


# TECHNIQUE DES REPLIQUES DE PLUS EN PLUS APPLIQUEE [PARTIE 1]

## DEFINITION, COMPARAISON ET TRAITEMENTS

La technique des répliques est de plus en plus connue et appliquée dans l'industrie en raison de son caractère non destructif et de son exécution relativement rapide. Ce premier article explique la technique des répliques et la compare à l'examen métallographique destructif. Les différentes étapes de cette technique sont expliquées afin d'éviter les nombreux malentendus au point de vue pratique.

La deuxième partie présentera quelques exemples, afin de montrer des situations dans lesquelles la prise de réplique est favorable ou même nécessaire.

 Vandevyver Andries, ing. Institut Belge de la Soudure



**Photo 1:** On peut prendre des répliques dans des espaces confinés (comme dans un four). Trois sacs de travail doivent être emportés dans le four pour examiner des aciers au carbone. La zone de réplique doit être accessible à l'œil nu

### DEFINITION TECHNIQUE DE REPLIQUE

La technique des répliques est la compétence de faire une empreinte d'une surface, normalement pour évaluer la microstructure à la surface, après le polissage et éventuellement l'attaque (ou le décapage) chimique de la surface. Représentez-vous: un détective trouve une empreinte de pied dans la terre et il veut en avoir une preuve afin de pouvoir examiner plus tard des irrégularités dans la plante de pied. Pour ce faire, il peut faire un moulage en plâtre: il obtient ainsi un négatif de l'empreinte du pied dans le plâtre.

La technique des répliques est comparable à l'action de ce détective, mais à l'échelle microscopique. On veut voir la microstructure d'un matériau ou avoir la preuve de la présence d'irrégularités dans le matériau comme des fissures, des cavités, des précipités, ... à l'aide d'un microscope optique. Au lieu de plâtre, on va utiliser un film en acétate de cellulose, autrement dit un film en plastique. Au lieu de l'eau, on utilise l'acétone. Après avoir humidifié la surface avec l'acétone, on met le film en plastique doucement et régulièrement sur la surface. Pendant l'évaporation de l'acétone, le film en plastique va se presser contre la surface. Une fois que le film a séché, on peut le retirer de la surface et on obtient une empreinte. Ensuite, dans le laboratoire, après quel-

ques traitements supplémentaires, on peut mettre le film sous le microscope optique et examiner la réplique.

### EXAMEN PAR REPLIQUE VERSUS EXAMEN METALLOGRAPHIQUE

Dans l'examen métallographique on veut étudier la microstructure d'un matériau après avoir fait un polissage et un décapage (chimique ou électrolytique) de la surface.

Comme on ne peut pas mettre de grandes pièces sous un microscope, il faut qu'on coupe un petit morceau à partir du matériau et on examine une petite section.

On parle d'une coupe métallographique, d'une section métallographique, ou d'un échantillon métallographique qu'on peut mettre sous le microscope.

Il y a une différence entre 'une micro' et 'une macro'. 'Une micro' est une coupe métallographique attaquée légèrement, qu'on peut examiner au microscope optique jusqu'à un agrandissement de 1000 x. Si l'attaque est trop forte, l'image dans le microscope devient noire. 'Une macro' est une coupe métallographique fortement attaquée qu'on peut examiner soit à l'œil nu, soit avec un microscope binoculaire jusqu'à un agrandissement de 50 x. 'Une macro' est utilisée pour évaluer de grandes surfaces.

Dans un examen métallographique, on doit toujours essayer d'obtenir une coupe métallographique parce qu'on peut y

appliquer différents traitements et, si nécessaire, les répéter:

- On peut exécuter des mesures de dureté sur toute l'épaisseur du matériau, même avec différents poids: un faible poids pour des mesures sur une zone bien déterminée, un poids élevé pour une conversion vers la résistance à la traction du matériau.
- 'Une micro' peut également être examinée au microscope électronique et on peut réaliser des analyses EDX (Energy Dispersive X-Ray, des analyses chimiques approximatives sur le matériau), sur des dépôts, sur les oxydes, dans des fissures, ...

Une coupe métallographique présente l'avantage que l'on peut répéter plusieurs fois le polissage, ce qui peut être nécessaire:

- en cas de mauvais polissage (polissage insuffisant);
  - quand on veut un autre type d'attaque de la surface (pour faire apparaître d'autres phases dans la microstructure);
  - quand on veut réexaminer l'échantillon après quelques semaines ou mois et que la surface polie est dégradée (oxydation, ...).
- La règle suivante est donc importante: si l'on peut réaliser un examen métallographique sur une coupe (examen métallographique destructif), celui-ci a la préférence. S'il n'est pas possible de prendre un échantillon, la technique des répliques offre une bonne solution. Malheureusement, il n'est pas

toujours possible de prendre une empreinte dans n'importe quelle situation. Il est donc nécessaire de comprendre les mises en œuvre pour réaliser une réplique. Ces traitements peuvent être répartis en six étapes. Nous présentons ci-dessous les traitements pour la réalisation des répliques et les examens nécessaires qui vont de pair.

### POLISSAGE

#### Meulage

Les oxydes et entailles présents sont d'abord éliminés avec une meule perpendiculaire. On commence par délimiter une surface blanche de l'ordre de grandeur d'une lamelle de verre pour microscope (2,5 x 7,5 cm). La dimension finale de la réplique sera de 2 x 3 cm. Lors de cette opération, des étincelles apparaissent ce qui représente un danger dans des espaces explosifs. Un permis de travail spécial est nécessaire dans l'industrie pétrochimique, dans les zones à risques (H2S, HF).

#### Ponçage

La zone de la réplique est finement poncée avec un appareil miniature de polissage ayant une granulométrie de plus en plus fine allant de 120, 220, 400, 800 à 1.200. Les papiers de verre ont un diamètre de 32 mm, ordre de grandeur d'une réplique. A chaque polissage, les lignes de polissage de l'étape précédente sont éliminées. Si l'une de ces opérations n'est pas bien

réalisée, on obtient une surface polie avec des rainures rugueuses et des irrégularités (artefacts), ce qui compliquera l'interprétation ultérieure. L'appareil miniature de polissage a la même poignée et le même aspect que celui utilisé par un dentiste lors du remplissage d'une dent. On peut ainsi comprendre que certaines zones ne peuvent pas être poncées en raison de leur inaccessibilité. De plus, la zone doit être visible à 30 cm pour pouvoir voir les rainures de polissage. Lors d'une demande de prise de réplique, l'accessibilité est souvent oubliée. Bien souvent, un échafaudage est nécessaire avec protection contre la pluie et/ou le vent.

**Polissage fin**

Avec le même appareil pourvu d'un disque de feutre à la place du papier de verre, la zone de la réplique est finement polie à 3 microns diamant. On obtient ainsi une surface polie miroir. Après toutes ces opérations, on peut constater qu'on a retiré du matériau jusqu'à une profondeur de 0,3 mm. A la fin, on évaluera donc toujours la microstructure à 0,3 mm sous la surface. Tous les appareillages utilisés par l'IBS pour la prise de répliques fonctionnent sur batteries. Ceci permet de pénétrer dans des espaces fermés sombres tels que fours et réacteurs sans distribution d'électricité supplémentaire. **Voir photo 1.** Une réplique peut être prise dans tout endroit même si 240 V ne sont pas disponibles (sur le terrain).

**Polissage électrolytique?**

En principe, il est possible de procéder à un polissage électrolytique. On obtient ainsi rapidement une surface polie miroir étant donné qu'on peut exécuter cette étape après un ponçage au grain 400 et on ne doit pas réaliser un fin polissage avec un

feutre et au diamant. Le polissage électrolytique provoque toutefois la dissolution de nombreux ions métalliques. Cette perte en matériau peut ouvrir des microfissures, ce qui ne présente plus le détail souhaité. Des carbures ou d'autres précipités peuvent également être étirés, ce qu'on peut confondre avec du fluage. Cette méthode n'est pas utilisée par l'IBS.

**Décapage**

Pour pouvoir voir la structure métallique, la surface polie doit être décapée. Il faut d'abord quelque peu connaître le matériau car le décapant à utiliser dépend du matériau. L'acier au carbone et l'acier avec moins de 5 % de chrome se laissent décapier chimiquement par une solution d'acide relativement légère. Par contre, l'acier inoxydable ne peut pas être décapé sur chantier avec un acide fort en raison du grand risque pour la sécurité. L'acier inoxydable est décapé électrolytiquement avec de l'acide oxalique. Ceci requiert un appareil spécial et la fabrication d'acide oxalique. Dans une demande de réplique, on doit toujours préciser s'il s'agit ou non d'acier inoxydable (non magnétique). On prend parfois d'abord une réplique sur le matériau non décapé, donc sur un poli miroir. Si des microfissures ou cavités sont détectées sur la surface non décapée, on peut dire avec certitude que ce ne sont pas des carbures ou autres inclusions. Sur une surface décapée, ceci prête quelquefois à confusion.

**Décapage chimique**

Le décapage chimique avec des acides dilués n'est pas aussi dangereux ni aussi compliqué que le décapage électrolytique sur chantier. Pendant la prise de réplique, on ne peut décapier

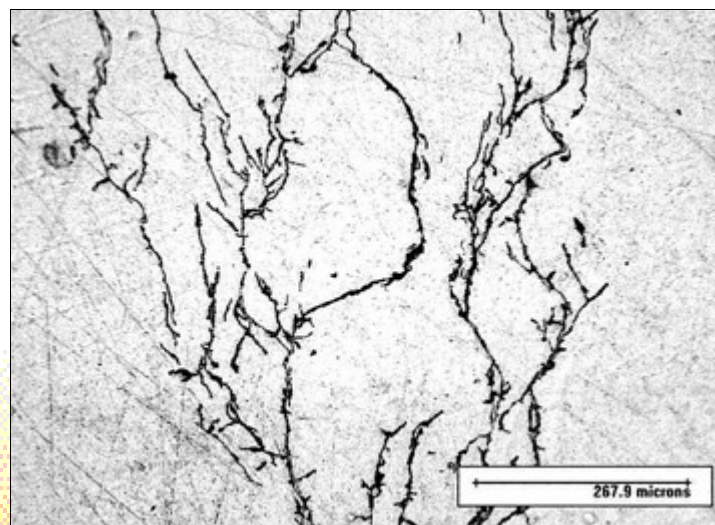
qu'une seule fois. Ceci peut être désavantageux. On peut choisir entre un décapage léger, un décapage normal et un décapage fort (décapier longtemps). De très petites fissures ou cavités sont rebouchées durant le dernier traitement de polissage et ne sont pas visibles sur une surface non décapée. En décapant le matériau, on enlève un peu de matériau et les microfissures ou cavités deviennent visibles. Dans un examen pour le fluage, on prend parfois une première réplique après un décapage léger et une deuxième réplique après un deuxième polissage et un décapage plus fort. Ceci prend du temps et on risque d'introduire des artefacts dans le deuxième polissage. Si l'on veut connaître la grosseur de grains d'un matériau, un temps de décapage de 60 secondes est courant. Sur le terrain, on a plus rapidement une légère oxydation après le fin polissage. C'est pourquoi, on a besoin de temps plus longs que pour un traitement analogue en laboratoire. En cas de décapage fort, les microfissures peuvent être plus difficilement détectables ou d'autres parties (la ZAT d'une soudure) peuvent être trop décapées. On peut contrôler à l'aide d'un microscope miniature si l'on a utilisé un temps de décapage idéal. Mais ceci est parfois impossible, par exemple si l'on ne peut pas placer cet appareil sur la zone polie ou si le puits poli est trop profond. Bien que l'expérience nous permette d'obtenir de bons résultats, il est parfois impossible de rassembler toute l'information en un seul temps de décapage.

**Décapage électrolytique**

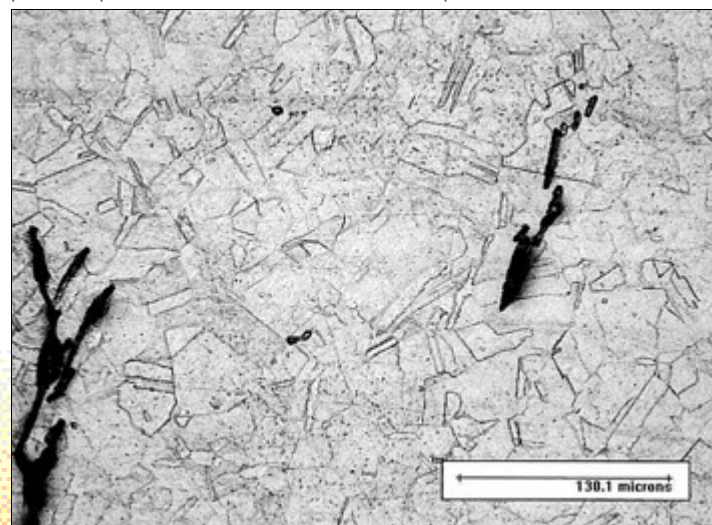
Cette opération demande un appareil particulier qui contient de l'acide chromique. Avant de partir, on doit préparer l'acide

chromique frais et les batteries de l'appareil doivent être bien chargées. Pour cette raison, si l'on veut prendre des répliques sur l'acier inoxydable, on a besoin d'une journée de préparation. Cet appareil doit être maintenu à l'horizontale et demande des précautions spéciales lors de son déplacement sur chantier. Afin de garantir un temps de décapage idéal, plusieurs zones de 8 mm de diamètre se chevauchant sont décapées avec différents temps de décapage. Durant le décapage, une sonde est pressée d'une main contre la surface. Un vide est réalisé dans la sonde par laquelle l'électrolyte passe. La surface ne peut être trop arrondie sinon on a des fuites. Avec l'autre main, un pôle positif est pressé sur le métal (des ions métalliques entrent en solution, ce qui fait le décapage du matériau). Le temps et le courant doivent être contrôlés. Cette façon de faire est très pénible et demande une bonne accessibilité de la zone de la réplique. Dans le test ASTM 262, practice A, on examine la sensibilité à la corrosion intergranulaire par le niveau de la précipitation de carbures sur les joints des grains. Ce test demande un décapage électrolytique à l'acide chromique (temps de décapage de 90 s). Si le matériau est affecté, le temps de décapage sera plus court. Le décapage électrolytique à l'acide chromique est une méthode pour décapier différents types d'acier inoxydable. Malheureusement, à faible température, l'électrolyte commence à sursaturer et précipiter tellement que les fines conduites se bouchent et que le passage de l'électrolyte devient impossible. La température minimale peut être estimée à 4 °C.

**Photo 2a:** Non décapé, x 250



**Photo 2b:** Après décapage, des fissures transgranulaires apparaissent, ce qui prouve la présence de corrosion sous contraintes par chlorures, x 500





**Prise de la réplique**

La surface est détrempee à l'acétone. Comme l'acétone s'évapore rapidement, l'opération suivante doit se faire aussi rapidement que possible: un film d'acétate de cellulose (min. 1,5 x 2 cm) est déposé doucement et régulièrement sur la surface, ce qui signifie que pendant que le film est mis sur la surface, l'air ne peut pas entrer entre le film et la surface.

L'acétone va dissoudre partiellement le film en plastique. Le film en plastique va se presser contre la surface pendant l'évaporation de l'acétone.

Une fois que le film a séché, on peut le retirer de la surface et on obtient l'empreinte.

Il est donc évident que des conditions climatiques venteuses compliquent extrêmement la prise d'une réplique. L'acétone sèche trop vite, le film volète dans le vent et peut difficilement se déposer sur la surface.

Il y a une température maximale permise car le film ne peut pas fondre. Celle-ci est de 40 °C.

Il y a aussi une température minimale. A cause de l'évaporation de l'acétone, la température diminue. A basse température, une condensation (ou formation de glace) peut apparaître et de l'eau de condensation peut se trouver dans ou contre le film de réplique. De telles répliques donnent une image brouillée. La température minimale est donc de 4°C.

Il est clair maintenant qu'on ne peut pas prendre des répliques en condition de pluie ou de vent violent sauf si une protection est installée (parapluie de soudage, couverture légère).

**Mesures de dureté**

La surface polie de la zone de la réplique est idéale pour faire des mesures de dureté sur chantier. Bien que les appareils de mesure de la dureté portables ne soient pas aussi précis que ceux en laboratoire, la pratique a prouvé que la valeur moyenne d'une série de 15 à 20 mesures est très fiable.

Les mesures de dureté HV10 peuvent donner une idée de la résistance à la traction pour l'acier au carbone, suivant la norme EN ISO 18265 (comparable à la norme précédente DIN 50 150).

**Photographie numérique**

Les zones de la réplique sont photographiées. Ces photos numériques donnent généralement des informations complémentaires telles que la nature de la corrosion, les déformations présentes, les écarts par rapport aux plans/schémas initiaux, les autres dommages présents, etc.

On constate souvent que l'appareil photo numérique permet de mieux voir et distinguer des détails qu'à l'œil nu.

**Condensation**

Quand on examine le film de réplique au microscope, les rayons lumineux traversent le film principalement en oblique et seule une très petite partie est réfléchi sur l'objectif.

C'est pourquoi, le film de réplique est déposé sur une lamelle de verre et ensuite mis dans un évaporateur.

Dans cet appareil, le film de réplique est déposé dans une cloche, qui est mise sous vide. De l'aluminium est ensuite vaporisé dans le vide.

L'aluminium se dépose sur le film. Une très fine couche légèrement réfléchissante se forme ainsi.

Dans une cloche, seules cinq répliques peuvent être déposées ensemble. Il faut quelques temps avant d'atteindre un vide suffisamment grand.

Ceci signifie que quand la prise de réplique doit se faire en un jour, l'évaluation ne peut commencer qu'après un demi-jour.

**Analyse EDX**

Au moment où l'on retire la réplique de la surface, un peu de matériau peut être enlevé des fissures ou des oxydes (sur le bord de la réplique). Sur ces zones, on peut effectuer une analyse EDX (Energy Dispersive X-ray) semi-quantitative avec l'aide du microscope électronique.

Cela donne une analyse chimique approximative. Pendant l'irradiation aux rayons X, cette petite zone de la réplique est attaquée assez fortement et détruite.

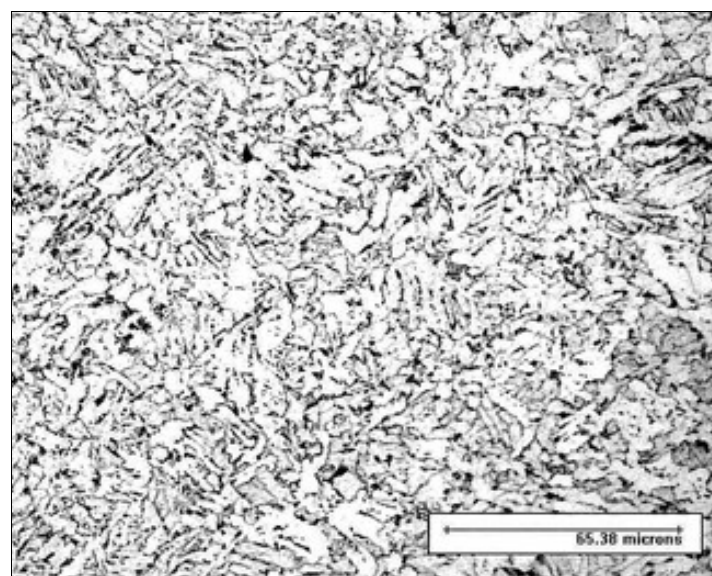
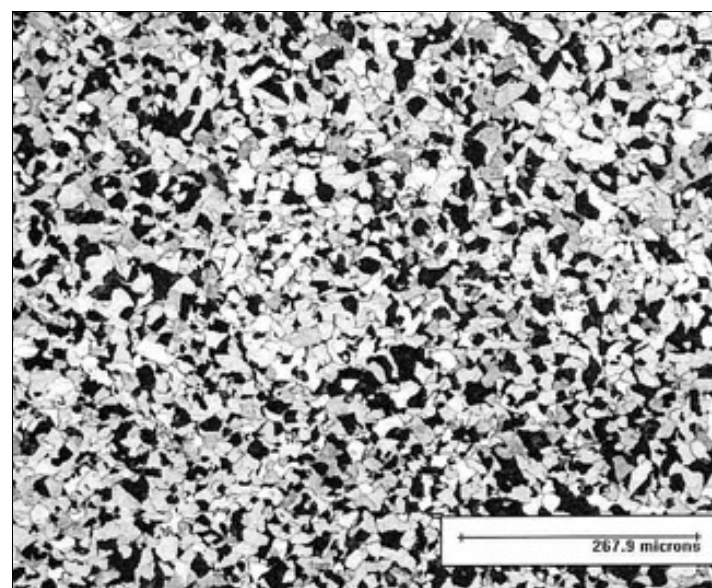
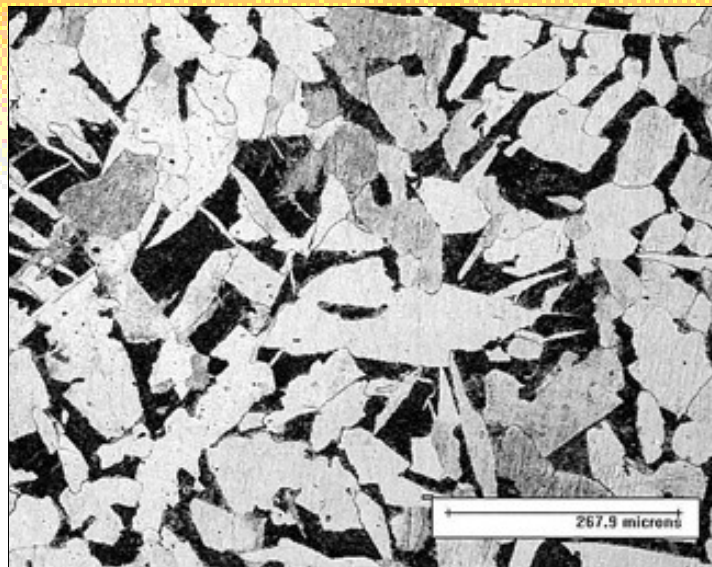
Voilà pourquoi ce traitement ne peut être réalisé qu'une seule fois.

**Examen microscopique, inspection, décision provisoire**

La prise de répliques, l'examen microscopique et la décision provisoire peuvent être réalisés par une seule personne. L'interprétation finale est toujours faite dans une équipe.

**Deux exemples**

Les photos 2 a et b illustrent des répliques qui ont été prises sur l'acier inoxydable pour prouver la présence de la corrosion sous contraintes par chlorures (CSC). Les photos 3a, b et c illustrent des répliques qui ont été prises sur des brides en acier au carbone A105 pour contrôler la taille des grains et donc la susceptibilité à la rupture fragile à basse température (froid glacial, pendant un arrêt). □



**Photos 3 a, b et c**

Microstructure de brides en acier au carbone A105 annonçant un comportement fragile à faible température, quand le grain est trop gros. La taille de grain est calculée selon ASTM E112 via le nombre d'intersections sur une circonférence.

**En haut (a):** matériau à gros grain, ASTM 5,4 (défavorable), agrandi 100 x

**Au milieu (b):** matériau à grain fin, ASTM 8,8 (favorable), agrandi 100 x

**En bas (c):** après traitement thermique, une microstructure 'quenched and tempered' bainitique à grains fins, ASTM 12, agrandi 500 x