma_{\phi}$ . Or nous connaissons  $\nu$  et  $E$ , nous pouvons donc en déduire  $\sigma_{\phi}$ .

## 2.2. ANALYSE DES DONNEES SOUS ANALYSE

A partir des fichiers de mesure sur le logiciel Analyze, on relève l'état de contraintes (en MPa) et l'intervalle d'erreur pour chaque méthode et chaque état de déformation d'un acier laminé ferritique (<0.02% de C).

Echantillon	Etat de contrainte (centre de gravité)	$\Delta\sigma$	Etat de contrainte (parabolique)	$\Delta\sigma$
Etat 0	-47,4	8	-57	12,7
Etat 1	-259,1	5,1	-275,4	9,4
5%	126,7	6,5	128,5	8,7
10%	129,7	8,9	135,8	14,5
15%	87,6	6	77,7	8,4
20%	76,2	6,2	79,3	12,9

*Tableau 1. Etat de contrainte pour chaque état de déformation*

On constate que les  $\Delta\sigma$  sont plus faibles dans le cas d'une interpolation par centre de gravité. Ces données sont traduites sur la figure ci-dessous.

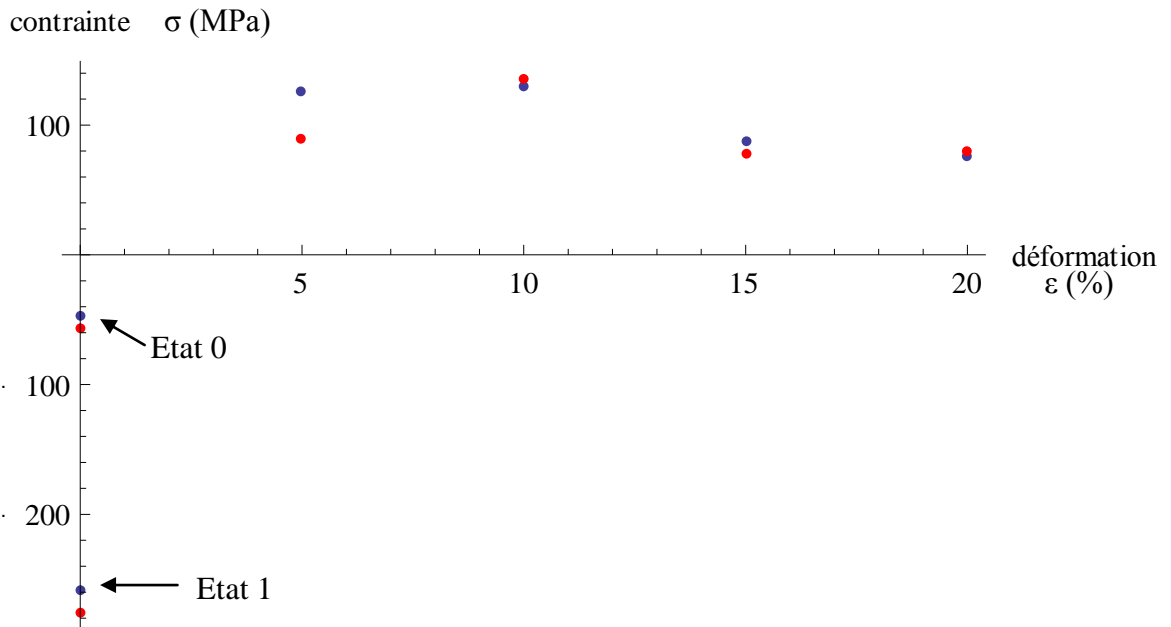


Figure 9. Graphe des contraintes résiduelles en fonction de la déformation macroscopique

La valeur pour l'état 0 est légèrement négative ( $\approx -50$  MPa), la surface est donc en compression. C'est une conséquence normale dû au laminage de l'échantillon étudié.

### 2.3. INFLUENCE DU SABLAGE

Le sablage consiste à pulvériser des petits grains de sable sur la surface de l'échantillon. La surface a alors tendance à vouloir s'allonger dans une direction perpendiculaire au sablage.

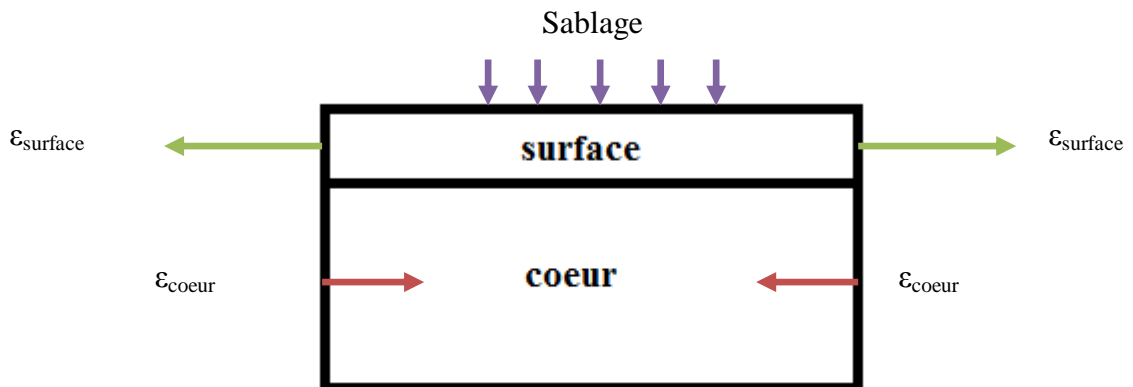
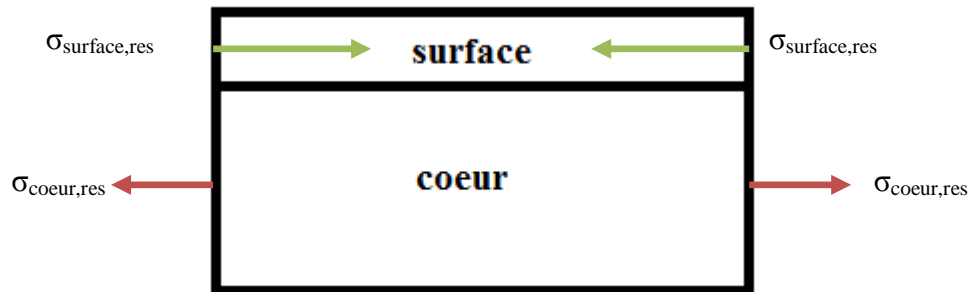


Figure 10. Opération de sablage

Ainsi l'épaisseur de la surface tend à diminuer et l'on peut observer la déformation décrite sur la figure précédente. En conséquence, le cœur du matériau tend à compenser la déformation de la surface. C'est ainsi qu'après sablage, les contraintes suivantes sont observées.

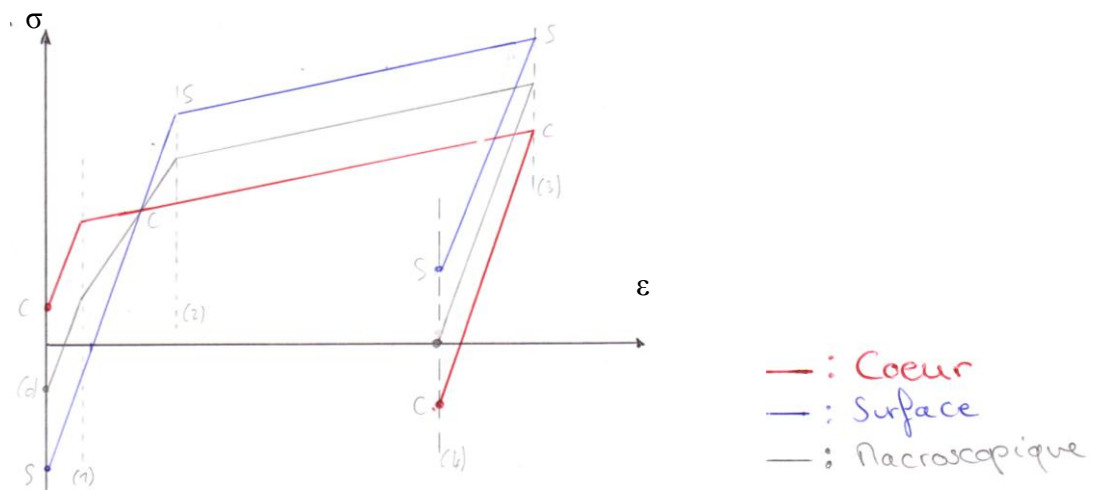


*Figure 11. Etat de contraintes final*

Les contraintes résiduelles qui subsistent donc après sablage sont de la compression en surface et de la traction au cœur du matériau.

## 2.4. ETUDE DU COMPORTEMENT DE LA PIECE

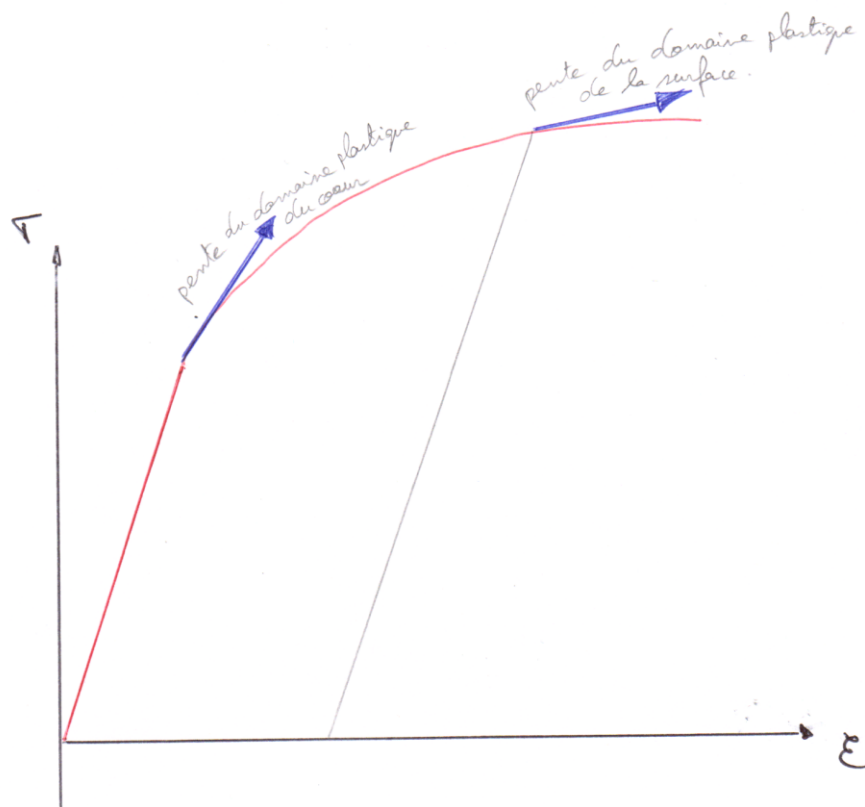
L'histoire du matériau n'est pas la même dans le cœur et en surface de la pièce. En effet, le sablage de la surface a écrasé la surface sans affecter le cœur. La limite élastique de la surface est donc supérieure à celle du cœur.



*Figure 12. Différent état de contrainte de la pièce*

Après laminage, nous observons des contraintes résiduelles de compression en surface, et de traction à cœur. Le sablage que subit la pièce par la suite contribue à augmenter les contraintes résiduelles de compression en surface, et par la même, les contraintes de traction au cœur. Pendant ce temps, la contrainte macroscopique moyenne est maintenue nulle (1).

Lors de l'essai de traction, la surface plastifie également (2). Afin, après la fin de l'essai de traction (3) et du relachement, les contraintes résiduelles sont inversées : le cœur est en compression et la surface est en traction.



*Figure 13. Illustration des pentes du domaine plastique dans la pièce*

En se référant à la figure 12, les droites des domaines de plasticité ne sont pas parallèles en réalité. La pente du domaine plastique du cœur est plus élevée que celle de la surface.

En effet, l'écroutissage de la surface lors du sablage implique que le domaine plastique de la surface est "amputé" et démarre alors que la pente est plus "douce".

Théoriquement si l'on procède à un essai de traction suffisamment élevé, comme les courbes de plasticité n'ont pas les mêmes pentes, elles vont se "croiser". Ceci implique que plus l'essai sera "fort", plus les contraintes entre la surface et le cœur s'homogénéiseront.

## **2.5. CONCLUSION**

Les trainements de surface tels que le sablage ont pour but d'améliorer la résistance mécanique superficielle des pièces qui ne sont soumises qu'à des efforts superficiels. En introduisant des contraintes résiduelles de compression en surface, la tenue en service en permettant à la pièce de subir des efforts beaucoup plus élevés en diminuant les risques d'endommagement est améliorée.

Dans cet essai de traction, la pièce est sollicitée en tout son volume. De ce fait, le traitement de sablage effectué au début est gommé par les essais répétitifs après un certain temps. Les contraintes en surface et à cœur tendent vers la même valeur macroscopique et donc à annuler les contraintes résiduelles introduite par laminage et sablage.