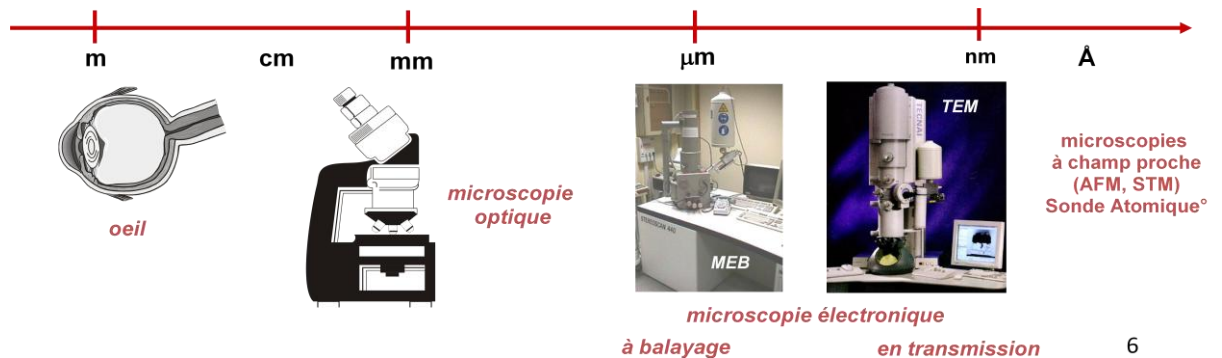


### 3.1 INTRODUCTION

Pour comprendre et améliorer le comportement des matériaux métalliques, il faut établir la liaison entre des phénomènes qui se déroulent à l'échelle microscopique et les propriétés macroscopiques. La structure interne des matériaux est composée de grains ou de particules de taille microscopique, qui constituent la microstructure. Celle-ci est observable par microscopie (optique ou électronique).



**3.2 LA METALLOGRAPHIE:** c'est la technique qui consiste à déterminer la structure d'un métal en l'observant avec un microscope optique. On peut déterminer ainsi, selon les cas :

- la taille et la forme des cristallites (ou grains) ;
- la répartition des phases ;
- la direction des lignes de glissement (intersection des plans de glissement avec la surface), dans le cas d'un échantillon déformé.

#### 3.2.1 PREPARATION DES EPROUVETTES

La préparation des éprouvettes destinées à l'étude microscopique est divisée en plusieurs étapes :

- le prélèvement de l'échantillon (préparation des échantillons),
- l'enrobage,
- le polissage,
- l'attaque révélatrice de la micro structure (l'attaque chimique).

##### - Prélèvement de l'échantillon (préparation des échantillons)

Il est tout d'abord nécessaire de souligner l'importance du *prélèvement* de l'échantillon. En effet, une étude micro-structurale n'a de valeur que dans la mesure où l'échantillon représente bien l'ensemble d'où il provient, tant par sa composition chimique que par ses caractéristiques physiques.

Dans le cas de la préparation des échantillons, l'échantillon est coupé à l'aide d'une scie ou d'une meule le plus doucement possible en lubrifiant un maximum de telle sorte que l'échantillon ne présente pas d'échauffement ou de déformation qui peuvent brouiller ou modifier la microstructure et qui rend l'échantillon non-représentatif de la vraie microstructure de celui-ci.

##### - L'enrobage

On effectue un *enrobage* au moyen de résine ou d'un polymère renforcé, afin de permettre une manipulation plus aisée de l'échantillon et d'assurer la planéité de la surface

**- Le polissage**

Le *polissage* a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être non-représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...).

Il s'effectue généralement en deux étapes. La première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie décroissante (typiquement de 150 à 15 $\mu$ m).

La seconde, appelée polissage fin, est effectuée à l'aide d'un drap contenant une pâte de diamant de l'alumine ou de la silice dont les particules ont un diamètre de 1 à 10  $\mu$ m. Pour ces deux stades, l'utilisation d'un lubrifiant est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau.

Le rinçage de l'échantillon, voir son passage dans un bain à ultrasons, est requis à chaque changement de papier ou de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faible granulométrie. Il existe d'autres types de polissage tels que le polissage électrolytique ou chimique qui ne sont utilisés que pour des cas et des matériaux bien précis.

**- L'attaque chimique (mise en évidence de la microstructure)**

L'attaque des échantillons met en évidence la morphologie des grains, les défauts ou irrégularités de la surface, la sous-structure, les précipités, les inclusions, etc. Les méthodes d'attaque peuvent être classées en deux principales catégories:

- l'attaque chimique, provoquant une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains,

- l'attaque électrolytique où une source extérieure de courant est utilisée. L'échantillon (qui doit être conducteur) est placé à l'anode du circuit électrique provoquant une oxydation des éléments de certaines zones de la surface. Il est également possible d'imposer un potentiel à l'échantillon de façon à attaquer une seule phase du matériau.

Le tableau suivant donne un aperçu de quelques réactifs principaux permettant une attaque chimique révélatrice de la microstructure.

Réactifs	Composition chimique	Matériaux
Nital	HNO <sub>3</sub> (4%) + alcool éthylique	Aciers
Eau régale	HCl (66%) +HNO <sub>3</sub> (34%)	Aciers alliés
Villela	HCl(5%) + ac.Picrique C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>7</sub> (5%) + H <sub>2</sub> O	Aciers
Acide nitrique	HNO <sub>3</sub> (10-60%) + H <sub>2</sub> O	Cuivre
Keller	HF (10%) + HCl (15%) +HNO <sub>3</sub> (25%) + H <sub>2</sub> O	Aluminium

**Tableau 3.1:** Principaux réactifs utilisés en attaque métallographique.

### 3.2.2. Principe du microscope optique de base

Le microscope optique est un système optique à lentilles dont le but est d'obtenir une image agrandie de l'échantillon à observer.

Le premier groupe de lentilles, dirigé vers l'objet à examiner, constitue l'**objectif**. Il donne une image réelle, inversée et agrandie de l'objet. Cette image n'est pas formée sur un verre dépoli, mais se trouve quelque part dans le tube optique, c'est l'image intermédiaire.

Le deuxième groupe de lentilles, dirigé vers l'œil de l'observateur, est appelé l'**oculaire** ; il fonctionne comme une simple loupe et grossit l'image précédente. On obtient alors l'image définitive virtuelle, plus ou moins fortement grossie et renversée de l'objet initial.

Grandissement de l'objectif	Grossissement de l'oculaire	Grossissement total du microscope	Nom commun donné à l'observation
4	10	40	Faible grossissement
10	10	100	Faible grossissement
20	10	200	grossissement moyen
40	10	400	grossissement moyen
100	10	1000	Fort grossissement

Le grossissement total du microscope est égal au produit du grandissement de l'objectif et du grossissement de l'oculaire.

#### Constituants du microscope

De bas en haut :

- **miroir** : sert à réfléchir la lumière ambiante pour éclairer l'échantillon par en dessous;
- **source de lumière** : artificielle de meilleure température de couleur et de stabilité et par l'usage d'un condenseur qui permet à cette lumière de remplir d'une façon homogène et régulière le champ observé,
- **diaphragme** : ouverture de diamètre variable permettant de restreindre la quantité de lumière qui éclaire l'échantillon.
- **platine porte-échantillon** : où l'on pose l'échantillon ; les « valets » servent à tenir l'échantillon lorsque celui-ci est mince (par exemple une [lame](#)).
- **objectifs** : lentille ou ensemble de lentilles réalisant le grossissement. Il y a en général plusieurs objectifs, correspondant à plusieurs grossissements, montés sur un barillet.

- **mise au point rapide et micrométrique** ; pour que l'image soit nette, il faut que l'objet soit dans le plan focal de l'objectif ; ces molettes font monter et descendre l'ensemble objectif-oculaire avec un système de crémaillère, afin d'amener le plan focal sur la zone de l'échantillon à observer ;
- **oculaire** : lentille ou ensemble de lentilles formant l'image d'une manière reposante pour l'œil.

L'oculaire peut être remplacé par un appareil photographique, ou par une **caméra vidéo** pour faire une acquisition numérique.

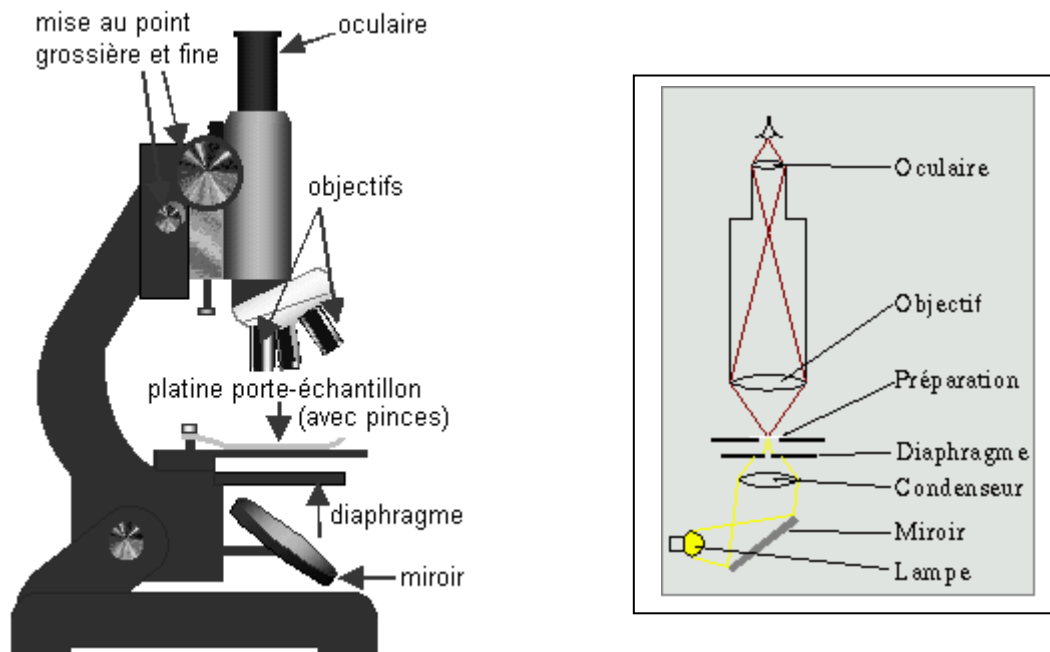


Schéma d'un microscope optique.

**Exemple de microscopie optique**

Type	Particularités
Optique à fond clair	Structure interne des objets
Optique à fond noir	Echantillons non colorés, structures vivantes et en déplacement.
Optique à fluorescence	Marquage et détection simultanée de structures et composés chimiques.
Optique à contraste de phase	Mise en valeur des différences d'indices de réfraction et de contrastes.

### Microscope Optique à fond clair

- Utilise des rayons lumineux
- Épaisseur de coupe (1-5  $\mu\text{m}$ )
- Observation vitale et colorée
- C'est le plus courant et le plus ancien
- Il permet de recueillir la lumière de la source directement dans les objectifs, après avoir été transmise par l'échantillon
- L'échantillon est éclairé par-dessous et observé par-dessus.
- peut améliorer l'observation en colorant les échantillons
- Visualiser des objets vivants variés (bactéries, unicellulaires...) ou fixés (coupes histologiques...)

### Le microscope à fond noir

- Utilise les rayons lumineux dans un fond noir.
- Utilisé pour les éléments trop transparents.
- Les éléments observés apparaissent très brillants.
- N'est pas utilisé pour l'observation d'objets colorés.

## 3.3. Microscopes électroniques à balayage

La **microscopie électronique à balayage** (**MEB** ou **SEM** pour *Scanning Electron Microscopy* en anglais) est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon.

Le MEB est généralement utilisé pour étudier la **morphologie en 3D** d'une surface ou d'un objet et également la composition chimique (**microanalyse X**). Aujourd'hui, la microscopie électronique à balayage est utilisée dans des domaines allant de la biologie à la science des matériaux, et un grand nombre de constructeurs proposent des appareils de série équipés de détecteurs d'électrons secondaires et dont la résolution peut aller jusqu'à 1 nm.

### Application

- **Science des matériaux** : caractérisation microstructurale (morphologie, répartition des constituants dans des mélanges ou composites), information cristallographique, cartographie chimique, mesures dimensionnelles
- **Microélectronique** : technologie des **semiconducteurs** et **microfabrication**
- **Biologie** : observation des micro-organismes

---

### Modes d'utilisation et spécifications

- **Imagerie 3D** : elle permet une visualisation de la topographie de l'échantillon par la détection des électrons secondaires.
- **Imagerie en contraste de composition** : elle fournit des images dont le contraste est fonction du numéro atomique par la détection des électrons rétrodiffusés.
- **Microanalyse X** : elle permet l'analyse élémentaire (typiquement à partir du carbone) d'un point de l'échantillon par la détection des rayons X (RX) émis. Les RX sont issus d'un volume de l'ordre du  $\mu\text{m}^3$  (fonction de la tension d'accélération et de la nature de l'échantillon). Les éléments en quantité inférieure à environ 0.2 % en masse ne seront pas détectés.
- **Imagerie X** : elle permet d'imager la répartition d'un ou plusieurs éléments sur la surface. La résolution latérale de l'ordre d'1 micron.

### 3.4 Microscope électronique à transmission

Le microscope électronique en transmission (MET ou TEM en anglais) utilise un faisceau d'électron à haute tension, émis par un canon à électrons. Des lentilles électromagnétiques sont utilisées pour focaliser le faisceau d'électrons sur l'échantillon. En traversant l'échantillon et les atomes qui le constituent, le faisceau d'électrons produit différentes sortes de rayonnements. Les électrons transmis sont alors analysés par le détecteur, qui traduit le signal en image contrastée.

Les échantillons doivent être préparés selon un protocole précis, qui doit à la fois conserver sa structure et être conducteur pour laisser passer le faisceau d'électrons. Des coupes très fines de l'échantillon sont réalisées.