

FILAB'

LABORATOIRE DE CHIMIE
ORGANIQUE, MINÉRALE ET MATÉRIAUX

RAPPORT D'ESSAI N° A1905883

A L'ATTENTION DE :

REGEAL - AFFIMET

MONSIEUR DAGNICOURT MATHIEU

AVENUE DU VERMANDOIS

B.P.80419

60204 COMPIEGNE

RAPPORT D'EXPERTISE :

CARACTERISATION PAR MEB-FEG- EDX SUR DEUX ECHANTILLONS DE CRASSE D'ALUMINIUM

Échantillons n° 1911-E0025775 et n°1911-E0025776

Le 18/12/2019

Commande n° CACRA19110182B

Devis n° D194925



FILAB S.A.S.
Parc Mazen Sully
13 rue Pauline Kergomard
BP 37460 • 21074 DIJON CEDEX • FRANCE

Tél : +33 (0)3 80 52 32 05
Fax : +33 (0)3 80 52 01 11
Mail : contact@filab.fr

filab.fr



SOMMAIRE

1. CONTEXTE ET REFERENCE.....	3
2. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON.....	3
3. TECHNIQUE ANALYTIQUE - PRESENTATION.....	4
4. ANALYSES MEB – RESULTATS	5
5. CONCLUSIONS.....	6
6. ANNEXES	7

1. CONTEXTE ET REFERENCE

L'objectif de cette étude est de caractériser de façon comparative deux échantillons de crasse d'aluminium.

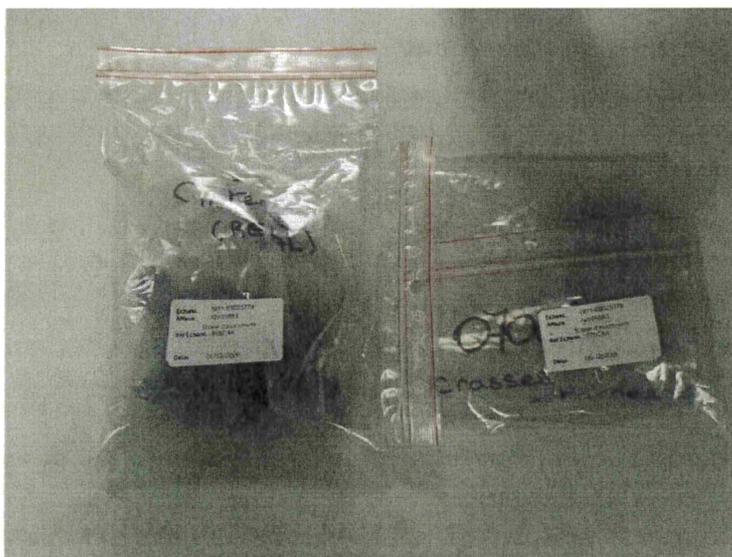
La technique mise en œuvre dans le cadre de cette analyse est :

- La **Microscopie Electronique à Balayage à émission de champs** (MEB/FEG) couplée à une microsonde EDX permettant de réaliser des observations et des analyses chimiques locales semi-quantitatives.

Les références des échantillons étudiés dans le cadre de ces analyses sont présentées dans le tableau ci-dessous :

Référence FILAB	Référence Client
1911-E0025775	Crasses externes 071CRA
1911-E0025776	Crasses internes R01CRA

2. PRESENTATION DES ECHANTILLONS

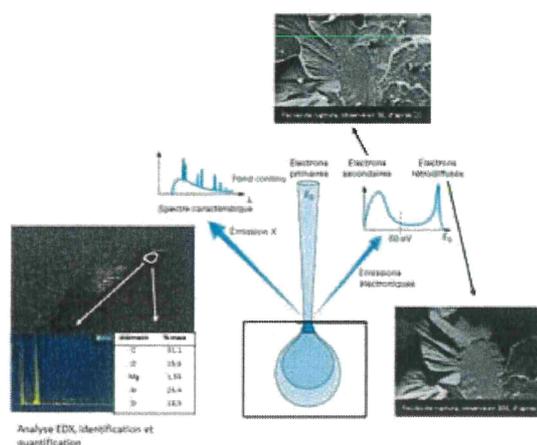


3. TECHNIQUE ANALYTIQUE - PRESENTATION

PRINCIPE : La **microscopie électronique à balayage** consiste en l'émission d'un faisceau d'électrons sur la surface d'un échantillon, puis à l'analyse des interactions entre celui-ci et la matière.

Les électrons sont générés par un canon à effet de champs. Comparé à un faisceau émis via un filament, ce dernier est plus fin et sa brillance augmentée. L'émission peut ainsi être plus ciblée en surface et l'information obtenue de meilleure qualité (augmentation de la résolution, ...). Trois types d'interactions « matière/électrons » sont exploitées par cette technique :

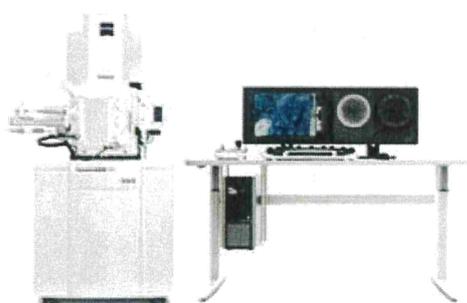
- **Les électrons secondaires (SE) :** Les électrons incidents entrent en collision et éjectent les électrons périphériques des atomes situés sur la surface à analyser. Ejectés, ils sont alors dit secondaires. Un détecteur spécifique pour ces électrons permet de visualiser la morphologie de l'échantillon. **Les images obtenues via les électrons secondaires (mode SE) permettent d'accéder au contraste topographique de l'échantillon.**
- **Les électrons rétrodiffusés (BSD) :** Ils résultent de l'interaction entre les électrons incidents et le noyau des atomes constituant l'échantillon. Les électrons dits rétrodiffusés sont réémis à une vitesse différente de leur vitesse initiale en fonction de la taille de l'atome avec lequel ils interagissent. **L'image obtenue via les électrons rétrodiffusés (mode BSD) est dite de contraste de composition chimique.**



Faisceau d'électrons, rayons émis et informations associées

- **L'analyse par rayon X (mode EDX) :** Le bombardement de la surface du matériau par les électrons du faisceau incident conduit également à l'émission de rayons X, dont la longueur d'onde est propre à chaque atome. L'analyse de ces rayons permet d'accéder à la nature chimique des atomes constituant l'échantillon, via une sonde EDX. **On obtient ainsi des spectres indiquant d'un point de vue semi-quantitatif les compositions chimiques élémentaires.**

FILAB dispose d'un MEB-FEG Zeiss à pression contrôlée, rendant possible l'observation de matériaux peu ou non conducteur sans préparation spécifique. C'est ainsi que peuvent être observés la majorité des matériaux existants comme les métaux mais également les céramiques, les polymères, matériaux composites, ...



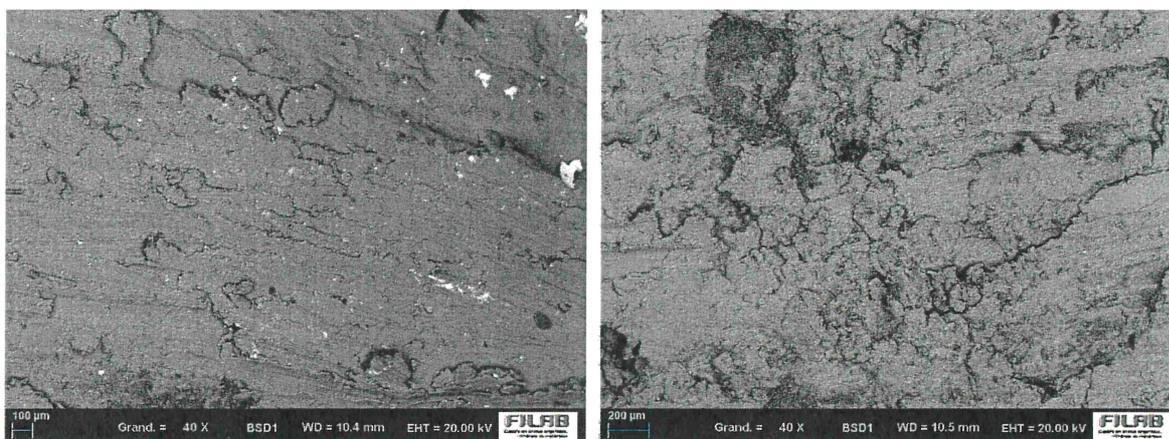
MEB-FEG Zeiss à pression contrôlée

MEB-FEG-EDX

4. ANALYSES MEB – RESULTATS

Les échantillons ont été découpés puis stabilisés sur scotch carbone pour permettre l'observation MEB. Il est donc à noter que la teneur de l'élément carbone peut être associée à l'utilisation de ce dernier.

Les résultats des observations MEB et des analyses EDX sont présentés de façon synthétique ci-dessous. Le lecteur pourra se reporter aux annexes pour des résultats détaillés.



*Echantillons n° 1911-E0025775 (à gauche) et n° 1911-E0025776 (à droite) observés à cœur
Observation MEB – G=40 – Electrons rétrodiffusés*

Les observations MEB-FEG et les analyses EDX mises en œuvre ont permis d'aboutir aux informations suivantes :

- Les deux échantillons sont majoritairement constitués des éléments Aluminium (Al) et Oxygène (O). L'élément Carbone (C) détecté provient très probablement du scotch,
- L'échantillon 1911-E0025775 semble contenir des traces de Fer (Fe) et de Magnésium (Mg),
- L'échantillon 1911-E0025776 contient des traces de Calcium (Ca).

5. CONCLUSIONS

Les analyses mises en œuvre par MEB-FEG-EDX dans le cadre de cette étude ont permis d'aboutir aux informations suivantes :

- Les deux échantillons sont majoritairement constitués des éléments Aluminium (Al) et Oxygène (O). L'élément Carbone (C) détecté provient très probablement du scotch.
- L'échantillon 1911-E0025775 semble contenir des traces de Fer (Fe) et de Magnésium (Mg).
- L'échantillon 1911-E0025776 contient des traces de Calcium (Ca).

Visa Technique :
Chargé de développement
Matthieu BRUSSON

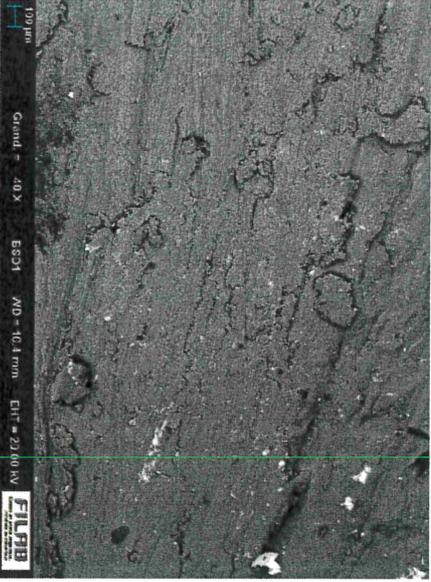
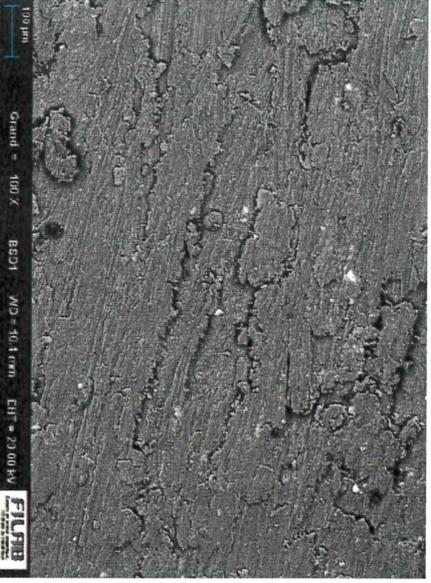
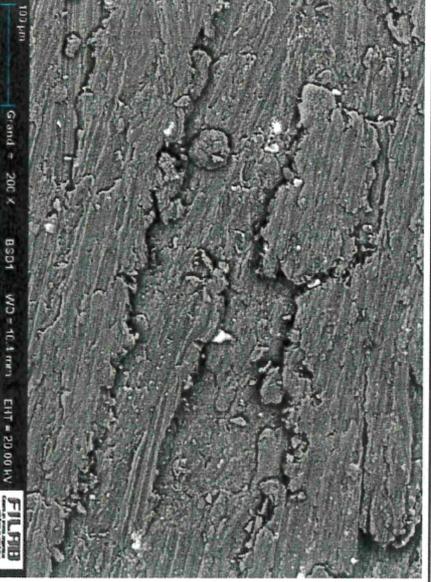
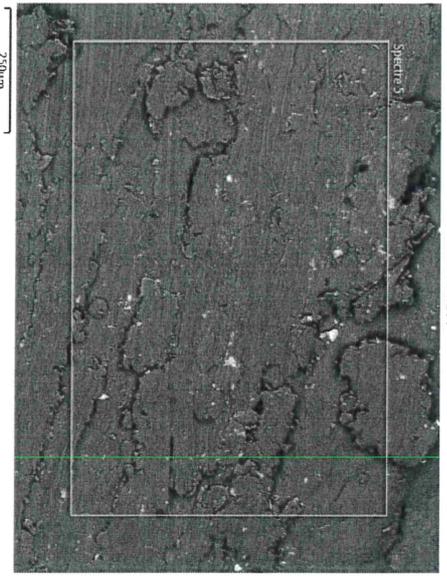
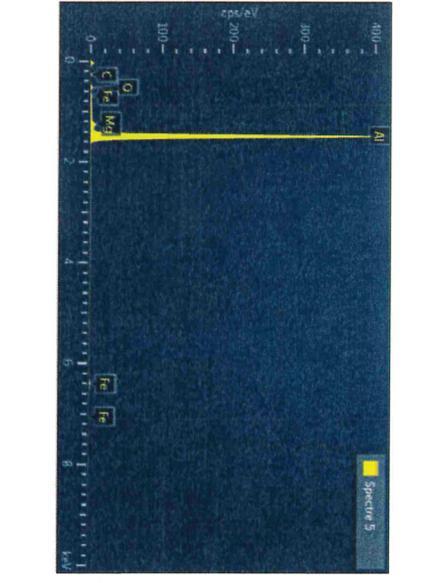


Visa Responsable :
Responsable Département Matériaux
Emmanuel BUIRET

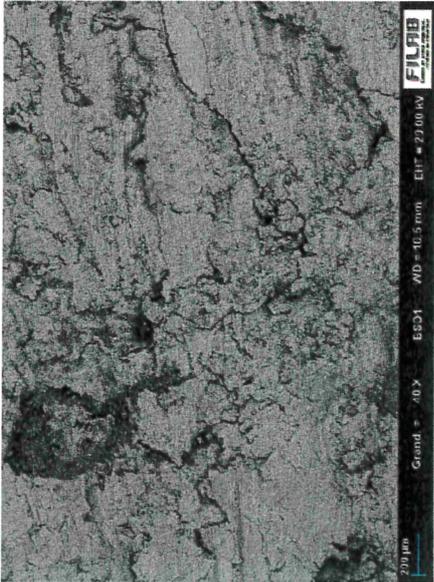
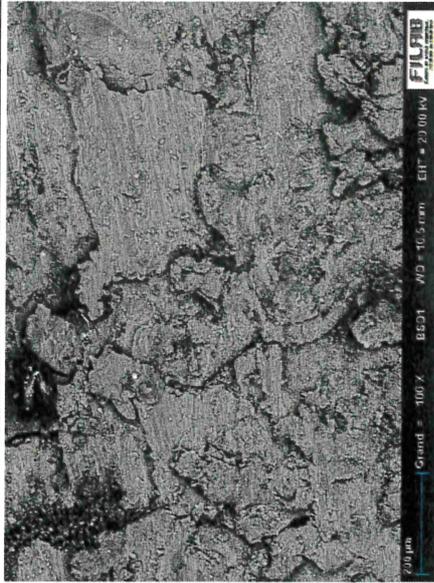
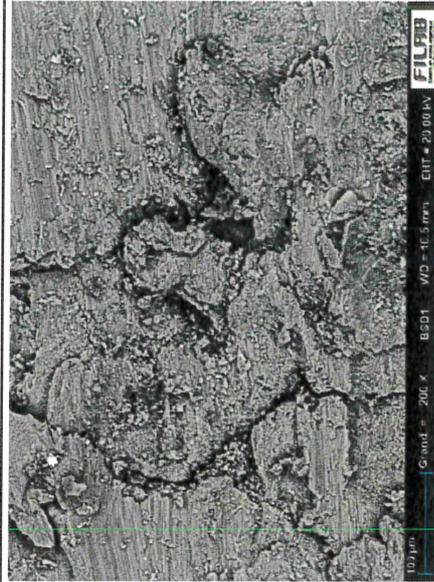
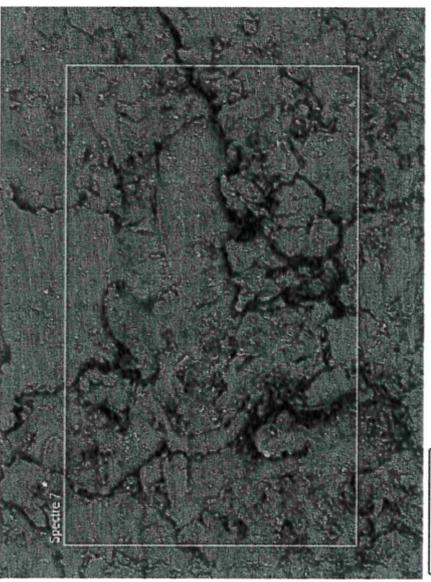
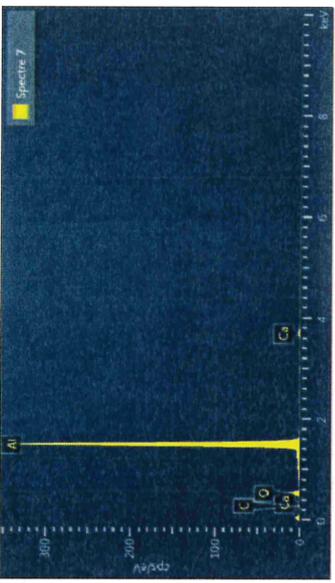


6. ANNEXES

Annexe 1 : Analyses MEB-EDX de l'échantillon 1911-E0025775

<p>Electrons rétrodiffusés (BSE)</p> 																
<p>Analyses EDX</p> 		<p>Quantification</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Descriptif de spectre</th> <th>Spectre 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>C</td> <td>8.25</td> </tr> <tr> <td>O</td> <td>3.09</td> </tr> <tr> <td>Mg</td> <td>0.53</td> </tr> <tr> <td>Al</td> <td>86.27</td> </tr> <tr> <td>Fe</td> <td>1.86</td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>100.00</td> </tr> </tbody> </table> <p>(Résultats exprimés en % massique)</p>	Descriptif de spectre	Spectre 5	C	8.25	O	3.09	Mg	0.53	Al	86.27	Fe	1.86	Total	100.00
Descriptif de spectre	Spectre 5															
C	8.25															
O	3.09															
Mg	0.53															
Al	86.27															
Fe	1.86															
Total	100.00															

Annexe 2 : Analyses MEB-EDX de l'échantillon 1911-E0025776

Electrons rétrodiffusés (BSE)															
Analyses EDX			<p>Quantification</p> <table border="1" data-bbox="938 129 1129 757"> <thead> <tr> <th>Descriptif de spectre</th> <th>Spectre 7</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>C</td> <td>6.55</td> </tr> <tr> <td>O</td> <td>14.62</td> </tr> <tr> <td>Al</td> <td>77.68</td> </tr> <tr> <td>Ca</td> <td>1.16</td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>100.00</td> </tr> </tbody> </table> <p>(Résultats exprimés en % massique)</p>	Descriptif de spectre	Spectre 7	C	6.55	O	14.62	Al	77.68	Ca	1.16	Total	100.00
Descriptif de spectre	Spectre 7														
C	6.55														
O	14.62														
Al	77.68														
Ca	1.16														
Total	100.00														