Circulaire d'information de la Direction des Mines CI 176

TRAITEMENTS MÉTALLOGRAPHIQUES DE MÉTAUX NON FERREUX À L'ÉTAT POLI

par

R. I. Hamilton* et E. F. Connors**

RÉSUMÉ

Les auteurs décrivent les divers procédés qui ont constamment donné de bons résultats dans la préparation des échantillons métallographiques. Ils analysent le choix et l'utilisation de ces procédés pour les divers alliages selon le genre d'examen qui doit être fait. Ils indiquent comment éviter certaines erreurs et donnent des renseignements sur nombre de points d'importance mineure qui, pris dans leur ensemble, peuvent améliorer considérablement la technique.

ABSTRACT

Various methods that have been shown to give consistently good results in the preparation of metallographic samples are described. The selection and application of these techniques to the various alloys is discussed relative to the class of examination required. The avoidance of certain pitfalls is discussed and information is given on a number of minor points that collectively can lead to a considerable improvement in technique.

*Agent technique et **technicien, Section des métaux non ferreux, Division de la métallurgie physique, Direction des Mines, Ministère des Mines et des Relevés techniques, Ottawa, Canada.

*Technical Officer, and **Technician, Non-Ferrous Metals Section, Physical Metallurgy Division, Mines Branch, Department of Mines and Technical Surveys, Ottawa, Canada.

TABLE DES MATIERES

Page

Résumé i
Abstract i
Introduction 1
Montage des échantillons pour la métallographie ; matériaux de montage 3
Techniques particulières de montage 6
Liste des plastiques utilisés et résumé des procédés de durcissement 9

Plastiques phénoliques. Diallyl phthalate.
Polychlorure de vinyle. Méthacrylate de méthyle.
Plastique C-32.
Adhésif Eastman 910. Époxyde. Acrylique dentaire.

Cause et effet de mauvais procédés de montage 14

A. Résines thermodurcissables 14

B. Résines thermosplastiques 16

C. Résines durcissables à froid 17

Meulage et polissage, généralités 19
Procédés de meulage (A à G) 22
Techniques détaillées de préparation de divers métaux
Aluminium et alliages d'aluminium 26
(a) Mesure de grains d'alliages d'aluminium de fonderie 26
(b) Polissage de finition d'alliages d'aluminium de fonderie 27
(c) Mesure de grains d'alliages d'aluminium corroyés 28
(d) Polissage de finition d'alliage d'aluminium corroyés 29

Page

Antimoine, bismuth et alliages 30
Cuivre, nickel et alliages 32
Revêtements galvanisés 36
Plomb, étain, cadmium, zinc et alliages 37
Magnésium et alliages de magnésium 38

Annexe - Fournisseurs

INTRODUCTION

Le présent rapport est un résumé des procédés utilisés à la Section des métaux non ferreux de la Division de la métallurgie physique de la Direction des Mines pour obtenir des surfaces polies appropriées pour l'usage prévu. Ceux qui connaissent déjà les procédés métallographiques se rendront compte qu'il y a plusieurs façons d'obtenir un fini parfait. Le traitement des échantillons exige toujours beaucoup d'art et d'habileté, et la "meilleure" méthode doit, non seulement répondre à certaines exigences techniques, mais elle doit aussi s'adapter aux limites et aux particularités de l'équipement et du technicien. Cependant, les techniques décrites ici, appliquées avec intelligence par un grand nombre de techniciens dans des conditions normales de laboratoire, ont abouti à des résultats uniformes. Comme nous recevons fréquemment des demandes de renseignements sur les techniques de polissage et que beaucoup de techniciens d'autres ministères et de l'industrie ont reçu leur formation en métallographie à nos laboratoires, il nous paraît opportun de vous offrir un résumé complet de nos techniques actuelles. Nous espérons que le présent rapport permettra de réduire la durée de la formation de nos propres techniciens et des autres, qu'il complétera les connaissances de ceux qui ont déjà reçu leur formation, et que sa mise à jour contribuera à l'adoption de nouvelles méthodes perfectionnées grâce à la simplification de la référence et de la comparaison des techniques conçues pour les différents métaux.

Chaque jour, un nombre relativement élevé d'échantillons de toute une gamme de matériaux sont soumis au traitement métallographique, de sorte que nous avons jugé nécessaire de diviser le travail en trois catégories distinctes en fonction de la qualité du fini, chaque catégorie étant traitée selon une méthode différente.

La première catégorie subit un polissage grossier qui consiste en un traitement rapide approprié pour le comptage des inclusions ainsi que pour déterminer la porosité et les dimensions des grains pour fin de contrôle. Comme un certain nombre d'inclusions est enlevé, que le relief est prononcé et qu'il reste beaucoup de stries, la première catégorie de polissage n'est pas appropriée pour d'autres fins. La deuxième catégorie subit le polissage "ordinaire" qui se caractérise par une augmentation du nombre d'étapes, chacune exigeant un peu plus de temps. La surface polie ne compte que quelques stries et les inclusions sont intactes. Il est vrai qu'il y a du relief mais il est peu prononcé. Ce traitement est approprié pour la plupart des fins comme les relevés de microdureté et la comparaison des structures; il convient assez bien à la photomicrographie monochrome à grossissement relativement faible lorsqu'on utilise un éclairage direct. Il ne se prête pas au fort grossissement ni à la photomicrographie polychrome ni à l'utilisation d'un éclairage indirect. La troisième catégorie est soumise à un polissage de finition, ce qui implique qu'on veille surtout à ce que la surface polie révèle la véritable structure du métal, les inclusions étant intactes, les bords bien définis et le relief réduit au minimum. Ces échantillons sont presque toujours montés dans une matière plastique convenable avant le polissage, et après le polissage ils peuvent être utilisés pour n'importe quel examen. Ce traitement est exigé pour la photomicrographie polychrome et pour le contraste de phase.

Les métaux habituellement polis comprennent le magnésium, l'aluminium, le cuivre, le nickel, le zinc, l'étain, le plomb et leurs alliages, les métaux galvanisés et ayant un autre revêtement et d'autres métaux en plus petite quantité comme le zirconium, le niobium et le cadmium.

MONTAGE D'ÉCHANTILLONS POUR LA MÉTALLOGRAPHIE; MATÉRIAUX DE MONTAGE

Voici un résumé des principales raisons pour monter un échantillon à polir:

1. il est trop petit pour qu'on puisse le polir convenablement en le tenant à la main;
2. il est friable;
3. il est fragile;
4. il faut conserver la couche de corrosion ou les écailles;
5. les bords doivent rester intacts;
6. il doit être poli automatiquement à la machine et doit avoir des dimensions normalisées pour s'adapter aux appareils de laboratoire.

D'habitude, les échantillons, assez grands pour être tenus à la main et qui ne sont polis qu'en vue de la mesure de dureté, de densité ou de grains, ne sont pas montés.

Les matériaux de montage utilisés se divisent en trois classes: les matériaux thermodurcissables, qui demandent l'application de chaleur et de pression pour durcir; les matériaux thermoplastiques, qui demandent l'application de chaleur pour être ramollis et qui doivent ensuite être refroidis sous pression; et les matériaux durcissables à température normale d'intérieur sans application de chaleur ou de pression additionnelles. Le produit de montage idéal serait un produit qu'on pourrait garder indéfiniment jusqu'au moment de l'utiliser et qui ensuite durcirait en quelques minutes à température normale d'intérieur et sans pression additionnelle et deviendrait une substance dure, dense, usinable, insensible aux produits chimiques et emprisonnant l'échantillon avec toutes ses aspérités. Les diallyl phthalate chargé de minéraux et les résines phénoliques sont représentatifs des matériaux thermodurcissables; ils donnent un bon serrage et sont faciles à polir (en particulier le diallyl phthalate), mais tendent à se détacher des surfaces après

avoir durci (en particulier les plastiques phénoliques).

Le polychlorure de vinyle est thermoplastique, s'écoule très bien et est un très bon liant. En montage il est extrêmement dur et résistant au frottement. Il semble être insensible aux produits chimiques utilisés pour le polissage et l'attaque à l'acide. Le méthacrylate de méthyle par contre, qui lui aussi est thermoplastique et a une bonne coulabilité, a tendance à s'étaler ou à entraîner un polissage en relief, et de plus, est fragile, sensible à l'adsorption d'humidité avant le moulage et sensible aux alcools après. On peut utiliser l'époxyde et les acryliques dentaires sans application de chaleur ou de pression additionnelles, mais ce sont là les matériaux les plus mous à l'état durci et ils ont tendance à être poreux. En outre, ils sont susceptibles de se rétrécir excessivement, ce qui aboutit à un mauvais sertissage de l' échantillon.

Un hybride de marque déposée qui se vend sous le nom de commerce de C-32 - - qu'on croit être à base de polyester modifié à l'aide d'une autre résine particulière -- est satisfaisant comme plastique durcissable à température normale d'intérieur*. Après catalyse, cette résine de moulage durcit au cours d'une nuit, sans application de pression et sans aucune hausse de température, pour devenir un solide dur, limpide et non poreux qui épouse l'échantillon très bien serti. Le C-32 est insensible à la plupart des produits chimiques et est un plastique usinable. Toutefois, l'utilisation d'alcool doit se faire avec soin, car l'alcool dissout lentement ce plastique.

Le diallyl phthalate chargé d'un élément minéral qui se vend en granules bleus, est utilisé lorsqu'une des exigences primordiales pour le matériel de montage est sa coulabilité à l'état colloïdal aboutissant à un bon sertissage de l'échantillon après le durcissement. On l'utilise également dans certains cas où la conservation des bords revêt une importance capitale mais toujours de pair avec un mastic pour joints et

*Se rapporter à l'annexe pour une liste de fournisseurs des différents matériaux.

parfois avec protecteur de bords. Comme les fibres de verre dans la résine chargée de verre sont susceptibles d'être enlevées au cours des dernières phases de polissage, ce qui endommage le polissoir, le matériau chargé d'amiante est indiqué pour ce genre de travail. On peut faire des moulages provisoires en mettant les granules dans un moule froid et en y appliquant une pression d'environ 8000 lb/po^2 pendant quelques secondes. On peut traiter le produit obtenu ainsi selon les règles de l'art ou bien l'emmagasiner pendant quelques jours.

Les plastiques phénoliques (comme la bakélite) se vendent en poudres ambre, en granules et ébauches noirs, rouges ou verts à charge minérale et en liquides sirupeux. La poudre ambre aboutit au montage le plus dur du genre, tandis que les granules et ébauches verts sont légèrement moins durs et les noirs les plus mous. Les liquides ne sont pas, à proprement parler, des matériaux de montage, puisqu'ils s'utilisent comme adhésifs de revêtement, de scellement ou d'imprégnation. On les utilise en y plongeant l'échantillon, en les laissant sécher à l'air et en les faisant cuire avant le montage afin d'en renforcer les bords et de conserver la couche de corrosion ou pour établir une bonne liaison. On utilise les granules et les moulages provisoires pour la plupart des échantillons, parce qu'ils se transforment en matériaux durs, denses, résistants aux produits chimiques, et faciles à meuler ainsi qu'à polir. Toutefois, ils ne s'écoulent pas aussi bien que le diallyl phthalate et, comme nous l'avons dit plus haut, ils ont tendance à se détacher des surfaces après le moulage. Lorsqu'il importe de conserver les bords, les échantillons sont scellés avant le montage.

Le polychlorure de vinyle et le méthacrylate de méthyle se vendent en poudres fines blanches. Quant à l'emmagasinage du polychlorure de vinyle, il ne semble pas y avoir d'exigence particulière, mais le méthacrylate de méthyle doit être conservé dans un contenant étanche pour éviter l'adsorption d'humidité; si on néglige cette exigence, le montage fini peut comporter un centre poreux et, dans des cas extrêmes on peut avoir un moulage complètement poreux ou un moulage qui ne fusionne pas.

Les matériaux durcissables à température normale d'intérieur se vendent en paquets doubles, à deux composants différents qui doivent être mélangés et versés dans un contenant approprié où se trouve l'échantillon. Exception faite du C-32, tous ces mélanges chimiques produisent de la chaleur, ce qui entraîne une hausse de température au cours du durcissement du moulage. On les utilise lorsque la structure de l'échantillon pourrait se trouver transformée sous l'influence de chaleur ou de pression additionnelles, comme c'est le cas de l'étain pur, de feuille de métal, de couches de corrosion, de morceaux de moule de sable. Grâce à ses caractéristiques désirables, le C-32 a presque complètement supplanté les époxydes et les acryliques dentaires pour ces usages dans nos laboratoires.

Un autre matériau, qui s'est avéré utile dans la préparation de montages métallographiques, est l'adhésif Eastman 910. C'est un liquide délayé, limpide, qui se transforme en solide clair dur lorsqu'on en fait une pellicule par écoulement, par étandage ou par compression. Son adhésion et sa résistance aux produits chimiques sont excellentes.

TECHNIQUES PARTICULIÈRES DE MONTAGE

Une des difficultés générales que l'on rencontre dans le polissage de matériaux où il importe de conserver les bords, et qu'on a mentionnés plus haut, est la séparation de l'échantillon et du plastique qui laisse un joint légèrement ouvert d'où les matières liquides peuvent s'écouler alors que le reste de l'échantillon a séché. La probabilité de cette difficulté est fonction de la dureté du moulage. Un autre joint semblable peut se produire lorsque deux spécimens en feuille ou plus sont montés dans un seul moule. Ici encore, il est désirable d'avoir un moulage dur, mais les plastiques durs se caractérisent d'habitude par une mauvaise coulabilité à l'état colloïdal, ce qui augmente la probabilité de vides entre les échantillons voisins. Le plastique phénolique liquide (laque de bakélite TV1114) et l'Eastman 910 sont des adhésifs capables de remédier à ces défauts. Nous avons déjà parlé

de l'application de la laque, mais on peut utiliser le 910 de plusieurs façons. Quant aux échantillons en feuille, on en fait un ensemble de deux échantillons ou plus attachés au moyen de l'adhésif, enveloppés de feuille de métal et ensuite montés. Lorsque la conservation des bords est importante, l'ensemble se compose de papier de nettoyage d'objectif, de Kleenex ou de papier filtrant chargé d'adhésif où l'on a interfolié les échantillons; le choix du papier dépend du degré voulu de séparation entre les échantillons voisins.

Lorsqu'il s'agit d'examiner un revêtement, on a parfois avantage à réaliser une augmentation apparente de l'épaisseur de l'échantillon. Cette augmentation apparente peut facilement être obtenue selon la méthode de découpage angulaire suivante. On pratique une entaille suivant un angle connu dans l'un des côtés d'un méplat et on applique l'échantillon sur la nouvelle face au moyen de l'adhésif 910. L'ensemble est ensuite monté dans un des plastiques granulaires ou dans le C-32, le dos du méplat apparaissant à la base du montage. Après avoir durci, le montage est meulé avec soin à partir du dos du méplat jusqu'à ce que l'échantillon soit visible. Ce procédé aboutit à une amplification apparente de la hauteur de l'échantillon, car, en effet, la hauteur du triangle est devenue l'hypoténuse. Par exemple, avec un angle d'entaille de 5.5 degrés, on obtient une hypoténuse dix fois supérieure à l'arrête. En pratique, on usine des bandes de 1 pied de long avec une entaille d'angle connu pratiquée dans un côté. Ensuite, on en découpe de petites tranches dont on se sert comme dispositifs de montage non réutilisables.

Pour préparer un fil d'un calibre supérieur à 20, forez un trou d'environ deux fois le diamètre du fil dans un moulage provisoire. Enfichez le fil dans le trou et tassez de la bakélite couleur d'ambre. Traitez cet ensemble selon les règles de l'art. Ce procédé donne non seulement une bague de plastique très dur autour de chaque fil, ce qui contribue à la conservation des bords, mais garantit aussi le montage du fil en véritable coupe transversale. Des fils d'un calibre inférieur à 20 sont d'habitude réunis en faisceaux et chaque faisceau est traité comme un seul fil plus gros.

On peut utiliser une variation de ce procédé pour les échantillons en feuille, lorsqu'on désire obtenir une véritable coupe transversale. La feuille est alors placée dans une échancrure pratiquée dans le moulage provisoire et on tasse de la bakélite couleur d'ambre avant de continuer le procédé.

On monte les échantillons de forme irrégulière, qui ne demandent pas de conservation des bords, en les plaçant sur le plateau inférieur de la presse, avec un moulage provisoire placé dessus; ensuite on ferme la presse et on continue le procédé. S'il importe de conserver les bords, on peut enduire l'échantillon de laque avant le montage, ou bien, faire une petite couronne à l'intérieur de la chambre de moulage au moyen de plastique granulaire; mettez l'échantillon au centre de la couronne et versez de la bakélite couleur d'ambre dans l'espace entre l'échantillon et la couronne en plastique. Ensuite, couvrez le tout d'un moulage provisoire et continuez le procédé.

Pour les matériaux fragiles ou les pièces de forme anormale, qui pourraient être déformés si on se servait de moulages provisoires, utilisez des plastiques en poudre ou granulaires ou bien du C-32. On peut enduire l'échantillon de laque de bakélite avant le montage, surtout lorsque le matériau a un revêtement friable.

Les montages, faisant intervenir le chauffage et la pression, sont chauds à la fin du traitement et doivent être refroidis à la température ambiante. On ne doit pas accélérer leur refroidissement par immersion dans l'eau, car il est presque certain que des fissures se produiront.

Lorsqu'il reste des vides ou des joints dans le montage, ou que l'échantillon est très poreux après le polissage, placez une goutte d'adhésif 910 sur la face de l'échantillon et laissez-la déborder sur le moulage. Ensuite mettez le montage sous une cloche à vide et réduisez la pression jusqu'à ce qu'il ne passe plus de bulles d'air par l'adhésif. Laissez entrer de l'air dans la cloche, puis sortez le montage et passez doucement une lamelle de verre ou un morceau de feuille de métal sur la face de l'échantillon

et retirez immédiatement; ensuite laissez sécher le montage pendant une heure environ. Après le polissage, on pourra constater, le plus souvant, que l'échantillon est parfaitement emprisonné et scellé dans le moulage. On peut répéter ce traitement autant que nécessaire.

Le succès de l'application de la laque ou de l'adhésif 910 est fonction du degré de propreté de l'échantillon, en particulier de la quantité de graisse ou d'humidité. Voilà pourquoi il importe que les échantillons soient propres et secs avant qu'on n'essaye de les monter. En particulier, s'il s'avère nécessaire de sceller l'échantillon sous vide, une fois qu'on a commencé le polissage, il est absolument nécessaire de nettoyer et de sécher à fond l'échantillon avant d'essayer de le sceller. D'habitude, on achève le séchage en plaçant l'échantillon sous un vide satisfaisant pendant une demi-heure environ avant d'appliquer l'adhésif.

LISTE DES PLASTIQUES UTILISÉS ET RÉSUMÉ DES PROCÉDÉS DE DURCISSEMENT

1. Plastiques phénoliques

(a) Granules et moulages provisoires	- Pression de moulage 4300 lb/po.^{2}; Température de moulage 150°C (300°F); temps: 8 mn. pour les granules, 5 mn. pour les moulages provisoires.
(b) Poudre ambre	- Utilisée exclusivement comme pâte de remplissage ou préservatif de bords avec d'autres matériaux thermodurcissables.

2. Diallyl phthalate

Se vend en granules seulement

- Température de moulage 150°C (300°F); Durée 9 mn.; pendant les deux premières minutes, appliquez et arrêtez la pression à plusieurs reprises.

3. Polychlorure de vinyle

Se vend en poudre blanche

- Pression de moulage: moule à peine fermé; température maximale de moulage: 120°C (250°F); refroidissez sous une pression de 5000 lb/po.^{2} à une température inférieure à 60°C (140°F); Durée totale, environ 10 mn.

4. Méthacrylate de méthyle

Se vend en poudre blanche

- Pression de moulage: moule à peine fermé; température maximale de moulage 150°C (300°F) refroidissez sous 3000 lb/po.^{2} à une température inférieure à 60°C (140°F); durée totale, environ 15 mn.

5. Plastique C-32

Se vend en deux liquides

- Ajoutez 1 ml ou moins de durcisseur à 15 ml de résine; pour le montage de poudres et de particules, versez un peu de résine calatysée dans l'empreinte du moule, ajoutez l'échantillon et lorsque l'échantillon s'enfonce dans le liquide remplissez le moule de résine; pour les échantillons solides, versez de la résine catalysée sur l'échantillon placé dans l'empreinte du moule. (Les moules en caoutchouc facilitent le démoulage):
pression: aucune;
température: ambiante;
hausse de température pendant le durcissement: négligeable; durée de durcissement: une nuit. Ne démoulez qu'après durcissement complet. Lorsque le moulage a une surface collante, lavez à l'eau chaude.

6. Adhésif Eastman 910

- Appliquez par immersion ou par dégouttement;
faites durcir par étendage, par compression ou par frottement;

durée: quelques secondes.
Danger: irrite les yeux.
De plus, lorsque deux surfaces de peau (deux doigts par exemple) sont pressées l'une contre l'autre, elles sont collés ensemble et on ne peut les séparer qu'avec une certaine difficulté.

7. Époxyde

Se vend en deux liquides

- Mélangez les liquides d'après le mode d'emploi et versez sur l'échantillon placé dans l'empreinte du moule;
pression: aucune;
température: ambiante;
hausse de température pendant le durcissement: moins de 50°C (90°F);
ne démoulez qu'après refroidissement;
durée: plusieurs heures.

8. Acrylique dentaire

Se vend en poudre fine et en liquide

- Mélangez les éléments d'après le mode d'emploi et versez sur l'échantillon placé dans l'empreinte du moule;
pression: aucune;
température: ambiante;

hausse de température
pendant le durcissement:
60°C (140°F) au plus;
durée: environ 30 mn.

CAUSE ET EFFETS DES DÉFAUTS DE MONTAGE

A. RÉSINES THERMODURCISSABLES

1. Adsorption d'humidité avant moulage	- 1. Moulage poreux. 2. Le moulage se détache de l'échantillon ou se craque à angle droit avec les faces principales.
2. Excès d'agent de démoulage	- 1. Porosité des surfaces du moulage et souvent du joint de l'échantillon et du moule.
3. Pression trop élevée	- 1. Le moulage se casse ou se craque parallèlement aux faces principales. 2. L'échantillon et le moulage se séparent.
4. Pression ou température trop basses	- 1. Moulage poreux. 2. Moulage tassé plutôt que que durci uniformément. 3. Moulage mou. 4. Effets de reprise.
5. Température trop élevée	- 1. Moulage craqué. 2. Le moulage se casse au démoulage. 3. Moulage décoloré ou carbonisé.
6. Durée de durcissement trop brève	- 1. Le moulage se gonfle au centre après démoulage. Lorsque la durée est beaucoup trop courte, il se peut que le moulage entier se gonfle.

7. Immersion du moulage après démoulage	- 1. Moulage craqué. 2. Mauvaise adhérence. 3. Suintement de liquide à la jonction de l'échantillon et du moulage.
8. Échantillon trop rapproché de l'extérieur du moulage ou présence d'un angle vif près du bord.	- 1. Le moulage se craque à cet endroit.
9. Échantillon graisseux ou humide	- 1. Manque d'adhérence avec la résine, mais cette cause ne suffit pas à entraîner des craques. Un échantillon humide peut être scellé sous vide, mais on doit démouler les échantillons graisseux, les nettoyer et refaire le montage.

B. RÉSINES THERMOPLASTIQUES

(a) Polychlorure de vinyle:

1.	Application précoce de pression	- 1. Le moulage a un centre blanc opaque.
2.	Arrêt précoce de pression	- 1. Le moulage se gonfle après démoulage.
3.	Pression trop élevée	- 1. Aucun effet visible. sur le montage fini.
4.	Température trop basse	- 1. Mauvaise adhérence. 2. Effets de reprise. 3. Moulage blanc opaque.
5.	Température trop élevée	- 1. La couleur du moulage varie du jaune paille transparent au brun foncé opaque (dans ce cas-ci le moulage ne peut plus servir) en fonction de la température et de la durée de l'exposition. Le centre du moulage peut comporter une zone blanche opaque.
6.	Échantillon graisseux ou humide	- 1. Se reporter aux résines thermodurcissables.

Attention danger: Il est dangereux d'essayer d'enlever les échantillons montés dans ce matériau en cassant le moulage, étant donné qu'il faut exercer une grande force pour le faire. Par contre, lorsqu'on réchauffe doucement le moulage à environ 110°C (230°F) on peut enlever l'échantillon au moyen d'une pince.

(b) Méthacrylate de méthyle:

1. Adsorption d'humidité avant le moulage	- 1. Le centre du moulage est poreux.
2. Application précoce de pression	- 1. Le centre du moulage est poudreux.
3. Arrêt précoce de la pression	- 1. Le moulage se gonfle après démoulage.
4. Pression trop élevée	- 1. Le moulage se craque dès le démoulage. 2. Le moulage se sépare de l'échantillon. 3. Le moulage est très sensible à l'alcool et à l'acétone et se fendille ou même se désintègre.
5. Température trop basse	- 1. Mauvaise adhérence. 2. Effets de reprise. 3. Moulage translucide.
6. Échantillon graisseux ou humide	- 1. Se reporter aux résines thermodurcissables.

C. RÉSINES DURCISSABLES À FROID

(a) C-32

1. Excès de durcisseur	- 1. La résine se coagule trop vite, ce qui entraîne des bulles d'air ainsi qu'un mauvais sertissage de l'échantillon et un remplissage incomplet du moule.

2. Un moulage fragile qui peut se craquer spontanément.

3. Contraction excessive pendant le durcissement.

2. Insuffisance de durcisseur - 1. Durée de durcissement excessive.

2. Augmentation de sensibilité à l'alcool.

Attention: Le C-32 ne paraît pas être sensible à la durée du remuement, sauf si celui-ci est poursuivi jusqu'à l'état colloïdal du C-32, lequel n'est pas atteint au moins 30 mn après avoir ajouté le durcisseur.

(b) <u>Époxyde et acrylique dentaire</u>:

1. Mauvais rapport ou mélange insuffisant des composants -

1. Moulage poreux.

2. Moulage gommeux.

3. Moulage mou ou cassant.

4. Il se peut que le moulage ne durcisse pas du tout ou réagisse à une vitesse apte à produire assez de chaleur pour faire déborder le matériau de l'empreinte.

2. Mélange excessif - 1. Manque d'écoulement, présence de crêtes et de vides.

2. Mauvaise adhérence.

3. Échantillon graisseux ou humide - 1. Aucune adhérence.

MEULAGE ET POLISSAGE, GENERALITES

Le polissage satisfaisant de n'importe quel matériau métallique comporte un certain nombre de facteurs communs. Parmi ceux-ci, la propreté, en particulier la propreté des mains et des outils, est peut-être le plus important et le plus négligé. Entre deux étapes, il faut bien se laver les mains et nettoyer les échantillons. Les disques servant au polissage doivent rester couverts, sauf lorsqu'on s'en sert vraiment. Il ne suffit pas de les couvrir seulement la nuit. Certains laboratoires de polissage sont les"orphelins"de l'entreprise et se trouvent installés dans un coin dont personne ne veut, de sorte qu'il est impossible de garder les disques exempts de saleté, à moins d'une vigilance continue. Les locaux de polissage étant, en fait, des laboratoires de précision, l'accès devrait en être interdit à toute personne non autorisée. On ne se sert plus de papier émeri pour les raisons suivantes: au cours du meulage de matériaux durs, les particules d'émeri ont tendance à se casser, devenant ainsi plus fines à mesure qu'on s'en sert et finissent par lustrer l'échantillon. Au cours du meulage de matériaux mous, par contre, les particules d'émeri finissent par s'incruster dans la masse de l'échantillon, où l'on pourrait les prendre pour des inclusions. Etant donné que cet abrasif n'est pas aussi dur que certains autres matériaux, il tend à s'émousser rapidement et à produire de la chaleur ainsi qu'une augmentation de l'épaisseur de la couche de métal travaillé, laquelle doit être enlevée pour découvrir la vraie structure de l'échantillon.

Par contre, le carbure de silicium a un tranchant aigu pendant toute sa vie; il ne casse pas, ne lustre pas l'échantillon et ne s'incruste pas dans les masses molles au même degré que les particules d'émeri. De plus, il n'y a rien à craindre losrqu'il est usé, car alors, il cesse tout simplement de meuler. Les papiers au carbure de silicium ne se chargent pas facilement et lorsqu'on utilise un lubrifiant, le meulage produit, le plus souvent, moins de chaleur et de saleté. Voilà pourquoi on se sert exclusivement de ce matériau de meulage.

L'expérience a démontré que l'utilisation de matériaux bon marché aboutit souvent à des résultats variés et des économies illusoires. Par exemple, l'alcool dénatué utilisé comme produit

de rinçage ou pour produire des réactifs, donne des taches et des pseudo-structures qui n'ont plus rien à faire avec la vraie structure de l'échantillon. De même la magnésie de qualité inférieure non seulement laisse des stries, mais tache et ronge aussi la plupart des matériaux. Les abrasifs de diamant bon marché peuvent suffire à d'autres fins, comme le polissage des matrices, mais souvent ils sont de qualité médiocre ou ont une faible teneur en diamant; de plus, il se peut qu'ils diffèrent d'un lot à l'autre et souvent ils ont de mauvaises caractéristiques de coupe ou une tendance à faire des stries au bout d'une courte période d'utilisation. On a constaté que le "Metadi" de Buehler donne les résultats les plus satisfaisants pour des fins métallographiques.

Le rinçage de l'échantillon à l'eau bouillante après le polissage peut poser plus de problèmes qu'on ne le croit d'habitude. Par exemple, dans le cuivre plombifère, cela noircit les particules de plomb et dans les alliages de magnésium l'eau réagit avec l'échantillon pour emprisonner les débris plutôt que de les enlever. L'eau froide est le produit de rinçage préférable pour les matériaux qui supportent l'eau. Cependant, on peut parfois se servir d'eau chaude (non bouillante) à condition de le faire avec soin.

On a démontré que le nettoyage par ultrasons constitue une méthode efficace pour enlever les débris des surfaces polies. Toutefois, l'utilisation de cette technique peut poser des problèmes. Elle est apte à enlever un filet fin de plastique à la jonction de l'échantillon et du plastique imprégné, ce qui laisse un joint légèrement ouvert, d'où les réactifs peuvent atteindre la surface polie. Lorsqu'on s'en sert pour les matériaux friables, il se peut qu'elle enlève des particules de l'échantillon et dans le cas de métaux très mous, comme le plomb pur, la surface polie peut être atteinte. Cependant, tout compte fait, le nettoyage des échantillons par ultrasons est l'un des principaux progrès des dernières années en préparation métallographique, puisqu'il empêche le transfert de particules grossières aux dernières phases de polissage, ce qui non seulement améliore le fini de la surface mais aussi prolonge la durée de vie des dernières toiles à polir. Ainsi on réalise une plus grande efficacité et donc des économies.

D'habitude, on monte sur les polissoirs des disques à polir en bronze en raison de leur bonne résistance à la corrosion. Cependant, on a constaté que, dans certains cas, des couples galvaniques peuvent s'établir entre le disque et l'échantillon ce qui peut tacher ou ronger celui-ci. Voilà pourquoi il est parfois préférable d'utiliser des disques en magnésium où en aluminium. Il faut également tenir compte de la possibilité de corrosion galvanique quand on monte des échantillons mixtes, comme des matéraiux galvanisés ou à revêtement et lorsqu'on utilise des supports pour des échantillons délicats ou pour l'orientation de l'échantillon. On peut réduire cette possibilité au minimum en utilisant des non-électrolytes, comme le kérosène, pour la lubrification ou en fabricant les supports avec des matériaux semblables à l'échantillon ou moins nobles.

Pendant toutes les étapes de polissage, à moins d'indication contraire, tenez fermement l'échantillon entre le pouce et les deux ou trois doigts voisins et faites-le tourner sur la zone excentrique du disque dans le sens contraire à la rotation de celui-ci. Ce mouvement manuel doit être assez rapide au commencement du polissage, mais doit être ralenti jusqu'à 20 tours par minute pendant les dernières phases de polissage.

L'utilisation de polissoirs automatiques est devenue la règle, au cours des dernières années, et les modèles courants ont beaucoup de caractéristiques recommendables. A la Division de la métallurgie physique, on utilise des polissoirs rotatifs automatiques, comme l'"Automet" de Buehler pour le meulage et le "Whirlimet" de Buehler pour tout polissage ordinaire et pour quelques polissages de finition conjointement avec les polissoirs à vibrations "Syntron" pour les finis de la plus haute qualité. La vibration des "Syntron" est réalisée à l'aide d'un dispositif magnétique qui fonctionne à la fréquence du secteur. Les sections suivantes ne traitent pas des usages de l'"Automet" et de "Whirlimet", puisque ces machines reproduisent essentiellement le mouvement de l'échantillon tenu à la main de sorte qu'elles exigent les mêmes sortes d'agents, toiles, et lubrifiants de polissage, etc. que celles décrites pour le polissage manuel. Toutes les machines auto-

matiques ont les avantages suivants: elles permettent de polir plusieurs échantillons à la fois; on peut couvrir la machine pendant le polissage pour empêcher la pénétration des poussières et conserver le degré d'humidité et le lubrifiant dans le produit de polissage; on peut prolonger le polissage sans fatiguer le technicien. Ainsi on laisse souvent les machines à vibration fonctionner sans surveillance pendant une fin de semaine. Par ailleurs, on a constaté qu'il était avantageux d'entourer la zone de polissage de tubes pare-chocs en Téflon pour éviter un mouvement excessif de l'échantillon causé par le contact avec les bords verticaux.

PROCÉDÉS DE MEULAGE (A à G)

Le meulage se fait au moyen de papiers au carbure de silicium, mouillés ou secs, avec des particules abrasives de granulométrie 120, 180, 320, 400 et 600 à votre disposition. On peut lubrifier les papiers au moyen de liquides comme l'eau ordinaire, l'eau avec savon ou détersifs, ou le kérosène, ou l'on peut les charger de paraffine solide, de graphite ou de talc. D'habitude on utilise ces abrasifs sur des disques horizontaux motorisés tournant à 550 ou à 1150 tours par mn. Parfois on s'en sert sur des disques verticaux, avec ou sans lubrifiants ou produits d'appoint.

Après avoir découpé ou monté l'échantillon, aplanissez-le à l'aide de papier à particules 120 avec comme lubrifiant de l'eau courante jusqu'à ce que les traits de scie d'opérations préalables ne soient plus visibles et que toutes les traces de meulage soient orientées dans le même sens. Ce meulage préliminaire doit se faire à un régime de 550 tours par mn.

Continuez le meulage avec des particules abrasives de plus en plus fines, chaque étape durant assez longtemps pour faire disparaître toutes les stries précédentes. Afin de pouvoir facilement examiner le résultat, tourner l'échantillon de 90 degrés à chaque changement de papier.

On trouvera ci-dessous une liste de procédés accompagnée de commentaires sur les métaux ou alliages pour lesquels ils conviennent le mieux. Cette liste n'est pas censée régir les procédés de meulage, puisque chaque technicien choisit les variations les mieux adaptées à ses habitudes de travail. De plus, il y a un groupe de métaux, dont l'antimoine et le bismuth, qui ne se prêtent pas bien à aucun des procédés et qui sont étudiés à leur propre section.

Procédé de meulage A

Particules abrasives 320 et 600; lubrifiant eau courante; régime 1150 tours par mn.

On utilise ce procédé pour des échantillons d'aluminium, de magnésium, de cuivre et de leurs alliages losqu'on veut mesurer les grains. Il sert aussi de traitement préparatoire pour le polissage de finition du magnésium, du plomb, de l'étain, du cadmium et de leurs alliages, dont la conservation des bords n'a aucune importance et des alliages d'aluminium, de nickel, de cuivre, d'or, de niobium, de tungstène et de cobalt qui contiennent des quantités relativement grandes d'autres éléments non réactifs.

Procédé de meulage B

Particules abrasives 180, 400 et 600; lubrifiant eau courante; régime 1150 tours par minute; ensuite particules 600 (a) à sec ou (b) chargées de talc; régime 550 tours par mn.

On utilise le procédé (a) pour les mêmes métaux que le procédé A, mais dont la conservation des bords est importante, et le procédé (b) s'est avéré utile pour certains matériaux galvanisés et à revêtement.

Procédé de meulage C

Particules abrasives 180, 320 et 400; lubrifiant kérosène; ensuite particules 600, à sec; régime 550 tours par mn.

On utilise ce procédé au lieu des procédés A et B lorsque l'échantillon contient des composants sensibles à l'eau.

Procédé de meulage D

Particules 180 et 400 glacées à la paraffine; lubrifiées de kérosène; ensuite particules 600 avec (a) glaçage au graphite ou (b) chargé au talc; régime 550 tours par minute.

Les procédés (a) et (b) sont appropriés pour le zinc et ses alliages et pour quelques matériaux galvanisés. On peut les utiliser également pour le cuivre pur et l'aluminium. Le choix entre le graphite et le talc dépend des préférences personnelles, quoique le talc donne un fini légèrement plus poli.

Procédé de meulage E

Particules abrasives 180, 400 et 600; lubrifiant eau avec 10% de détersif neutre ou de savon vert; régime 550 tours par mn.

Ce procédé est particulièrement approprié pour le cuivre, l'aluminium, l'étain et l'argent et pour leurs alliages qui sont homogènes ou qui n'ont qu'une faible quantité d'un autre constituant. Il est également approprié pour les métaux qui ont tendance à charger les papiers, comme certains alliages de zinc.

Procédé de meulage F

Particules abrasives 180, 400 et 600, à sec; régime 550 tours par mn; ensuite particules chargées au graphite; régime 1150 tours par minute; pression très faible. Utilisez de l'alcool

amylique normal pour laver les échantillons chaque fois qu'on change de papier abrasif. Tournez les échantillons de 180 degrés à chaque changement de papier pour que toutes les stries soient longitudinales.

Voilà le procédé par excellence pour feuilles galvanisées, échantillons montés par découpage angulaire et autres échantillons ayant un rapport longueur/largeur exagéré - - comme les matériaux chromés -- lorsqu'il est désirable de conserver les bords.

Procédé de meulage de A à G

Particules abrasives 320 et 600 et particules molles 600, lubrifiant eau courante, régime 1150 tours par minute. Le papier abrasif mou 600 ne devrait être utilisé que pour 2 ou 3 échantillons, maximum, chacun d'entre eux passant qu'une seule fois du centre de la meule à sa périphérie. Ce procédé est spécialement utilisé pour les alliages cuivreux contenant du plomb, car il permet, à l'aide du calcul de la porosité, de différencier entre le contenu en plomb qui est demeuré intact et légérement coloré et les pores. De plus, ce procédé est approprié pour les mêmes fins que le procédé de meulage A.

TECHNIQUES DÉTAILLÉES DE PRÉPARATION DE DIVERS MÉTAUX

Aluminium et alliages d'aluminium

(a) Mesure de grains d'alliages d'aluminium de fonderie

Les alliages d'aluminium de fonderie sont divisés en deux groupes distincts selon leur teneur en silicium. Les échantillons des alliages qui contiennent moins de 3% de Si sont préparés selon le procédé de meulage A et attaqués à l'acide par immersion dans des mélanges de HF, de HCl et de HNO_3. Lorsque la teneur en Si est supérieure à 3%, le grain des particules abrasives ne doit pas être inférieur à 320 et les échantillons doivent être attaqués à l'acide en y étendant avec un tampon une solution aqueuse à 30% de chlorure cuivrique. Ensuite, il faut plonger l'échantillon dans l'acide nitrique concentré pour le nettoyer. Toutes les surfaces sont plus faciles à examiner à l'aide d'un éclairage oblique.

Arrêtez la préparation au moment indiqué, sinon les pores d'attaque à l'acide font disparaître la structure des grains. De plus, lorsque le métal a une structure dendritique, c'est de préférence l'attaque à l'acide qui va la révéler -- en particulier lorsque le réactif se compose d'un mélange d'acides. On peut utiliser le chlorure cuivrique comme réactif pour n'importe quel alliage d'aluminium de fonderie. Toutefois, plus la teneur en silicium est faible, plus le contraste diminue. D'autre part, plus la teneur en cuivre est forte, plus la réaction devient violente et difficile à contrôler.

(b) Polissage de finition d'alliages d'aluminium de fonderie

Après avoir subi le procédé de meulage A ou B, l'échantillon est poli à un régime de 180 tours par mn sur deux disques à poudre de diamant, de 8 microns et de 1/4 de micron successivement, avec comme lubrifiant de l'alcool amylique normal*. Répandez l'abrasif de diamant de 8 microns sur une toile Metron. Appliquez une pression assez forte jusqu'à ce que toute trace de meulage ait disparue. Réduisez alors la pression et continuez le polissage pour la même durée que celle nécessaire pour enlever les traces. Tournez l'échantillon toujours dans le sens contraire à celui de la rotation du disque. Nettoyez l'échantillon à l'alcool amylique normal dans un réservoir ultrasonique, le rincer à l'alcool éthylique et séchez par ventilation. Ensuite faites de même avec la poudre de diamant de 1/4 de micron, répandue sur une toile Metron après quoi l'échantillon est prêt à un examen ordinaire.

Le polissage de finition s'effectue au moyen d'une toile Rayvel attachée au plateau d'un polissoir à vibration. L'abrasif consiste en un coulis obtenu en faisant bouillir, à la moitié de son volume original, un mélange de 1 partie de magnésie sur 9 parties d'eau par poids. Versez le coulis refroidi, sans râcler, du bécher sur la toile. (Il paraît que cette façon de verser élimine les particules grossières qui adhèrent à l'intérieur du contenant). Lester l'échantillon d'un poids d'environ 100 g et régler l'amplitude de la machine de façon à ce que l'échantillon se déplace à la vitesse de 12 po. par minute. Le polissage peut se faire en cinq minutes. Veillez à ce qu'il ne dépasse pas quinze minutes car alors l'échantillon sera rongé et les inclusions seront attaquées. Enlevez l'échantillon lorsque la machine est encore en marche, mettez-le rapidement dans un fort courant d'eau froide, rincez à l'alcool éthylique, nettoyez par ultrasons, rincez de nouveau à l'alcool éthylique et séchez par ventilation. Lorsque le dernier polissage

*Ce produit est toxique et ne doit être utilisé que sous une hotte. Le liquide et la vapeur qui en émanent sont dangereux pour les yeux et il faut éviter le contact avec la peau autant que possible. Il constitue un risque de feu moyen, donc, il vaut mieux ne pas fumer, ni utiliser de flamme nue quand on se trouve à proximité de l'alcool amylique normal.

à la poudre de diamant a duré assez longtemps et que le polissage vibratoire n'a pas été trop prolongé, l'échantillon est prêt pour l'examen le plus sévère, à moins qu'il ne contienne des composants sensibles à l'eau. Dans ce cas-ci, on peut obtenir un fini de bonne qualité de la façon suivante: effectuez un polissage à la poudre de diamant de 1/4 de micron et ensuite un polissage électrolytique critique dans un mélange d'acide perchlorique et d'éthanol ou un polissage de longue durée sur un disque Pellon Pan K fixé au polissoir à vibration, avec de la poudre de diamant de 1/4 de micron et du kérosène comme lubrifiant sans lester l'échantillon. De nouveau l'amplitude de la machine est réglée de façon à ce que la vitesse de l'échantillon soit d'environ 12 po. par minute. Le procédé polissage mécanique/finition électrolytique ne prend que quelques secondes, mais aboutit toujours à un faible relief, tandis que le procédé complètement mécanique, qui donne la meilleure qualité de surface, peu prendre plusieurs jours.

(c) Mesure de grains d'alliages d'aluminium corroyés

Dans la plupart des cas, les grains ont un diamètre moyen de l'ordre de 0.004 à 0.030 po. qui n'est pas révélé par les techniques utilisées pour les alliages de fonderie. Le plus souvent, un polissage ordinaire est nécessaire. Les alliages d'aluminium, qui ne contiennent qu'une petite quantité d'autres métaux, sont difficiles à attaquer à l'acide après le polissage usuel; il faut un polissage modifié et un traitement électrolytique pour révéler la structure des grains.

Après le meulage (soit A ou B), l'échantillon subit un polissage rapide, sur un disque couvert de Microcloth ou de Rayvel qui tourne à 1150 tours par mn, sous une forte pression et avec comme abrasif une suspension aqueuse de Linde B jusqu'à ce que toute trace de meulage ait disparue. Contrairement à ce qu'on pourrait croire, ce traitement ne produit d'habitude aucun relief et n'enlève pas les inclusions, mais laisse des bords bien définis affleurant le moulage. Un polissage léger de courte durée sur une toile Gamal attachée à un disque tournant à 1150 tours par mn achève le procédé et donne une surface lisse et brillante avec quelques stries peu profondes. Dans la plupart des alliages on

peut mesurer les grains après avoir soumis l'échantillon à une attaque à l'acide.

Les alliages qui contiennent peu d'autres métaux sont soumis à l'électrolyse; ils forment alors une pellicule anodique qui montre le contraste des grains lorsqu'on l'examine sous un éclairage polarisé. Ce procédé s'effectue dans une cellule à l'aide d'une cathode massive d'aluminium avec comme électrolyte une solution aqueuse à 1.8% d'acide fluoborique à température normale d'intérieur; l'échantillon sert d'anode. On envoie un courant direct d'environ 20 volts à travers la cellule pendant une minute environ. Au bout des premières quelques secondes on constate qu'il y a très peu de courant qui passe en raison de la formation d'une pellicule anodique qui augmente la résistance de la cellule. Au bout de la première minute, on peut faire passer progressivement la tension à 50 volts à condition que l'intensité n'augmente pas. L'augmentation de l'intensité indique la destruction de la pellicule suivie de l'attaque de l'échantillon. Parfois une baisse de tension peut y remédier, mais d'habitude il faut repolir l'échantillon. Après cette anodisation d'une durée totale d'environ quatre minutes, sortez l'échantillon de la cellule sans couper le courant, lavez dans un courant d'eau froide et séchez par ventilation. Le succès du procédé est indiqué par des bandes de couleur traversant la face de l'échantillon lors du séchage et confirmé par un examen sous un éclairage polarisé. Puisque l'effet est cumulatif, on peut répéter ce traitement lorsqu'il n'y a pas encore assez de contraste dans l'échantillon. Pour des raisons peu claires, la présente technique n'est pas très appropriée pour l'aluminium à finition soignée: elle a tendance à attaquer l'échantillon plutôt que de l'anodiser.

(d) <u>Polissage de finition d'alliages d'aluminium corroyés</u>

Les alliages d'aluminium corroyés qui ne contiennent pas de composants sensibles à l'eau se polissent facilement au moyen de suspensions aqueuses d'abrasifs d'alumine. Après le meulage A ou B, effectuez un polissage grossier sur un disque

couvert d'une toile Gamal à 1150 tours par mn avec une suspension en eau distillée d'un abrasif d'alundon de 600X. Polissez jusqu'à ce que toute trace de meulage ait disparue. Après lavage à l'eau froide et séchage dans un jet d'air, le polissage de finition s'effectue sur un autre disque couvert d'une toile Gamal avec une suspension en eau distillée de Linde B de granulométrie très fine, à la vitesse de 550 tours par mn. Ce polissage doit se faire avec soin, car il risque de tacher un grand nombre des composants microscopiques. Cependant, cette attaque peut avoir un avantage en ce que certains composés, comme le Mg_2Si, sont presque invisibles à l'état non attaqué après avoir été polis à la poudre de diamant, mais il se peut qu'il se produise des pores dans l'échantillon lorsque le procédé dure trop longtemps. Il est recommandable d'utiliser des disques d'aluminium comme support de tous les papiers et de toutes les toiles pour obtenir des résultats satisfaisants.

Dans le cas d'alliages qui contiennent des particules sensibles à l'eau ou lorsqu'il est désirable d'avoir un minimum de relief et de taches, appliquez le procédé de polissage des alliages d'aluminium de fonderie.

Antimoine, bismuth et leurs alliages

L'une des caractéristiques de ces deux métaux et de certains des alliages dont ils constituent le composant principal, est leur friabilité. A cet égard, l'antimoine pose beaucoup plus de problèmes que n'importe quel autre métal. Voilà pourquoi il faut utiliser exclusivement des abrasifs doux pour polir ces matériaux. Puisque les deux métaux ont tendance à charger le disque à meuler et qu'un disque chargé enlève de gros morceaux de l'échantillon, le meulage avec un seul papier ne doit pas durer trop longtemps.

Des essais de résines durcissables à température normale d'intérieur, de diallyl phtalate et de plastiques phénoliques ont démontré que leur utilisation n'aboutit pas à des changements structuraux.

Meuler à 550 tours par mn sur des disques au carbure de silicium de granulométrie successive de 180, 320, 400 et 600 avec une quantité copieuse d'eau courante froide comme lubrifiant et liquide frigorigène. Sur le disque 600 on ne peut passer qu'une seule fois du centre au bord en appliquant une légère pression. Si, après cela, il reste encore des stries du disque de granulométrie 400, il faut utiliser un disque 600 neuf. La réutilisation de celui-ci implique toujours le retour à la granulométrie 320 au moins pour effacer les trous et les fentes qui se sont produits. A cet égard, le bismuth n'est pas aussi sensible que l'antimoine.

Des tentatives pour utiliser des abrasifs de diamant pour polir l'antimoine ont complètement échoué et celles pour polir le bismuth de la même façon n'ont que partiellement réussi. Cependant, on peut obtenir de bons polissages de ces métaux au moyen de procédés mixtes polissages mécanique/polissage chimique et d'abrasifs plus doux.

Après le dernier meulage, lavez l'échantillon à l'eau et au savon, rincez-le à l'alcool éthylique et séchez-le par ventilation. Le nettoyage par ultrasons risque fort d'enlever des particules de métal de la surface et c'est pour cela qu'on ne l'utilise pas. Ensuite soumettez l'échantillon à une attaque à l'acide vigoureuse (chlorure ferrique acide pour l'antimoine et acide chlorhydrique pour le bismuth). Enlevez la couche formée par cette attaque à l'acide en polissant doucement l'échantillon sur un disque couvert d'une toile Gamal tournant à 550 tours par mn et en utilisant comme abrasif une suspension aqueuse d'alundon 600X. Ces deux dernières opérations sont répétées jusqu'à ce que le technicien soit convaincu que toute trace de meulage a disparue. Après l'attaque à l'acide initiale, la première structure qui apparaît est celle des traces de meulage du disque de granulométrie 600. Lorsque cette structure n'est plus visible, on peut passer au polissage de l'échantillon, après un lavage vigoureux, sur un autre disque tournant à 550 tours par mn et couvert d'une toile Gamal avec comme abrasif une suspension aqueuse de

Linde B. Effectuez de nouveau le polissage chimique et le polissage mécanique en appliquant la même technique et le même réactif que pour le polissage grossier, mais cette fois-ci la pression doit être légèrement moins forte et l'attaque à l'acide beaucoup moins longue. Après une douzaine de cycles polissage mécanique/polissage chimique, il ne doit plus rester de traces du polissage grossier et l'échantillon doit avoir un bon lustre et des stries très légères seulement.

Pour que ce procédé réussisse il faut (a) ne pas polir plus longtemps que nécessaire pour juste enlever la couche d'attaque à l'acide précédente (b) appliquer en permanence une légère pression et (c) arroser copieusement la toile avec une solution d'abrasif en suspension.

Lavez l'échantillon à l'eau et au savon, rincez-le à l'alcool éthylique et séchez doucement par ventilation. Le polissage est assez satisfaisant pour tout examen, sauf le plus sévère, la structure étant entièrement visible et ne comptant que quelques stries légères.

On obtient un polissage de finition à l'aide d'une toile Rayvel attachée au plateau d'un polissoir en utilisant comme abrasif un coulis produit en faisant bouillir à un tiers de son volume original un mélange d'une partie de magnésie de qualité de réactif sur 6 parties d'eau par poids. Refroidissez le coulis et versez-le sans racler du contenant sur la toile. Continuez le polissage, sans lester l'échantillon, pendant 16 à 24 heures, l'amplitude de la machine réglée à une vitesse de l'échantillon d'environ 15 po par minute. Après lavage et séchage, l'échantillon est prêt à subir n'importe quel examen.

Cuivre, nickel et leurs alliages

On peut préparer tout type d'échantillon de ces matériaux en appliquant le procédé de meulage B (a) ou C, selon que l'échantillon contient des composants sensibles à l'eau ou non. Le procédé A est approprié pour la mesure des grains et de la dureté. Cependant, si les grains ne sont pas visibles après l'attaque à

l'acide, il peut être nécessaire de reprendre le polissage de l'échantillon sur un disque couvert d'une toile Gamal tournant à une vitesse de 550 tours par mn, avec comme abrasif une suspension aqueuse épaisse d'alundon 600X. Continuez ce polissage grossier jusqu'à ce que toute trace de meulage ait disparue; ensuite arrosez la toile à grande eau pour enlever la plupart de l'abrasif et poursuivez le polissage pendant quelques secondes sous une légère pression. Sortez l'échantillon de la machine, lavez-le sous l'eau courante froide et séchez dans un plein jet d'air.

On peut obtenir un autre polissage grossier de qualité légèrement supérieure en utilisant un disque couvert de toile Metron qui tourne à 550 tours par mn, avec comme abrasif une suspension aqueuse de Linde A appliquée libéralement sur la toile. Appliquez sur l'échantillon une légère pression juste assez forte pour uniformiser le contact avec la toile. L'épaisseur du coulis est fonction de la dureté du matériau et de la résistance des stries de meulage. La présente opération ne devrait pas durer plus de cinq minutes, après quoi la surface doit être brillante et propre avec des composants bien définis; il doit y avoir peu de relief quoique quelques stries légères demeurent. Lavez l'échantillon à l'eau courante, rincez-le à l'alcool éthylique et séchez dans un jet d'air.

On peut procéder au polissage ordinaire, après l'un des deux polissages grossiers, sur un disque couvert d'une toile Gamal qui tourne à 550 tours par mn, avec comme abrasif une suspension aqueuse de Linde B de granulométrie très fine. Continuez le polissage en appliquant une légère pression jusqu'à ce que toute trace de polissage grossier ait disparue. La durée de ce polissage varie de cinq à dix minutes; ensuite sortez l'échantillon de la machine, lavez-le à l'eau courante, rincez à l'alcool éthylique et séchez par ventilation. Les inclusions seront intactes et brillantes et il y aura de nombreuses petites taches noires et quelques stries sur la face polie. De plus, il y a d'habitude un peu de relief et la couleur des particules de plomb varie de gris foncé à noir et leur surface est rugueuse. Néanmoins, le polissage est

approprié pour un examen sévère préliminaire.

Pour le polissage de finition d'un échantillon des présents métaux, utilisez à tous les stades qui suivent le meulage, des abrasifs de diamant, avec comme lubrifiant de l'alcool amylique normal ou du kérosène inodore pur. Pour la plupart des échantillons, utilisez successivement des diamants de 8, 3 et 1/4 de microns sur des toiles Metron, respectivement; chaque fois, le régime doit être de 175 tours par mn. Pour chaque toile, appliquez constamment une pression ferme, sauf pour l'abrasif de 1/4 de micron, car dans ce cas-ci la pression doit être ferme au début ensuite être réduite et devenir très légère à la fin du polissage. Le sens du mouvement de l'échantillon doit toujours être contraire à celui du disque. Nettoyez l'échantillon par ultrasons à l'alcool amylique normal après chaque opération du procédé, rincez-le à l'alcool éthylique et séchez par ventilation. Si l'échantillon est très dur, utilisez un abrasif de diamant de 25 microns appliqué sur une autre toile Metron entre le meulage et le polissage au diamant de 8 microns. Lorsque la présence d'oxyde ou d'écailles sur le bord d'un échantillon dur est désirable, des disques Pellon PaK doivent remplacer les toiles Metron. Lorsque, par contre, l'échantillon est de la dureté caractéristique de ces métaux, on peut sauter le traitement aux abrasifs de 25 et de 8 microns et passer directement du meulage au polissage avec une toile en popeline sans poil chargée de poudre de diamant de 3 microns. Dans tous les cas, après que l'échantillon a subi un polissage au diamant de 1/4 de micron, il comprend toujours quelques fines marques dans la masse et les couleurs des inclusions ne sont pas bien définies. En outre, il peut y avoir un peu de relief et quelques légères stries.

Suit le polissage vibratoire avec un abrasif de diamant de 1/4 de micron. Régler l'amplitude de la machine de façon à obtenir une vitesse de l'échantillon de 12 à 24 po. par minute. Il paraît que la nature de la toile n'est pas importante à condition qu'elle ait un peu de poil, résiste à l'usure et ait un envers en tissu serré susceptible d'être attaché au plateau du polissoir au moyen d'un adhésif. Les toiles Metron, Gamal et

Rayvel ainsi que les disques Pellon répondent tous à ces exigences. Le choix du poids à utiliser dépend du temps dont on dispose pour tout le traitement et du degré de relief tolérable; d'habitude il s'agit d'un compromis. Lorsqu'on n'utilise pas de poids supplémentaire, le résultat est de loin supérieure, mais il faut beaucoup plus de temps, c'est-à-dire des jours plutôt que des minutes ou des heures. L'augmentation du poids abrège le polissage, mais donne en même temps un relief plus prononcé. De plus, un poids trop lourd aboutit à de nombreuses petites stries en zigzag sur la face polie. Pour les polissages de longue durée, il est préférable d'utiliser du kérosène inodore pur, mais parfois il est bien difficile de l'enlever de l'échantillon. Pour les polissages de courte durée, on utilise d'habitude de l'alcool amylique normal, mais celui-ci a tendance à se contaminer au fur et à mesure et si l'on ne l'enlève pas à temps, il tache ou ronge les échantillons. Au bout du cycle, sortez l'échantillon de la machine en marche, lavez-le pendant quelques secondes par ultrasons à l'alcool amylique normal, rincez à l'alcool éthylique et séchez par ventilation. Il est alors brillant et exempt de taches noires; les inclusions sont toutes colorées, y compris le plomb qui est d'un gris métallique pâle; les bords sont bien définis; le relief doit être négligeable.

Parfois une étape supplémentaire est nécessaire. C'est le cas lorsqu'on veut accentuer le contraste entre les divers composants ou que l'on désire souligner légèrement le contour de certains d'entre eux sans attaquer la masse. D'habitude, la technique suivante est réservée aux échantillons qui doivent être photographiés à l'état poli. Elle doit être appliquée avec soin, car, si elle est trop prolongée, elle a sensiblement le même effet que l'attaque chimique prolongée ou que l'attaque avec un réactif inapproprié. Faites bouillir à la moitié de son volume original un mélange d'une partie de magnésie sur 6 parties d'eau par poids. Refroidissez le coulis et versez-le, sans racler, du contenant sur la toile Metron, attachée au plateau d'un polissoir à vibration et ajoutez une quantité d'eau d'environ le même volume que le coulis. Mettez la machine en marche pour répartir le coulis sur la toile. Placez l'échantillon sur la toile sans lester et réglez l'amplitude de la

machine de façon à ce que la vitesse de l'échantillon soit d'environ 12 po. par minute. Continuez le polissage pendant au moins cinq minutes mais pas plus de quinze; ensuite, sortez l'échantillon de la machine, rincez-le rapidement à l'eau courante froide, puis à l'alcool éthylique, lavez par ultrasons à l'alcool amylique normal, inondez d'alcool éthylique et séchez par ventilation.

Revêtements galvanisés

Le procédé de meulage F est l'étape qui doit précéder le polissage et on l'utilise pour tous les échantillons à l'exception de quelques-uns. Parfois, le procédé D est préférable, en particulier pour les revêtements spéciaux.

Tout nettoyage de ce matériau et toute lubrification des toiles à polir se font à l'alcool amylique normal. Les échantillons galvanisés ne sont plus polis à l'eau à cause de la tacheture (entraînée par le couple de corrosion galvanique entre le revêtement et la base d'acier) et du biseautage du revêtement de zinc.

Le polissage grossier s'effectue sur un disque couvert d'une toile Gamal qui tourne à 175 tours par minute, avec comme abrasif de la poudre de diamant de 8 ou de 3 microns, sous une pression moyenne. Continuez le polissage jusqu'à ce que les traces de meulage aient disparues. Nettoyez l'échantillon en le rinçant à l'alcool éthylique pur. Ce traitement est approprié pour un examen ordinaire; il demeure quelques stries mais les bords sont bien définis et les inclusions intactes. Le choix de la poudre de diamant de 8 ou de 3 microns est fonction de l'épaisseur et de la dureté du revêtement: plus le revêtement est épais ou dur, plus l'abrasif de diamant doit être grossier.

Pour un polissage de finition, attachez une toile Metron chargée de diamant de 1/4 de micron au plateau d'un polissoir à vibration. Placez l'échantillon sur cette toile sans le lester et réglez l'amplitude de la machine de façon à ce que la vitesse de l'échantillon soit d'environ 12 po. par minute. Au bout d'au moins une demi-heure et d'une heure au maximum, sortez l'échan-

tillon de la machine en marche essuyez-le avec un tampon, rincez à l'alcool éthylique pur et séchez dans un jet d'air rapide.

Comme les échantillons galvanisés sont d'habitude polis par paquet, le succès du polissage de ces échantillons dépend surtout de la qualité des montages, de la propreté au cours de tout le procédé et de l'absence totale de contamination par l'eau. Les toiles utilisées pour les échantillons galvanisés doivent être strictement réservées à cette fin.

Plomb, étain, cadmium, zinc et leurs alliages

Avant l'avènement d'abrasifs durs de granulométrie fidèle, la préparation de ces métaux pour l'examen métallographique était fastidieuse et peu fidèle, car elle exigeait l'utilisation d'un microtome ou l'application de méthodes de limage et de polissage/attaque à l'acide. Cependant, depuis qu'on dispose de disques au carbure de silicium et de pâtes chargées de poudre de diamant de granulométrie variable, on a constaté que, grâce à une légère modification du procédé, il est facile de polir tous ces matériaux et que le fini est de bonne qualité.

Lorsqu'il est nécessaire de monter l'échantillon, on peut utiliser les résines usuelles durcissables par application de chaleur et de compression, mais il faut se rendre compte que ce procédé peut entraîner des changements de structure. Dans le doute, soumettez un échantillon monté à chaud et un échantillon monté à froid à un polissage grossier et comparez ensuite les deux structures. Lorsqu'elles sont pareilles, passez au polissage de finition de l'échantillon monté dans la résine durcie par application de chaleur et de compression. Sinon appliquez des techniques de montage à froid.

Meuler les échantillons selon une prolongation du procédé de meulage A, chaque étape comprenant deux stades. Après avoir fait disparaître les stries de l'abrasif précédent, tournez encore l'échantillon de 90 degrés et remeulez sur le même disque, mais sous une pression plus faible, de nouveau pour une durée égale à celle nécessaire pour enlever les stries précédentes.

Arrosez constamment les disques à grande eau. Après un bon lavage à l'eau, suivi de séchage, polissez les échantillons à l'aide d'abrasifs de diamant de 8 microns, de 3 microns et de 1/4 de micron sur des toiles Metron, respectivement. Les toiles doivent être attachées à un disque qui tourne à 175 tours par mn. Utilisez de l'alcool amylique normal comme lubrifiant et liquide de lavage.

Le polissage de finition s'obtient en plaçant les échantillons sans lest sur une toile Rayvel attachée au plateau d'un polissoir à vibration. Pour faire l'abrasif, mélanger (ne pas faire bouillir) 1 partie de magnésie sur 3 parties d'eau par poids; laissez reposer pendant une minute et versez sur la toile. Réglez l'amplitude de la machine de façon à ce que la vitesse de l'échantillon soit d'environ 6 po. par minute. D'habitude ce polissage peut se faire en une nuit. A la fin du polissage, rincez immédiatement l'échantillon à l'eau froide, arrosez-le d'alcool éthylique pur, immergez pendant quelques secondes dans un appareil de nettoyage par ultrasons (contenant encore de l'alcool amylique normal), arrosez d'alcool éthylique pur et séchez dans un jet d'air rapide.

Utilisez l'appareil de nettoyage par ultrasons avec circonspection. Cet appareil risque fort de travailler à froid certains matériaux doux et de changer leur microstructure sans que cela paraisse clairement. Voilà pourquoi il ne faut pas l'utiliser plus de 10 secondes pour les métaux doux, ni plus de 20 secondes pour les autres, même pas pour les plus durs de ce groupe.

Magnésium et ses alliages

Les procédés pour le polissage grossier jusqu'au polissage de finition sont essentiellement les mêmes: chacun d'entre eux est simplement une prolongation du précédent. Cependant, le polissage ou la finition au diamant ne sont pas recommendés, sauf dans des cas très particuliers.

Le meulage s'effectue d'après le procédé de meulage A ou B (a) selon que la conservation des bords est importante ou non.

Le polissage grossier se fait sur un disque couvert d'une toile Gamal qui tourne à 1150 tours par mn, avec comme abrasif un coulis aqueux d'alundon 600X. Le sens du mouvement rotatif de l'échantillon doit toujours être contraire au sens du disque. Continuez le polissage jusqu'à ce que toute trace de meulage précédent ait disparue. Arrosez alors la meule avec un jet d'eau copieux tout en continuant le polissage pendant quelques secondes. Ensuite séchez l'échantillon dans un jet d'air. A ce stade, on peut faire le compte des pores puisqu'il ne reste que quelques stries et après une attaque à l'acide appropriée, il est facile de mesurer les grains. Les inclusions sont intactes et il n'y a qu'un relief, sauf dans les échantillons qui contiennent des particules massives très dures, comme des grains de sable.

Passant au stade suivant, on effectue de nouveau un polissage sur un disque couvert d'une toile Gamal qui tourne à 1150 tours par mn, avec comme abrasif une suspension aqueuse de Linde B. Le sens du mouvement rotatif de l'échantillon doit être contraire au sens du disque. Au début du polissage, il doit y avoir une quantité copieuse de coulis, mais on n'en ajoute pas par la suite pour permettre à la toile de sécher. Le polissage est fini juste avant que l'échantillon ait tendance à coller à la toile. Un peu d'expérience permet au technicien de reconnaître ce point comme une sensation particulière produite par l'échantillon qui glisse sur la toile. Enlevez immédiatement l'échantillon de la toile, rincez-le à l'eau courante froide pendant environ dix secondes et séchez dans un jet d'air rapide. Deux exigences sont particulièrement importantes à ce stade et le succès de la méthode dépend en grande partie de la façon dont on s'y conforme. Premièrement, l'intervale entre le moment où l'on enlève l'échantillon de la toile et le commencement du séchage doit être aussi bref que possible. Il ne faut pas perdre de temps à étudier l'échantillon à ce stade. Deuxièmement, utilisez exclusivement de l'eau froide, car l'eau chaude semble réagir avec le matériau et emprisonner les débris

de polissage, ce qui aboutit à des taches et d'autres défauts, en particulier après l'attaque à l'acide. Au bout de ce traitement, il se peut qu'il reste quelques stries légères, mais les inclusions doivent être planes et intactes et le plus souvent l'échantillon est prêt pour un examen sévère. D'ailleurs, l'attaque à l'acide peut enlever les quelques stries légères qui restent.

Lorsque, pour une raison ou pour une autre, il est désirable d'avoir un meilleur fini, une étape supplémentaire est nécessaire. A cette fin, faites un coulis épais en mélangeant 1 partie de magnésie et 3 parties d'eau par poids en le faisant bouillir à la moitié de son volume original et laissez-le refroidir à la température normale d'intérieur. Versez le coulis, sans racler, sur une toile Rayvel attachée au plateau d'un polissoir à vibration. Lester l'échantillon d'un poids de 100 g, placez-le sur la toile de la machine en marche et réglez l'amplitude vibratoire de façon à ce que la vitesse de l'échantillon soit d'environ 12 po. par minute. Lorsqu'on poursuit le polissage pendant plusieurs heures, le fini va s'améliorant, mais les vingt premières minutes sont essentielles. La tacheture indique que le lest n'est pas assez lourd, mais on peut enlever la tache en ajoutant plus de lest et en continuant le polissage. Le relief indique que le lest est trop lourd, mais on peut aplanir l'échantillon en enlevant du lest et en continuant le polissage. Sortez l'échantillon de la machine en marche et arrosez-le immédiatement à l'eau froide, rincez à l'alcool éthylique pur, nettoyez dans un appareil de nettoyage par ultrasons rempli d'alcool amylique normal pendant 30 secondes, rincez de nouveau à l'alcool éthylique pur et séchez dans un jet d'air rapide. Cette technique, appliquée proprement, aboutit à des inclusions polies et intactes et à une surface plane et exempte de stries que l'acide attaque deux fois plus vite que d'habitude. L'alcool méthylique ne doit en aucun cas être utilisé avec le magnésium et ses alliages, car ce réactif attaque ces métaux.

Comme nous l'avons dit plus haut, le magnésium et ses alliages ne se prêtent pas au polissage aux abrasifs de diamant, car il semble presque impossible d'obtenir une surface exempte de

stries. De plus, contrairement à ce qui est valable pour la plupart des autres matériaux, le polissage au diamant de ces métaux prend plus de temps que le polissage à liquide avec des abrasifs plus doux. Cependant, dans les rares cas où il y a présence de particules dures massives et lorsque les stries sont tolérables, on peut appliquer des techniques de polissage au diamant. Dans ce cas, l'alcool amylique normal doit être le lubrifiant exclusif. Des essais approfondis de pâtes spéciales ou d'autres lubrifiants pour le polissage au diamant n'ont pas donné de meilleurs résultats.

ANNEXE

FOURNISSEURS

La liste suivante vise à aider ceux qui comptent mettre sur pied un laboratoire métallographique pour la première fois ou qui désirent obtenir des matériaux particuliers.

Nous ne prétendons pas que ce soit une liste exhaustive ni pour les fournisseurs ni pour les produits. En bien des cas, on peut sans doute trouver le même produit chez d'autres fournisseurs ou des produits équivalents chez le même fournisseur ou ailleurs.

Matériaux	Fournisseurs
Granules thermodurcissables et moulages provisoires	Tech - Met (Canada) Ltd., Scarborough, (Ont.) Micro Metallurgical Ltd., Thornhill (Ont.)
Acrylique	N'importe quel fabricant d'articles dentaires North Hill Plastics, Londres, Angleterre
Époxydes	Tech - Met (Canada) Ltd., Scarborough (Ont.) Micro Metallurgical Ltd., Thornhill (Ont.) Canus Equipment Ltd., Ottawa (Ont.)
C-32	Canus Equipment Ltd., Ottawa (Ont.)

Adhésif Eastman 910	Armstrong Cork (Canada) Ltd., Montréal (Qué.)
PVC	Micro Metallurgical Ltd., Thornhill (Ont.)
Caoutchouc de moulage (pour la fabrication d'empreintes de moules)	Canus Equipment Ltd., Ottawa (Ont.)
Machines à meuler et à polir et disques au SiC	Tech-Met (Canada) Ltd., Scarborough (Ont.) Micro Metallurgical Ltd., Thornhill (Ont.)
Abrasifs de diamant (Buehler)	Tech-Met (Canada) Ltd., Scarborough (Ont.)
" " " (Geo-Science)	Micro Metallurgical, Thornhill, (Ont.)
Poudres abrasives de SiC	Tech-Met (Canada) Ltd., Scarborough (Ont.)
Poudres abrasives d'alumine	Micro Metallurgical Ltd., Thornhill (Ont.)
Poudres abrasives de magnésie	Fisher Scientific Co., Montréal (Qué.) Linde Co., Crystal Products East Chicago, Ind. États-Unis
Toiles Metron et astromet et disques Pellon	Micro Metallurgical Ltd. Thornhill (Ont.)
Toiles Gamal	Fisher Scientific Co., Montréal (Qué.)
Autres toiles	Tech-Met (Canada) Ltd., Scarborough (Ont.)
Appareils de nettoyage par ultrasons	Micro Metallurgical Ltd., Thornhill (Ont.)

Colle à papier	Tech-Met (Canada) Ltd., Scarborough (Ont.) Behr-Manning Co., Troy, N.Y., États-Unis
Lubrifiants et autres produits chimiques	N'importe quel distributeur comme Fisher, Cenco et Canlab.