

GN-MEBA 2010

Nancy
4 juin 2010



*Platine de traction in-situ : l'émergence des
bandes de glissement dans le nickel*

Egle Conforto

Fédération de Recherche en Environnement et Développement Durable, La Rochelle

En collaboration avec:

C. Lekbir, H. El Alami, C. Huvier, X. Feaugas, R. Sabot, J. Creus

Dans cet exposé

- **La technique de déformation in-situ et l'outil**
 - Historique
 - La platine et son installation dans le MEB
 - Pilotage Informatique et enregistrement de données
- **La déformation plastique des matériaux**
Dislocations, bandes de glissement
- **La déformation in-situ du nickel monocristallin**
 - Augmentation de la surface libre
 - Impact du taux de déformation sur l'adsorption d'hydrogène



Introduction

- La déformation “in-situ” dans un MEB permet de suivre l'évolution de **l'état de la surface** de façon **dynamique** lors d'une sollicitation en traction (ou en compression) avec la possibilité de observer une région d'intérêt particulier.
- Permet d'associer la profondeur de champ, la résolution spatiale et les techniques d'analyse aux tests dynamiques contrôlée par ordinateur.
- Ceci peut se faire simultanément à l'enregistrement des caractéristiques quantitatives du rapport contrainte/déformation.

La technique de déformation in-situ dans un MEB

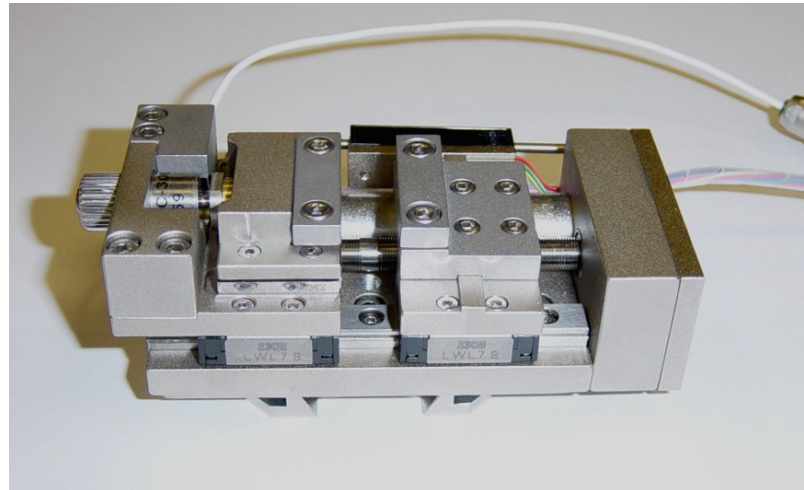
Développement de l'appareillage: Historique

- Antécédent: Brevet européen demandé en 1992 par la Société Nationale Industrielle Aérospatiale pour un dispositif d'essai en traction et compression sur une éprouvette après simulation de rentrée en atmosphère (EP 0 477 085 A1).

-Demande de brevet européen déposée en 1994 par des chercheurs du CNRS pour « Machine de traction in situ et éprouvette pour microscope électronique à balayage » (EP 0 696 351 B1) et obtenue en 1997. L'outil est commercialisé depuis la fin des années 90.

La technique permet

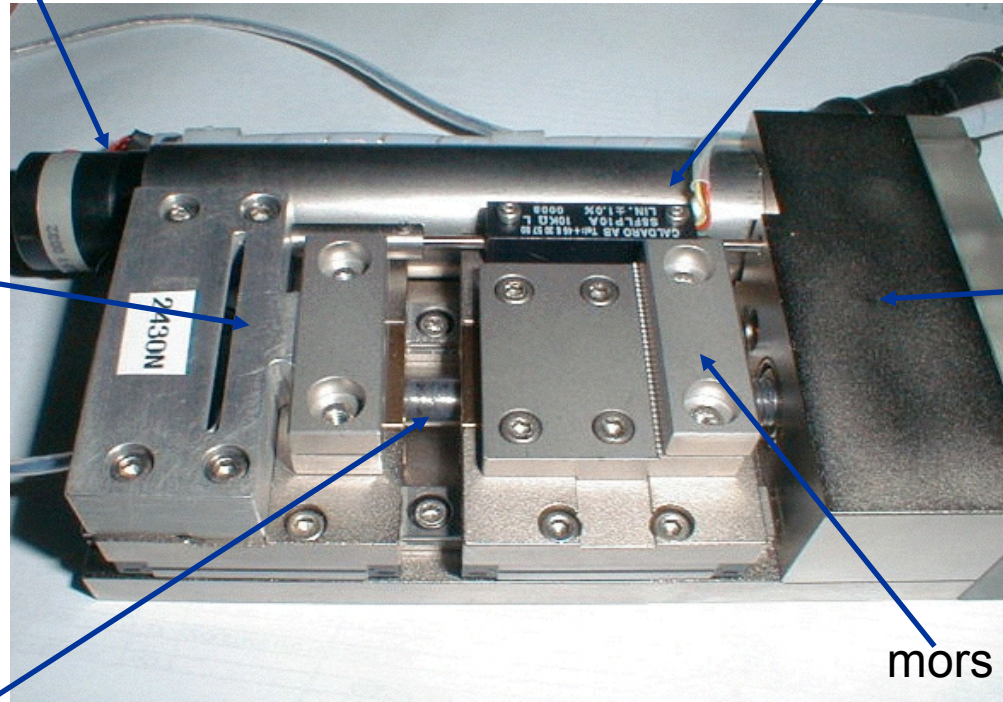
- Des tests de traction et compression au MEB;
- L'observation dynamique des transformations microstructurales, mesure de la charge et de l'élongation;
- Plage de charges disponible: 2N à 5000N
- Possibilité: supports spéciaux pour flexion, réchauffement, refroidissement, EBSD



Les Elements de la platine

Moteur avec contrôle de vitesses

extensomètre pour mesurer la déformation avec précision



Cellule de charge calibrée pour des forces de traction et de compression

Boîte de vitesses, vitesses interchangeables

mors

Vis infinie permettant de maintenir le spécimen stationnaire

Montage sur la platine du MEB

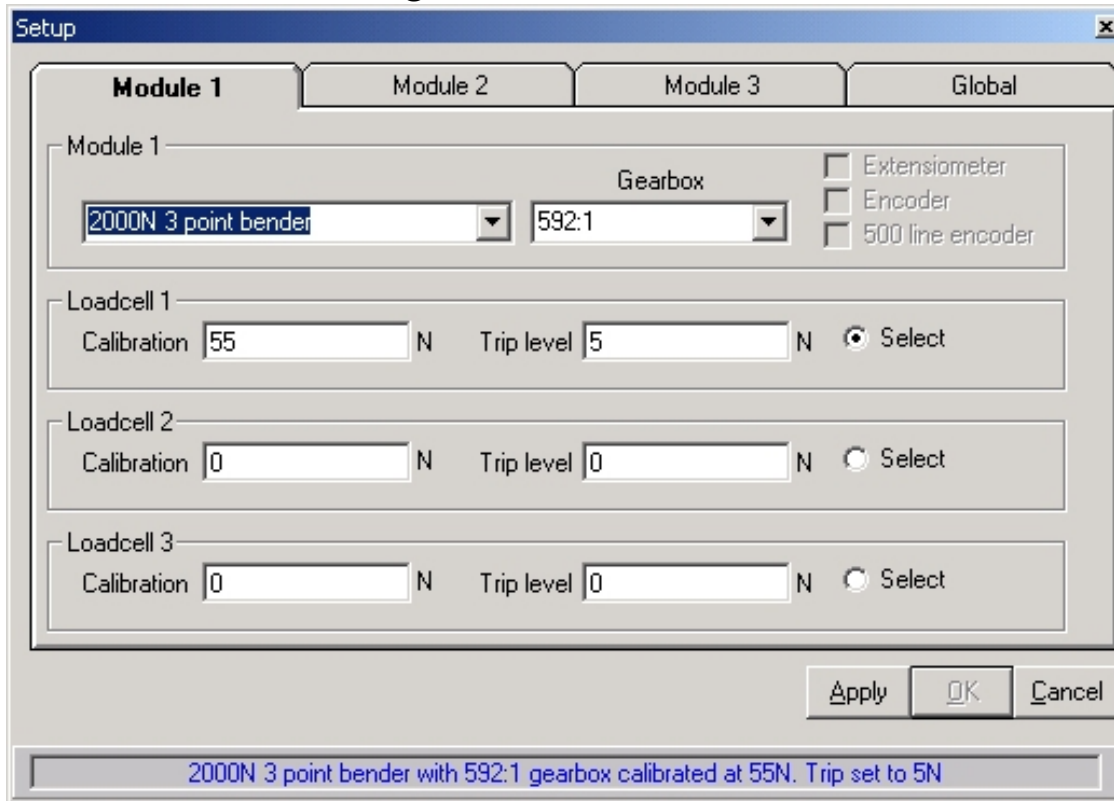
Exigences pour compatibilité avec le MEB

- ❑ Montage sur la platine du MEB
- ❑ Design mince et plat permettant des observations à des courtes distances de travail.
- ❑ Platine pilotée par un logiciel de contrôle.
- ❑ Communication avec le système de pilotage à travers un passage étanche
- ❑ Absence de composants magnétiques proches au faisceau d'électrons
- ❑ Compatible avec les modes haut vide, faible vide et environnemental, permettant l'observation de spécimens non conducteurs.



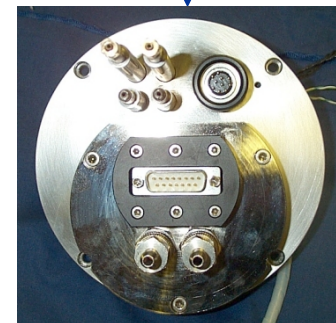
Elements Communs

Logiciel courant de pilotage avec possibilité de choix de paramètres pour les modules, cellule de charge et boîte de vitesses.



Boîte de pilotage commune à tous les modules.

Communication à travers un contact traversant un passage étanche au vide



Le logiciel: MICROTEST

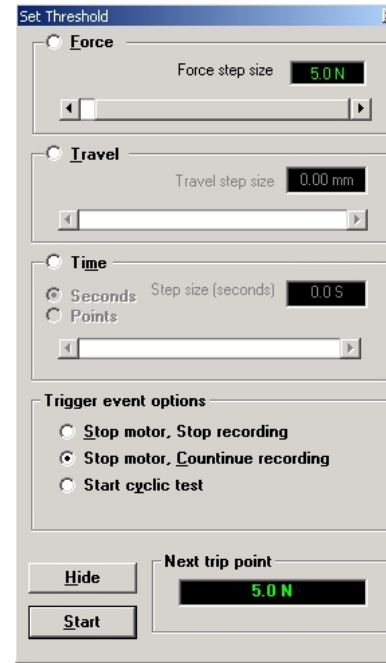
➤ Des mesures contrainte/déformation à des vitesses de déplacement constantes (Plage: mm/min → $\mu\text{m/s}$)

➤ Modes possibles:

- Traction
- Compression
- cycliques

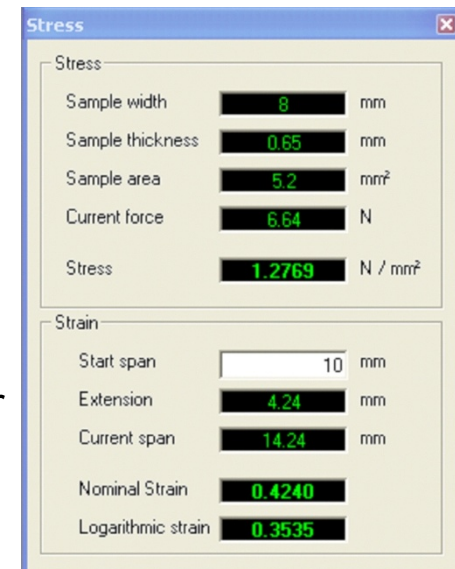
• Affichage des résultats: graphique de la Force (en Newtons) en fonction de :

- Points
- Déplacement (absolu, en mm)
- Extension ΔL (en mm)
- Temps

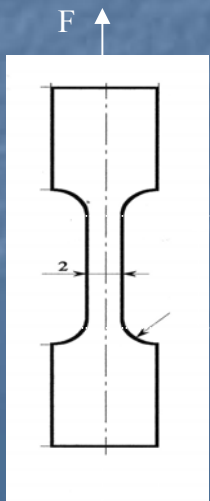
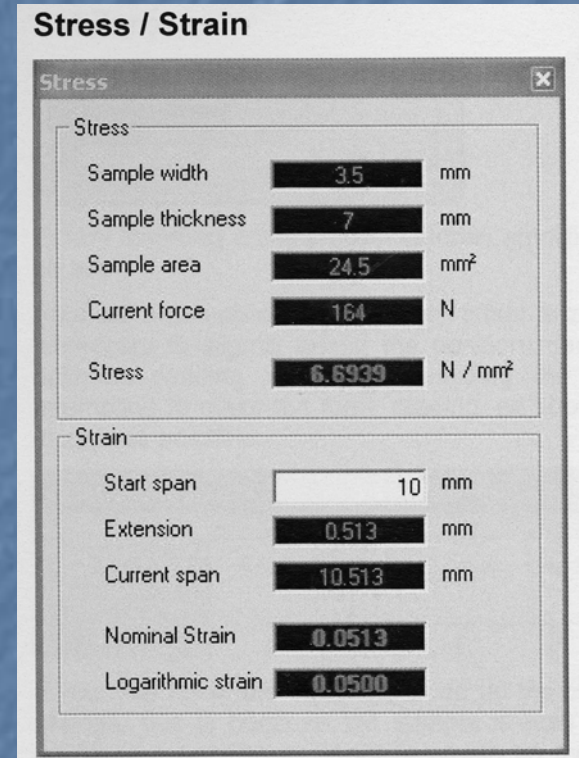
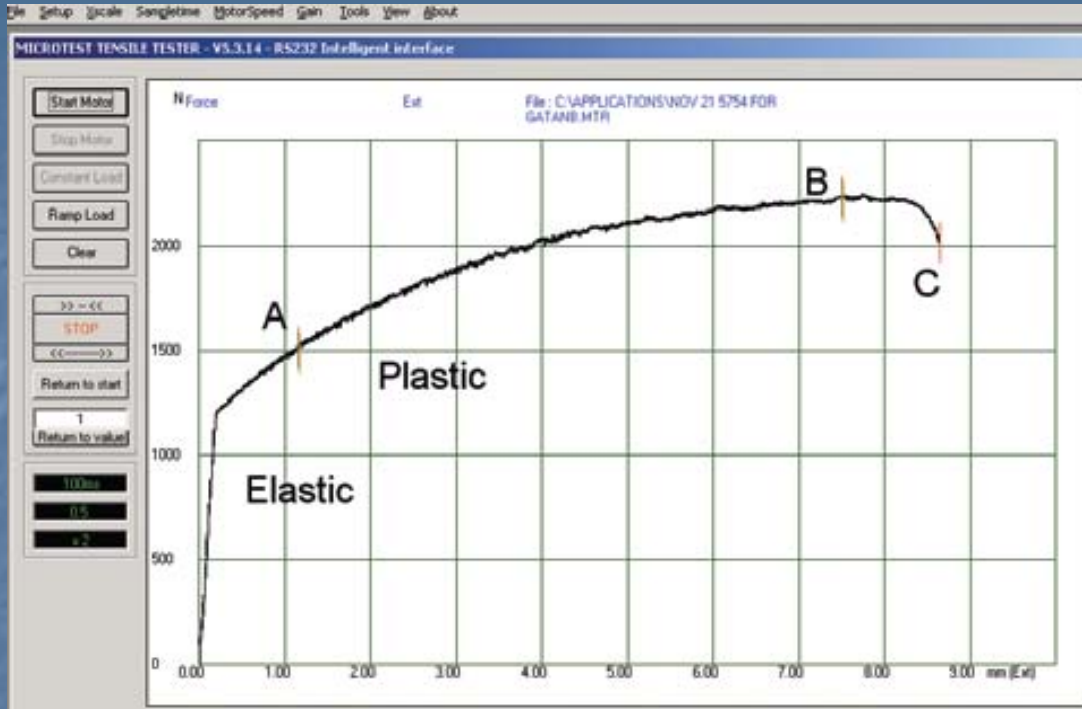


☐ Contrôle de cycle et seuil, accepte aussi le déplacement et le temps comme paramètre de réglage

Calculateur de contrainte et de déformation basé sur les dimensions de l'échantillon



Essais Mécaniques



Déplacement

$$F = f(\Delta L) \longrightarrow \sigma = f(\varepsilon)$$

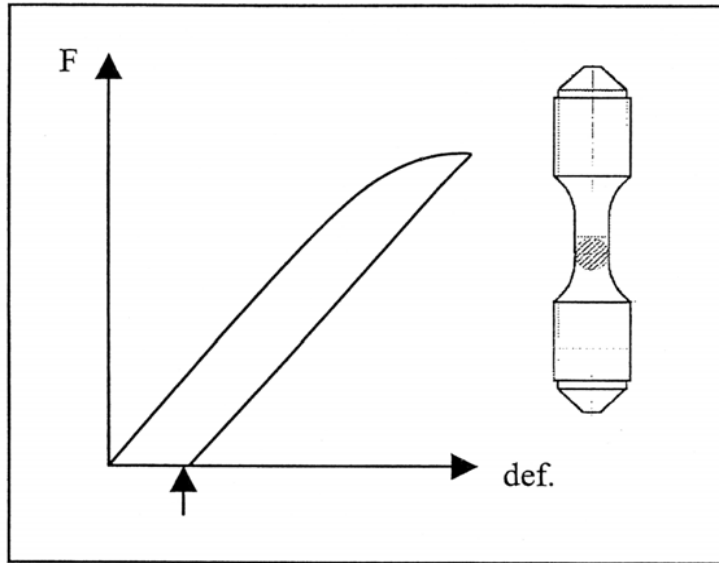
Contrainte σ : force par unité de surface – N/mm² → MPa

« Nominal strain » (Déformation $\varepsilon_{\text{conventionnelle}}$) : allongement relatif ($\Delta L/L_0$)

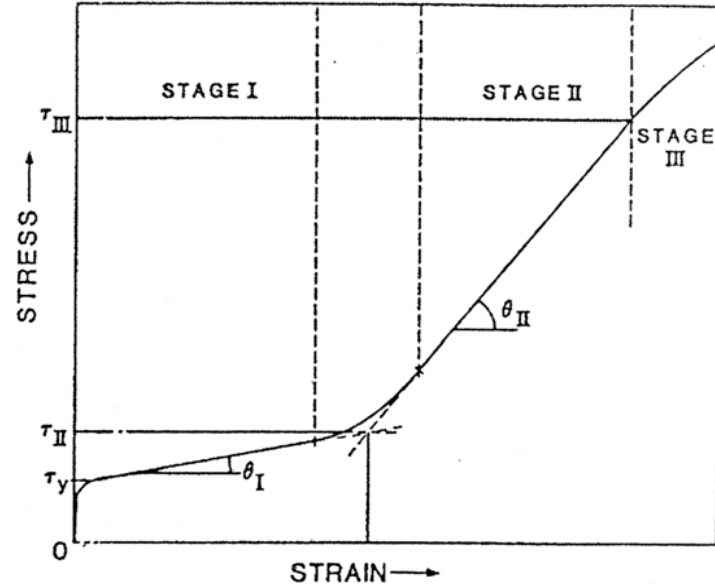
« Logarithmic strain » ($\varepsilon_{\text{rationnelle}}$) = $\ln(1 + \Delta L/L_0)$

Des éléments de plasticité

Notion de déformation irréversible (échelle macro.)



déformation irréversible.



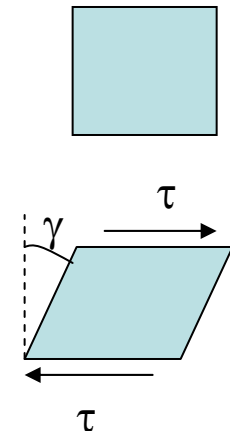
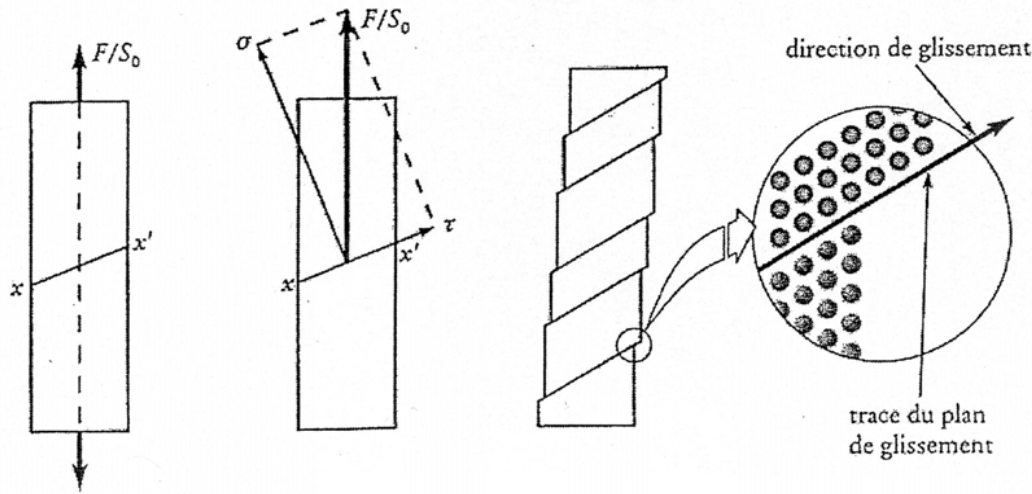
Comportement d'un monocristal en glissement simple.

- Comportement élastique linéaire pour une charge critique (notion de limite d'élasticité)
- Passé ce seuil le comportement est généralement non-linéaire et la déformation partiellement réversible.

$$\varepsilon = \varepsilon_p + \varepsilon_e = \varepsilon_p + \sigma/E$$

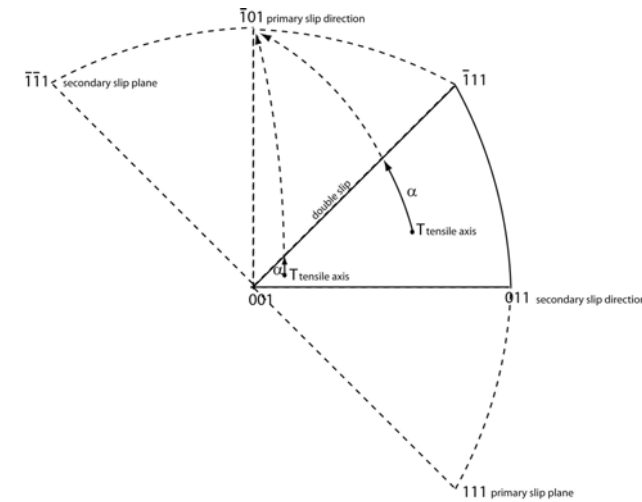
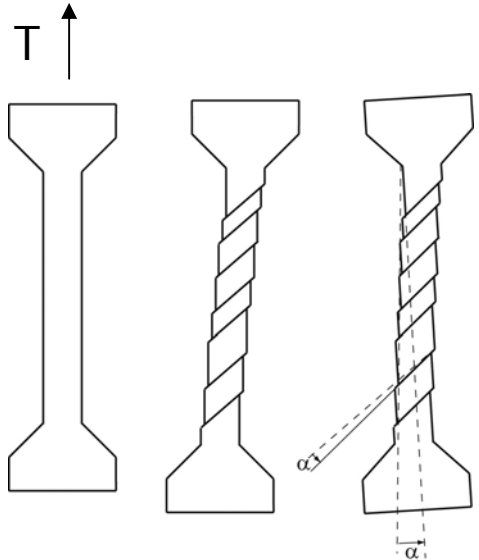
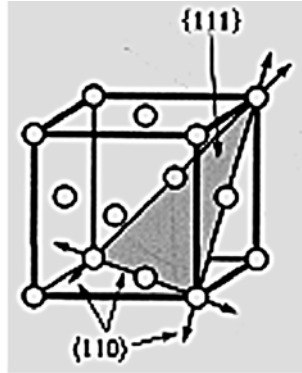
Notion de déformation irréversible (échelle méso.)

- Déformation: se produit par cisaillement - plans et directions fortement corrélés à la structure cristallographique
- Monocristal: tous les plans sont parallèles et aussi leur émergence en surface



Contrainte de cisaillement τ
Déformation de cisaillement γ

Les systèmes de glissement dans le CFC

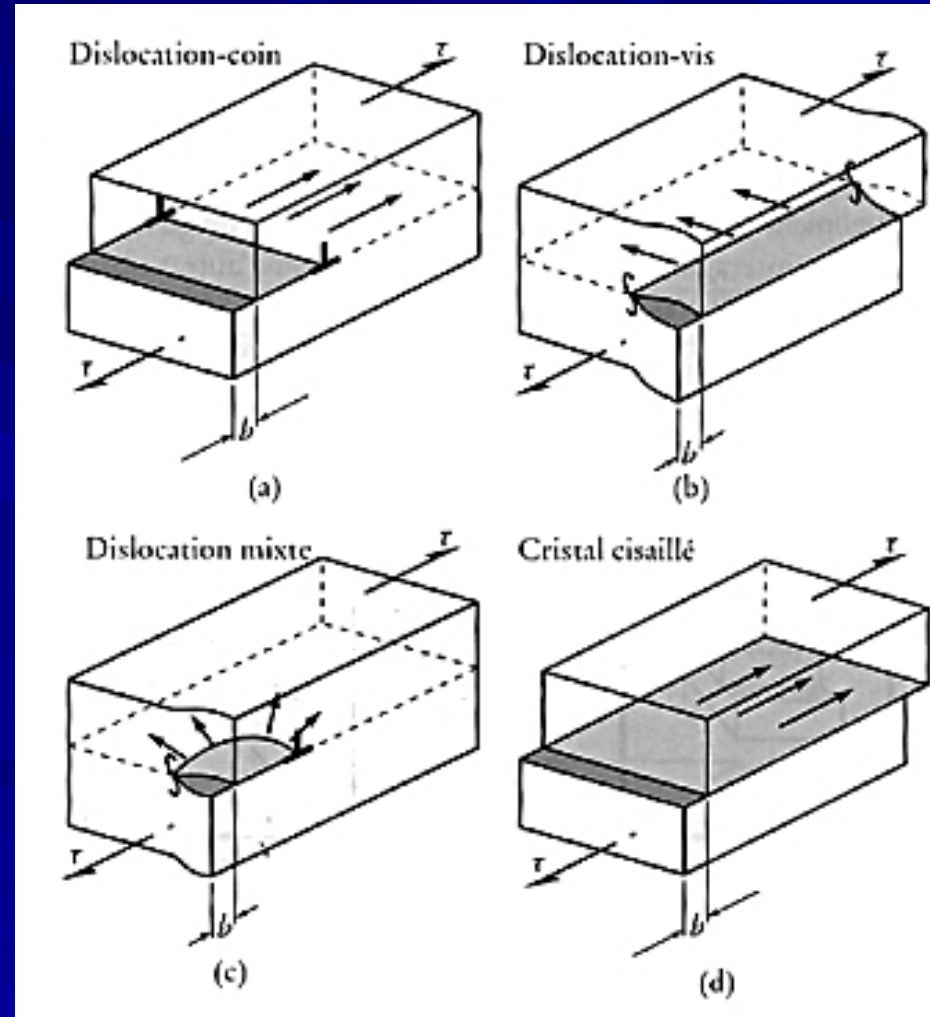
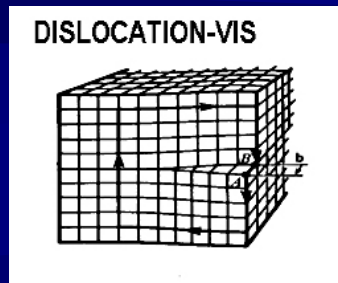
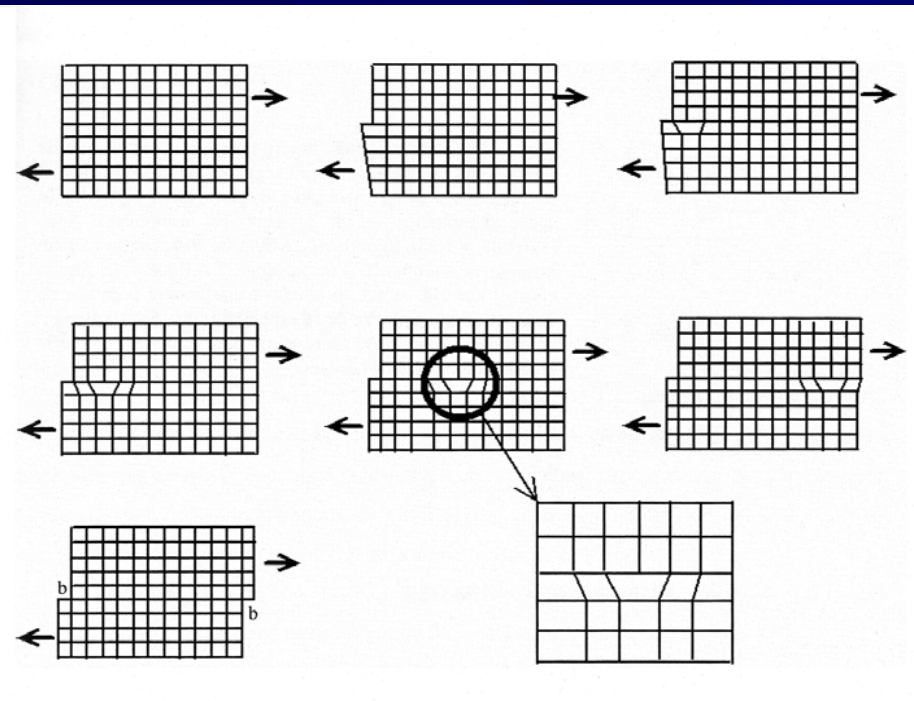


Systèmes de glissement des alliages de structure cubique à faces centrées : famille de plan de glissement $\{111\}$, direction de glissement $\langle 110 \rangle$ - 12 systèmes de glissement.

- Si l'axe de l'éprouvette reste parallèle à la direction de traction T , le réseau cristallin tourne en glissement simple. La direction de glissement tourne vers la direction de traction (angle α). Si on prend comme repère le réseau cristallin, c'est la direction de traction qui tourne.
- Rotation de la direction de traction T en projection stéréographique. Dans tout l'angle solide délimité par les 3 directions de type 001, 011, et -111 ("triangle stéréographique"), le plan de glissement s'obtient en traversant une frontière 001/011, et la direction de glissement s'obtient en traversant la frontière 001/-111 (cette condition est celle du facteur de Schmid maximum).
- Au départ on est en glissement simple $[-101](111)$, mais comme l'axe T se dirige vers la direction de glissement $[-101]$, il atteint la frontière 001/011. Comme il est alors à cheval sur 2 triangles stéréographiques, un deuxième système de glissement se déclenche!
- Valable seulement dans un cfc et en traction! En compression, la direction de rotation est inverse..

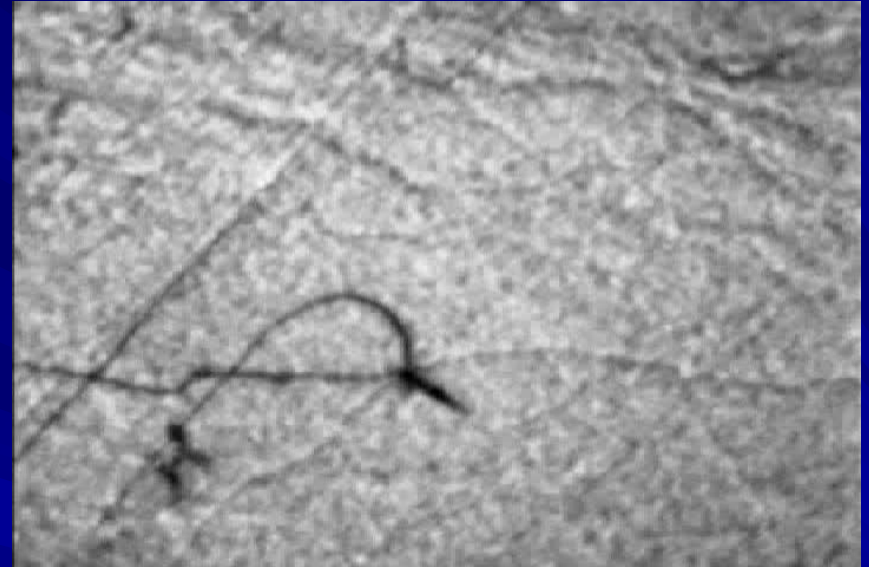
Dislocations vis et coin – échelles microscopique et macroscopique

Le cisaillement est propagé par les dislocations



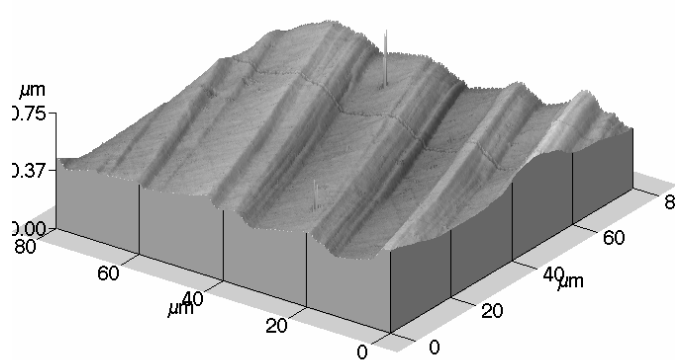
Formation de marches: un exemple

- Dislocations émises par une source sur un même plan.
- Les dislocation s'accumulent formant la marche

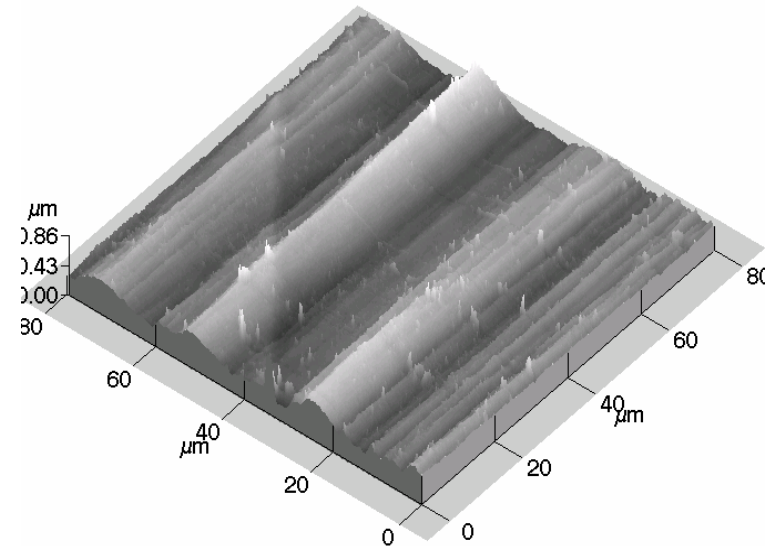


D. Caillard, « Kinetics of dislocations in pure Fe. Part I. In situ straining experiments at room temperature », *Acta materialia*, in press.

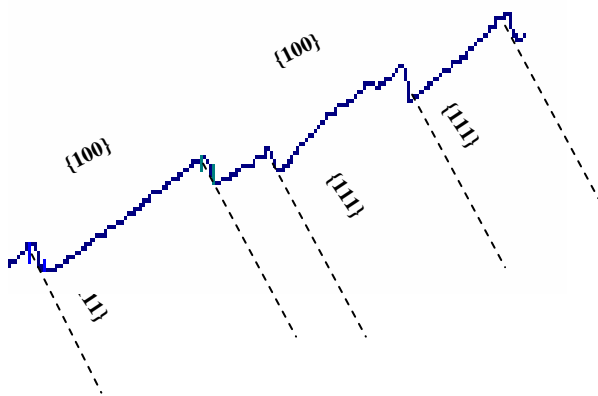
Dislocations mobiles



Émergence de lignes de glissement dans le Nickel monocristallin [100]



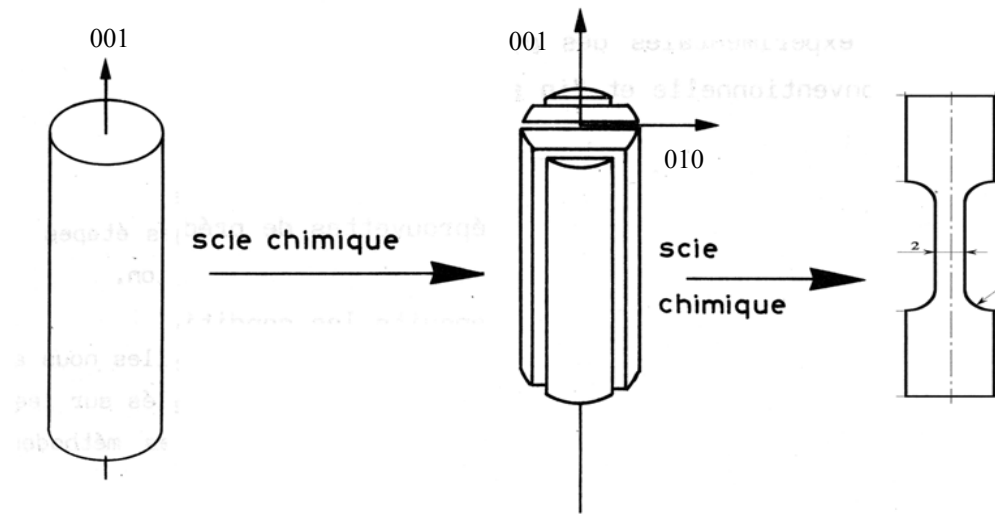
Émergence de bandes de déformation dans le Nickel monocristallin [135], en glissement simple (*Huvier et al IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 3 (2009)*)



Emergence des dislocations mobiles

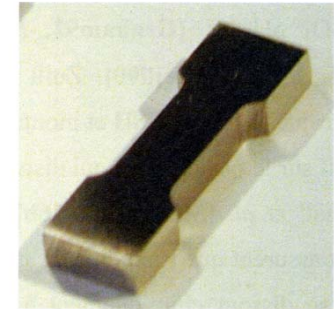
⇒ Différentes échelles de rugosité de surface

⇒ Modification de la nature et de la géométrie de la surface active

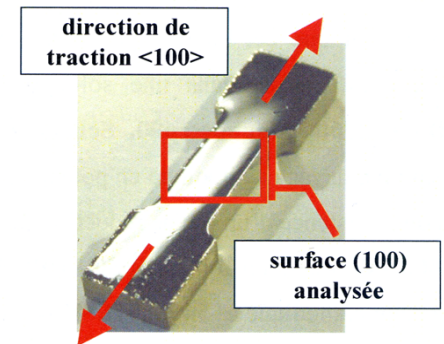


Monocristaux obtenus par la méthode de Bridgman-Stockbarger

Polissage mécanique puis électrolytique



(a)



(b)

Éprouvette de nickel monocristalline avant préparation de surface (a) et après le polissage mécanique et électrolytique (b)

Étapes de préparation d'un échantillon

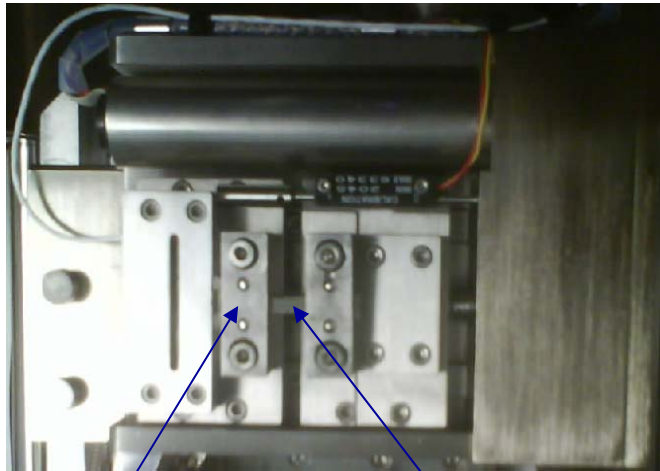
- Découpe par électro-érosion en respectant les orientations cristallographiques
- Préparation des surfaces d'observation (polissage)

Tests de traction uniaxiale

DEBEN MICROTTEST, 5kN

Dans: Quanta 200 ESEM-FEG

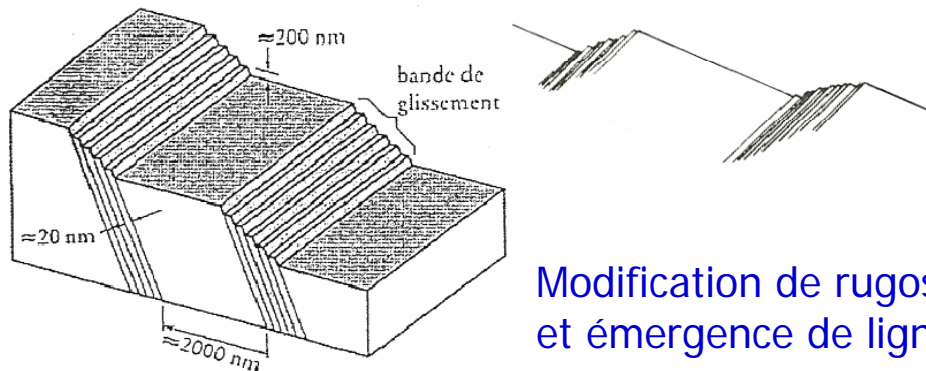
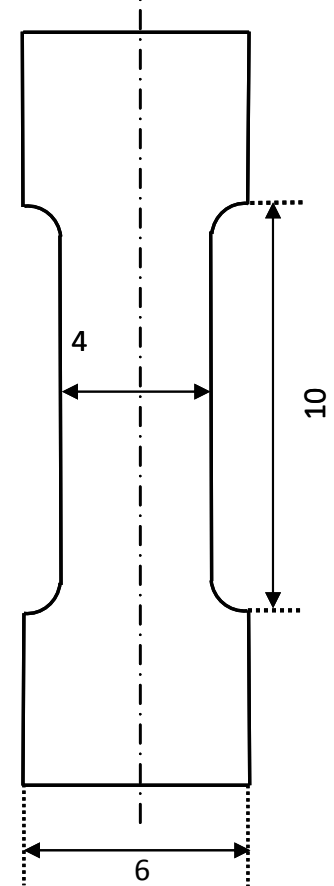
(équipé aussi d'une platine Peltier et d'EBSD)



Mors

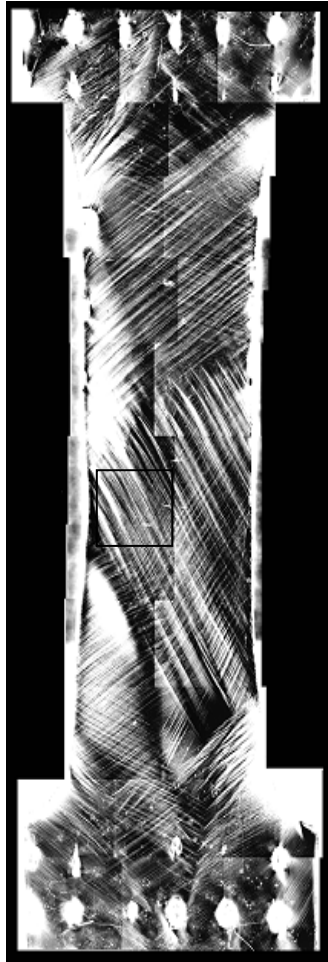
Éprouvette de traction

Etat après déformation

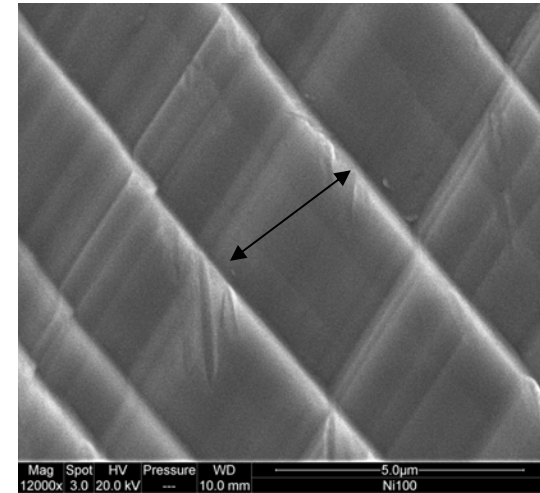
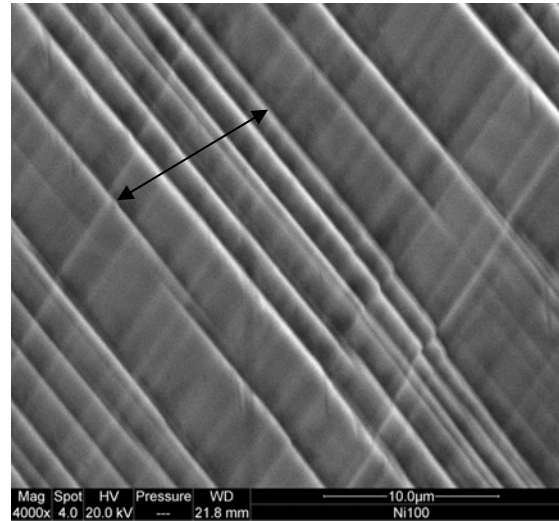


Modification de rugosité: formation de bandes de déformations et émergence de lignes de glissement

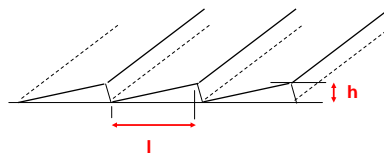
Émergence de bandes de cisaillement en surface (échelle micro.)



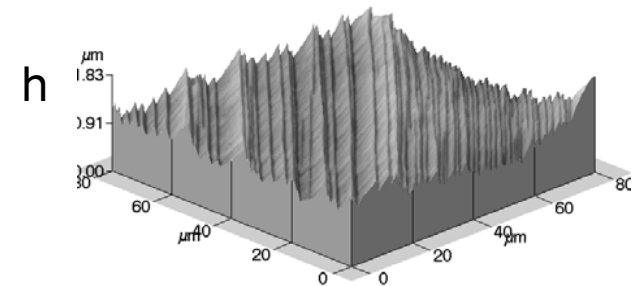
Optique (échelle du mm):
Vue de l'ensemble de
l'éprouvette



MEB (échelle du μm): bandes (à gauche) formées par des marches (détail, à droite)

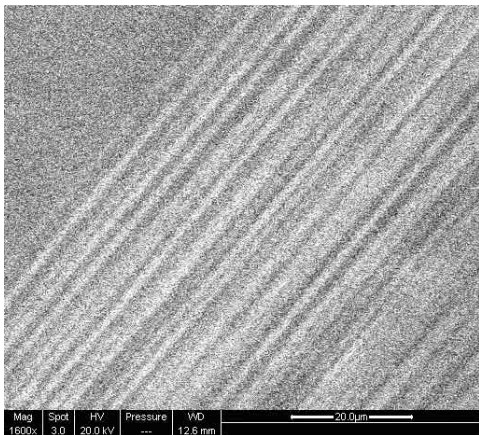


hauteur d'émergence h
distance inter-bandes l

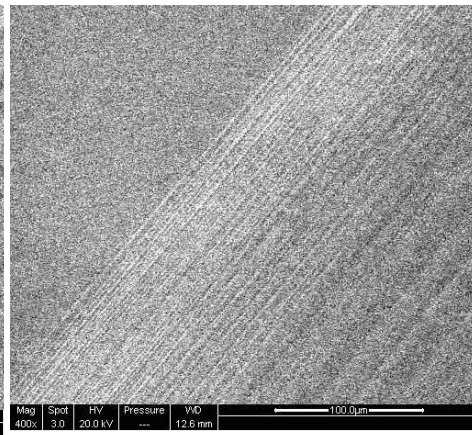


AFM (échelle du nm)

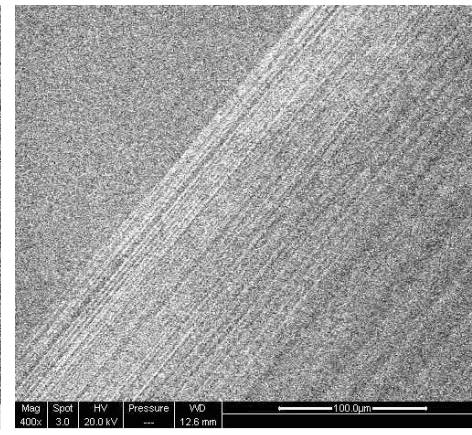
Traction in-situ dans le nickel monocristallin



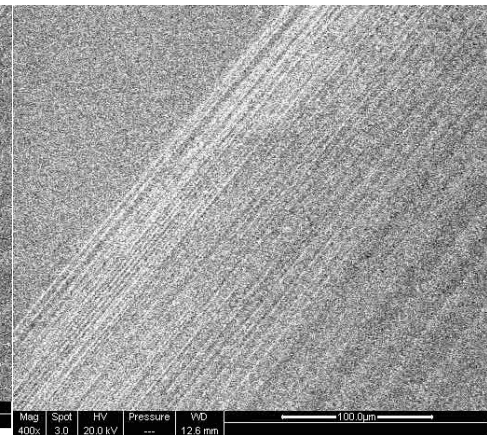
005-1.m1v



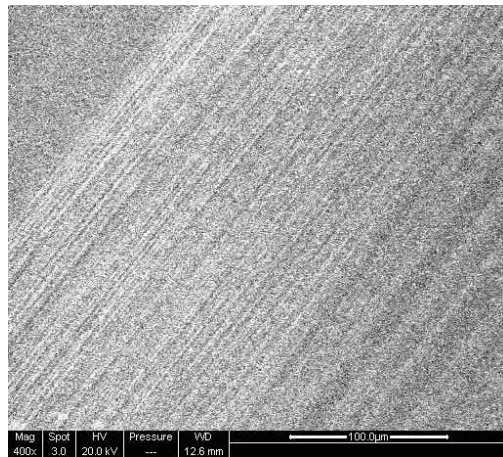
005-2.m1v



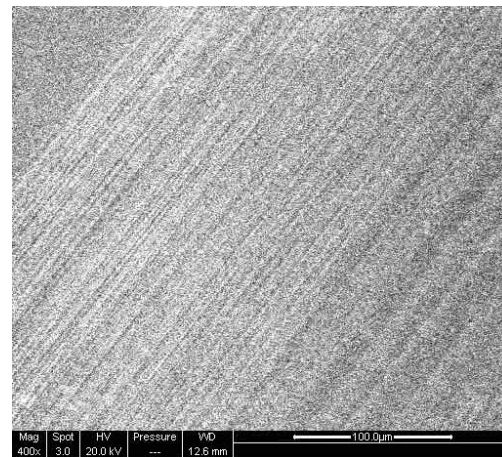
005-3.m1v



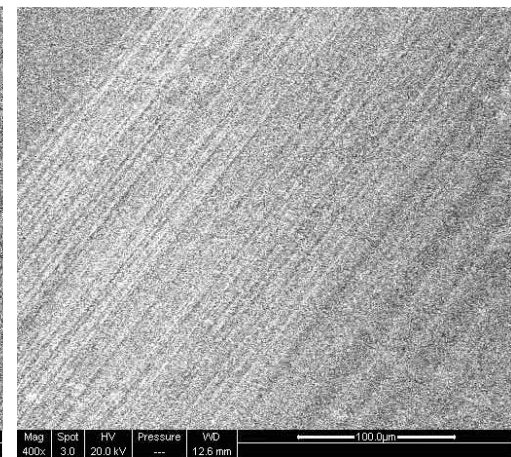
005-4.m1v



006-1.m1v

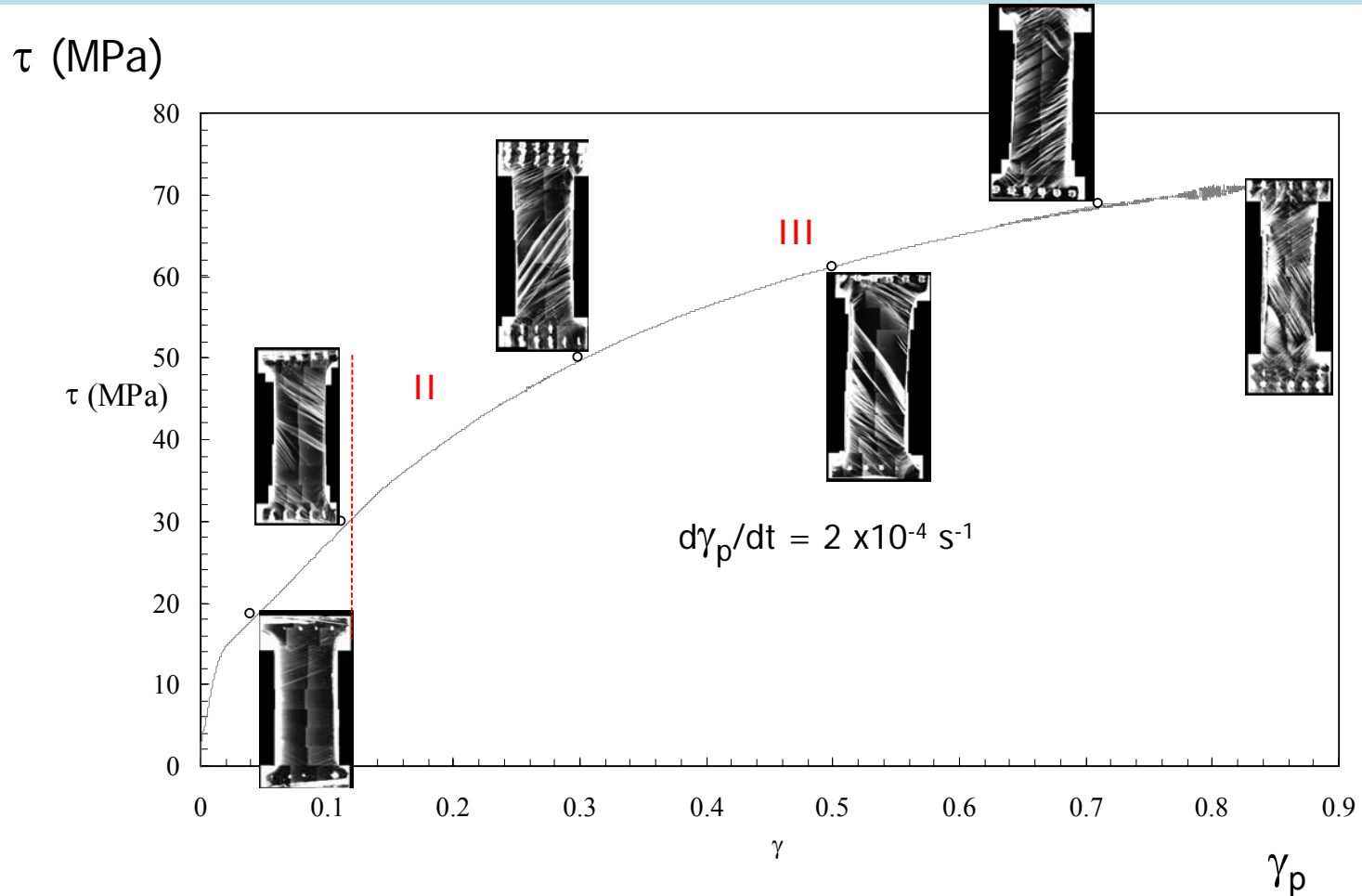


006-2.m1v



006-3.m1v

Expression de la plasticité



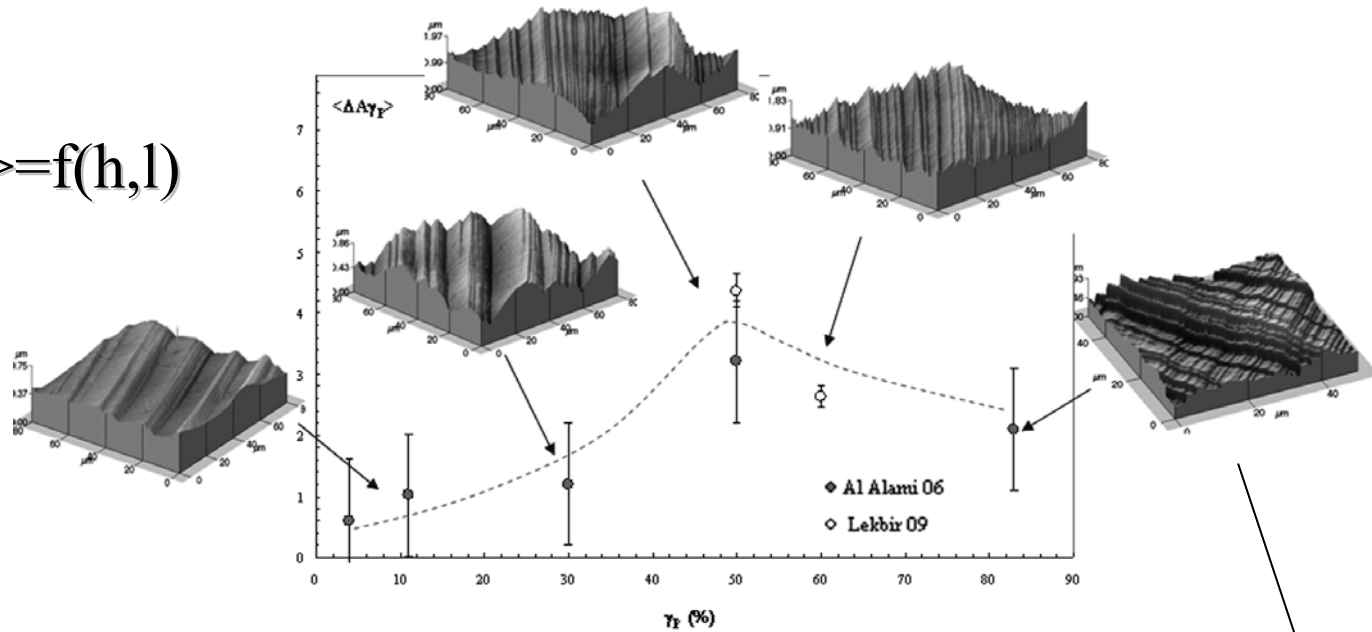
Traction d'un monocristal de nickel orienté 001
[El Alami 07, Lekbir 09]

τ_p – contrainte de cisaillement
 γ_p – taux de cisaillement
plastique

Expression de la plasticité en surface: Émergence de bandes de cisaillement

Excès de surface normalisé $\langle A \rangle$ (par rapport aux zones déformées) en fonction de la déformation γ

$$\langle A \rangle = f(h, l)$$

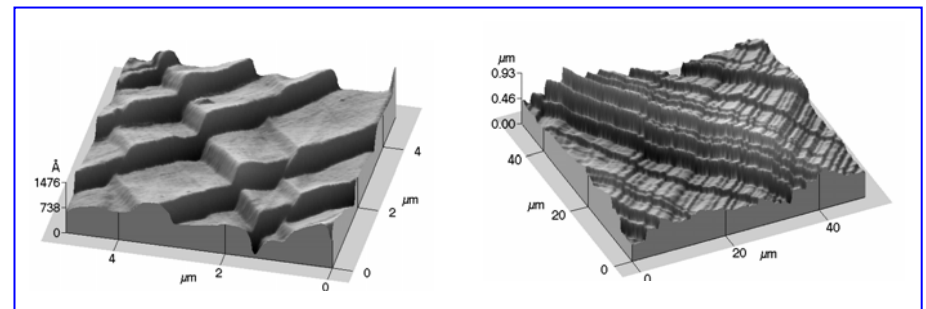


Hauteur d'émergence h :

- augmente pendant stades I et II ($\gamma_p < 10\%$ et $10 < \gamma_p < 50\%$)
- se stabilise et diminue en stade III ($\gamma_p > 50\%$)

Distance inter-bandes l :

- Diminue rapidement lors des stades I et II puis se stabilise en stade III.



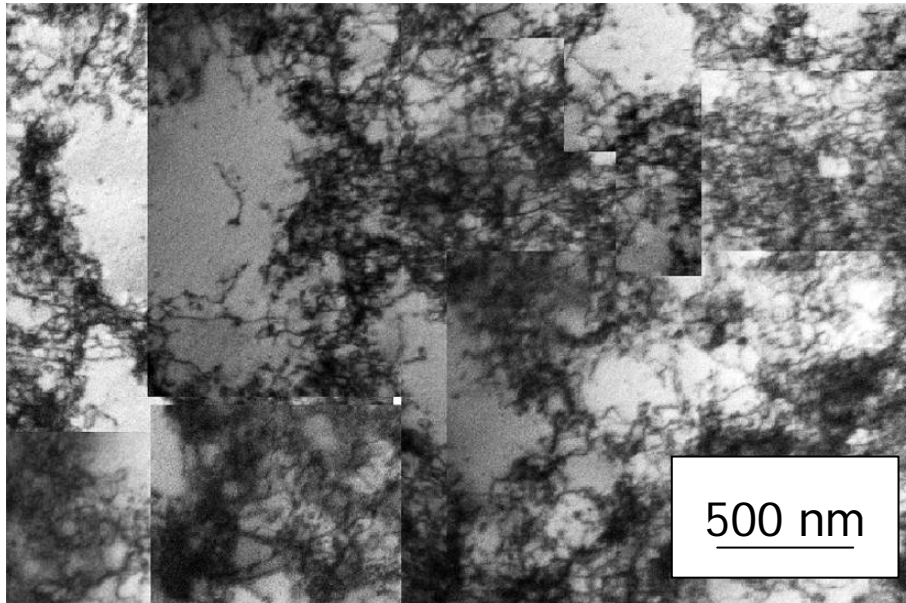
* Les images AFM n'ont qu'une valeur qualitative 22

Distributions Hétérogènes de dislocations:évaluation de leur évolution et de leur densité en fonction de γ_p

Mêmes échantillons observés par MET en Champ Clair

Dans le volume de l'échantillon, les dislocations:

- Apparaissent sous forme de lignes noires enchevêtrées, formant une structures de cellules séparées par des murs
- Densité très élevée dans les murs et plus faible à l'intérieur des cellules
- Bloquées par l'enchevêtrement, ne se déplacent plus sous l'effet de la contrainte



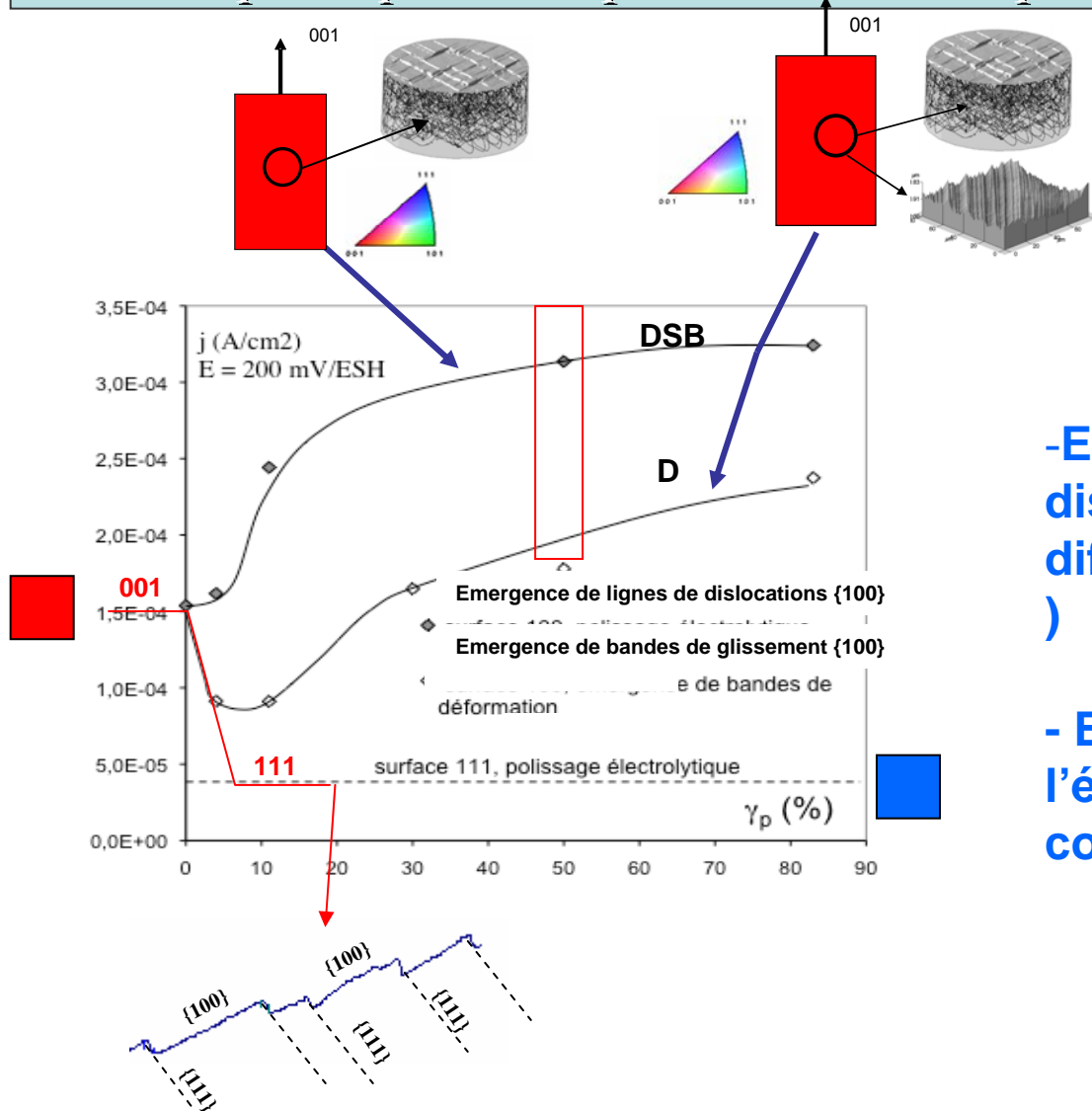
La densité totale de dislocations:

- Augmente légèrement pendant le stade I ($\gamma_p < 10\%$)
- Augmente fortement pendant le stade II ($10 < \gamma_p < 50\%$)
- Diminue pour $\gamma_p > 50\%$

Image de champ clair par MET qui montre des dislocations organisées en murs dans le nickel

[100] pour $\gamma_p > 50\%$.

Caractérisation électrochimique : Influence de la déformation plastique sur le processus d'adsorption d'hydrogène



-Effet activant des dislocations (« tuyaux » de diffusion pour l'hydrogène !!!)

- Effet désactivant de l'émergence de plans (111) - compacts, « imperméables »



Conclusions

- La mesure de densité de dislocations et de la surface des marches formées a permis de comprendre les propriétés de l'adsorption et de diffusion de l'hydrogène, le long des lignes de dislocations et à partir de surfaces de type $\{111\}$ et $\{100\}$.



Perspectives

- Dynamique d'évolution du nombre de bandes
→ à partir de la mesure de vitesse $\langle v \rangle$
d'apparition des marches dans le film;
corrélation entre $\langle v \rangle$ et γ_P
- Étude systématique de films de nickel polycristallin avec des grains nanométriques sur substrat de Nickel;
- Déformation in-situ de films d'alliages d'Al à être utilisées comme revêtement anti-corrosion sur acier.

Merci