

EDF Recherche et Développement

**Mesure de contraintes locales par
diffraction des électrons rétrodiffusés
EBSD**

Aurélien Boutter

Lucie Saintoyant

Dominique Loisnard



1. Introduction générale

2. Mesure de déformation par HR-EBSD

- 2.1) Comparaison des techniques de mesure
- 2.2) Avantages et limites de l'EBSD classique
- 2.3) Description de la méthode de corrélation croisée
- 2.4) Récapitulatif des améliorations

3. Application de la méthode de corrélation croisée

- 3.1) Qualification sur monocristal de Silicium
- 3.2) Couche épitaxiée de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ sur substrat de Silicium
- 3.3) Soudure d'un alliage base nickel

4. Conclusion générale

5. Perspectives

1. Introduction générale

▶ Problématique EDF = prédiction du vieillissement des installations

▶ Modélisation du comportement mécanique :

a) Milieu homogène

b) Prise en compte de la microstructure = micromécanique
Comportement microscopique => Comportement macroscopique

▶ Mesures expérimentales par EBSD

▶ Objectifs : - Analyse de la sensibilité de la méthode
- Validation de la technique sur un cas connu
- Application à un échantillon industriel

Sommaire

1. Introduction générale

2. Mesure de déformation par HR-EBSD (haute résolution)

2.1) Comparaison des techniques de mesure

2.2) Avantages et limites de l'EBSD classique

2.3) Description de la méthode de corrélation croisée

2.4) Récapitulatif des améliorations

3. Application de la méthode Cross-Court

3.1) Qualification sur monocristal de Silicium

3.2) Couche épitaxiée de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ sur substrat de Silicium

3.3) Soudure d'un alliage base nickel

4. Conclusion générale

5. Perspectives

2. Mesure de déformation par HR-EBSD

2.1) Comparaison des techniques de mesure

	Diffraction des rayons X	Micro Kossel	Spectroscopie Micro-Raman	Diffraction des électrons au MET	EBSD
Rayonnement	Rayons X	Rayons X	Photons	Électrons	Électrons
Précision	1.10^{-5}	1.10^{-5}	1.10^{-5}	1.10^{-4}	1.10^{-4}
Résolution spatiale	20 μm à 1 mm	1x1 μm	0,8x0,8 μm	1x1 nm	50 nm
Appareillage	Diffractomètre	MEB	Microscope	MET	MEB
Résolution en épaisseur	1 à 100 μm	~1 μm	~10 nm	10 à 500 nm	~20 nm



Lame mince

- EBSD = combinaison attractive entre une grande résolution spatiale et une bonne sensibilité à la déformation

2.2) Avantages et limites de l'EBSD classique

Performances d'analyse typiques

- résolution spatiale : 20-500 nm
- résolution angulaire : 0,5°
- cadence d'analyse : entre 10 et 600 points par seconde

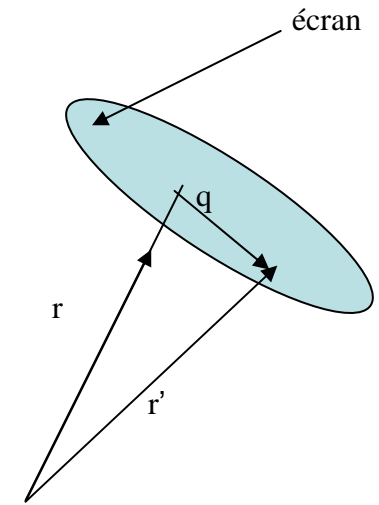
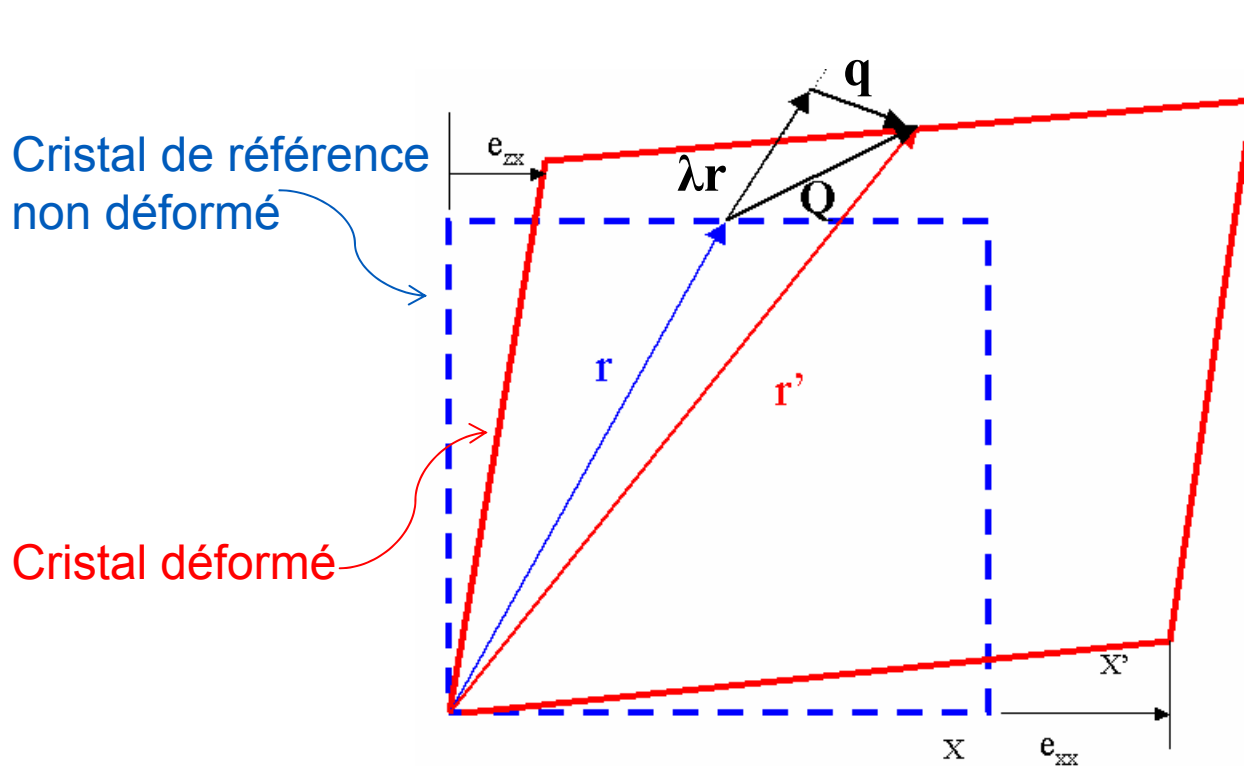
=> Optimisé pour des cartographies d'orientation rapides avec une précision limitée

=> L'EBSD classique ne permet pas de réaliser des mesures de déformation

SOLUTION = EBSD Haute Résolution (HR-EBSD)

2.2) Description de la méthode de corrélation croisée

- Les déformations élastiques et les rotations causent le déplacement des bandes de Kikuchi

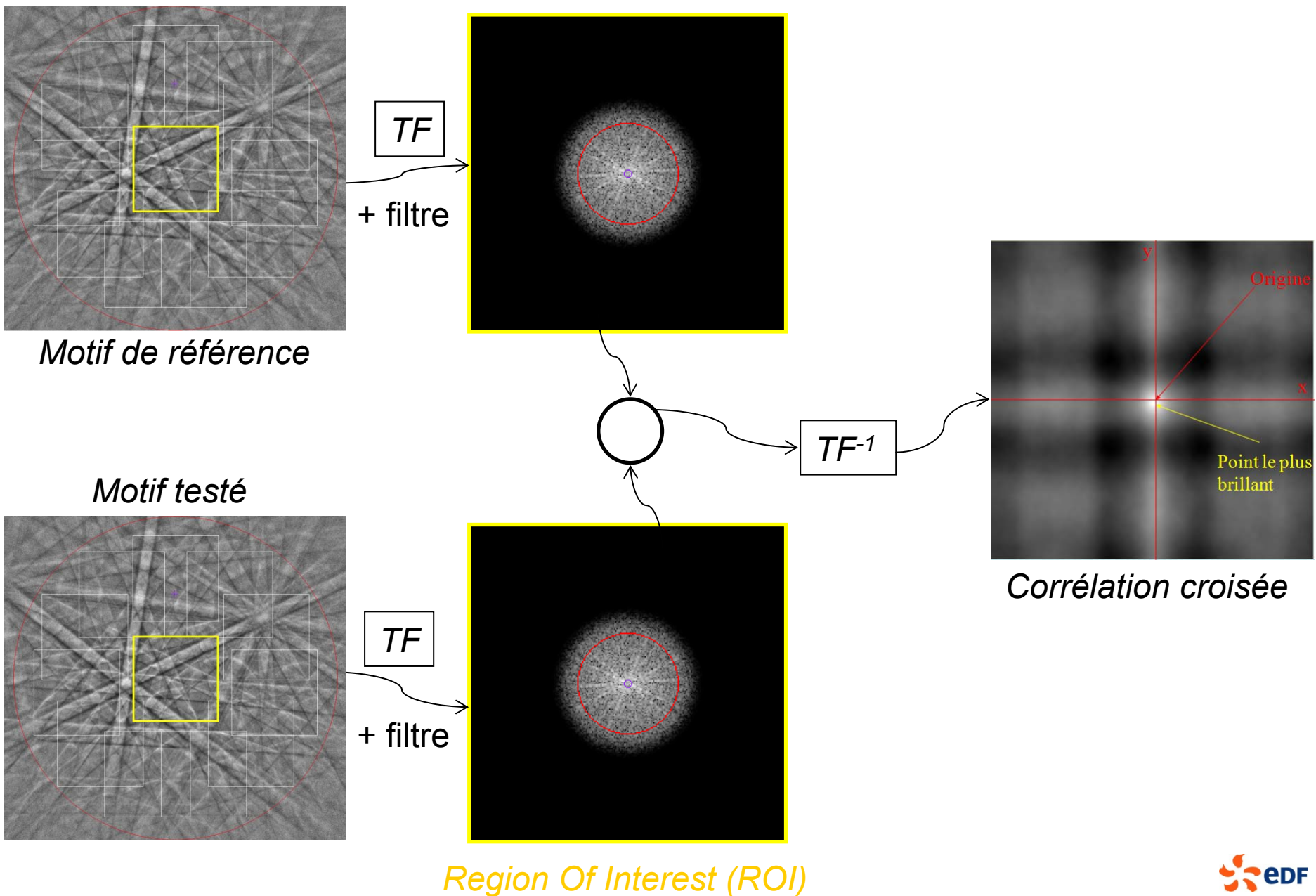


$$\vec{Q} = \vec{r}' - \vec{r} \quad (1)$$

$$\vec{q} = \vec{Q} - \lambda \vec{r} \quad (2)$$

- Le déplacement q est mesuré par des techniques de corrélation croisée entre un cliché EBSD de référence (zone supposée non contrainte) et un cliché testé

► Mesure du déplacement du cliché :



Relier les déplacements aux déformations :

■ Matrice de distorsion a : $\vec{Q} = \vec{r}' - \vec{r} = a \times \vec{r}$ (3)

$$a = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} & \frac{\partial u_1}{\partial x_2} & \frac{\partial u_1}{\partial x_3} \\ \frac{\partial u_2}{\partial x_1} & \frac{\partial u_2}{\partial x_2} & \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \\ \frac{\partial u_3}{\partial x_1} & \frac{\partial u_3}{\partial x_2} & \frac{\partial u_3}{\partial x_3} \end{pmatrix}$$

Avec u le déplacement à la position x

- Système de 2 équations à 8 inconnues : 4 ROIs + géométrie du dispositif (Pattern Center)



8 inconnues

- Hypothèses:

- Contrainte plane ($\sigma_{33} = 0$) → 9ième inconnue
- Petites déformations

$$\begin{pmatrix} a_{11} & a_{21} & a_{31} \\ a_{12} & a_{22} & a_{32} \\ a_{13} & a_{23} & a_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} e_{11} & 0 & 0 \\ 0 & e_{22} & 0 \\ 0 & 0 & e_{33} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & e_{12} & e_{13} \\ e_{12} & 0 & e_{23} \\ e_{13} & e_{23} & 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} w_{11} & w_{12} & w_{13} \\ -w_{12} & w_{22} & w_{23} \\ -w_{13} & -w_{23} & w_{33} \end{pmatrix}$$



Matrice de
distorsion



Matrice de
déformation
normale



Matrice de
cisaillement

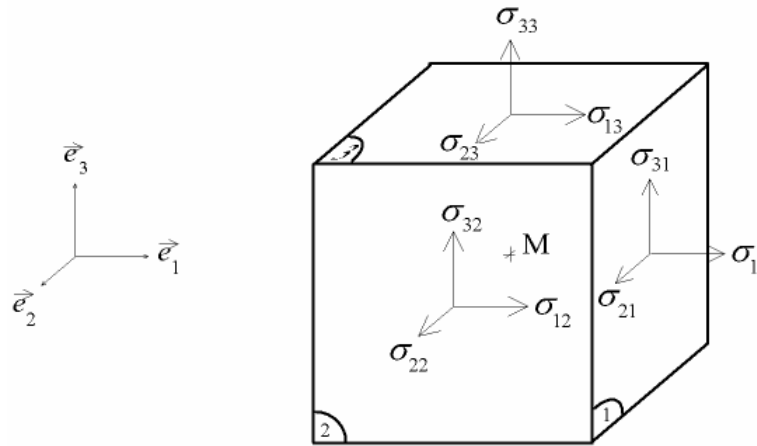


Matrice de
rotation

► Passage aux contraintes :

- Loi de Hooke : $\sigma_{ij} = C_{ijkl} * \epsilon_{kl}$

avec σ la contrainte, C le coefficient élastique et ϵ la déformation



Visualisation des contraintes

2.3) Récapitulatif des améliorations

- Mesure directe des déformations élastiques et des rotations précision de 1.10^{-4}
- Mesures de désorientations = $0,002^\circ$ ($0,5^\circ$ par EBSD classique)

Sommaire

1. Introduction générale

2. Mesure de déformation par HR-EBSD (haute résolution)

2.1) Comparaison des techniques de mesure

2.3) Description de la méthode Cross-Court

2.4) Récapitulatif des améliorations

3. Application de la méthode HR-EBSD

3.1) Qualification sur monocristal de Silicium

3.2) Couche épitaxiée de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ sur substrat de Silicium

3.3) Soudure d'un alliage base nickel

4. Conclusion générale

5. Perspectives

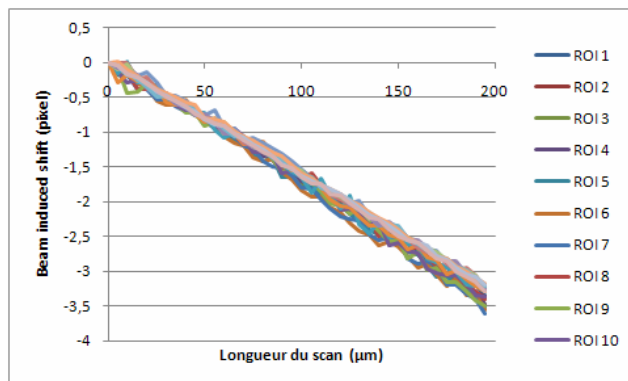
3. Application de la méthode HR-EBSD

3.1) Qualification sur monocristal de Silicium

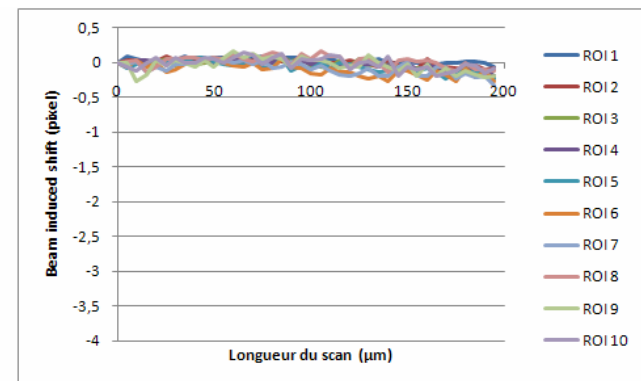
► Sensibilité du logiciel :

Paramètre	Sens du balayage	Variation	Distorsions
Constantes élastiques	Horizontal	$\pm 5\%$	$<10^{-4}$
Beam shift	Horizontal	$\pm 5\mu\text{m}$	$3,2 \cdot 10^{-4}$
Pattern Center	Horizontal	$PC_x \pm 0,01$	$\pm 4,5 \cdot 10^{-5}$
		$PC_y \pm 0,01$	$\pm 4,0 \cdot 10^{-5}$
		$PC_z \pm 0,01$	$\pm 1,5 \cdot 10^{-5}$
	Vertical	$PC_x \pm 0,01$	$\pm 3,8 \cdot 10^{-5}$
		$PC_y \pm 0,01$	$\pm 3,7 \cdot 10^{-5}$
		$PC_z \pm 0,01$	$\pm 2,1 \cdot 10^{-5}$
Angles d'Euler	Horizontal	$\pm 5\%$	$<10^{-4}$

Récapitulatif des paramètres logiciel



Correction du
beam induced shift

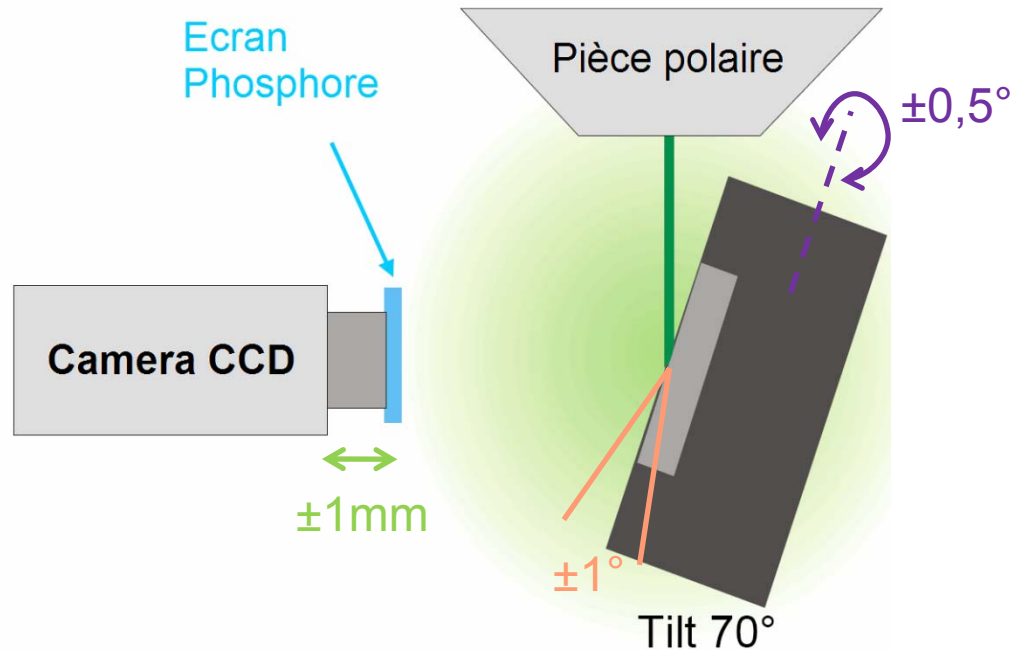


Calibration du beam shift

► Sensibilité aux paramètres expérimentaux :

Paramètre	Sens du balayage	Variation	Distorsions
Angle de tilt	Horizontal	$\pm 1^\circ$	$\pm 2,0 \cdot 10^{-3}$
	Vertical		$\pm 3,0 \cdot 10^{-4}$
Angle de rotation	Horizontal	$\pm 0,5^\circ$	$\pm 1,2 \cdot 10^{-3}$
Pas de mesure	Horizontal	$\pm 2 \mu\text{m}$	0
Distance caméra-échantillon	Horizontal	$\pm 1 \text{ mm}$	$\pm 2,0 \cdot 10^{-3}$

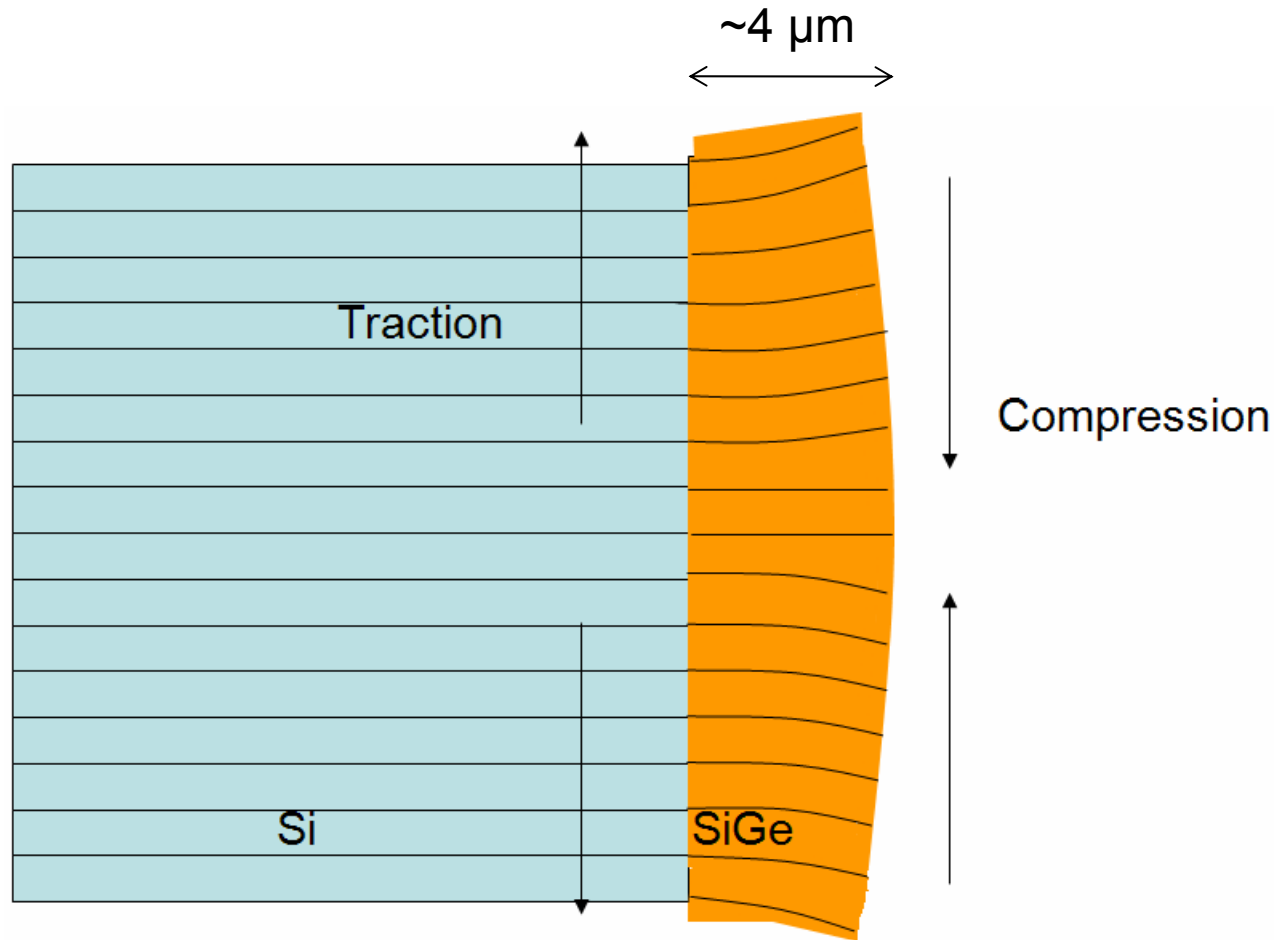
Récapitulatif des paramètres expérimentaux



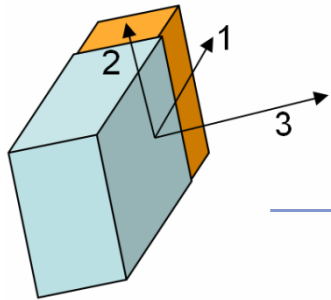
- Erreur d'environ $2 \cdot 10^{-3}$ en cas d'imprécision sur le positionnement de l'échantillon
- Possibles problèmes de reproductibilité entre les cartographies

3.2) Couches épitaxiées de Silicium-Germanium

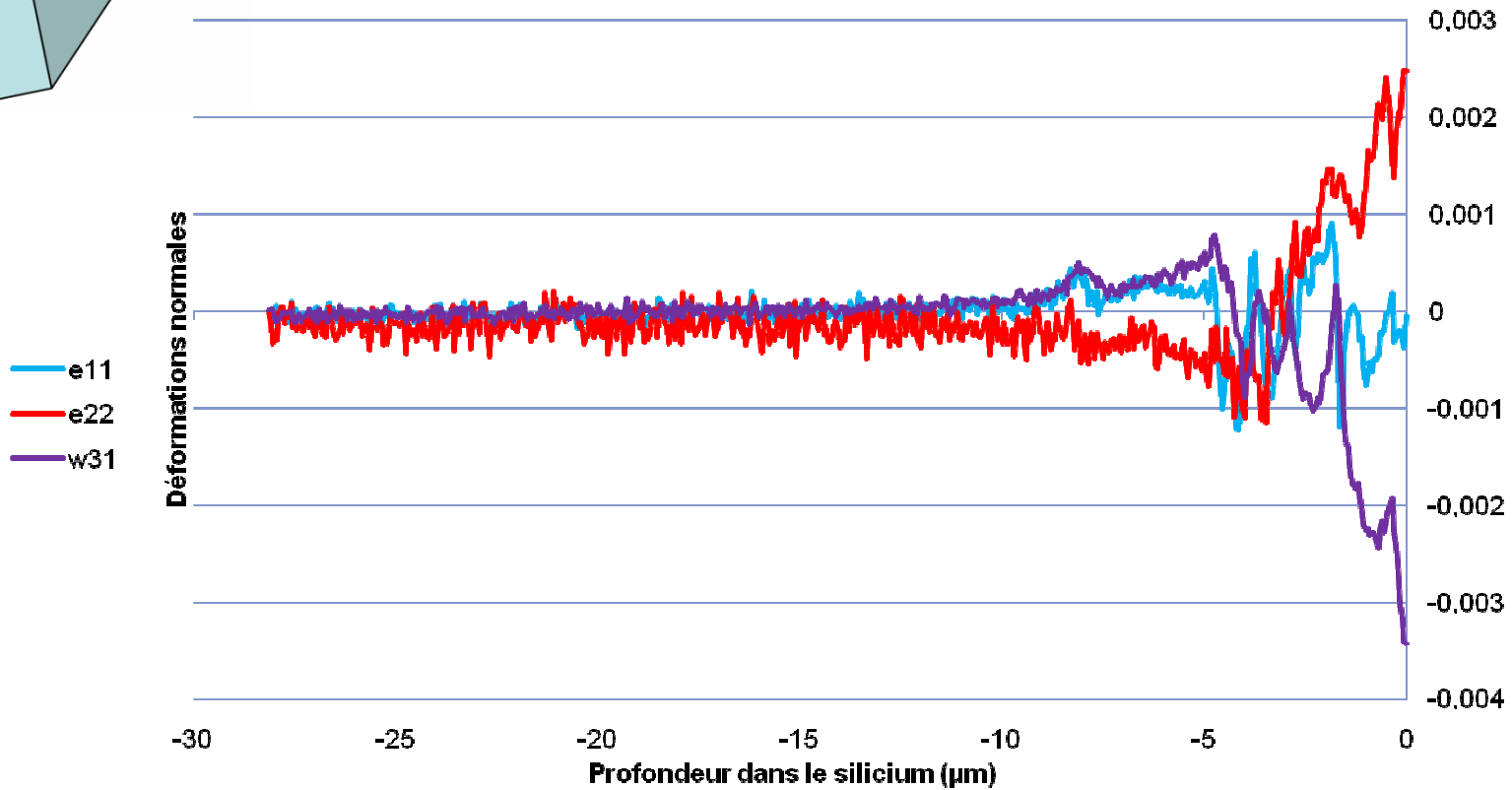
- ▶ Objectif : vérifier la fiabilité de la méthode de corrélation croisée
- ▶ Echantillons : couches d'alliages $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur substrat de Si



Hétéro-épitaxie de SiGe sur Si

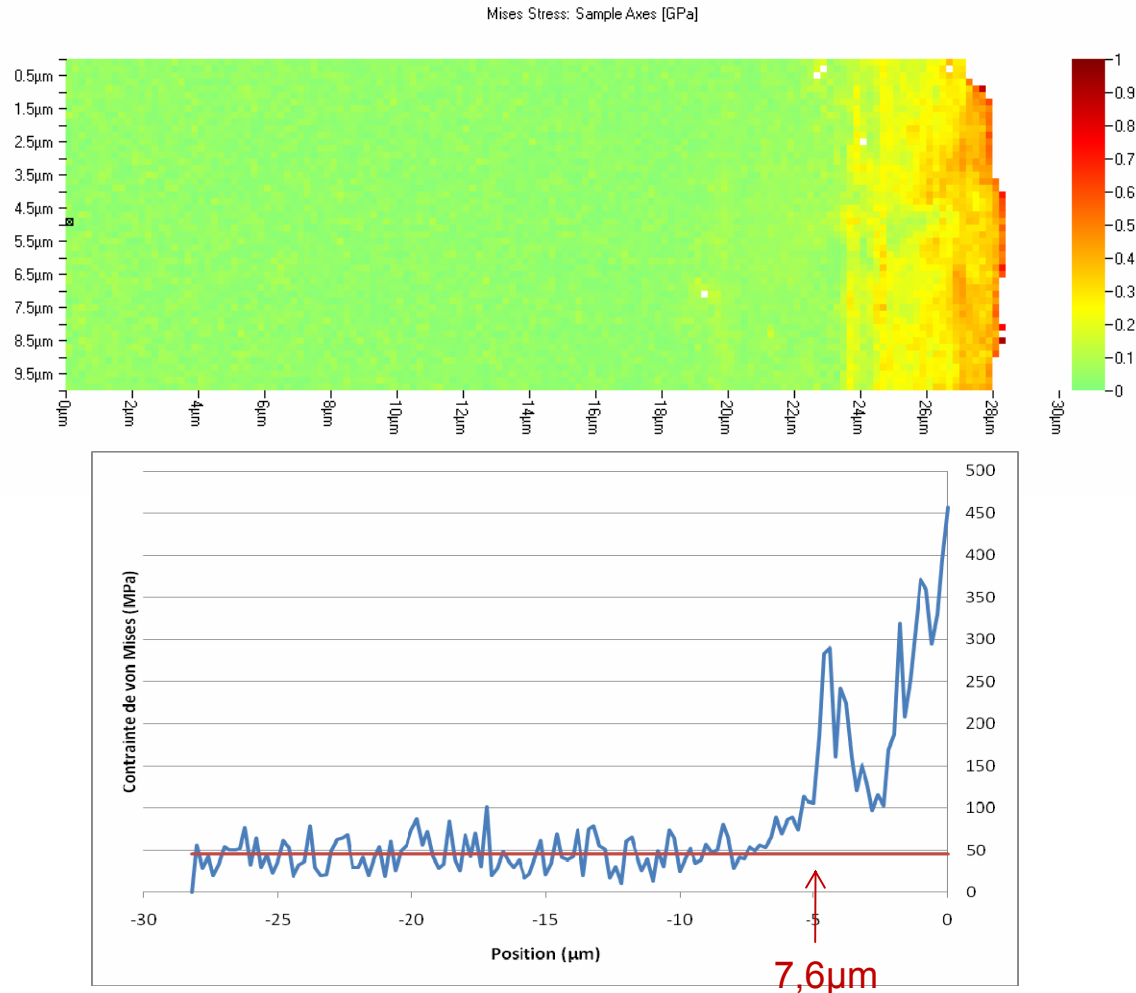


► $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$: balayage EBSD linéaire



Déformation normale et rotation dans le substrat de silicium

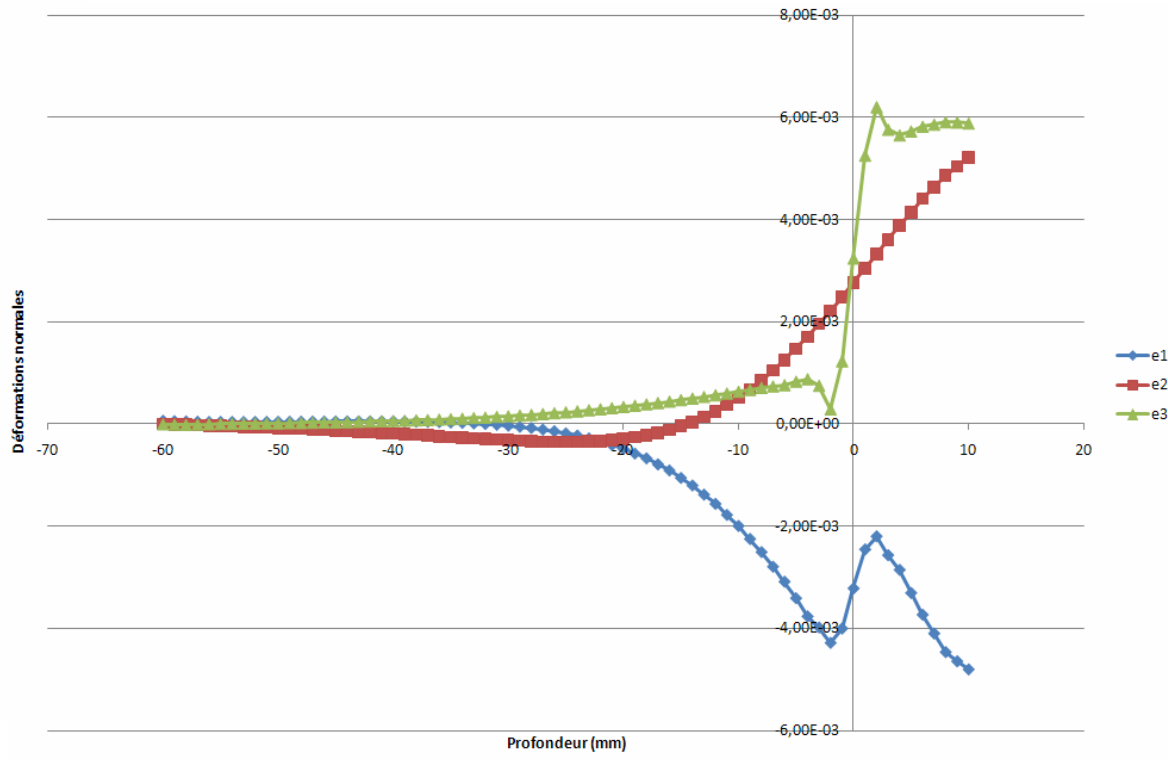
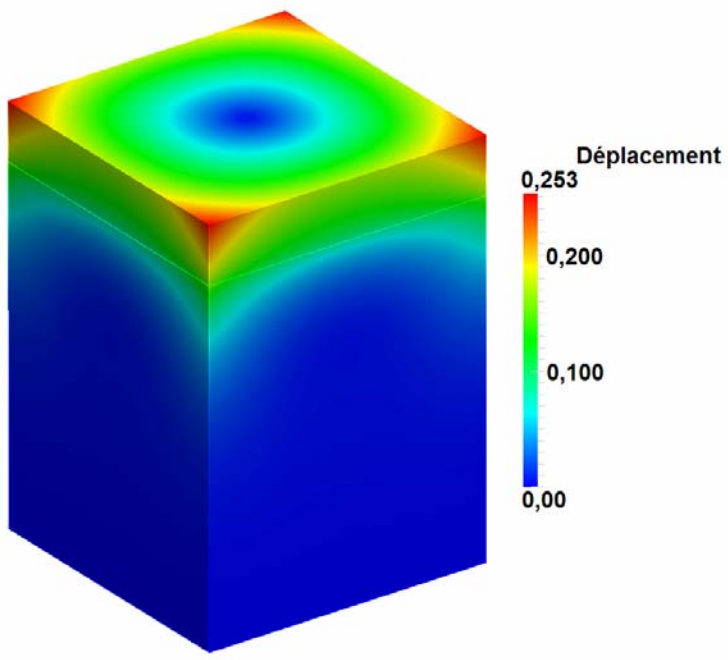
► $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$: cartographie de la contrainte de von Mises



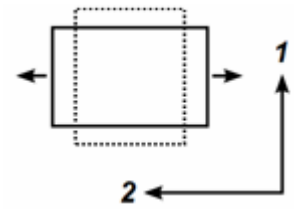
Evolution de la contrainte de von Mises dans le silicium

- Contrainte au niveau de l'interface = 457 MPa
- Paramètre fixé : profondeur P à laquelle $\sigma_{\text{VM}} = 10\% \sigma_{\text{VM}}(\text{max})$
- Avec l'échantillon expérimental $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$: $P = 7,6 \mu\text{m}$

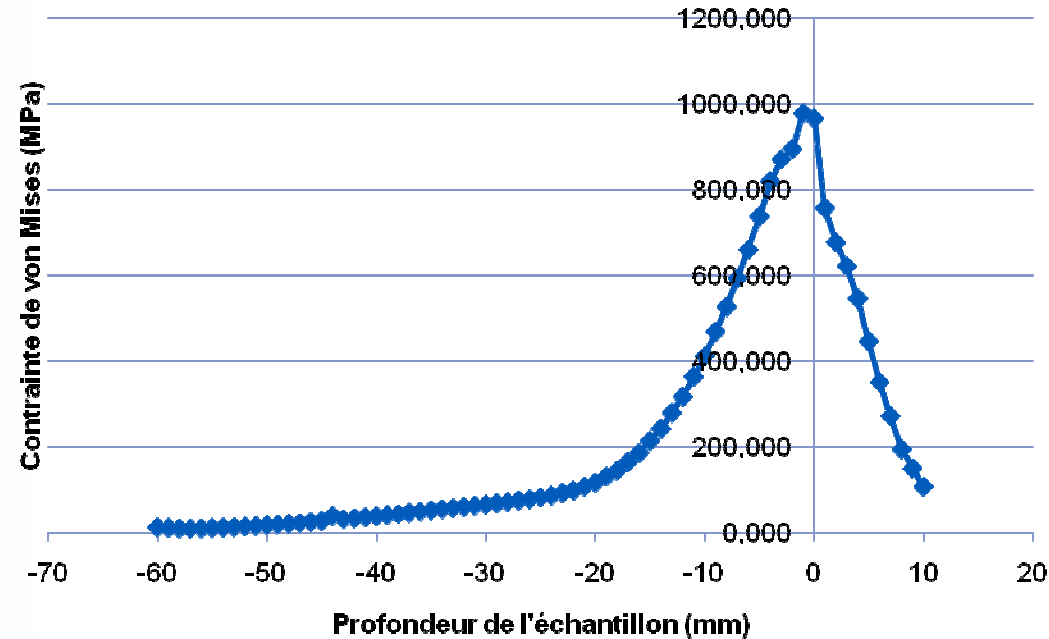
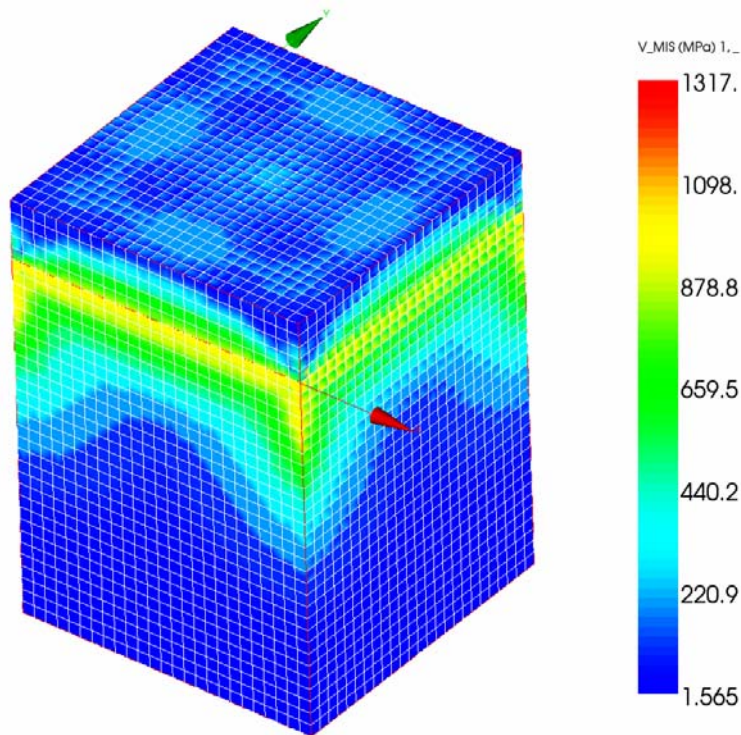
Simulation par éléments finis de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$



- La déformation e_{22} est représentative du désaccord de maille entre le Si et le SiGe
- Le silicium est en traction à proximité de l'interface
- e_{11} a un comportement opposé à celui de e_{22} en raison de l'effet Poisson



► Simulation de la contrainte de von Mises



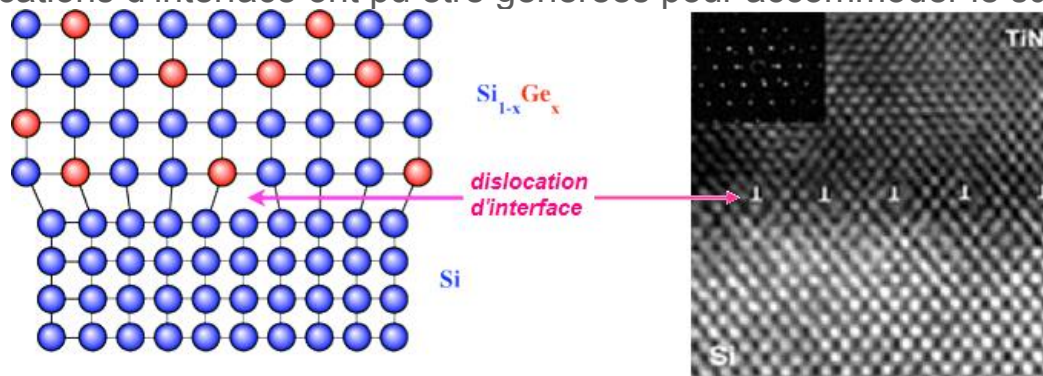
Evolution de la contrainte de von Mises sur les faces

- On atteint pratiquement 1 GPa au niveau de l'interface
- Hypothèse posée : la profondeur de persistance des contraintes varie linéairement avec l'épaisseur de SiGe
- Avec la modélisation $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$: $P = 9\mu\text{m}$ (à comparer aux $7,6\mu\text{m}$ mesurés expérimentalement)

Conclusion sur les couches de SiGe

- Les tendances observées avec la méthode de corrélation croisée sont en accord avec la théorie et les résultats issus de la littérature d'un point de vue qualitatif
 - Le silicium est en traction dans la direction parallèle à l'interface
 - La contrainte est en compression dans la direction perpendiculaire à l'interface
 - La distorsion du réseau est visible au travers des rotations
- Les résultats expérimentaux concordent avec la simulation numérique
 - L'évolution des contraintes normales est semblable dans les deux cas
 - La profondeur d'évanouissement de la contrainte de von Mises est comparable sous l'hypothèse d'une variation linéaire avec l'épaisseur de SiGe
- La couche d'alliage avec une concentration supérieure en germanium ne conduit pas à un état de contrainte plus important

- Des dislocations d'interface ont pu être générées pour accommoder le surplus de contrainte

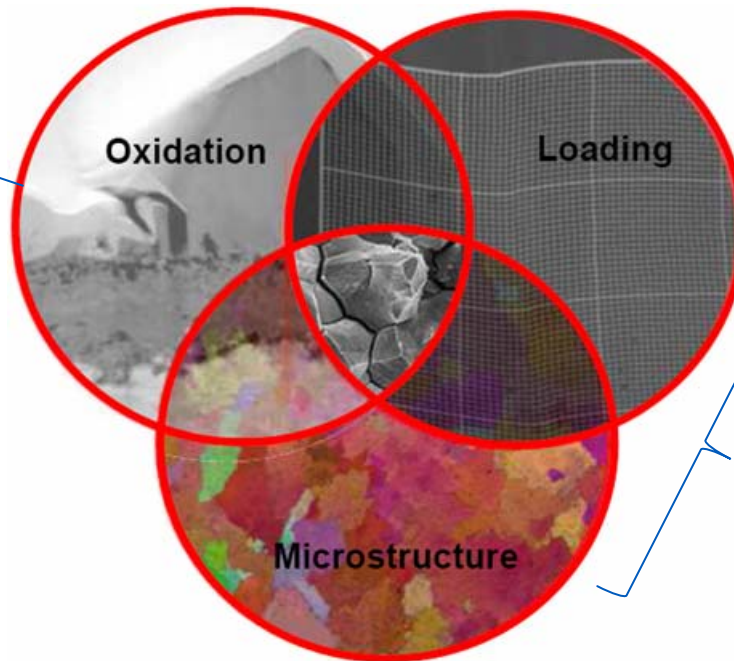


Dislocation d'interface et image MET pour Si / TiN

3.3) Soudure d'un alliage base nickel

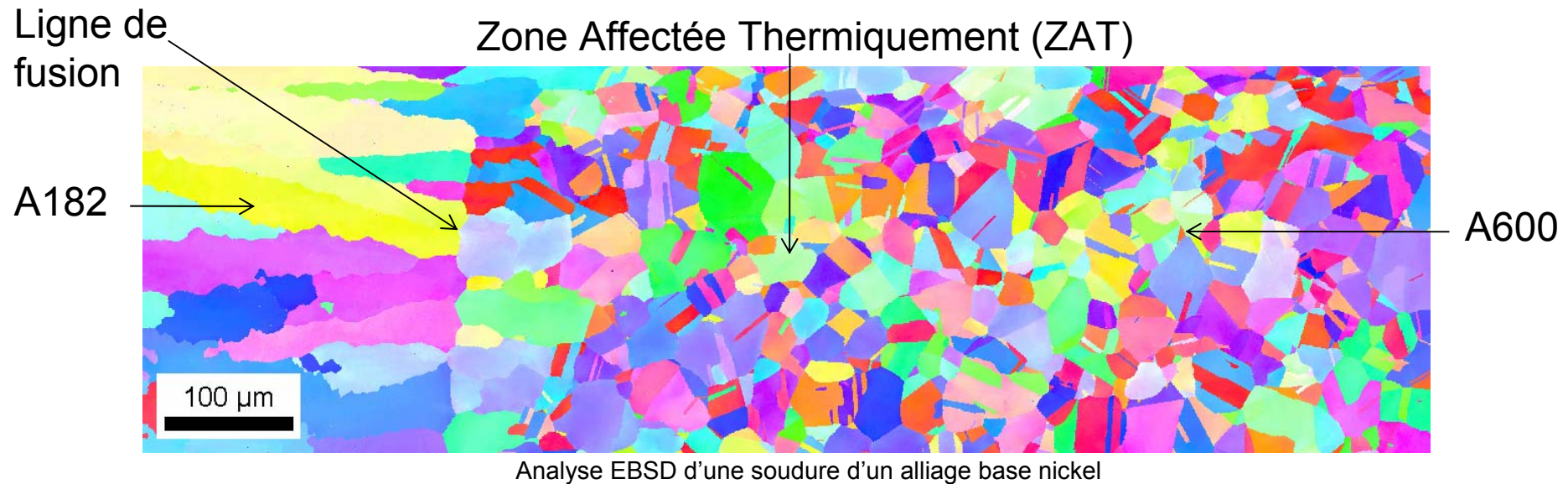
- La corrosion sous contrainte (CSC) est un processus de développement de fissures, pouvant aller jusqu'à la rupture complète de la pièce sous l'action combinée d'une tension mécanique et d'un milieu corrosif.

La CSC se produit la plupart du temps dans des milieux peu ou non agressifs à l'égard du métal ou de l'alliage en l'absence de toute contrainte.

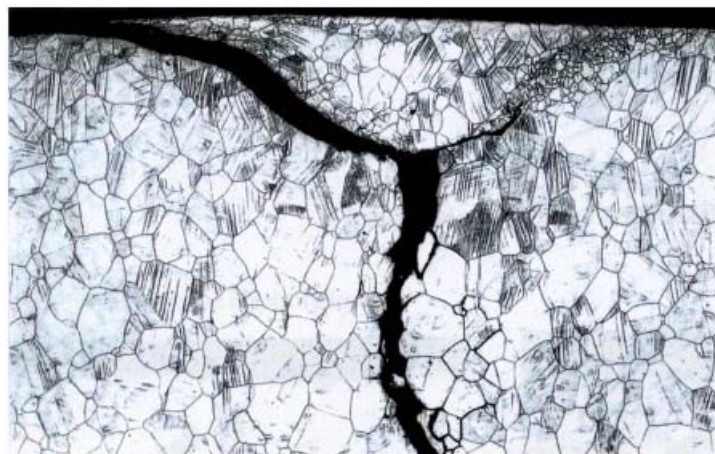


Un moyen pour réduire cette corrosion est l'élimination des contraintes résiduelles par traitement thermique de détentionnement.

► Présentation de l'échantillon : joint soudé entre un métal de base (alliage 600) et un métal d'apport (alliage 182)

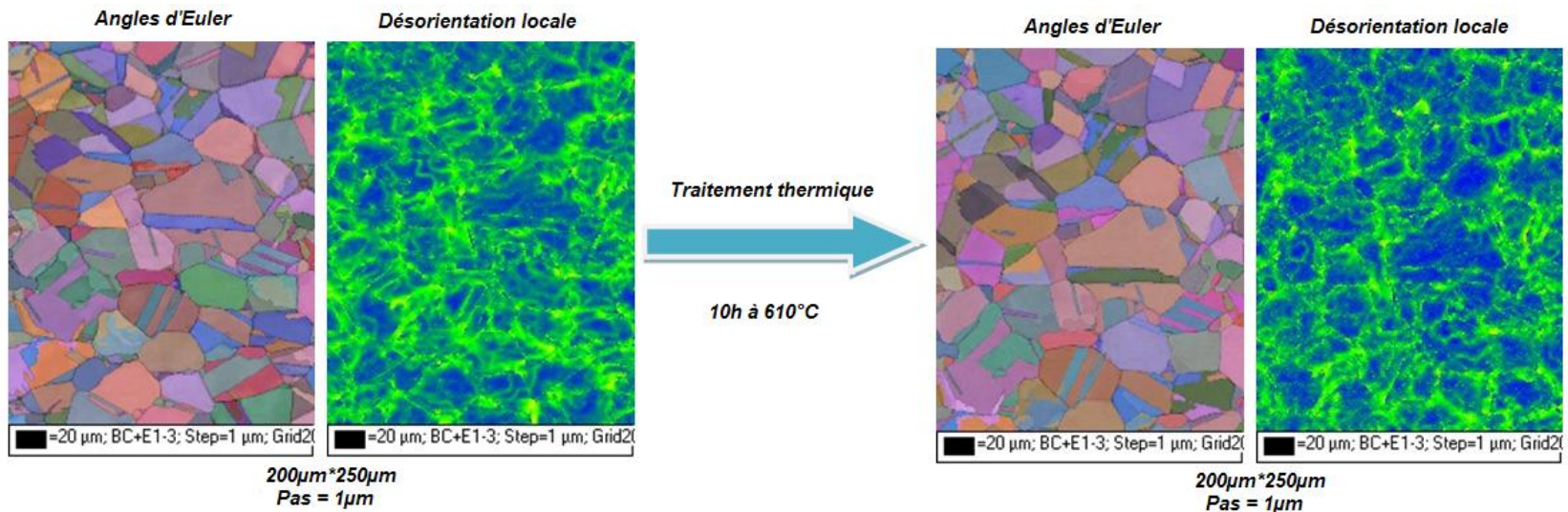


- La procédure de soudage chauffe localement le matériau de base et modifie sa microstructure dans une région appelée Zone Affectée Thermiquement. Cette zone est plus affectée par la Corrosion Sous Contrainte.



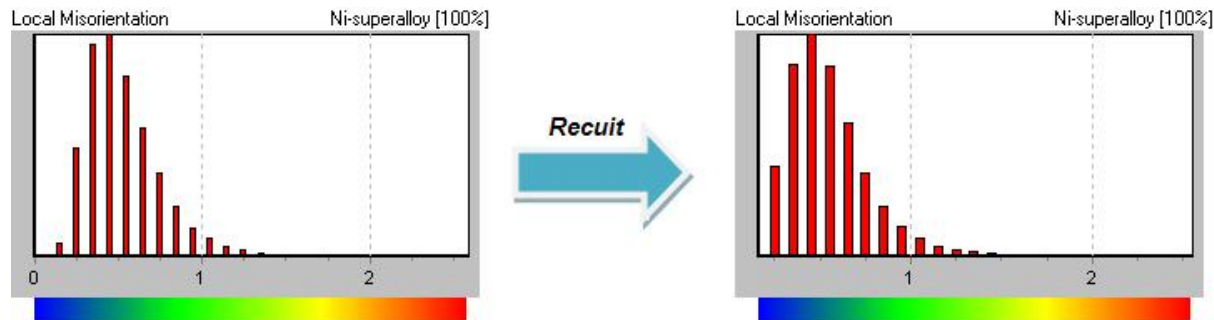
Fissuration par corrosion sous contrainte

► Analyse EBSD classique



Influence du traitement thermique sur l'alliage 600 à côté du joint

■ Désorientation locale = reflet de la plasticité



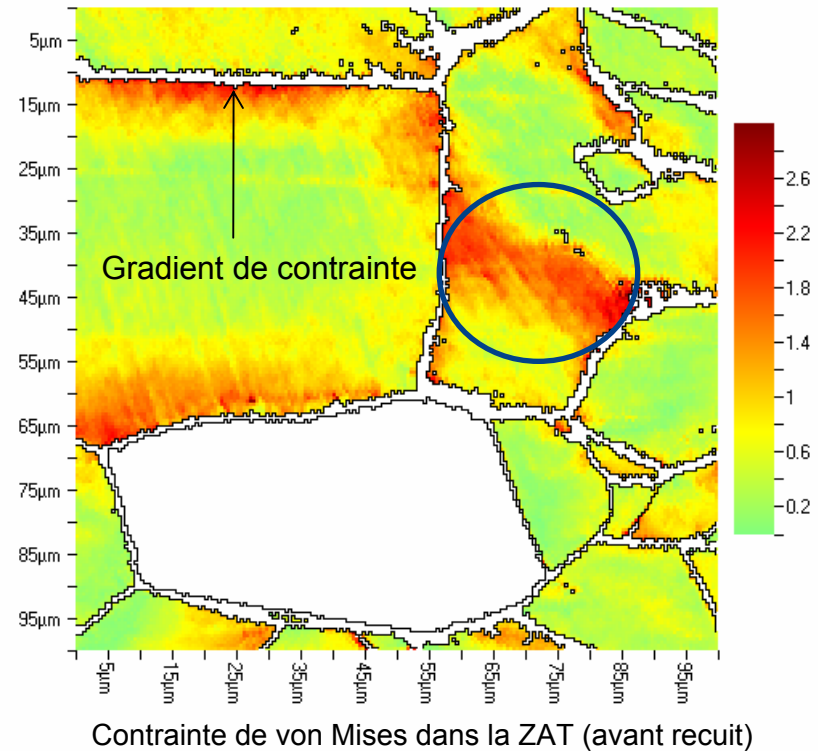
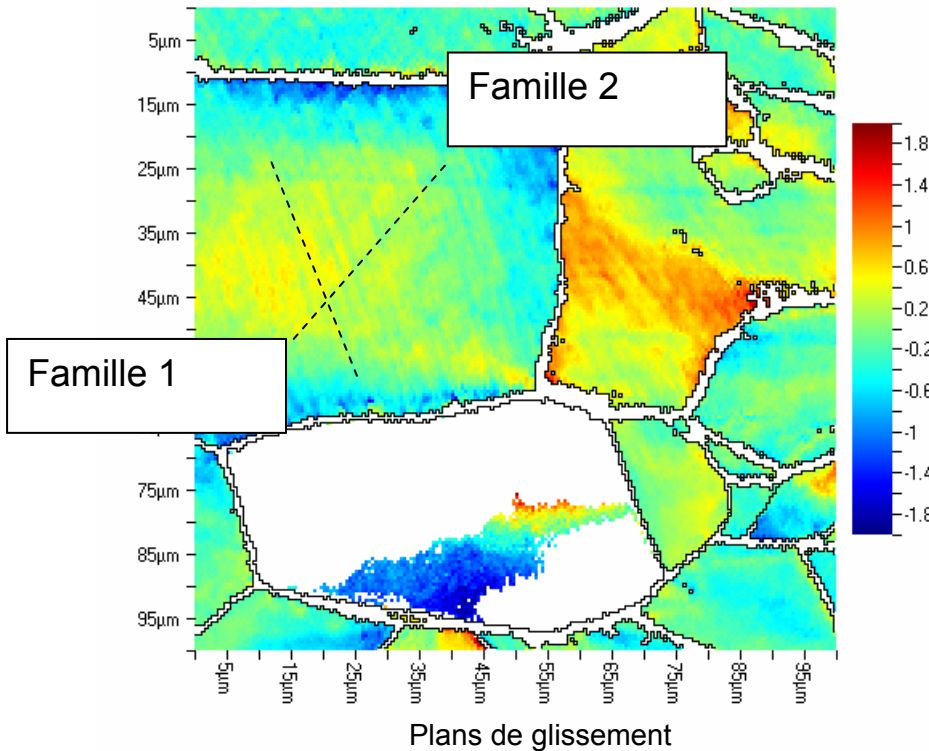
Histogrammes de la désorientation locale

- Diminution de la désorientation locale après le traitement thermique
- Adoucissement de l'alliage 600 lors du recuit

► Analyse des données de corrélation croisée dans la Z.A.T.

S11 Stress: Sample Axes [GPa]

Mises Stress: Sample Axes [GPa]



■ La méthode de mesure des contraintes est très sensible à la microstructure.

■ Des gradients de contrainte sont observables avant traitement thermique.

Sommaire

1. Introduction générale

2. Mesure de déformation par HR-EBSD (haute résolution)

2.1) Comparaison des techniques de mesure

2.3) Description de la méthode Cross-Court

2.4) Récapitulatif des améliorations

3. Application de la méthode Cross-Court

3.1) Qualification sur monocristal de Silicium

3.2) Couche épitaxiée de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ sur substrat de Silicium

3.3) Soudure d'un alliage base nickel

4. Conclusion générale

5. Perspectives

4. Conclusion générale

- ▶ La géométrie de l'analyse s'avère pénalisante en termes de reproductibilité entre les cartographies.
- ▶ La méthode de corrélation croisée s'est montrée qualitativement cohérente avec une simulation numérique et les résultats de la littérature.
- ▶ Cette technique est permet d'accéder à la mesure des déformations locales mais de manière relative.

Sommaire

1. Introduction générale

2. Mesure de déformation par HR-EBSD (haute résolution)

2.1) Comparaison des techniques de mesure

2.3) Description de la méthode Cross-Court

2.4) Récapitulatif des améliorations

3. Application de la méthode Cross-Court

3.1) Qualification sur monocristal de Silicium

3.2) Couche épitaxiée de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ sur substrat de Silicium

3.3) Soudure d'un alliage base nickel

4. Conclusion générale

5. Perspectives

5. Perspectives

- ▶ Développement d'un porte échantillon dédié
- ▶ Etudier un échantillon polycristallin de référence
- ▶ Intégrer une référence non contrainte par le biais d'une simulation dynamique du cliché de Kikuchi

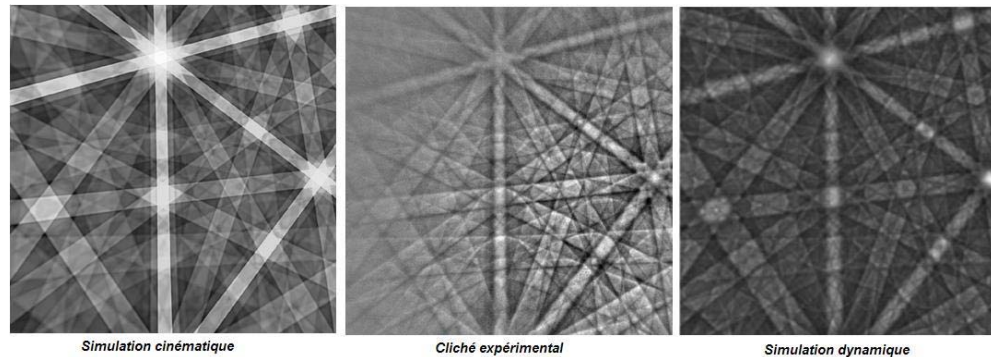
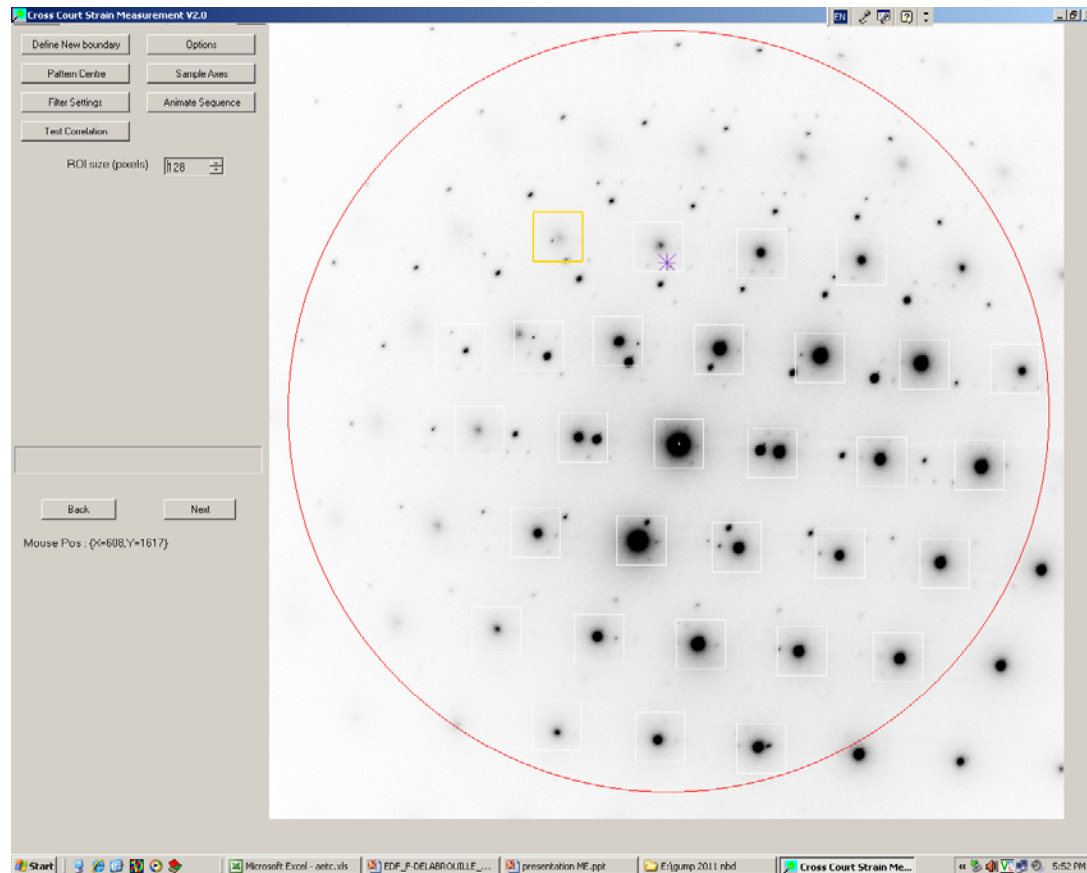


Figure 20. Diagrammes EBSD simulés

- Verrous technologiques =
 - Une détermination précise des paramètres de projection (Pattern Center)
 - Le temps nécessaire à la simulation dynamique

6. Perspectives pour le STEM

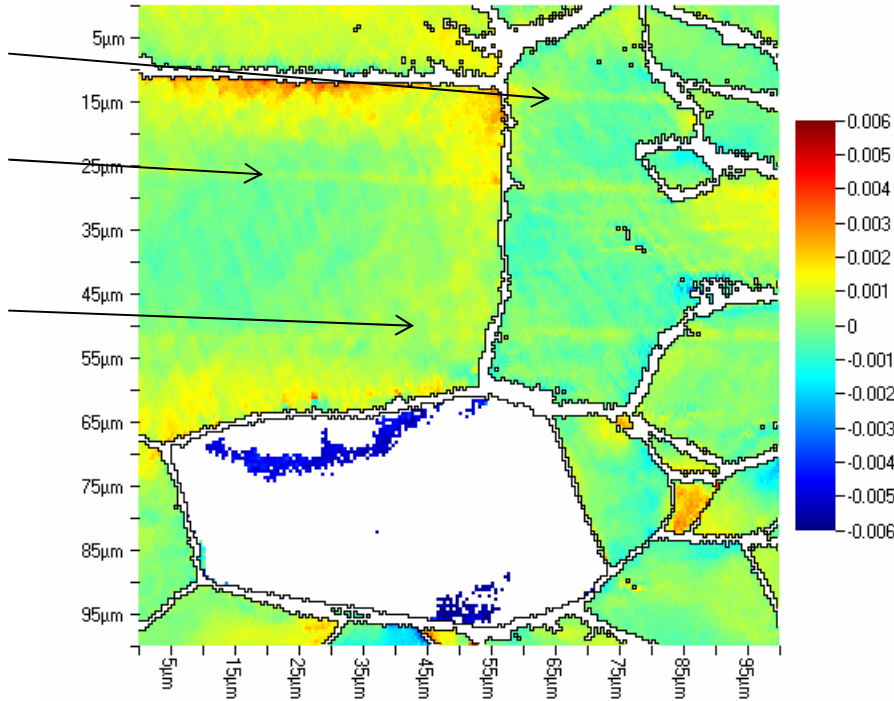
- ▶ Analyse par HRSTEM (champ réduit)
- ▶ Analyse par CBED (convergence, épaisseur => over lapping)
- ▶ Analyse par NBD (bon compromis, épaisseur résolution spatial)
- ▶ Analyse GND et des SSD



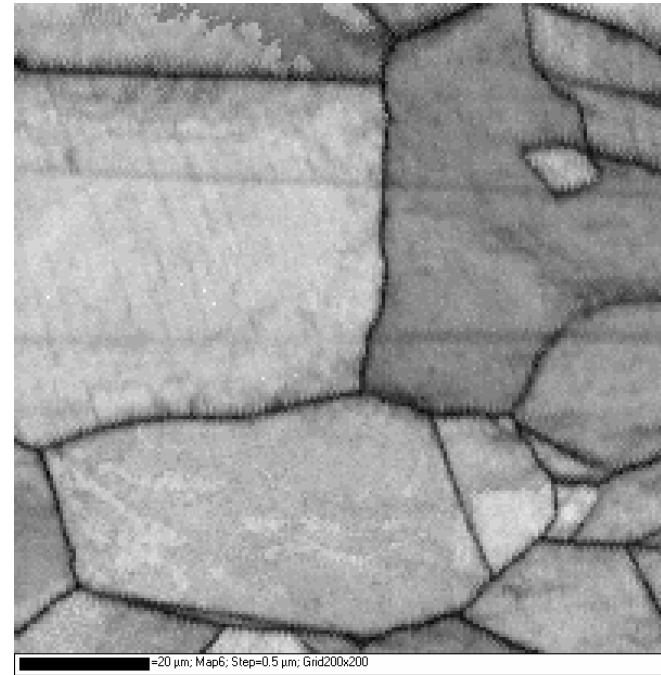
▶ Artéfacts

- Des lignes parasites sont présentes dans les cartographies

E33 Normal Strain Sample Axes



(a)

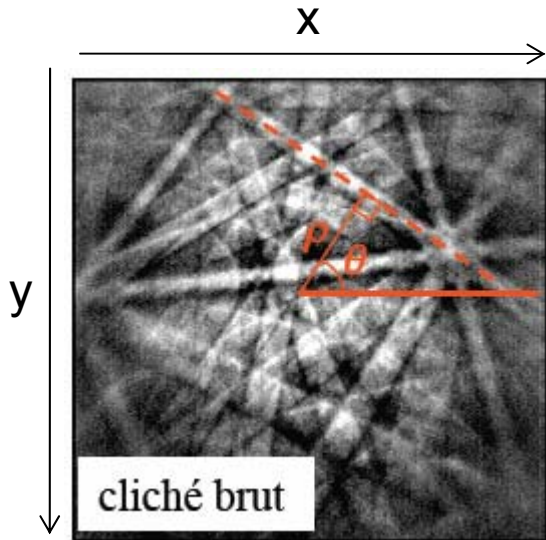


(b)

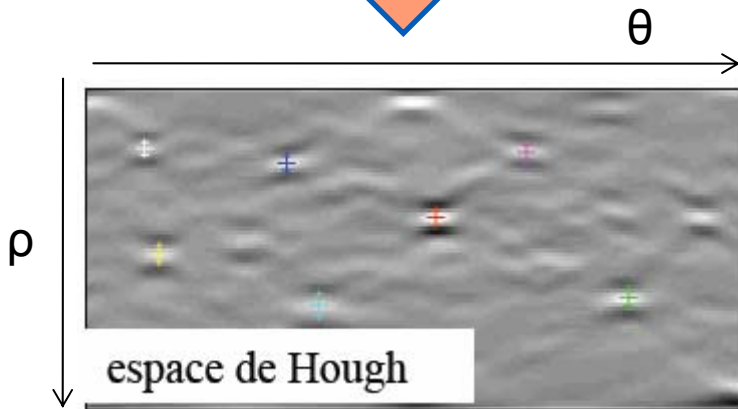
Figure 19. Composante e33 (a) et qualité d'image (b) au niveau de la Z.A.T.

- La qualité d'image renseigne sur la qualité des clichés de Kikuchi
- Les régions déformées et les joints de grain apparaissent en noir sur l'image (b)
- Cette analyse confirme un problème d'écroutissage lors de la préparation de l'échantillon

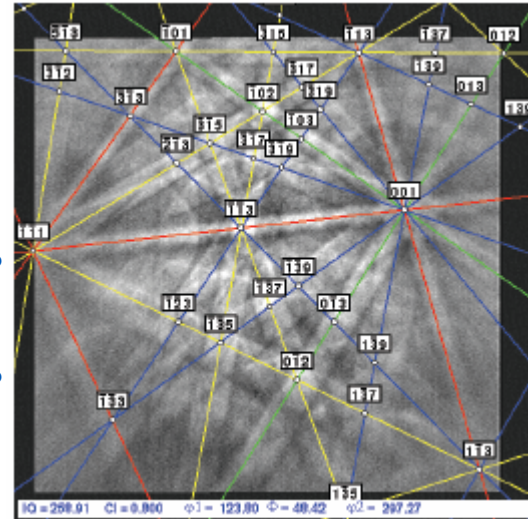
Indexation d'un cliché



Transformation de Hough



$IQ = 259$
 $CI = 0.8$
 $\phi_1 = 123^\circ$
 $\Phi = 48^\circ$
 $\phi_2 = 297^\circ$

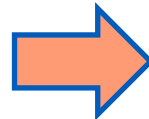


Choix d'une solution



CI : indice de confiance

identification



des bandes

IQ : indice de qualité d'image

