



# Analyses EBSD en traction ou chauffage in-situ

Anne-Laure HELBERT

Université Paris Sud, Orsay

# EBSD IN-SITU

## *Les objectifs*

- Observer l'évolution ou la transformation d'un matériau sous l'effet d'une variable externe
- Enregistrer
- Caractériser, analyser...

## *Les essais*

- EBSD lors d'un essai mécanique
- EBSD au cours du chauffage
  - Transformations de phases
  - Recristallisation et croissance de grains

## *Quelques études de cas de traction, de compression ou de chauffage in-situ suivis par EBSD*

- Traction du Nickel et compression du Titane
- Transformation de phases du Cobalt
- Recristallisation de l'Aluminium et du Cuivre
- Recristallisation du Zircaloy et du Tantale

# Les essais mécaniques in-situ

## Les objectifs :

- Observer l'évolution des mécanismes qui apparaissent lors de la déformation plastique d'un matériau
- Caractériser la microstructure des matériaux déformés et les mécanismes locaux associés
- Améliorer la compréhension des propriétés mécaniques des matériaux grâce à l'étude de leur comportement à une échelle locale représentative (échelle du grain ou de l'agrégat de grains)

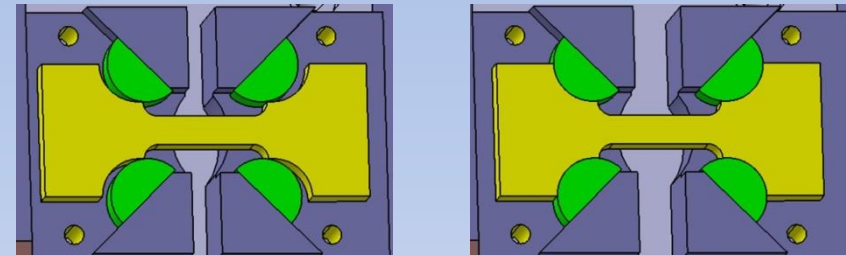
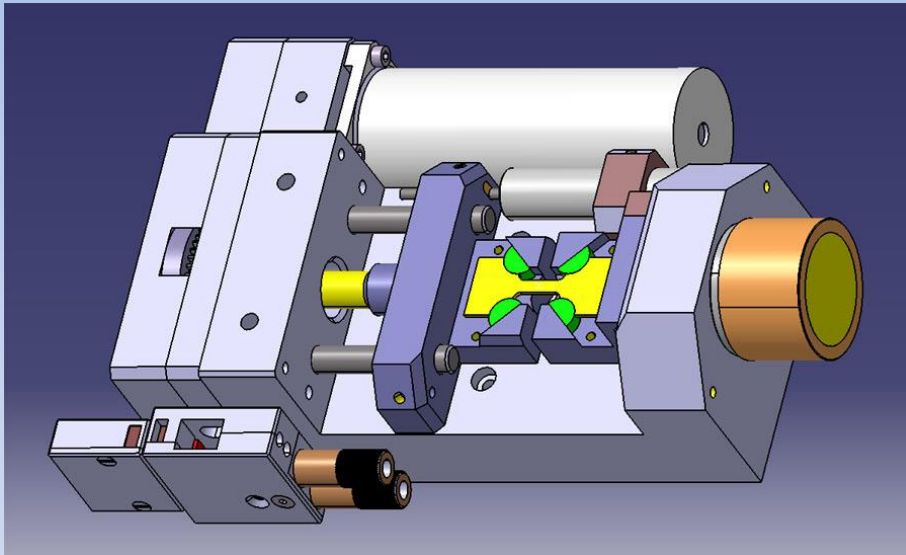
## Les outils :

- Un microscope électronique à balayage (MEB)
- Une machine d'essai mécanique placée dans la chambre du MEB
- Des moyens de caractérisation et de mesure des déformations (microextensométrie, corrélation d'images) et des orientations cristallographiques locales (EBSD)  
→ obtention des champ locaux de déformation et de rotation

# Description d'une machine de traction in-situ

[R. Chiron (LSPM-CNRS), UP13]

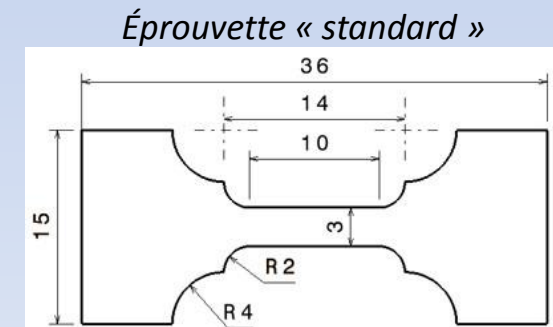
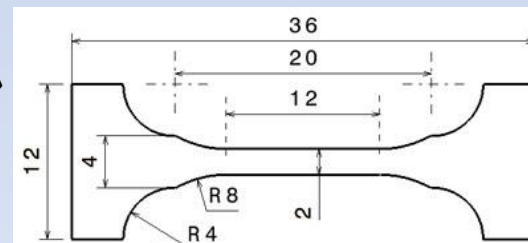
- Développement de laboratoire (LSPM-CNRS, UP13, 1992-2012)
- Machine complète (module utilisable dans différents systèmes de caractérisation)
- Poids : 1,3 kg → assez faible pour une majorité de platines, même inclinées à 70°
- Adaptée aux essais à chaud (800 °C) et à l'EBS (inclinable de 0° à 70°)
- Haute capacité de charge (10 kN) : étude de matériaux à hautes caractéristiques mécaniques



Eprouvettes, règles, normes, etc.

- Essai de traction → normes ISO6892-1 et 527-2, difficiles à respecter pour les essais in situ au MEB

Éprouvette « pseudo-normalisée »

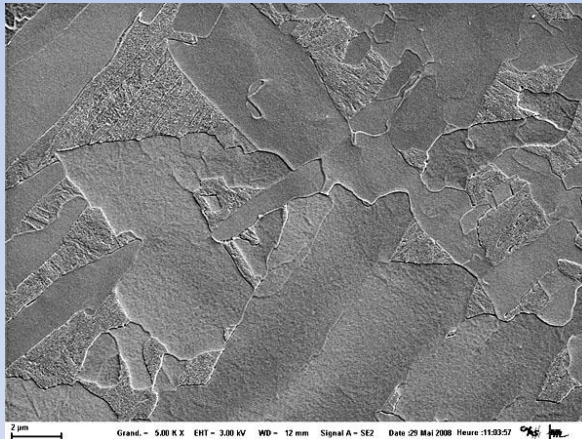


# Les outils de caractérisation de la microstructure :

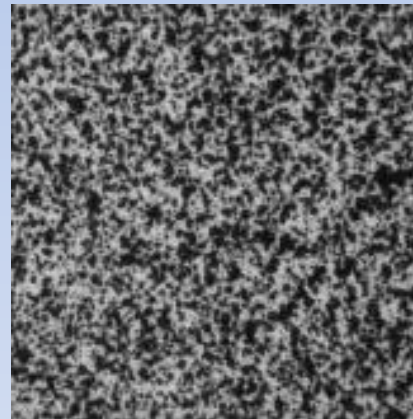
- Le MEB, pourquoi faire
  - ✓ Suivre **qualitativement l'évolution** des mécanismes apparaissant lors de la déformation
  - ✓ Mais surtout, si possible, **quantifier la déformation**, à l'échelle locale, grâce à la mesure des microstructures morphologique et cristallographique
- Les moyens
  - ✓ Mesure des champs de déformation
    - microextensométrie et corrélation d'images

Nécessité d'avoir un marquage sur la surface

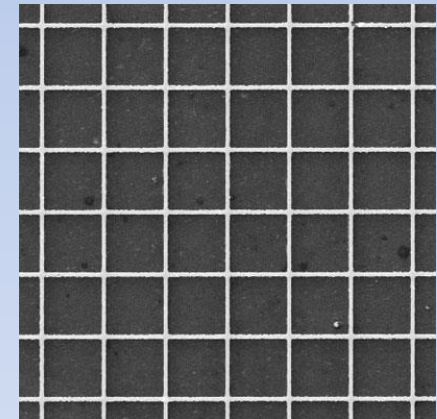
*Marquage naturel*



*Mouchetis*



*Microgrille (ici pas 5 μm)*



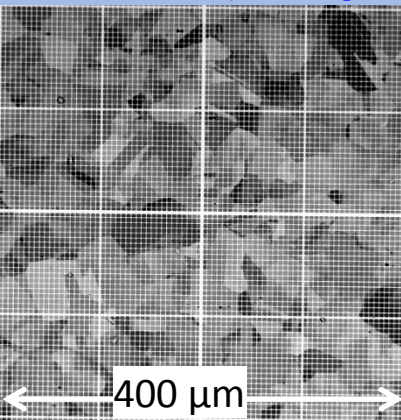
Au MEB, la microgrille (réalisée par les techniques de lithographie électronique) est le plus souvent utilisée

- ✓ Mesure de la microstructure cristallographique → technique EBSD
  - L'éprouvette de traction (ou de compression ou de flexion) doit être inclinée à 70°

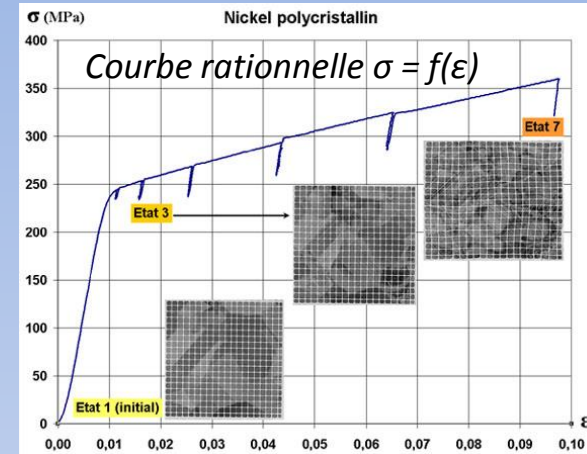
# Quelques résultats d'essais mécaniques in-situ

- Etude en traction in situ d'un polycristal de nickel recristallisé

Etat initial, BSE [R. Chiron (LSPM-CNRS), M. Bornert (LMS-X)]



- ✓ Microgrille au pas de 5  $\mu\text{m}$
- ✓ Microextensométrie par corrélation d'images  
base de mesure = 10  $\mu\text{m}$   $\rightarrow$  champs de déformation  $E_{ij}$
- ✓ Acquisition d'images en mode SE ou BSE
- ✓ Microstructure par EBSD

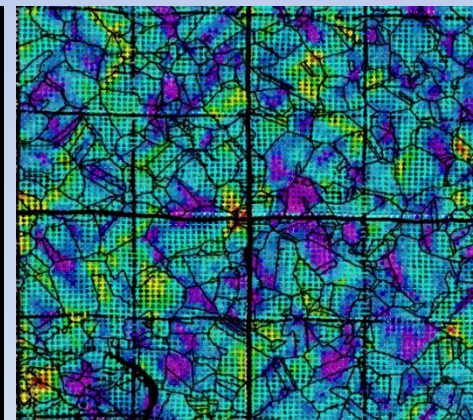
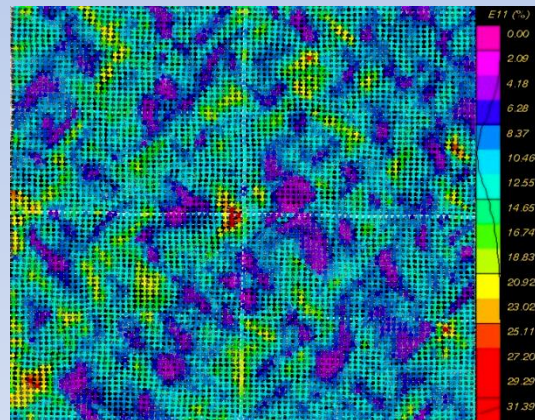
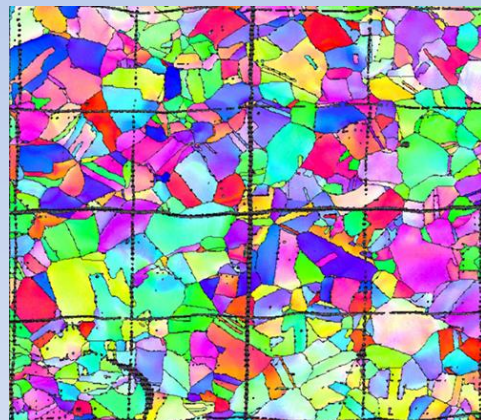
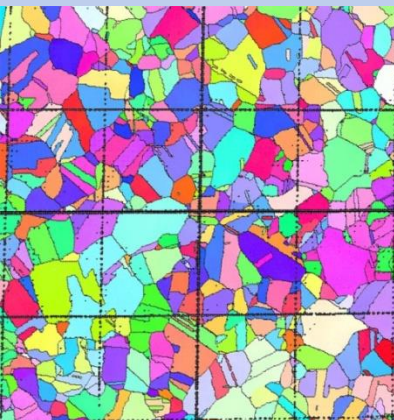


Etat initial, EBSD

Etat déformé 10 % macroscopique

Déformation  $E_{xx}$  (axe traction)

joints de grains superposés



- ✓ Mise en évidence de l'hétérogénéité des déformations : désorientations intragranulaires (EBSD), cartographie des déformations  $E_{xx}$  montrant l'émergence de bandes de localisation à  $\pm 45^\circ$  évoquant un comportement isotrope régi par la scission maximum (critère de Schmid)

- ✓ Autres résultats de l'étude :  $E_{xx} = 0,104$      $E_{yy} = -0,044$

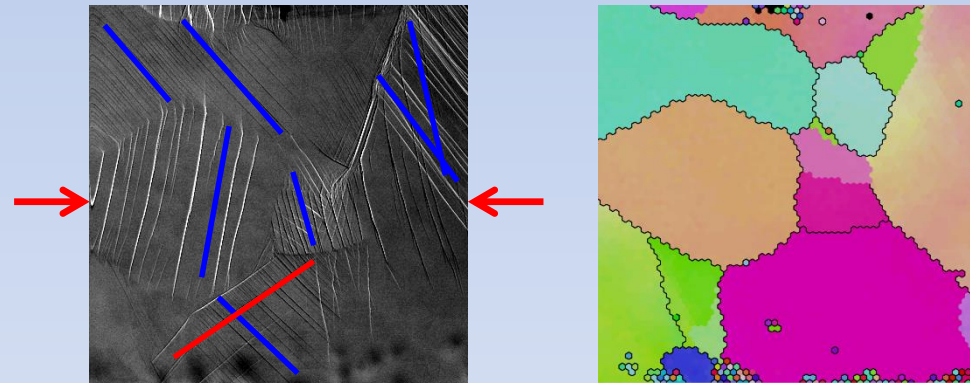
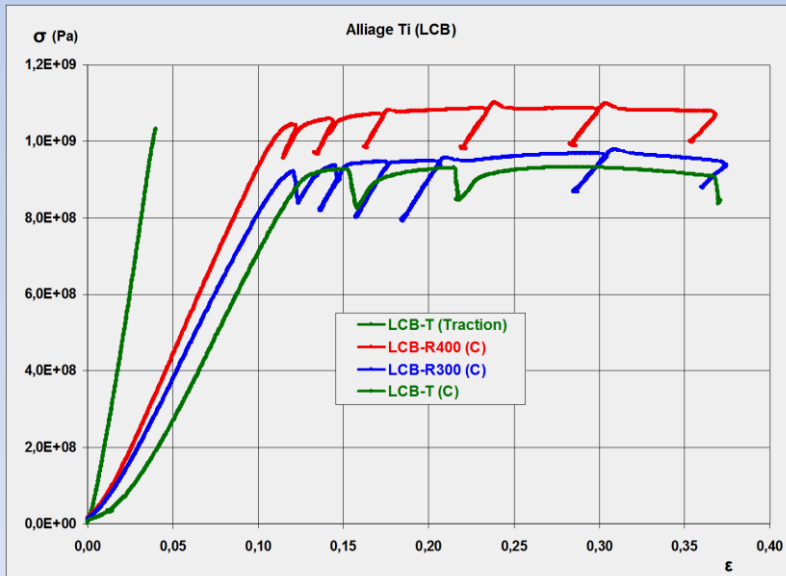
( $\epsilon_p = 0,097$  déformation réelle macroscopique selon l'axe de traction)

- Etude en compression d'un alliage de titane LCB  
 [F. Prima, INSA Rennes, et R. Chiron, LSPM-CNRS ; F. Prima, thèse, INSAR, 2000]

Problématique : certains matériaux présentent en traction une rupture dès l'entrée en plasticité

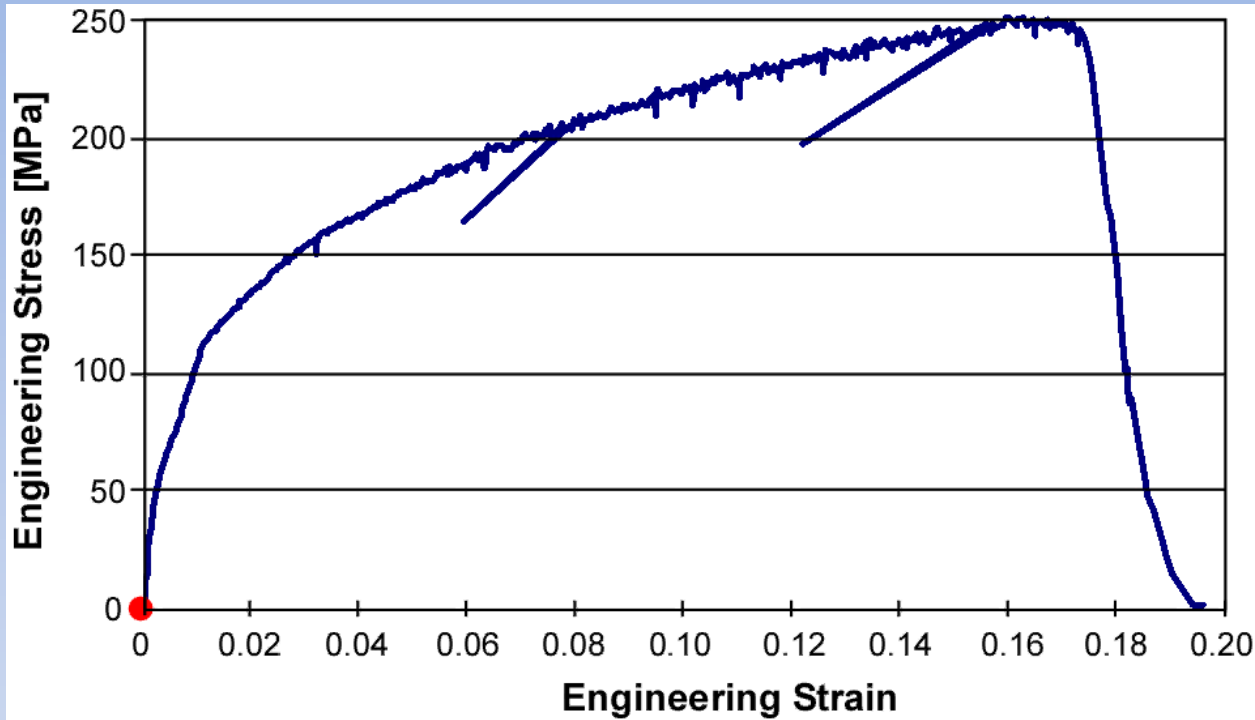
Solution : étudier le comportement plastique du matériau en compression in-situ

Exemple : étude d'un alliage de titane LCB (Low Cost Beta titanium, phase c.c., Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5Al)  
 → en traction : rupture dès le début de la plasticité  
 → en compression : jusqu'à 25 % de déformation plastique

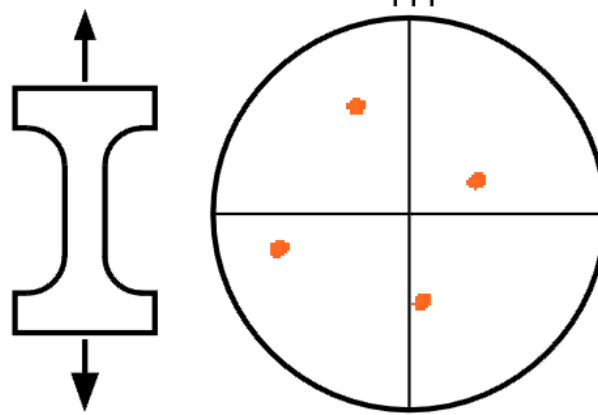


*Déformation par glissements cristallographiques, systèmes  $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$*

- Essai de traction – Dispersion d'orientations  
[S. Wright, D. Field et M. Nowell, Icotom14, 2005]

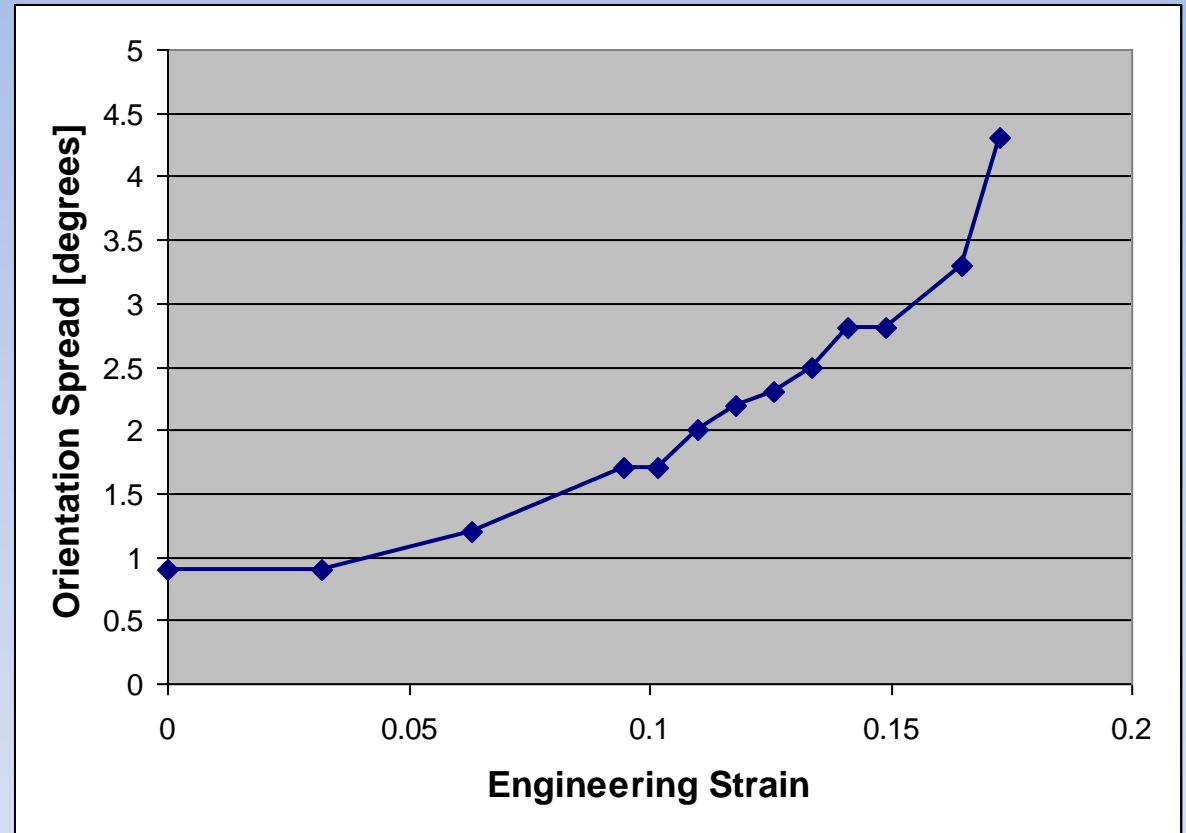
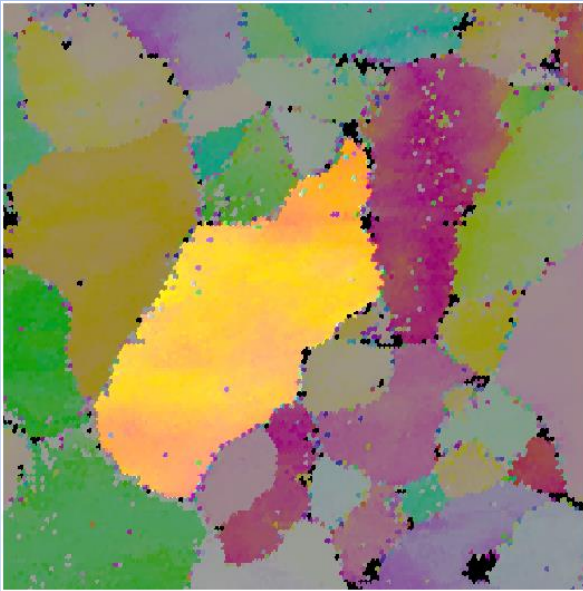


- Aluminium 5754
- Laminé et recuit
- Taille de grains =  $30\mu\text{m}$
- Un côté poli mécaniquement et légèrement attaqué pour l'EBS



- Indexation plus difficile
- Dispersion intragranulaire

- Essai de traction– Dispersion d'orientations  
[S. Wright, D. Field et M. Nowell, Icotom14, 2005]



# Les essais à chaud in-situ

## Les objectifs :

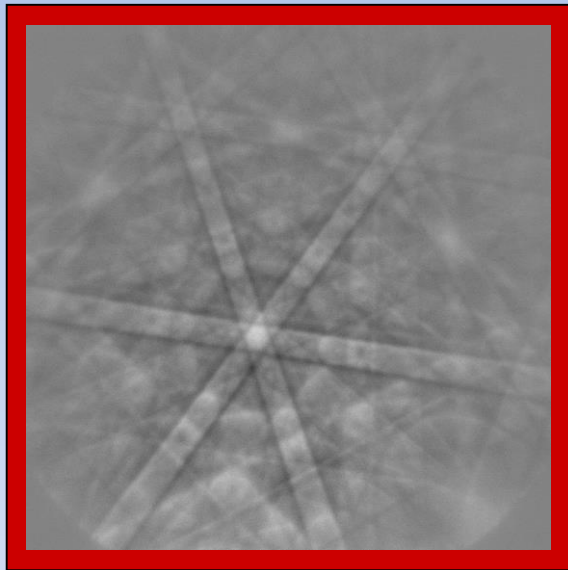
- Observer l'évolution des microstructures lors du recuit d'un matériau
- Identifier les mécanismes de recristallisation locaux associés
- Optimiser les gammes d'élaboration pour atteindre la texture favorable aux propriétés d'emploi

## Les outils :

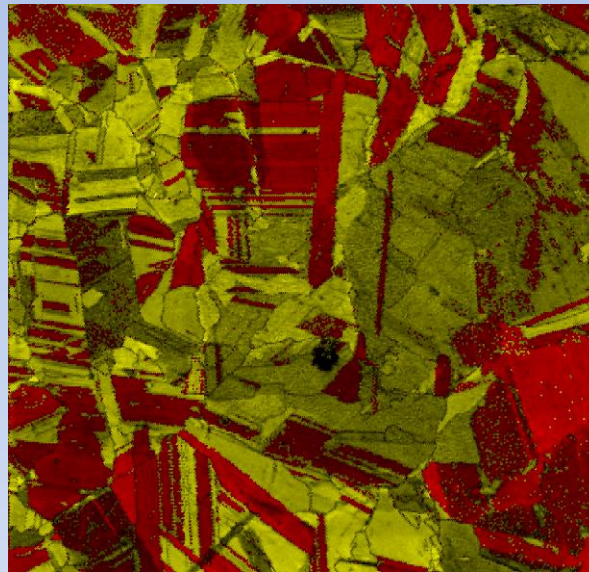
- Un microscope électronique à balayage (MEB)
- Une platine chauffante placée dans la chambre du MEB
- Des moyens de caractérisation des orientations cristallographiques (EBSD) suffisamment rapides pour suivre les évolutions de la microstructure !

- Transformation de phases du Cobalt  
[S. Wright, D. Field et M. Nowell, Icotom14, 2005]

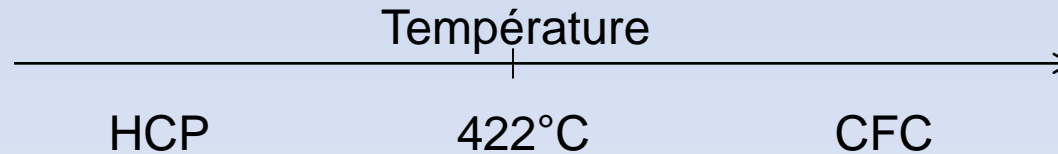
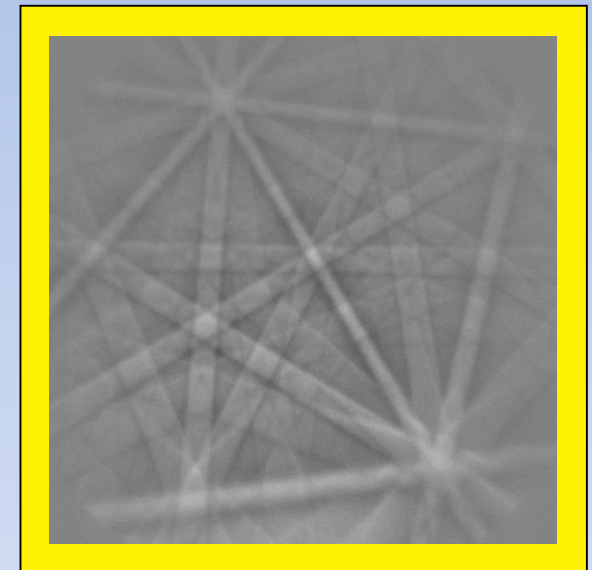
Alpha: Phase HCP



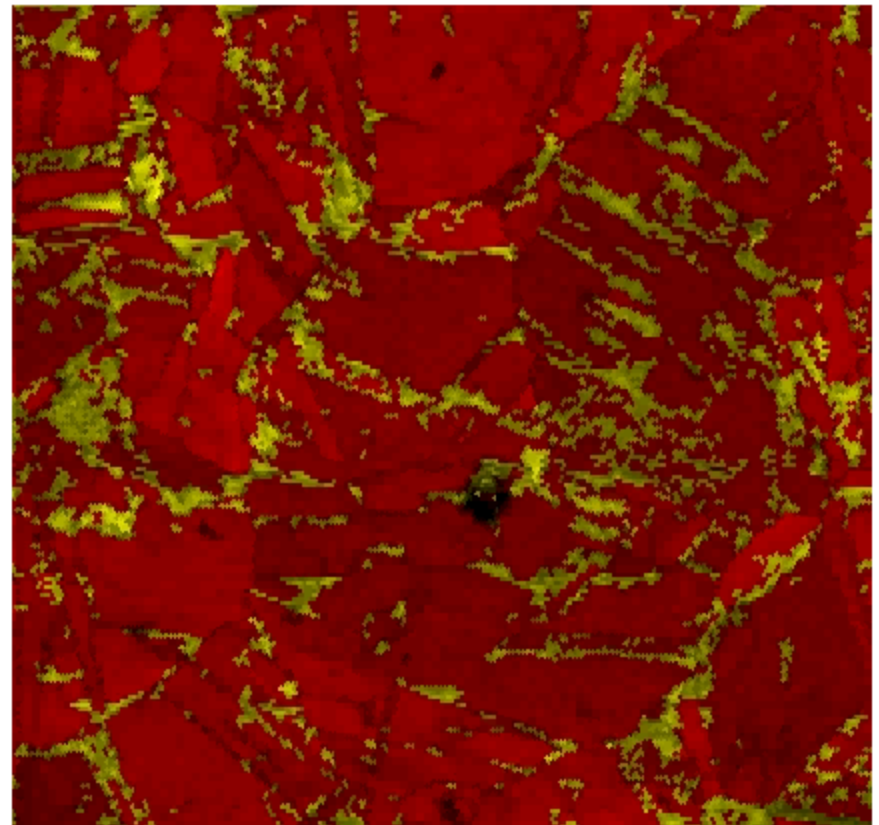
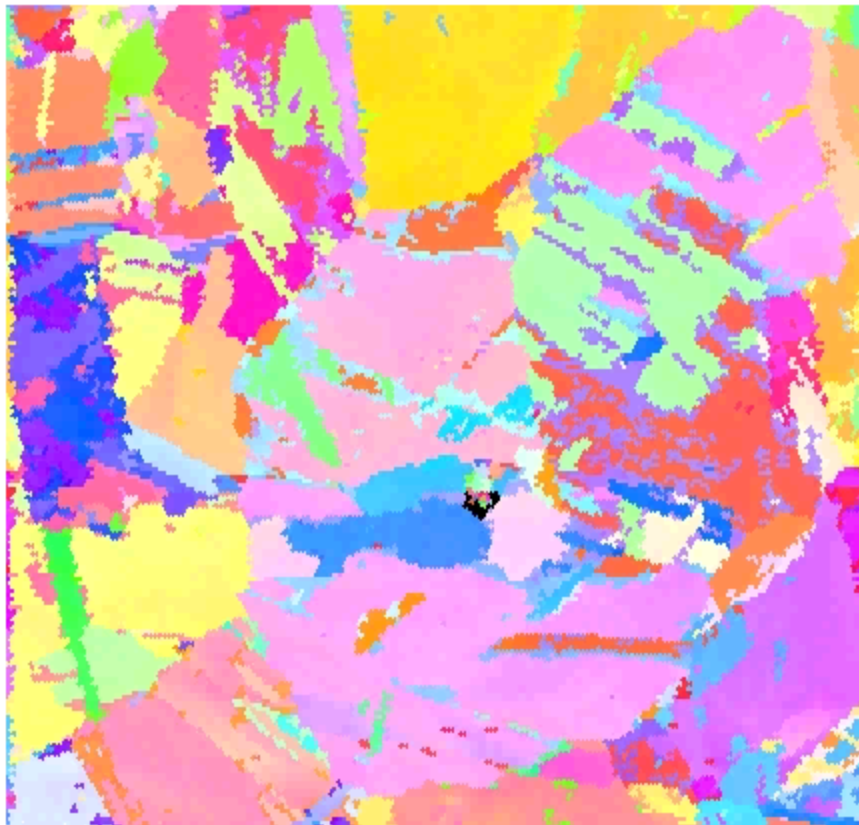
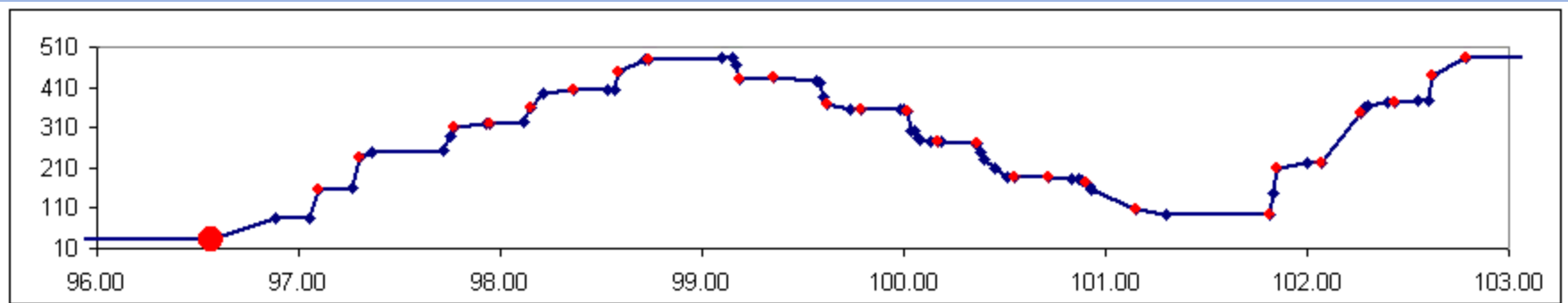
Cobalt  
Temperature de Transition = 422°C



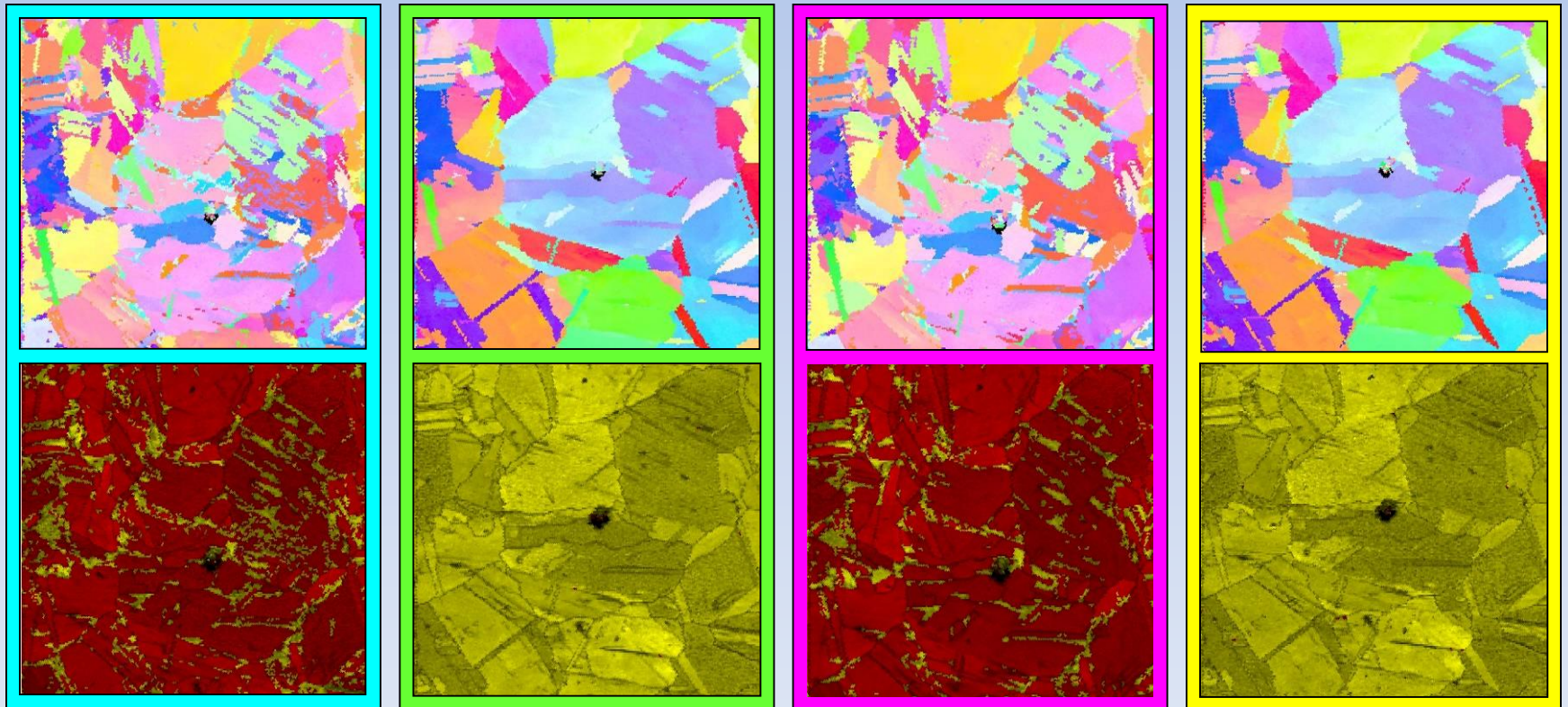
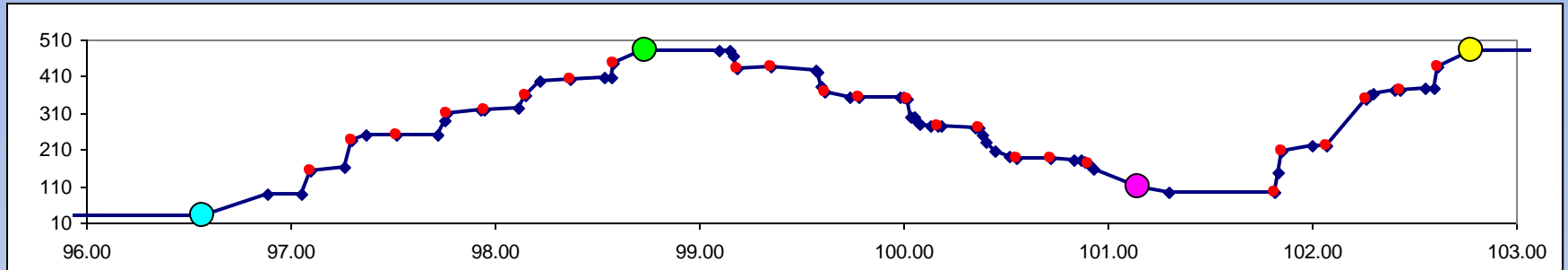
Beta: Phase CFC



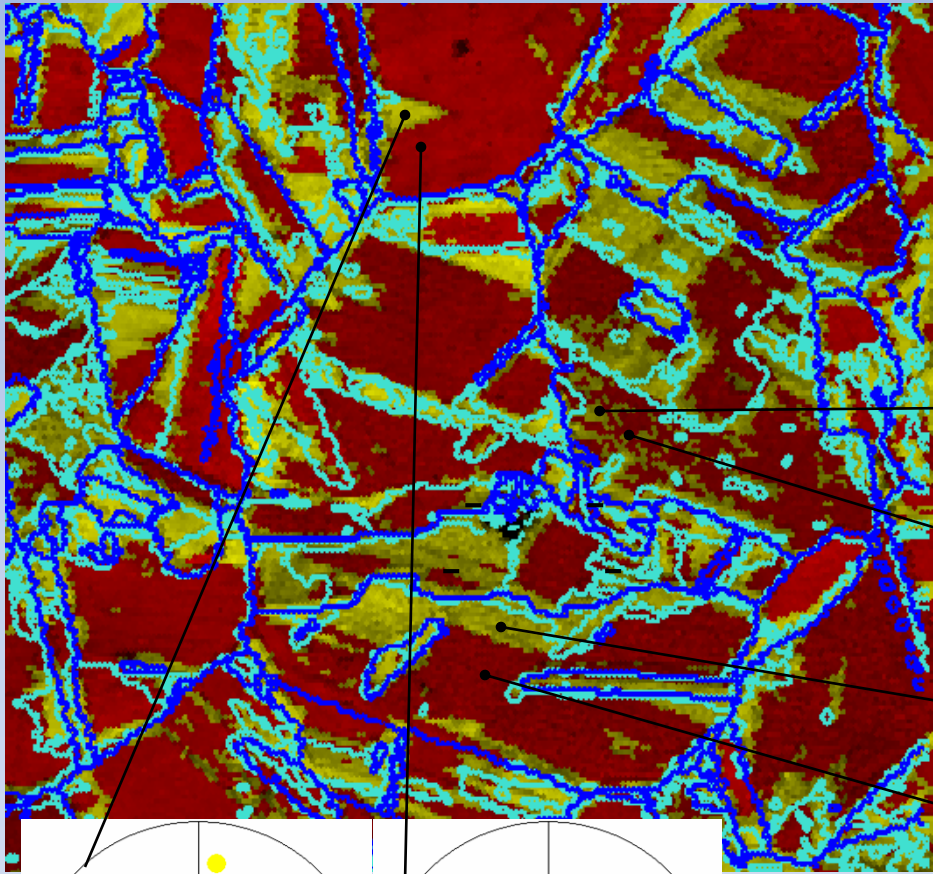
- Transformation de phases du Cobalt



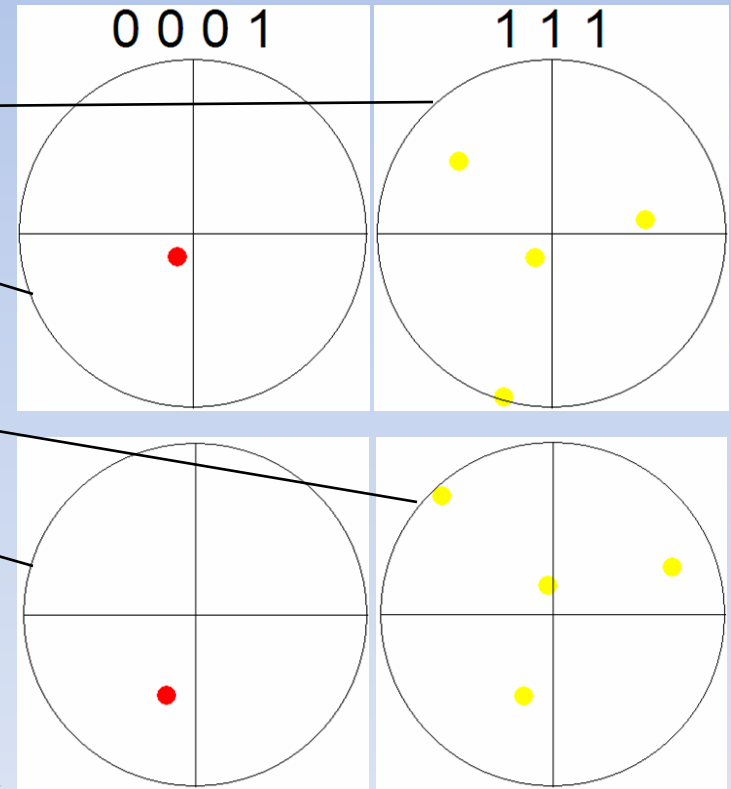
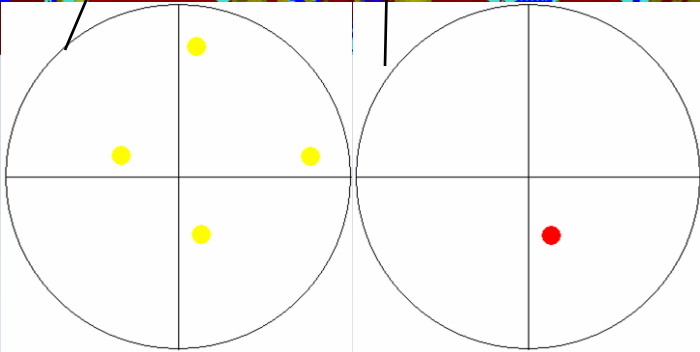
- Transformation de phases : réversibilité  
[S. Wright, D. Field et M. Nowell, Icotom14, 2005]



- Transformation de phases : réversibilité  
[S. Wright, D. Field et M. Nowell, Icotom14, 2005]

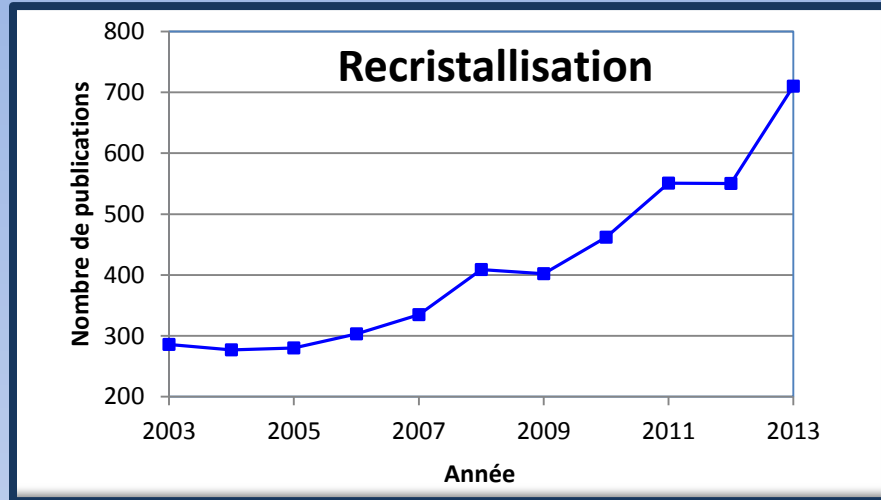


— Final Beta Boundaries  
— Final Alpha Boundaries

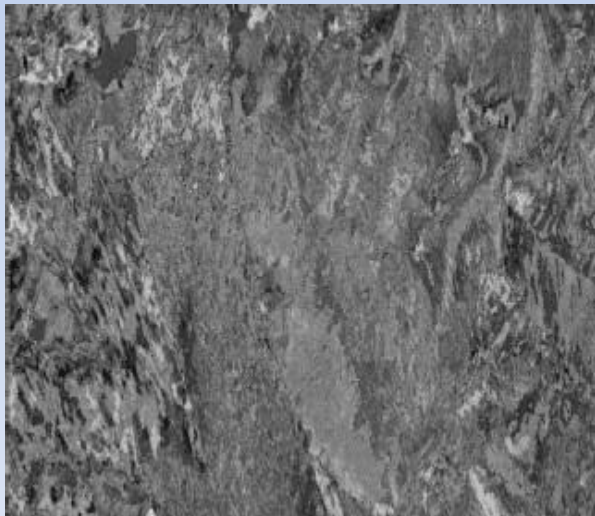


OR:  $(111)_\beta // (0001)_\alpha$

## Recristallisation, encore à la mode ?

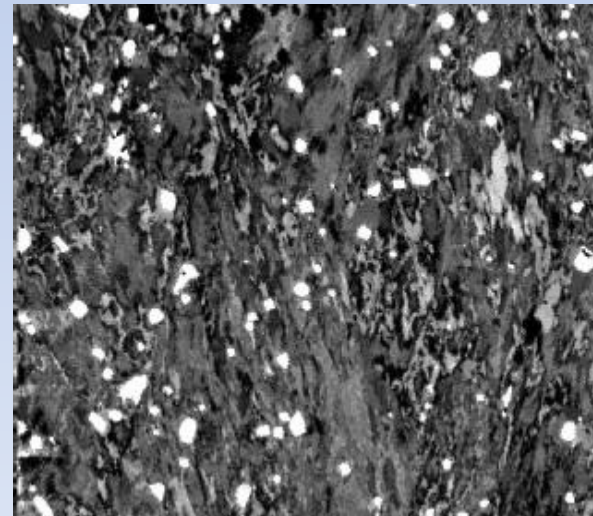


**Cu de haute pureté  
laminé 50%, recuit à 300°C**



-----150µm-----

**Al 3004, contenant de larges particules de  
seconde phase (5µm), laminé 50%, recuit à 300°C**



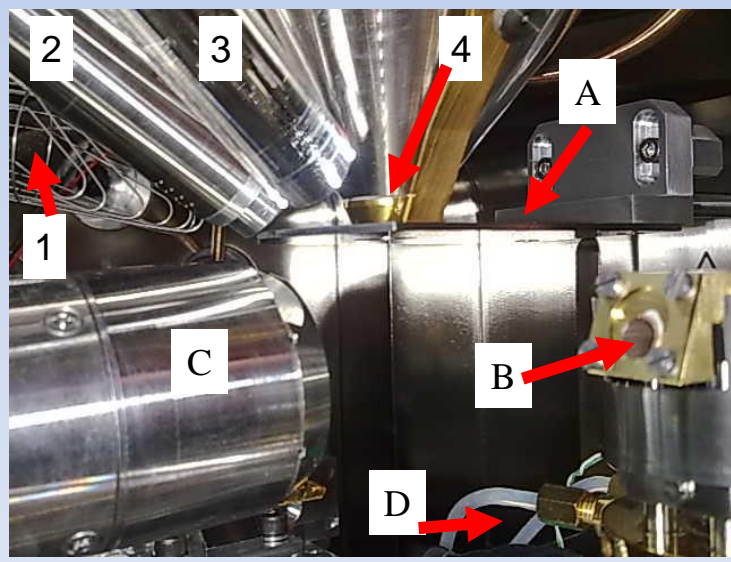
-----150µm-----

*Humphreys*

# II. Les essais en température

- Les platines de chauffage et/ou de refroidissement commerciales
  - ✓ Platine chauffante pour température moyenne et EBSD : 800°C

750 °C / EBSD



- A - Cache de protection de la pièce polaire
- B - Echantillon de Cu fixé sur la platine (platine non totalement insérée)
- C - Caméra EBSD (insérée) et détecteur de d'électrons rétrodiffusés
- D - Système de refroidissement de la platine (contrôle de la température)
- 1 - Détecteur SE
- 2 - Détecteur EDS
- 3 - Détecteur du mode PC (VPSE)
- 4 - Détecteur BSE

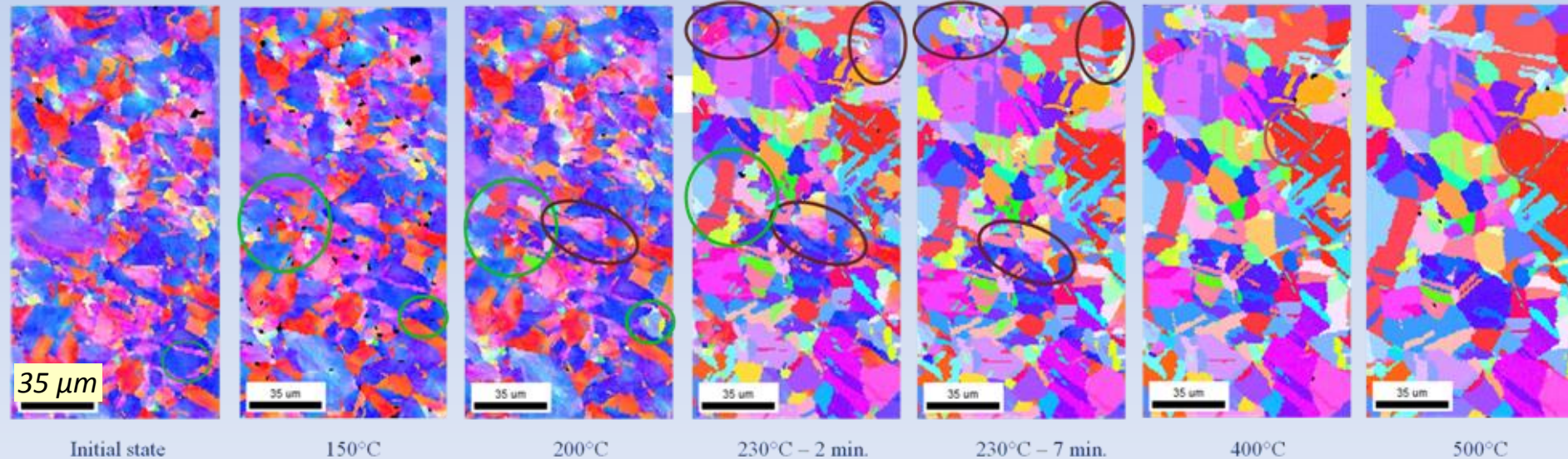
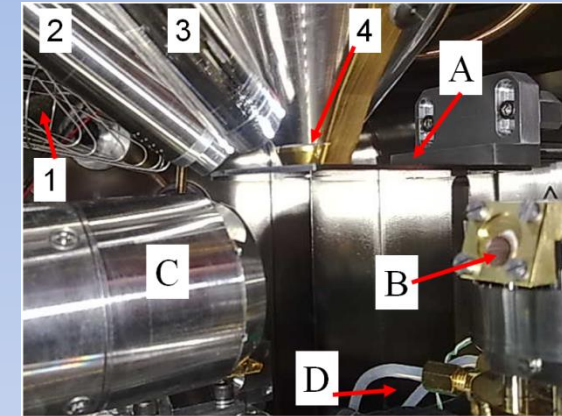
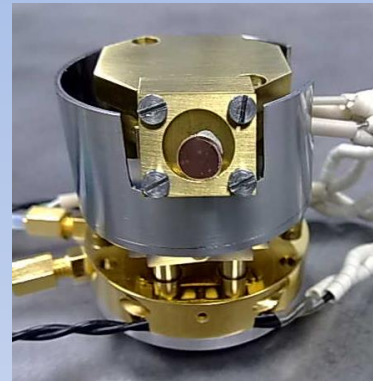
- Etude par EBSD de l'évolution de la microstructure d'un fil de cuivre à l'aide d'une platine chauffante pré-inclinée à 70°

[F. Brisset, A.L. Helbert et T. Baudin, *Microsc. and Microanal.*, 2013]

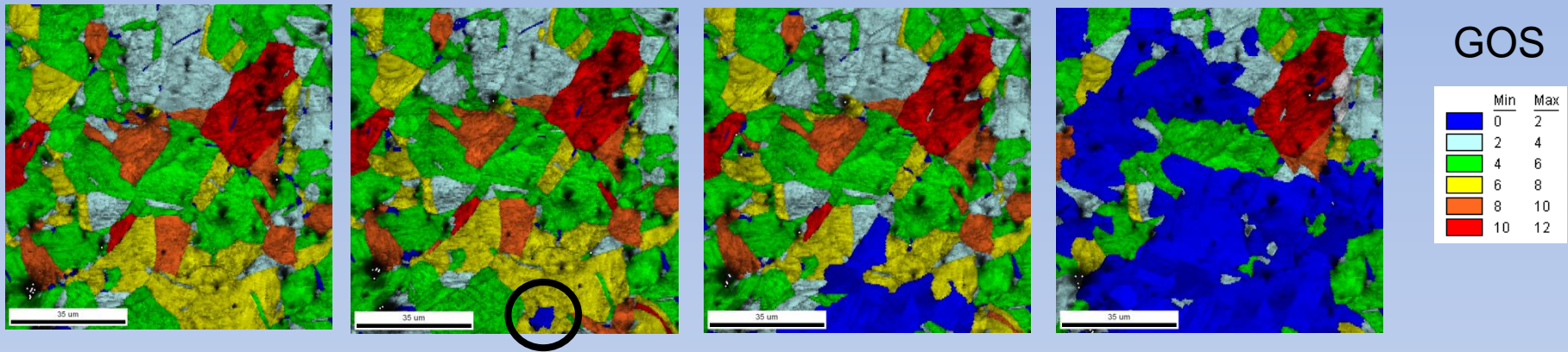
- ✓ Matériau : fil de cuivre industriel  $\phi$  6,3 mm tréfilé à froid à partir d'un fil  $\phi$  8 mm tréfilé à chaud
- ✓ Matériels : platine chauffante pré-inclinée à 70°, EBSD OIM™, MEB ZEISS Supra 55VP

- ✓ Conduite de l'expérience :
  - rampe de montée en T : 16 °C/mn
  - chauffage stoppé pour chaque acquisition EBSD

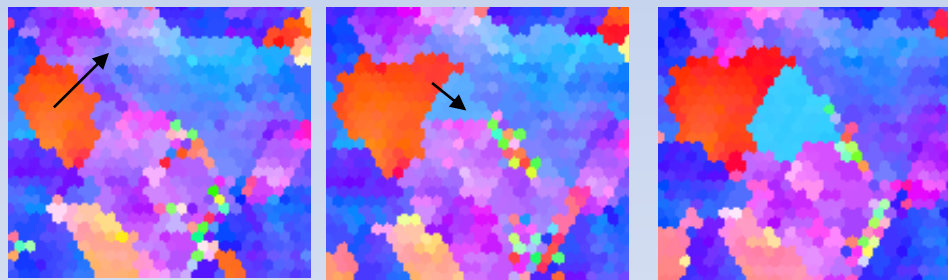
- ✓ Observations :
  - premiers germes de recristallisation dès 150 °C
  - entre 400 et 500 °C : disparition de macles, fin du processus de recristallisation primaire, grossissement des grains



# Premiers germes de recristallisation dès 150 °C



EBSD maps showing the GOS distribution: (a) cold drawn wire, (b) annealing state at 215°C during 9 minutes and (c) at 215°C during 34 minutes.



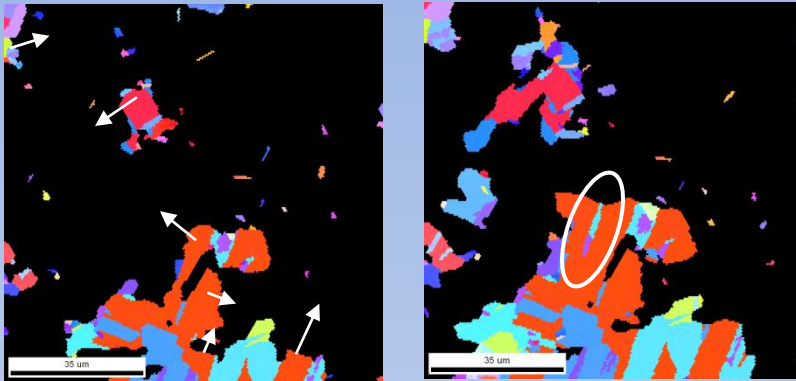
(a)

(b)

(c)

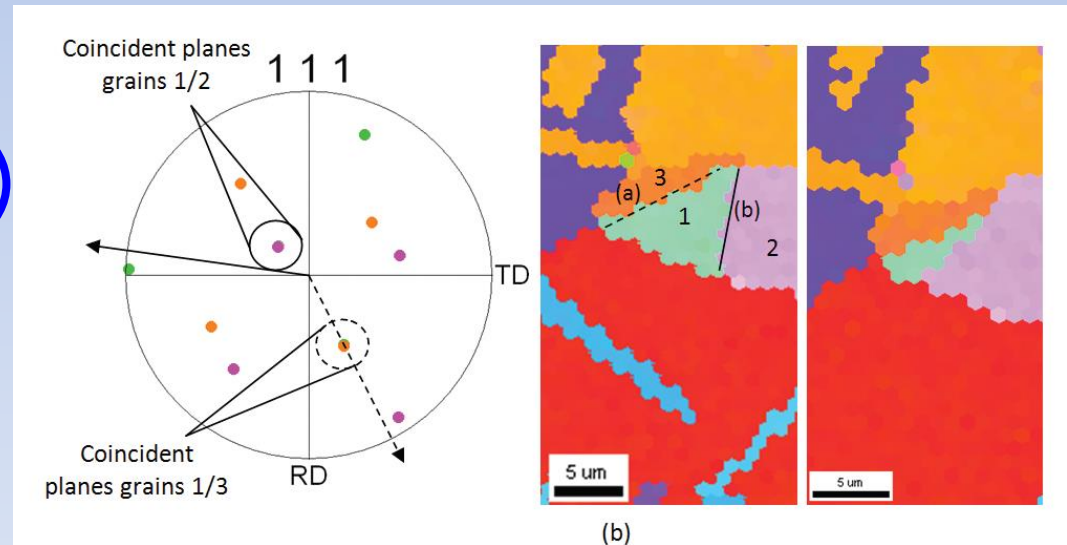
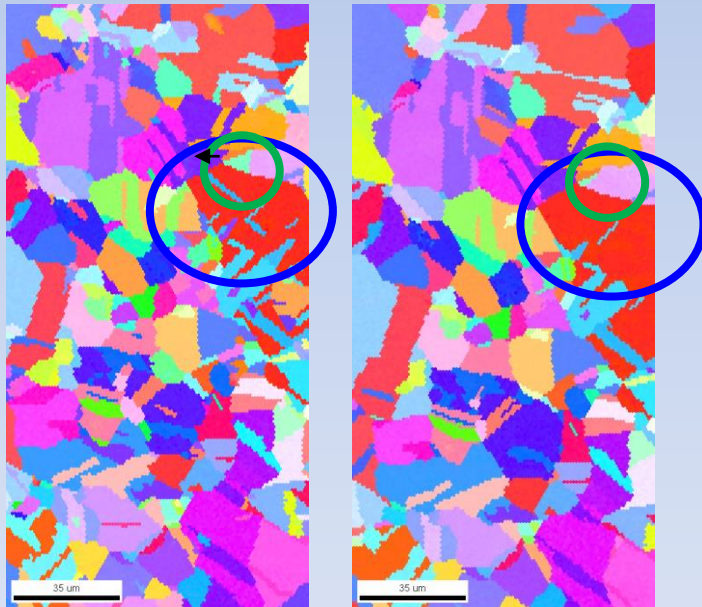
{hkl} distribution after annealing at (a) 150°C, (b) 200°C during 43 minutes and (c) 200°C during 48 minutes.

Maillage lors de la recristallisation primaire (215°C) :



EBSD maps showing the  $\{hkl\}$  distribution of recrystallized grains ( $GOS < 2^\circ$ ) after annealing at (a) 215°C during 16 minutes and (b) 215°C during 22 minutes.

Disparition des macles lors de la croissance normale ( $>400^\circ\text{C}$ ) :



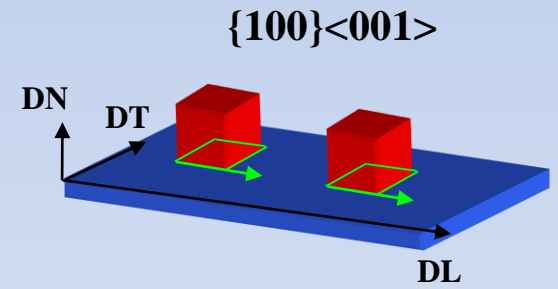
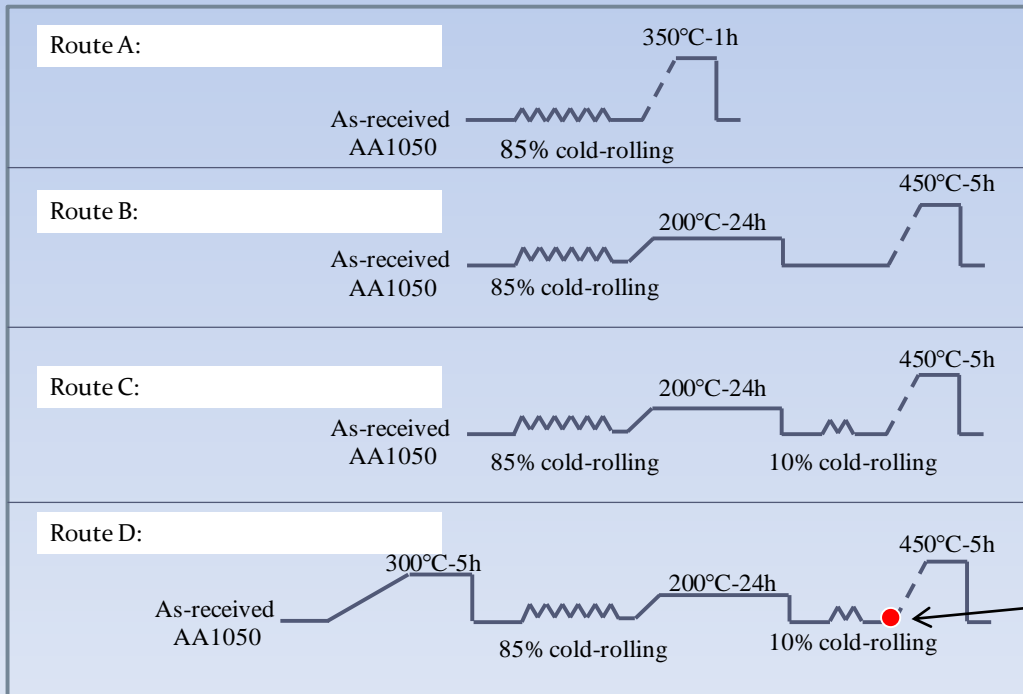
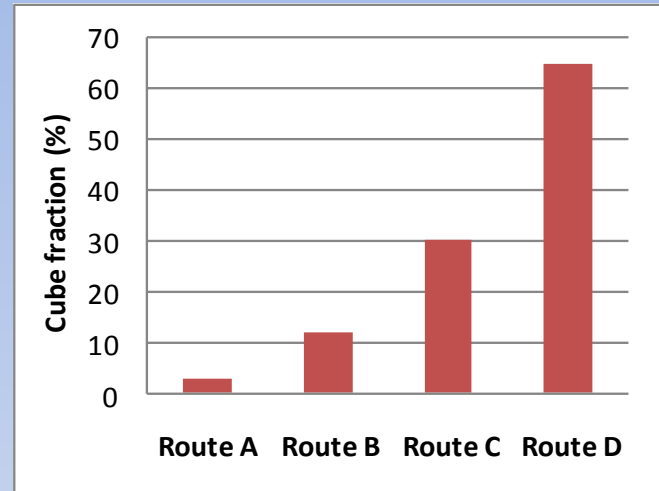
EBSD maps showing the  $\{hkl\}$  distribution after annealing at (a) 400°C and (b) 500°C.

Migration des joints  $\Sigma 3$  incohérents lorsque la température est suffisante

• In-Situ EBSD Investigation of Recrystallization in a Partially Annealed and Cold-Rolled Aluminum Alloy of Commercial Purity  
 [A.-L. Helbert, W. Wang, F. Brisset, T. Baudin, R. Penelle, *Advanced Engineering Materials*, 2012]

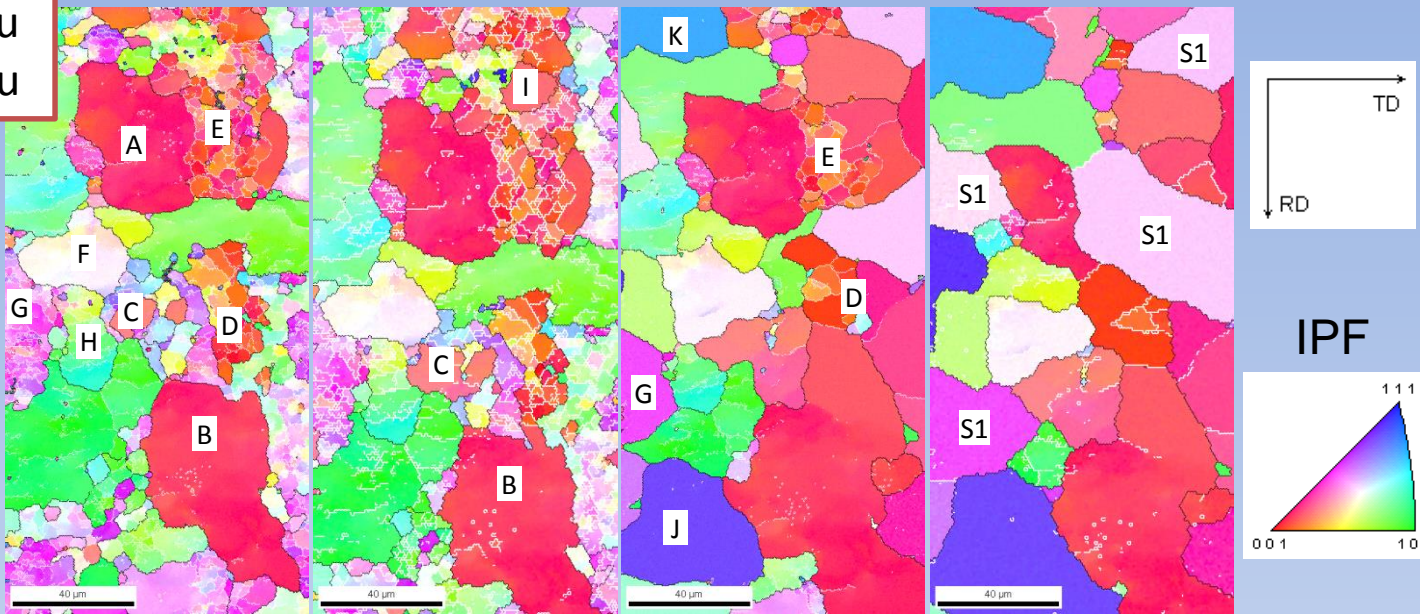
Objectif : développer une texture très accusée Cube  $\{001\}\langle 100 \rangle$  dans l'aluminium de pureté commerciale pour des condensateurs électrolytiques.

Comment : en optimisant la gamme de transformation.



EBSD lors du recuit in-situ

EBSD lors du recuit in-situ

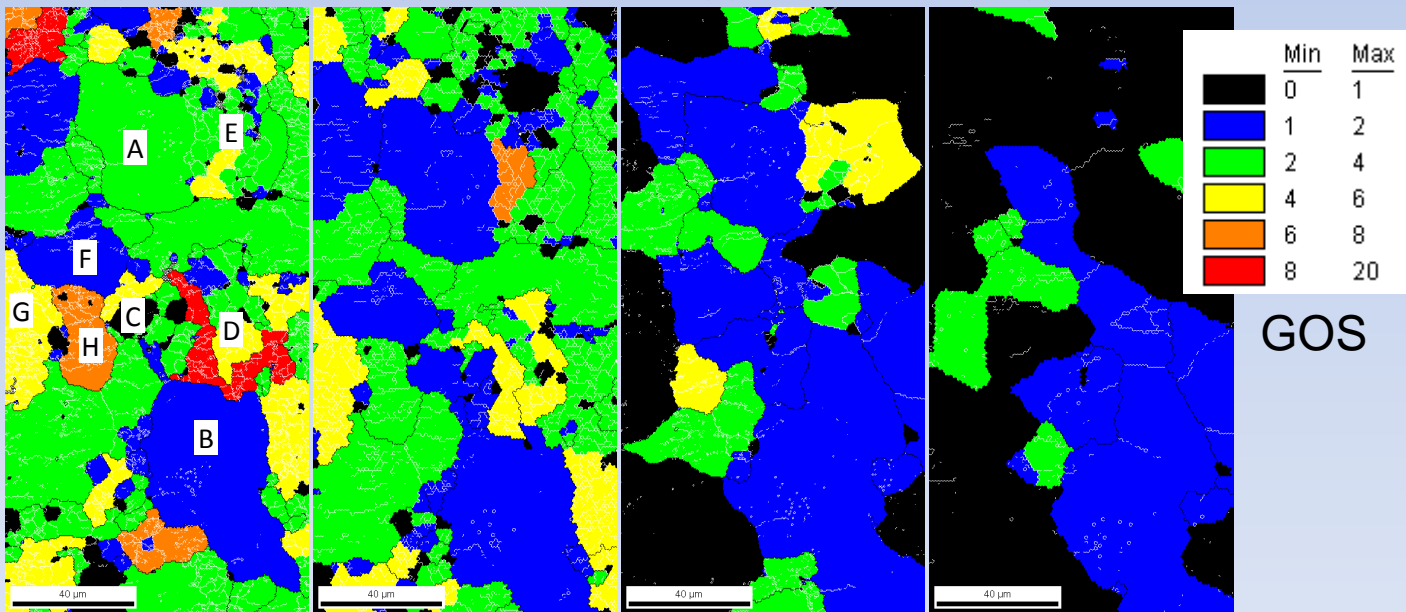


(a) 250°C

(b) 270°C

(c) 290°C

(d) 310°C



(e) 250°C

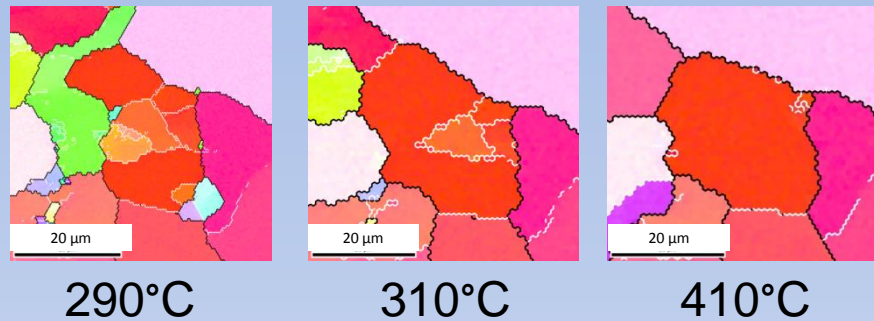
(f) 270°C

(g) 290°C

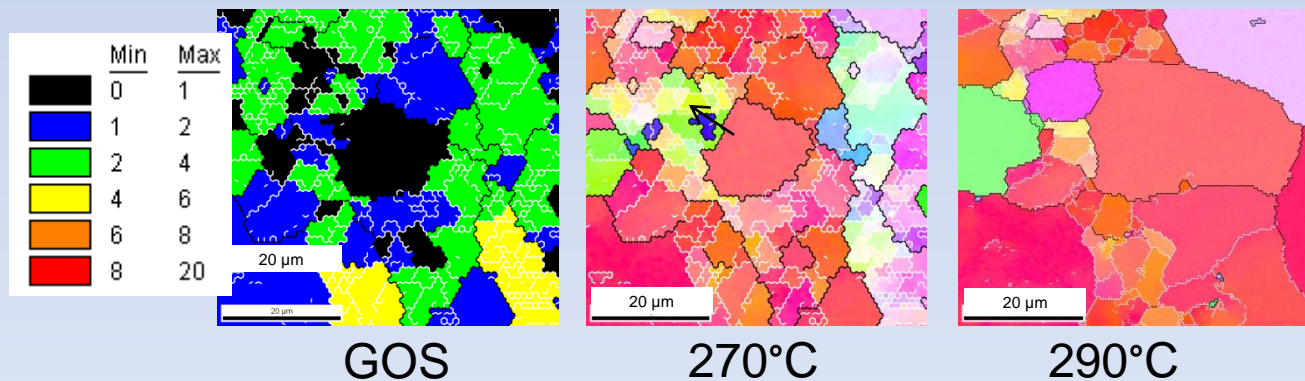
(h) 310°C

## Deux mécanismes de recristallisation peuvent être observés

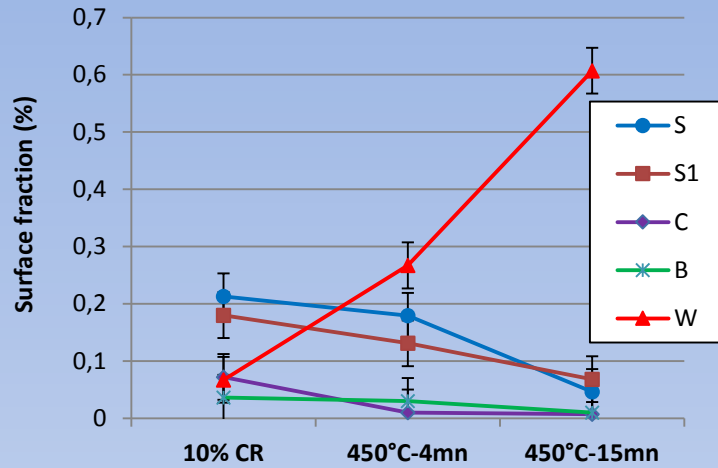
- Le premier consiste en une croissance d'un sous-grain Cube au détriment de ses sous-grains voisins. Ce mécanisme s'apparente à de la recristallisation in-situ.



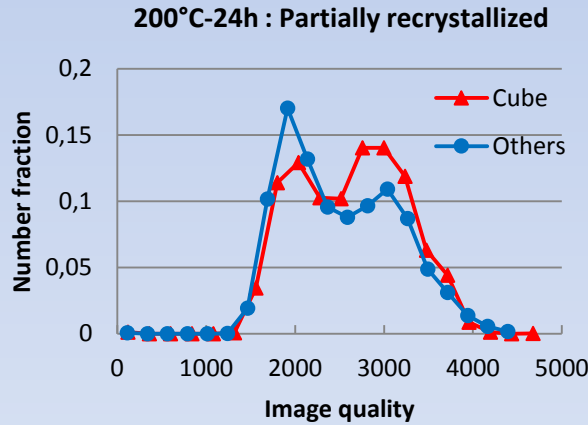
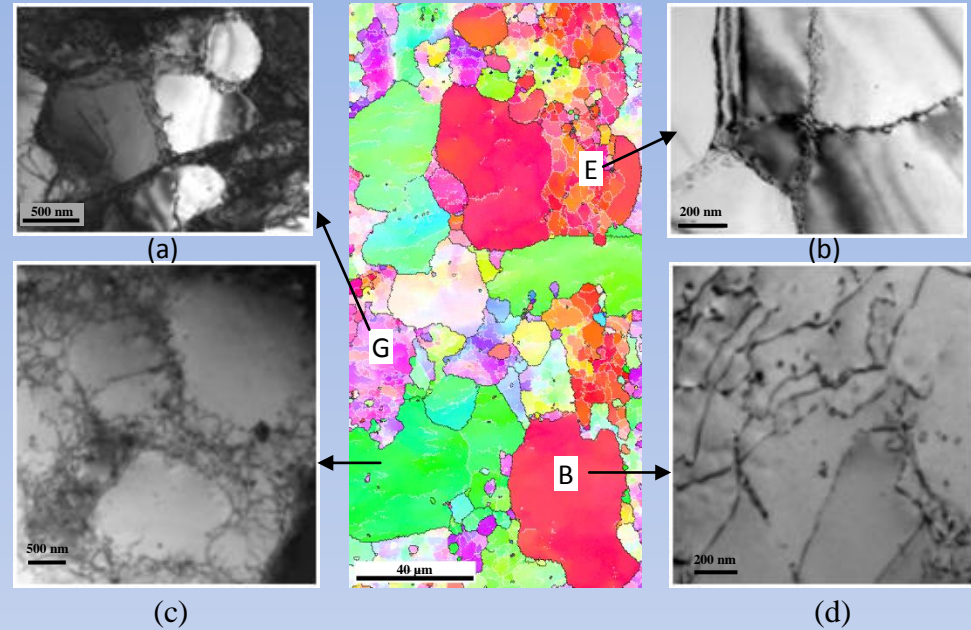
- Le second mécanisme observé est la recristallisation par SIBM (Strain Induced Boundary Migration).



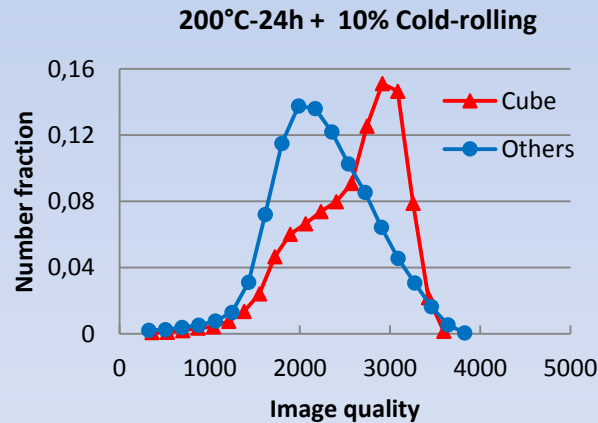
# Aluminium LAF 10%



Evolution à 450 °C des principes orientations de la texture



(a)

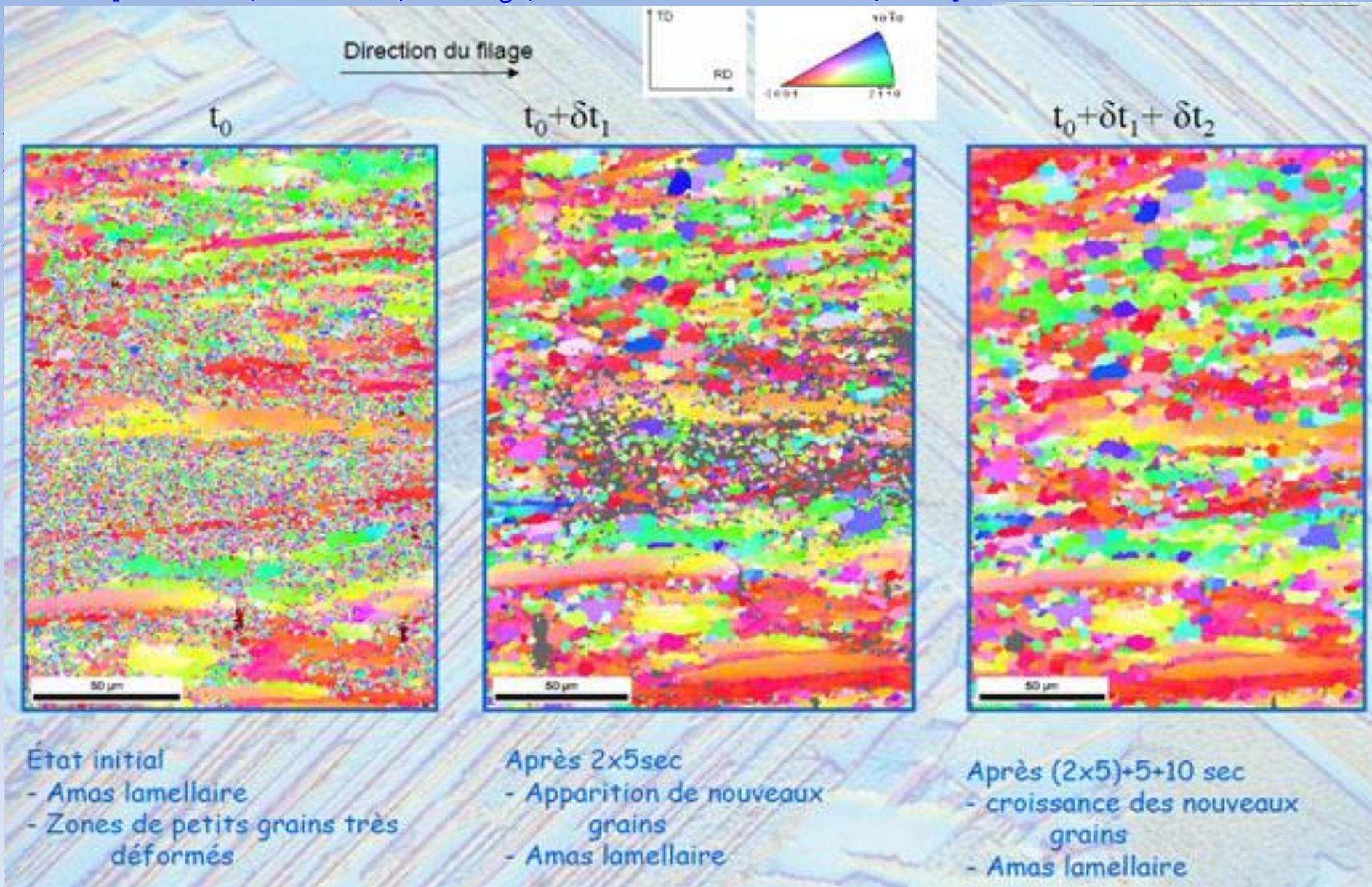


(b)

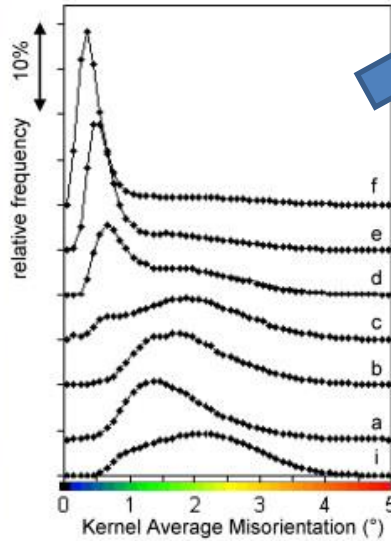
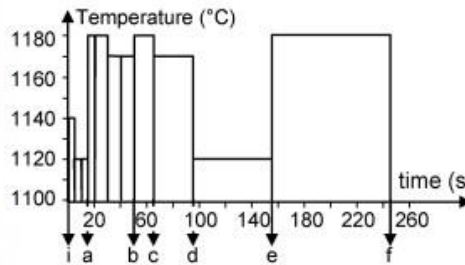
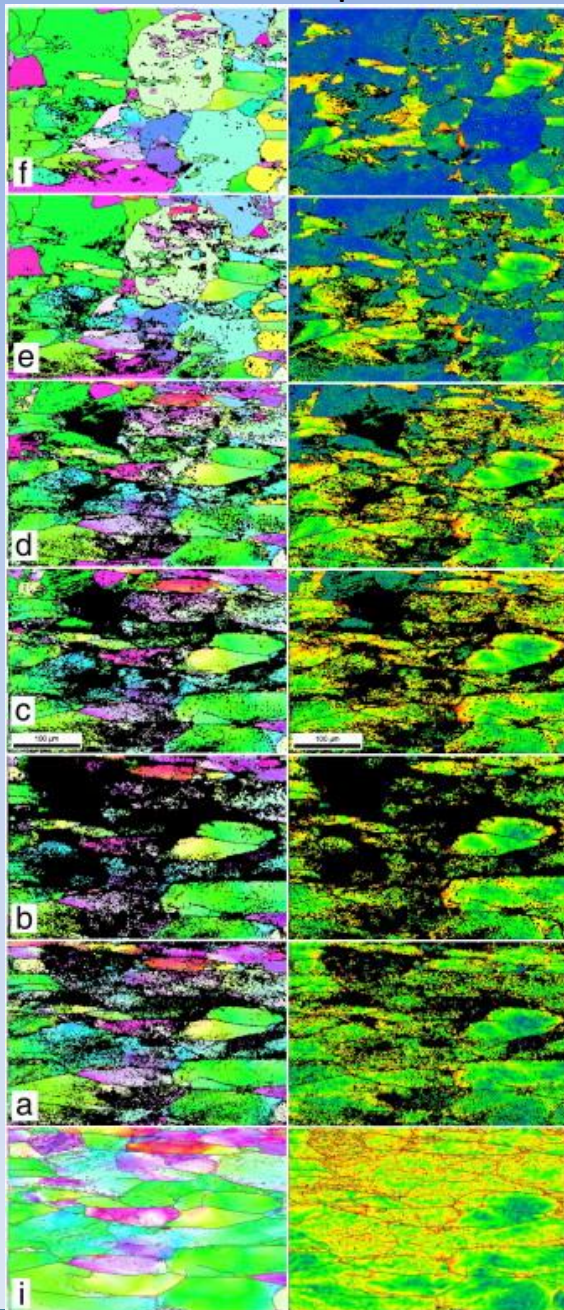
EBSID Image Quality of Cube grains and Others (a) before and (b) after 10% cold-rolling.

L'orientation Cube stocke moins d'énergie que ses voisins durant le laminage → développement par SIBM

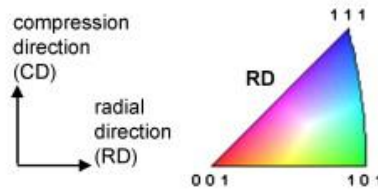
- Étude des mécanismes de recristallisation par couplage EBSD/Platine chauffante in-situ [N. Bozzolo, S. Jacomet, R.E. Logé, Materials Characterization, 2012]



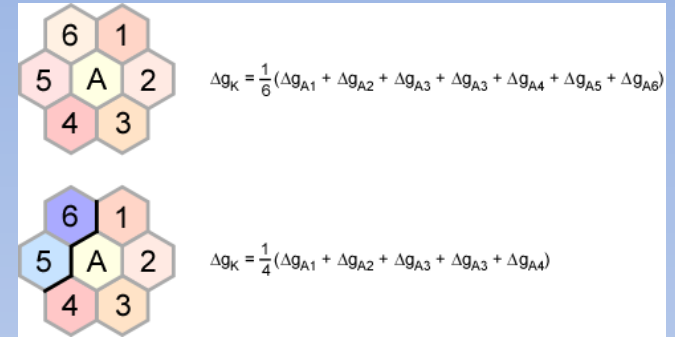
# Tantale : compression à l'ambiante + recuit



Kernel Average Misorientations (KAM) : calculated for each point by considering the 3rd neighbors and ignoring any misorientation higher than 5° - 5° was chosen as threshold to distinguish between grain boundaries and internal misorientations -.



## Kernel Average Misorientation



Restauration → diminue l'amplitude de la désorientation intragranulaire → décalage du pic de KAM vers la gauche

Recristallisation (3d) → débute dans les zones de fort KAM. Ces grains recristallisés envahissent la matrice déformée avoisinante. Le KAM dans ces zones est d'environ 0.5°.

Les zones non recristallisées en 3f correspondent aux zones de faible KAM à l'état déformé.

L'EBSD in-situ est une technique prometteuse pour  
étudier la plasticité, les transformations de phases et  
la recristallisation

Merci de votre attention