

## Moyens de caractérisation des matériaux



Par

**Pr Mourad BRIOUA**

Batna, 2020

## **Introduction générale.**

Les matériaux et les métaux prennent une place importante dans le secteur d'industrie actuel. L'industrie moderne exige des matériaux ou des métaux plus performants, moins coûteux et avec des caractéristiques bien définies, est dans ce contexte que les spécialistes des matériaux développent des méthodes et de techniques nouvelles d'élaboration pour bien maîtriser les différentes caractéristiques, ainsi que les techniques et moyens de caractérisation des échantillons des matériaux.

Il est indispensable pour appréhender un matériau de le caractériser, c'est-à-dire d'en analyser les propriétés. Il existe de nombreuses techniques de caractérisation des matériaux qui reposent sur différents principes physiques de base : les interactions rayonnement-matière, la thermodynamique et la mécanique.

Son contenu permet aux étudiants (Spécialité Génie des matériaux) de connaître les différentes techniques et moyens de caractérisation des matériaux utilisée dans les labos.

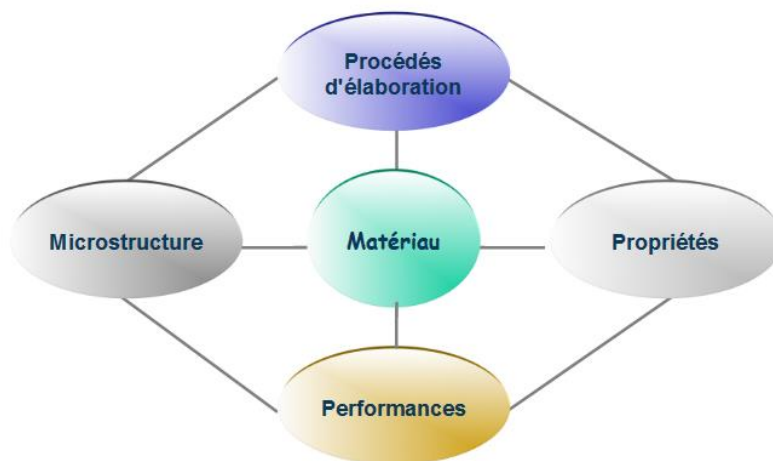
# I- GENERALITES SUR LES MATERIAUX

## 1. Introduction

Les matériaux sont omniprésents dans notre quotidien. Il n'est pas de structures, infrastructures sans matériaux. Il n'est pas de transport ni de production d'énergie sans matériaux. On les dit aujourd'hui nano-structurés, architecturés ou bien encore intelligents. Ils occupent une place fondamentale dans l'activité économique mondiale et sont également l'objet d'une attention particulière de la part des acteurs académiques qui n'ont de cesse de les améliorer, de les adapter et de les optimiser pour répondre aux exigences technologiques, environnementales et sociétales croissantes.

## 2. Définitions d'un matériau

Un matériau est tout produit (naturel ou artificiel) qui peut être utilisé pour fabriquer des objets. C'est aussi toute substance, ou matière pouvant destinée à être mise en forme.



Il peut être:

### a- D'origines naturelles :

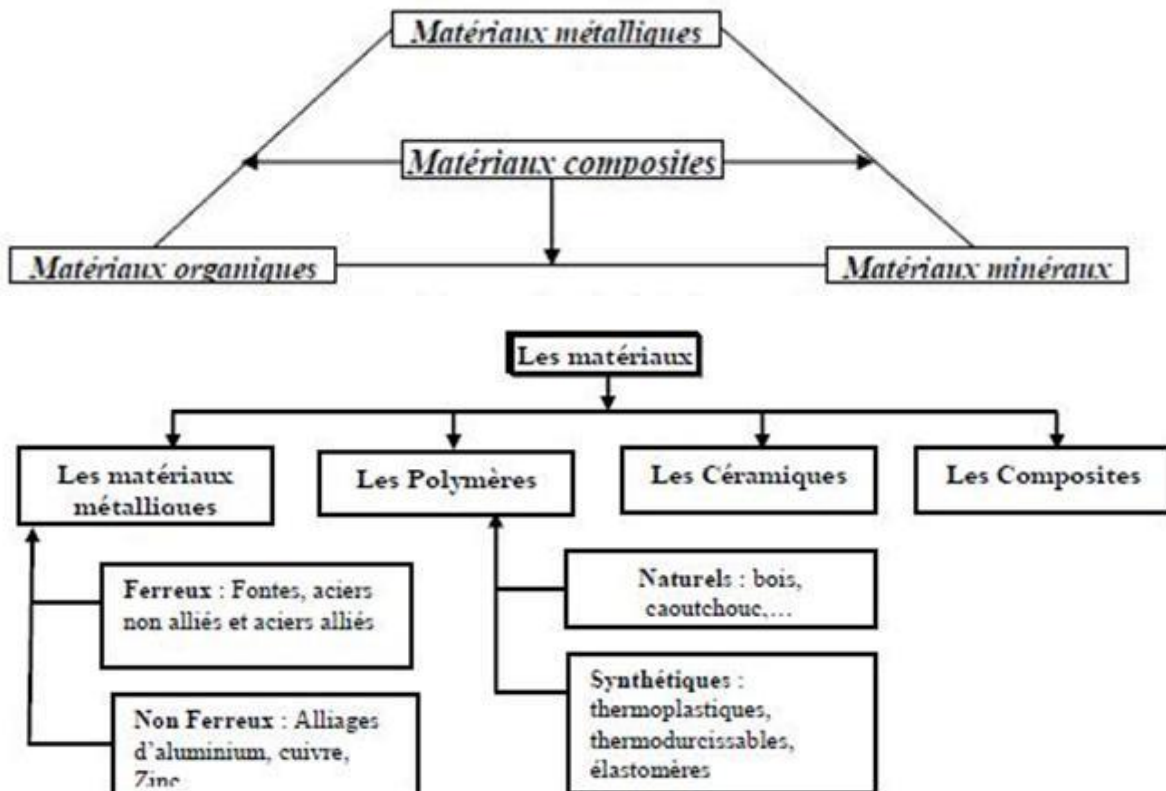
- les minéraux : ils sont extraits du sol (eau, terre, sable...)
- les organiques d'origine végétale (bois, coton, lin...)
- les organiques d'origine animale (laine, viande, lait, corne...)

### b- D'origines artificielles:

ils n'existent pas dans la nature ; il faut donc un travail humain ou animal pour transformer des matériaux naturels afin de créer de nouveaux matériaux. C'est ce qu'on appelle les matériaux de synthèse.

- les métaux que l'on extrait à partir des minéraux (cuivre, zinc, argent, aluminium, plomb...)
- les alliages qui sont des mélanges de plusieurs métaux (bronze, laiton, zamac...)
- les plastiques que l'on crée à partir d'éléments naturels comme le bois, le charbon et le pétrole... (PVC, caoutchouc, polystyrène, polyamide, Nylon...).

Ces matériaux peuvent être regroupés en grandes familles selon l'organigramme suivant :



*Classification des matériaux*

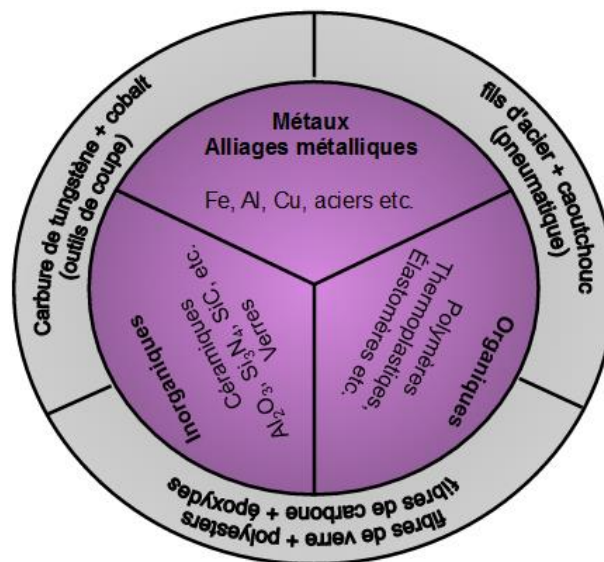
Le choix d'un matériau, dans une utilisation, dépend de plusieurs critères :

- \* Caractéristiques mécaniques : limite élastique, dureté, résilience, ténacité, ductilité...
- \* Caractéristiques physico-chimiques : masse volumique, point de fusion, conductibilité électrique et conductibilité thermique, comportement à la corrosion, vieillissement...
- \* Caractéristiques de mise en oeuvre : usinabilités, soudabilité, trempabilité...
- \* Caractéristiques économiques : prix, disponibilité, expérience industrielle

Le classement entre grandes familles de matériaux repose en grande partie sur le type de liaison entre les atomes. Il faut le considérer comme indicatif, le passage d'une catégorie à

l'autre pouvant se faire en fonction de la composition chimique et des conditions de mise en œuvre (exemple des verres métalliques).

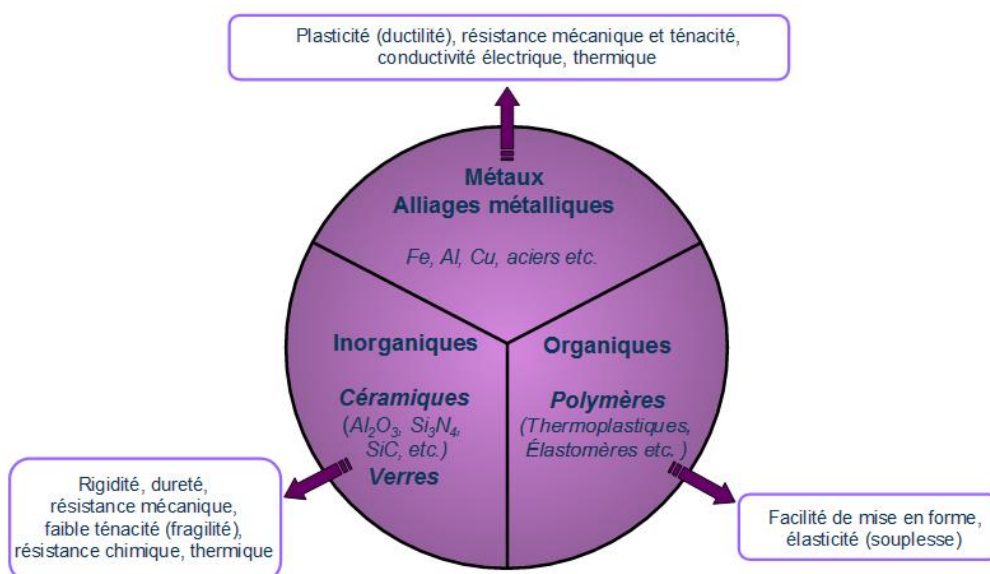
Les composites réalisant généralement une combinaison de ces différentes propriétés, optimisée selon l'emploi du matériau considéré. La figure ci-dessous montre quelques possibilités ou combinaisons pour l'obtention des matériaux composites.



Les différentes possibilités d'obtention des matériaux composites.

### 3. Les grandes classes de matériaux

Les matériaux peuvent être classés, selon leurs natures, en plusieurs classes.



Les grandes familles de matériaux.

### **3. 1. Les métaux:**

Les métaux sont des matériaux dont les éléments chimiques ont la particularité de pouvoir former des liaisons métalliques et perdre des électrons pour former des cations (exemple :  $\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^{2+}$  ou  $\text{Fe}^{3+}$ ). Ils peuvent être caractérisés aussi bien de manière physico-chimique que de manière électronique.

Les métaux se caractérisent par plusieurs particularités physiques. Ils sont de bons conducteurs électriques, cette caractéristique se mesure soit grâce à la conductivité soit grâce à son inverse, la résistivité. Ils sont aussi de bons conducteurs thermiques et possèdent un éclat lumineux.

Ils sont généralement paramagnétiques voire ferromagnétiques. Leur température de fusion et de vaporisation sont en général élevées. Les métaux sont pour la plupart ductiles et relativement tenaces et l'association de leur ténacité et de leur ductilité est un atout majeur pour leur mise en forme. Par contre, après mise en forme, on peut facilement donner aux alliages métalliques une bonne résistance mécanique par des traitements thermiques appropriés grâce à la précipitation de phase durcissantes (durcissement structural). Du fait de leur plasticité, leur tenue à la fatigue peut poser des problèmes et ils sont de plus souvent sensibles à la corrosion. Enfin, les métaux sont en général des matériaux lourds et denses ce qui est parfois un handicap.

Du point de vue mécanique, ils se caractérisent par des propriétés telles que leur module d'élasticité (généralement élevé, de l'ordre de plusieurs GPa), leur dureté, leur ductilité, etc.

Sur Terre, on ne trouve quasiment les métaux que sous forme d'oxydes. Cependant, ils sont peu utilisés sous cette forme (sauf dans le domaine de la microélectronique). On préfère les utiliser purifiés (exemples du cuivre et de l'aluminium) ou sous forme d'alliages. L'aluminium est le métal le plus abondant dans la croûte terrestre, suivi du fer, qui est très souvent utilisé sous forme d'acier ou de fonte après ajout de carbone.

Du point de vue économique, on note deux secteurs extrêmement importants, celui de l'acier et celui de l'aluminium. En 2007, la production mondiale d'acier s'élevait à 1,3 milliard de tonnes soit une augmentation de 5,4 % par rapport à 2006. Ce secteur est actuellement dominé par l'entreprise Mittal Steel.

Le secteur de l'aluminium est quant à lui dominé par Rio Tinto Alcan. En 2008, la production d'aluminium s'est élevée à 3,1 millions de tonnes soit une augmentation de 11,5 % par rapport à 2006.

Certains matériaux s'associent pour former des alliages.

#### **3. 1. 1. Alliages à base de fer.**

Les alliages à base de fer (aciers et fontes) ont un rôle capital sur le plan technologique. Ils constituent en masse près de 90 % de la production mondiale de matériaux métalliques. Plusieurs facteurs expliquent cette importance : les alliages ferreux se prêtent facilement à une production en masse, ils sont bon marché et on peut les acquérir sous des formes très variées grâce à la diversité des traitements thermiques et des éléments d'addition. Ils ont un fort module d'élasticité et une forte limite élastique. On peut distinguer :

- \* les aciers d'usage général,
- \* les aciers de traitement thermique,
- \* les aciers à outils,
- \* les aciers inoxydables,
- \* les fontes.

L'acier est un alliage de fer et de carbone renfermant au maximum 2,1 % de ce dernier élément. La fonte contient, quant à elle, de 2,1 à 6,69 % de carbone. Contrairement à cette dernière, l'acier est un métal ductile : il peut subir des changements de forme par compression ou extension à chaud ou à froid.

Il est caractérisé par une propriété fondamentale : il «prend la trempe», c'est-à-dire qu'il est susceptible d'acquérir une grande dureté lorsqu'il est chauffé à une température suffisamment élevée et refroidi à une vitesse assez grande.

Un des défauts majeurs des aciers ordinaires est l'altération par l'action de l'atmosphère et, plus encore, par l'action des divers produits au contact desquels ils peuvent se trouver. La rouille est la première manifestation de cette altération, mais des attaques beaucoup plus profondes peuvent se produire par l'action de gaz ou de liquides plus réactifs.

### **3. 1. 2. Alliages non ferreux.**

Ils ne représentant que 10 % des matériaux métalliques utilisés dans l'industrie, mais ils les n'en restent pas moins utilisés pour certaines de leurs propriétés spécifiques : masse volumique faible, propriétés électriques, résistance à la corrosion et à l'oxydation, facilitée de mise en œuvre. Ces avantages l'emportent dans certaines applications, malgré le coût de revient plus élevé de ces alliages.

### **3. 2. Polymères : matières plastiques.**

Un polymère est une substance composée de macromolécules organiques (ou parfois minérales).

Les macromolécules sont constituées d'un enchaînement répétitif d'au moins un type de monomère. Les monomères sont reliés entre eux par des liaisons covalentes. Les chaînes de polymères interagissent entre elles avec des forces plus faibles comme les liaisons de van der Waals.

Les propriétés des polymères dépendent notamment du type de monomère(s), de la nature de leur assemblage et du degré de polymérisation.

On distingue les polymères naturels, les modifiés (polymères artificiels) et les synthétiques. On peut aussi les classer selon leur architecture. On distingue par exemple les polymères linéaires, branchés (avec des ramifications) ou non, les dendritiques (ramifications dans les trois dimensions) et les réticulés ou tridimensionnels qui forment un réseau.

Les polymères peuvent être fabriqués de diverses façons. On peut citer :

- **les homopolymères** : fabriqués avec le même monomère ;
- **les copolymères** : fabriqués avec des monomères différents.

Un autre type de classification des polymères est aussi selon leurs propriétés thermomécaniques. On distingue :

- **les polymères thermoplastiques** : ils deviennent malléables quand ils sont chauffés, ce qui permet leur mise en œuvre et les recycler ;

Dans ces polymères linéaires, ou ramifiés, obtenus par addition, les macromolécules ne sont liées entre elles que par des liaisons de faible intensité (liaisons de Van der Waals). Le comportement global du matériau dépend alors de la mobilité des chaînes les unes par rapport aux autres et de la rotation autour des liaisons C-C. L'élévation de température facilite le déplacement des chaînes les unes par rapport aux autres, le comportement d'abord vitreux, devient caoutchoutique entre la température de transition vitreuse (T<sub>g</sub>) et la température de fusion T<sub>f</sub>. La réversibilité de comportement permet la mise en forme de ces matières à l'état fondu ou caoutchoutique

- **les polymères thermodurcissables** : ils durcissent à chaud et/ou par ajout d'un durcisseur en faible proportion. Ce durcissement est en général irréversible qui les rendent non recyclables ;

Ces matières plastiques obtenues par condensation de monomères sont constituées d'un réseau tridimensionnel de macromolécules. Ce sont des matériaux amorphes et infusibles, il ne peut y avoir aucun déplacement de chaînes les unes par rapport aux autres. Lorsque la température augmente, le matériau ne devient pas visqueux, mais il conserve sa rigidité jusqu'au moment où il se dégrade. On appelle ces plastiques thermodurcissables car, en général, une élévation de température favorise la réaction de polymérisation et le degré de réticulation, donc la rigidité.

- **les élastomères** : ils présentent en général un allongement réversible très important et une température de transition vitreuse inférieure à l'ambiante. Ils sont des matériaux aux propriétés bien particulières. Ce sont des polymères de haute masse moléculaire et à chaînes linéaires. Le déplacement de leurs chaînes les unes par rapport aux autres n'étant limité que par une légère réticulation, on peut obtenir de grandes déformations élastiques totalement réversibles. Lorsque la contrainte est nulle, ces matériaux sont amorphes, leurs chaînes tendant toutefois à s'aligner au cours de la déformation, il se produit une augmentation de la rigidité. Pour obtenir un tel comportement, il faut utiliser ces matériaux à une température supérieure à leur température de transition vitreuse.

Malgré un ralentissement dû aux effets des chocs pétroliers et à la récession économique qui s'en est suivie, la production mondiale de matières plastiques n'a cessé de croître. Ce domaine demeure porteur. On peut classer les polymères en deux types, en fonction de leur comportement à la chaleur et sous pression :

- **Les thermoplastiques** se trouvent à l'état fondu (état fluide ou déformable) s'ils sont portés à une température suffisante, et sont donc susceptibles de s'écouler sous l'action d'une contrainte. Cela permet leur mise en forme par les techniques d'extrusion, d'injection, de thermoformage, etc. C'est le cas des polyoléfines (PE, PP, PMP, etc.), du PVC, du polystyrène, etc. ;

- **Les thermodurcissables** durcissent par réaction chimique. On peut citer les résines phénoplastes, polyépoxydes, certains polyuréthanes.

Du fait de leurs propriétés intéressantes, les polymères ont peu à peu envahi les industries et la vie quotidienne en remplaçant les matériaux traditionnels.

### 3. 3. Céramiques.

Celles-ci sont composées d'éléments métalliques et non métalliques. Elles sont généralement des oxydes, des nitrures, ou des carbures. Le groupe des céramiques englobe une vaste gamme de matériaux, comme les ciments, les verres, les céramiques traditionnelles faites d'argile, etc.

La structure cristalline des céramiques est plus complexe que celle des métaux, car au moins deux éléments chimiques différents sont présents. Il existe des céramiques ioniques, composées d'un métal et d'un non-métal (par exemple: NaCl, MgO) et les céramiques covalentes, composées de deux non métaux ou d'éléments purs (diamant, carbure de silicium, etc.). La structure des joints de grain est également plus complexe car des interactions électrostatiques entraînent des contraintes d'équilibre supplémentaires. Les ions de signes contraires ne doivent donc pas se toucher. C'est pourquoi la céramique présente une certaine porosité (environ 20 % en volume).

Elles sont caractérisées par des liaisons fortes, ce qui se traduit dans la pratique par une très bonne tenue en température et une excellente rigidité élastique. La faible tendance à



la plasticité qui en résulte rend ces matériaux fragiles, peu tenaces, peu ductiles, mais en revanche, résistants à l'usure.

Ces matériaux ont de hauts points de fusion et une bonne résistance à la corrosion. Les céramiques techniques de qualité ont tendance à être chères. Les céramiques ont de nombreux avantages :

- propriétés mécaniques : elles présentent, comme les métaux, un module de Young bien défini, c'est-à-dire que le module reste constant pendant l'application d'une charge (contrairement au polymère dont l'élasticité n'est pas linéaire). De plus, elles ont la plus grande dureté de tous les matériaux, et sont d'ailleurs utilisées comme abrasifs pour couper (ou polir) les autres matériaux ;
- résistance aux chocs thermiques en raison d'un faible coefficient de dilatation ;
- bonne résistance chimique ;
- résistance à la corrosion ;
- isolations thermique et électrique.

Par contre, leur principale faiblesse est d'être prédisposée à rompre brutalement, sans déformation plastique en traction (caractère fragile) ; les porosités « affaiblissent » le matériau en entraînant des concentrations de contrainte à leur voisinage. La fragilité des céramiques rend impossible les méthodes de laminage ou de forgeage utilisées en métallurgie.

### **3. 3. 1. Les verres.**

Ils sont essentiellement des solides obtenus par figeage de liquide surfondu. Les quatre principales méthodes de fabrication du verre sont le pressage, le soufflage, l'étirage et le fibrage.

Les verres sont des silicates non cristallins qui contiennent d'autres oxydes (CaO, par exemple) qui en modifient les propriétés. La transparence du verre est l'une de ses propriétés les plus importantes.

Ceci est dû à sa structure amorphe et à l'absence de défauts de taille supérieure à la fraction de micromètre. L'indice de réfraction d'un verre est d'environ 1,5. Pour ce qui est de leurs propriétés mécaniques, les verres sont des matériaux fragiles, mais des traitements thermiques ou chimiques peuvent y remédier.

### **3. 3. 2. Quelques applications des céramiques**

#### **3. 3. 2. a. Céramiques dans l'automobile**

Cette utilisation se réduit à des composants du moteur. Leurs buts sont d'améliorer l'isolation thermique, la résistance à l'usure par frottement, d'alléger les pièces en mouvement. L'isolation thermique est l'un des points forts des céramiques, ainsi la préchambre de combustion (moteur diesel), la tête de piston et les soupapes d'échappement sont revêtues d'écrans thermiques en céramique. Pour améliorer le rendement du turbocompresseur, certains fabricants ont envisagé la conception du conduit d'échappement ainsi que la turbine en céramique.

On utilise pour ces applications des inserts en zircon ( $ZrO_2$ ) et de titanate d'aluminium ( $Al_2TiO_5$ ). La résistance à l'usure par frottement est une des propriétés remarquables des céramiques. Ainsi les culbuteurs, les guides et les sièges de soupapes sont en céramique (association de zircone et de nitrure de silicium ( $Si_3N_4$ )). Par souci d'allègement des masses en mouvement, on peut utiliser du nitrure de silicium pour les axes des pistons, les soupapes.

### **3. 3. 2. b. Céramiques pour les outils de coupe.**

Dans ce cas, on utilise principalement les propriétés de dureté et de tenue à haute température.

Ainsi l'usinage des fontes, des aciers et des superalliages à base de nickel et de cobalt peuvent être exécutés avec des plaquettes en céramique. Pour les premiers, on utilisera l'alumine ( $Al_2O_3$ ), pour les seconds, le nitrure de silicium. Le taux d'enlèvement est nettement amélioré (2 à 5 fois par rapport aux plaquettes carbures) même si le volume enlevé reste du même ordre. Le tournage continu est résolu par l'utilisation des céramiques mais le fraisage pose le problème des chocs.

### **3. 3. 2. c. Céramiques en biomécanique**

La chirurgie et l'art dentaire font de plus en plus appel aux nouveaux matériaux pour une bonne biocompatibilité, une bonne tenue à la fatigue et une résistance élevée à la corrosion. Les céramiques utilisées comme remplacement des tissus durs (os, dents) peuvent être classés en trois groupes selon leur réaction avec le milieu physiologique :

- \* les céramiques inertes ou biodégradables (alumine)
- \* les céramiques bioactives (bio verres...) qui permettent une liaison entre le tissu et l'implant,
- \* les céramiques bio résorbables (phosphate de calcium) qui permettent la repousse des tissus.

### **3. 3. 2. d. Céramiques dans le nucléaire**

Dans le nucléaire, les céramiques sont utilisées comme combustible : céramiques à base d'uranium, produits remplaçant l'uranium métallique pour les réacteurs à haute puissance. On les utilise aussi comme barre de contrôle. Matériau très absorbant neutronique, il sert à contrôler la réaction de fission nucléaire. Les céramiques servent globalement à la protection thermique et neutronique.

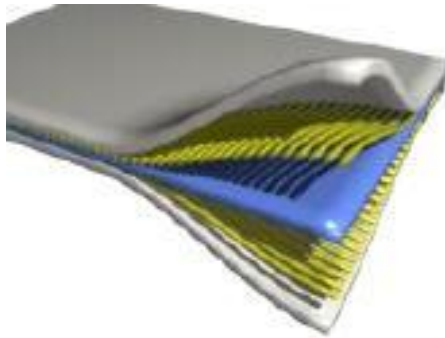
## **3. 4. Matériaux composites**

Un matériau composite est un matériau qui associe deux ou plusieurs matières différentes, appartenant parfois à deux classes distinctes, pour obtenir une combinaison de propriétés qui tire avantage de chacun. C'est aussi un mélange de deux matériaux (ou plus) de base, distincts à l'échelle macroscopique, ayant des propriétés physiques et mécaniques différentes.

Ce mélange est effectué de manière à avoir des propriétés optimales, différentes et en général supérieures à celles de chacun des constituants.

Un composite est constitué au moins d'une matrice (liant) et d'un renfort. Les constituants sélectionnés (certains sont multifonctions) peuvent améliorer les propriétés suivantes : rigidité, résistance thermomécanique, tenue à la fatigue, résistance à la corrosion, étanchéité, tenue aux chocs, au feu, isolations thermique et électrique, allègement des structures, conception de formes complexes.

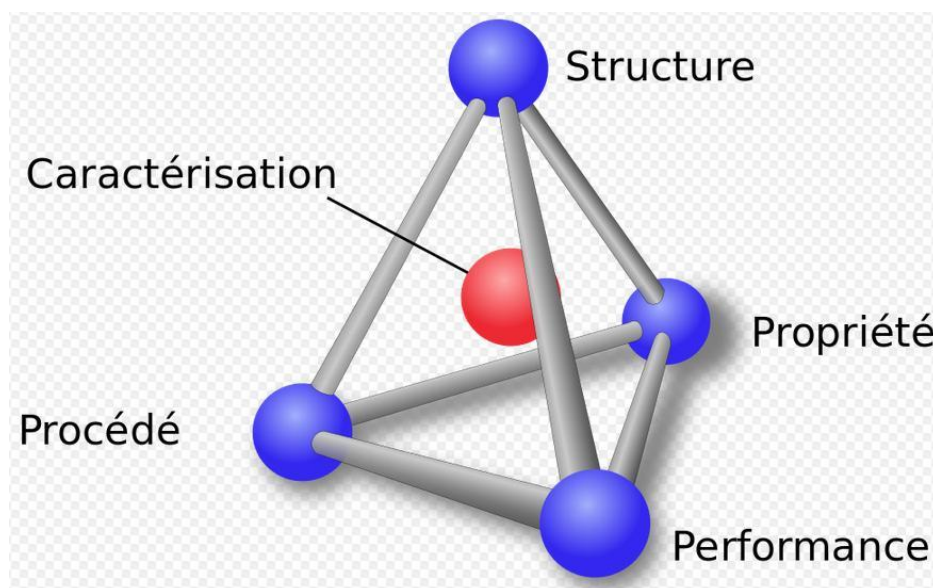
- la matrice est un liant qui protège les fibres et transmet également les sollicitations aux fibres ;
- le renfort ou les fibres apportent la tenue mécanique et supportent les sollicitations ;
- les charges et additifs améliorent les caractéristiques du matériau. Les charges abaissent souvent le coût de la matière (effet de dilution). Exemples d'additifs : anti-UV, fongicides, antioxydants.

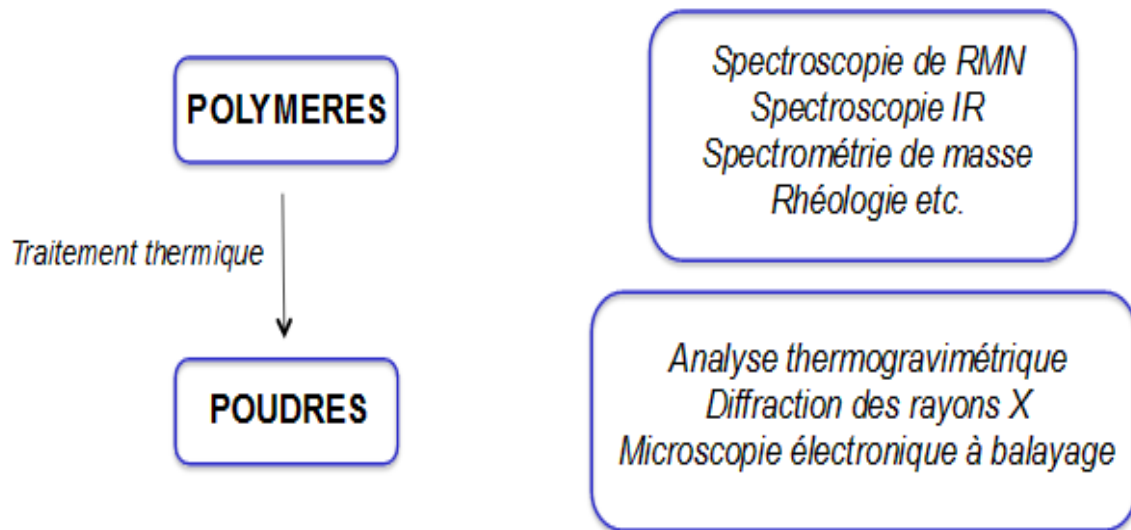


*Exemple de matériau composite*

## **II- Méthodes de caractérisation des matériaux.**

Il est indispensable pour appréhender un matériau de le caractériser, c'est-à-dire d'en analyser les propriétés. Il existe de nombreuses techniques de caractérisation des matériaux qui reposent sur différents principes physiques de base : les interactions rayonnement-matière, la thermodynamique et la mécanique.





*Exemple de caractérisation des polymères et poudres.*

## **II.1. Examens métallographiques.**

Pour caractériser certains matériaux, on s'aide de plusieurs types de méthodes (observations : à l'œil nu, observation au microscope, essais : mécaniques, ou autres) et ce en se basant sur certaines propriétés de ces matériaux. Dans ce qui suivra on va s'intéresser dans cette partie aux méthodes de caractérisation de matériaux par des examens métallographiques.

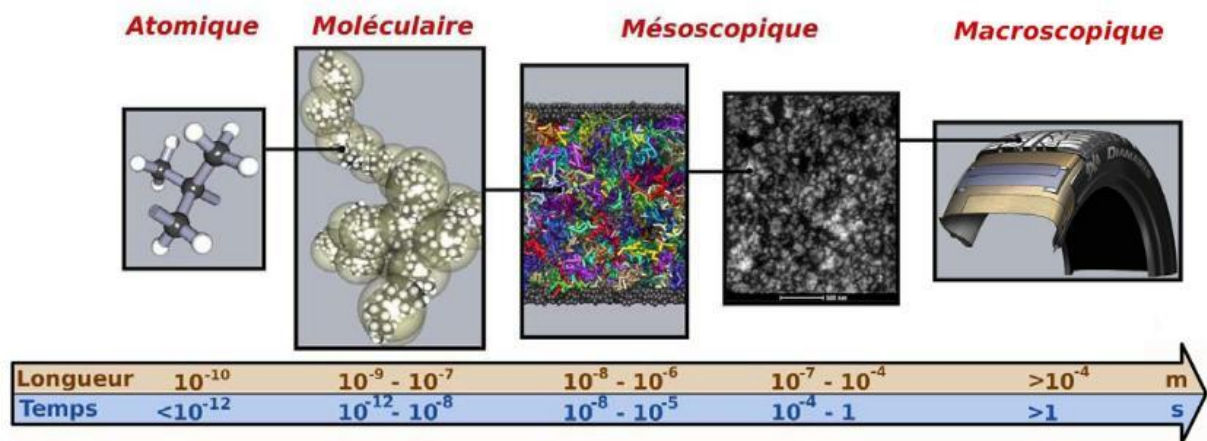
### **a. Généralités sur la métallographie.**

La Métallographie étudie la structure cristalline des métaux et des alliages, et les relations entre cette structure et les propriétés physiques des métaux.

Les principaux outils utilisés en métallographie sont le microscope et le générateur de rayons X. L'observation au microscope, d'échantillons convenablement préparés, permet de déterminer la taille, la structure et l'orientation des cristaux du métal. Grâce à de telles observations, les métallurgistes peuvent fréquemment identifier un métal ou un alliage, découvrir d'éventuelles impuretés et vérifier l'efficacité des traitements de trempe et de recuit. Les échantillons de métaux utilisés pour l'observation métallographique sont généralement parfaitement polis puis décapés au moyen d'acides dilués. Ce traitement révèle la structure granulaire du métal en entamant les zones situées aux frontières des grains, ou en attaquant un des constituants d'un alliage.

## b. Échelles d'examens métallographiques

L'échelle moléculaire est la première étape pour accéder à la topologie des chaînes polymères, même si certaines propriétés nécessitent une description de la matière à plus grande échelle. L'échelle mésoscopique fait donc le lien entre l'échelle moléculaire et l'échelle macroscopique, dans le but d'obtenir une relation structure-propriétés du produit fini.



*Approche hiérarchique bottom-up nécessaire à la compréhension des propriétés de matériaux polymères. À l'échelle atomique, la microstructure des polymères est accessible (distinction des motifs monomères).*

## II.2. Examens micrographiques.

Mettre en évidence les constituants des produits métallurgiques (métaux purs, combinaisons, solutions solides, eutectique et eutectoïde). Pour cela, on procède à l'examen au microscope par réflexion d'une surface polie et généralement attaquée.

Cette observation se fait par microscope caractérisé par un ou plusieurs grossissements:

- Microscope électronique: dont les grossissements varient entre 25 et 1500.
- Microscope électronique: il permet des grossissements très élevés jusqu'à  $5 \times 10^5$ .

## II.3 Examens macrographiques

La macrographie est examen d'ensemble, fait à l'œil nu ou avec des instruments à faible grossissement (loupe) d'un produit métallurgique poli et attaqué. Sa technique ne présente aucune différence essentielle avec celle de la micrographie. Il est beaucoup utilisé pour les aciers.

### a. Les essais mécaniques.

Les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux, du module d'Young à la limite d'élasticité, en passant par la

ténacité ou la résistance à la fatigue, et ce dans des conditions variables, par exemple de température ou de vitesse de sollicitation.

Ils sont donc des expériences dont le but est de caractériser les lois de comportement des matériaux qui établissent une relation entre les contraintes (pression=force/surface) et les déformations (allongement unitaire adimensionnel). Il ne faut pas confondre une déformation avec un déplacement ou une dilatation.

Cependant, la déformation d'une pièce dépend de la géométrie de la pièce et de la manière dont sont exercés les efforts extérieurs sur cette pièce. Il faut donc normaliser les essais. Ces normes définissent donc :

- la forme de la pièce d'essai dont on teste le matériau, on parle alors d'éprouvette normalisée;
- Comment sont exercés les efforts sur l'éprouvette, on parle alors d'essai normalisé.

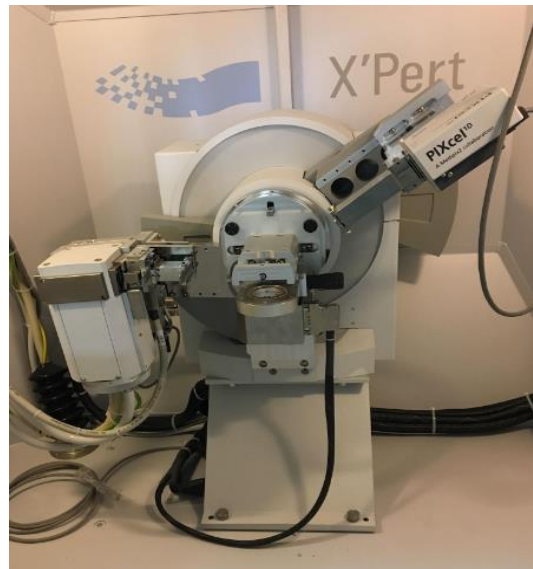


*Poutre en composite sur une machine de traction pour un test de flexion trois points.*

### III- Moyens de caractérisation des matériaux.

#### 1- ANALYSE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X SUR POUDRE.

Utilisé pour l'analyse qualitative et quantitative de phase, la détermination de la structure de la cristallographie.



*Diffractomètre pixel 1D*

Les pics de diffraction des rayons X sont produits par interférence constructive d'un faisceau monochromatique de rayons X diffusé à des angles spécifiques de chaque jeu de plans réticulaires compris dans un échantillon.

Le test de caractérisation est réalisé sur un échantillon après préparation pour voir les différentes intensités des pics qui caractérisent la distribution des atomes à l'intérieur du réseau.

##### **a- Descriptif de service à fournir et caractéristiques**

Le C.R.A.P.C dispose d'un diffractomètre D8 Advance Eco (de marque Bruker), fonctionnant avec un tube au cuivre ( $\lambda=1,54\text{\AA}$ ). L'équipement est dédié à l'étude d'échantillons polycristallins (pulvérulents ou massifs).

Cette technique permet l'analyse des phases cristallines contenues dans un échantillon. Des informations sur la microstructure de celui-ci (taille des cristallites, micro contraintes) peuvent également être extraites.

La diffraction des rayons X repose sur l'enregistrement d'un diffractogramme, qui permet de:

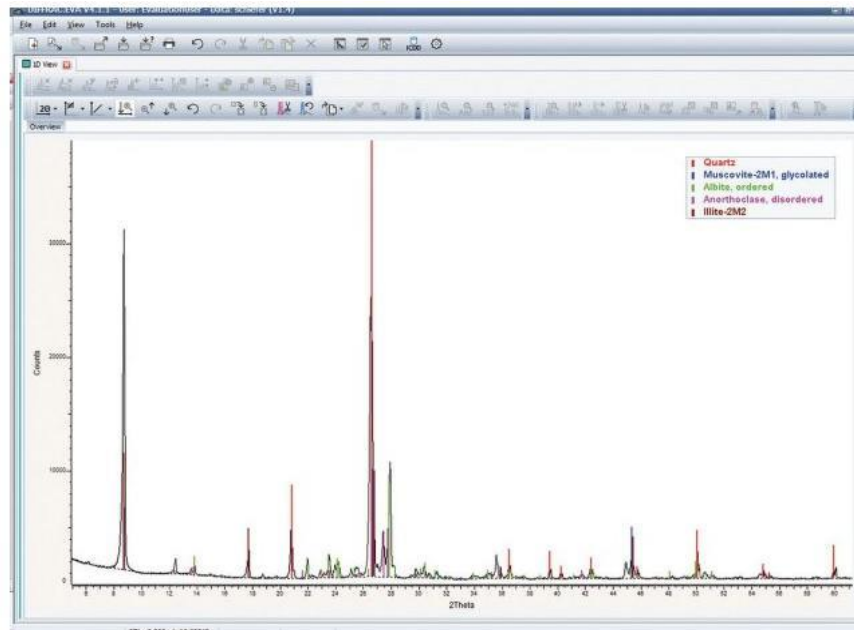
- identifier/quantifier les phases.
- calculer les paramètres cristallographiques.
- déterminer de la taille moyenne des cristallites par différentes méthodes (Scherrer, Williamson-Hall).



### **b-Caractéristiques de l'équipement :**

- **Goniomètre**
  - Géométrie « Bragg-Brentano » en Thêta-Thêta (l'échantillon reste toujours horizontal)
  - Diamètre de focalisation : 500 mm
- **Tube à rayons X « Céramique »**
  - Anode Cu
  - Alimentation du tube : 33 kV, 45 mA.
- **Détecteur PSD (Position Sensitive Detector)**





### **b- Application et Utilisateurs potentiels.**

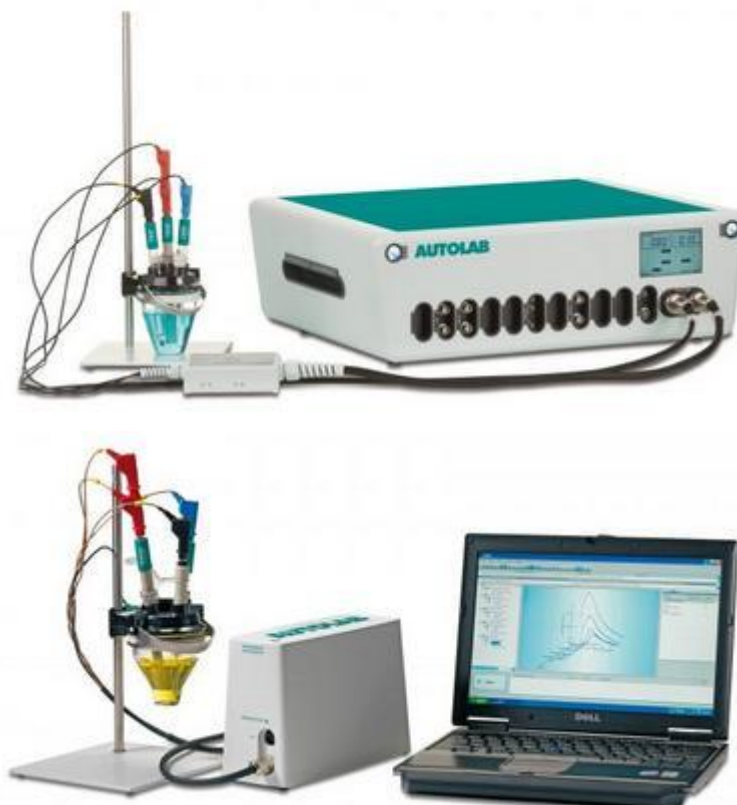
- Détermination de la composition de mélanges de phases cristallisées.
- Céramiques, composites, catalyseurs, ciments.
- Analyses structurales de solides cristallisés (organiques ou minéraux, purs ou en mélanges, sous forme pulvérulente).
- Détermination des structures cristallines (organiques, inorganiques, organo-métalliques)
- Polymères cristallisés.
- Biomatériaux, Nanomatériaux.
- Couches minces.

Les domaines d'application sont très variés : chimie, physique, métallurgie, géologie, cimenterie, pharmaceutique...

## 2- ANALYSE ELECTROCHIMIQUE.

### a- Descriptif de service à fournir et caractéristiques.

- Le C.R.A.P.C dispose d'un équipement électrochimique dédié à l'étude d'échantillons liquide (espèces minérales/organiques) ou solide (métaux et alliages).
- Les méthodes électrochimiques (Chaine électrochimique) sont des techniques d'analyses et de caractérisations des matériaux organiques ou inorganiques, espèces minérales ou organiques en solution et matériaux métalliques (métaux et alliages métalliques).



Les méthodes électrochimiques telles que la voltamétrie cyclique, voltamétrie à onde carrée, la voltamétrie impulsionnelle, l'impédance électrochimie, la polarisation linéaire, chronoampérométrie et chronocoulométrie ont été utilisées pour étudier la corrosion des métaux et des alliages métalliques.

### **b-Application et Utilisateurs potentiels**

- Etudier la corrosion des échantillons métalliques ;
- Etudier le comportement inhibiteur des molécules organiques ou inorganiques ;
- Etudier le comportement électrochimique et électrocatalytique des molécules organiques ou inorganiques ;
- Etudier la limite de détection des polluants.

### 3- ANALYSE SPECTROMETRE DE FLUORESCENCE A RAYONS FRX.

#### 1- Descriptif de service à fournir et caractéristiques

La FRX est une méthode d'analyse spectroscopique de la matière, se basant sur le principe de la fluorescence des rayons X. C'est l'une des méthodes les plus couramment utilisés pour la détermination qualitative et quantitative de la composition élémentaire d'un échantillon sous forme liquide, massif ou poudre. L'analyse élémentaire globale permettant d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques du Béryllium (Be) à l'Uranium (U).



*Spectromètre de fluorescence à rayons X de tube ZSX Primus II*

#### **a- Caractéristiques de l'équipement :**

- L'Analyse des éléments de Be à U .
- Micro-analyse pour analyser des échantillons aussi petits que 500  $\mu\text{m}$ .
- Fonctionnalité de cartographie pour la topographie élémentaire / distribution
- Le tube de 30 $\mu$  offre des performances d'éclairage supérieures.



### **b-Application et Utilisateurs potentiels**

- Recherche & Développement
- Cimenterie
- Métaux et alliages
- Environnement
- Polymères et plastiques
- Revêtements et films minces
- 

### **2- Principe.**

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X notamment. Chaque atome, ayant une configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propres. C'est le phénomène de fluorescence X qui est une émission secondaire de rayons X, caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique.

## 4- ANALYSE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE MEB - EDX.

La caractérisation par Microscope Electronique à Balayage MEB-EDX (SEM-EDX) qui Est une technique puissante et incontournable de caractérisation microstructurale des matériaux, nous a permet de visualiser des caractères morphologiques avec un agrandissement élevé et une profondeur de champ accrue.



*Microscope Electronique à Balayage MEB-EDX (SEM-EDX).*

Le MEB permet de réaliser des observations morphologiques détaillées de l'ordre du centième à nanomètre, grâce à la profondeur de champ. Les images qui résultent ont une qualité de définition tridimensionnelle. Sous l'impact du faisceau d'électrons, il y a rétro diffusion d'électrons du faisceau incident, émission d'électrons secondaires de faible énergie, provenant de l'ionisation des atomes de l'échantillon, et émission d'électrons Auger et de rayons X caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon.

### **Descriptif de service à fournir et caractéristiques**

L'utilisation de ce microscope au sein de notre centre de recherche est principalement dédiée pour répondre aux différentes demandes d'analyse qualitative et semi quantitative par :

- La caractérisation micro-structurales des matériaux.

- **La micro-analyse élémentaire ponctuelle ou globale** : Par la spectrométrie des rayons x.



- **La cartographie** : Pour obtenir une répartition des éléments avec une attribution d'une couleur par élément.
- **Le profil de concentration** : En faisant une série de points d'analyses sur une ligne pour mettre en évidence les phénomènes de diffusions.

### **Application et Utilisateurs potentiels**

Cette technique s'applique à de nombreux secteurs allant de l'industrie à la recherche, comme par exemple la.

- Caractérisation morphologique des oxydes, argiles, zéolithes, polymères.
- Identification d'alliages métalliques.
- Détermination de la nature de revêtements sur coupe métallographique.
- Identification des phases présentes dans une microstructure.
- Caractérisation des pollens et control de qualité des miels.

## 5- LA METALLOGRAPHIE PAR MICROSCOPIE OPTIQUE.

La métallographie par microscopie optique sert à observer la microstructure du matériau.

- a- Microscope optique qui contient 4 phases avec un agrandissement de 50 jusqu'au 400.
- b- Microscope optique à haute résolution 3D.
- c- Microscope optique piloté un logiciel qui traite les images de métallographies.



*Microscopes optiques*

## 6- CARACTERISATION MECANIQUE PAR DUROMETRE.

Les essais de dureté peuvent s'effectués sur un duromètre de type (Wilson Rockwell 574) qui mesure typiquement la dureté des métaux et d'alliages comme l'acier, le cuivre ou l'aluminium.

Les caractéristiques de l'appareil sont :

- a) une grande performance de mesure de profondeur de haute précision pour des tests précis et reproductibles.
- b) facilité d'utilisation avec un système de freinage automatique puissant en précharge qui assure une opération sans couture, ainsi qu'une application de charge de haute précision. Le port USB intégré permet un transfert de données.



*Duromètre Wilson. Rockwell .574*



## **Bibliographie.**

[1] Le Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico- Chimiques (C.R.A.P.C)

[2] Cours de caractérisation des matériaux au profil des étudiants de 1ere année licence génie mécanique, Institut Supérieur des Etudes Technologiques de Gafsa Département de Génie Mécanique.