



AREVA

l'avenir pour énergie



Préparation de surface en vue d'une caractérisation EBSD

GnMEBA- 25 et 26 Novembre 2013 – AREVA-NP

B.BRUGIER (AREVA/Centre Technique France)

▶ **Obtention de clichés de diffraction**

- ◆ **Conditions opératoires**
- ◆ **Conditions de surface**

▶ **Techniques de préparation**

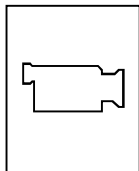
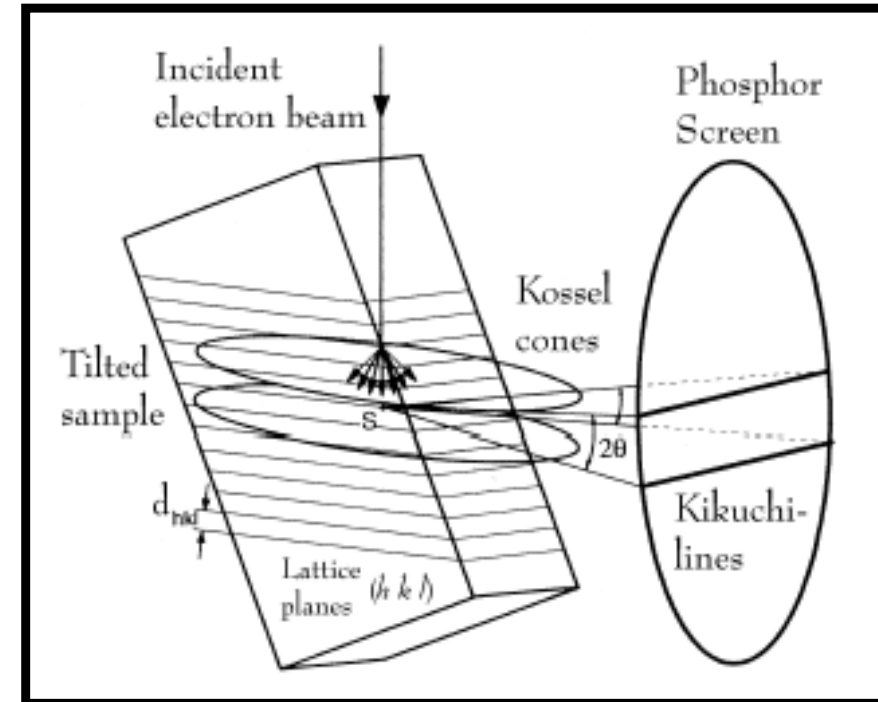
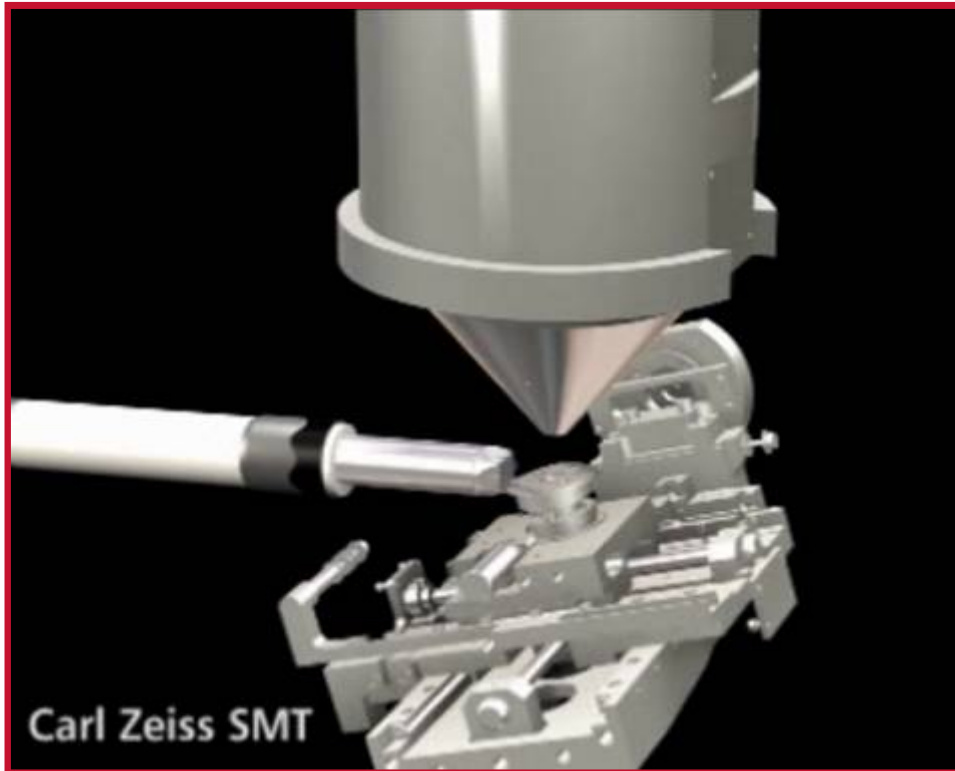
- ◆ **Découpe**
- ◆ **Enrobage**
- ◆ **Polissage mécanique**
- ◆ **Polissage électrolytique**
- ◆ **Décapage chimique**
- ◆ **Préparation ionique**
- ◆ **Les petits « plus »**

▶ **Conclusion**



► Obtention de clichés de diffraction

► Principe EBSD



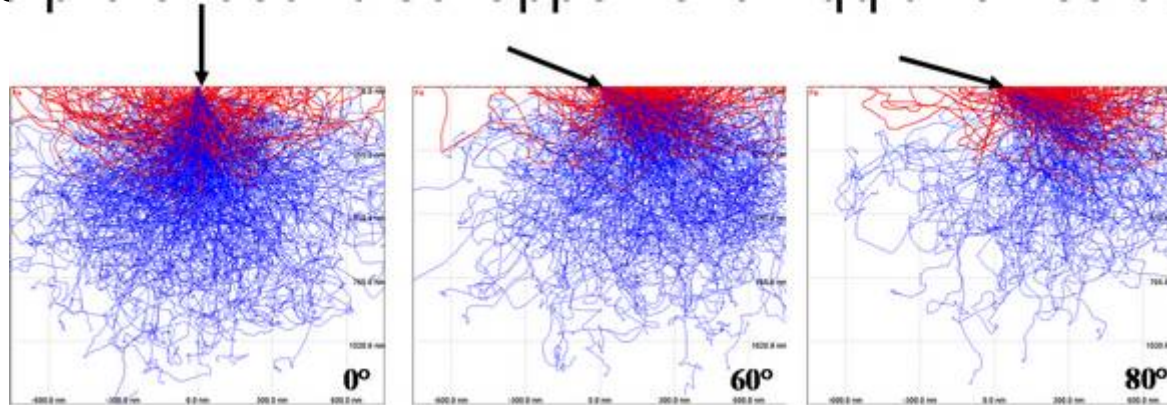
- ◆ Diffraction si conditions de Bragg respectées

$$\text{Bragg's Law: } \lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$$

► Conditions opératoires

◆ Surface inclinée de 70°

- Faible profondeur d'échappement ~ qq dizaines de nm



- Exacerbe le relief → phénomène d'ombre sur le cliché

◆ absence d'écrouissage de surface

>> L'EBSD requiert une préparation de surface très exigeante (d'une extrême finesse)

Les incontournables des conditions de surface

► Planéité

◆ Les deux faces au parallèle

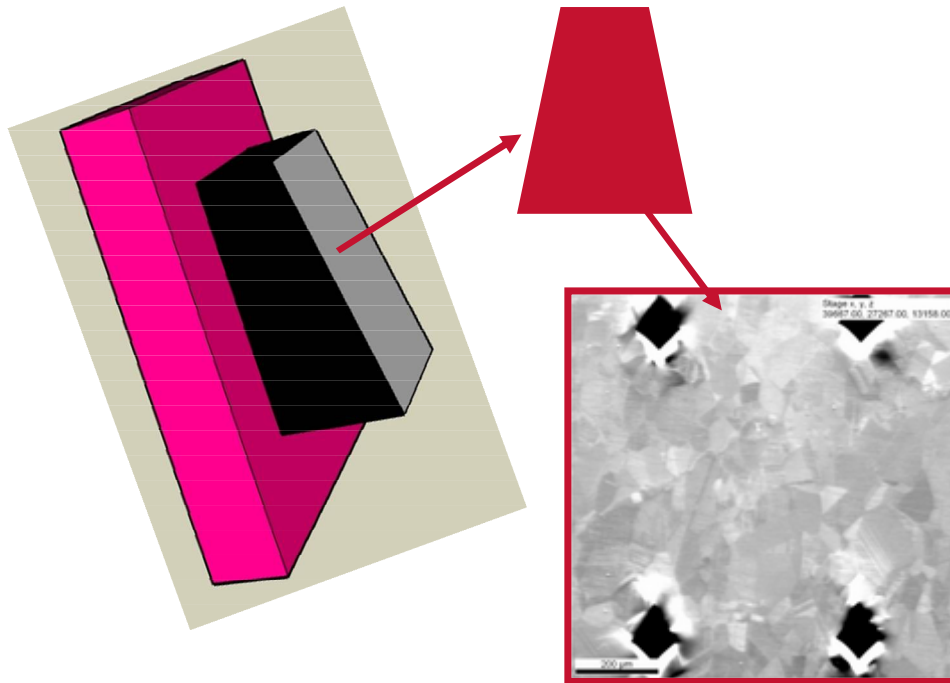


Image FSD d'un acier inoxydable avec des faces non parallèles

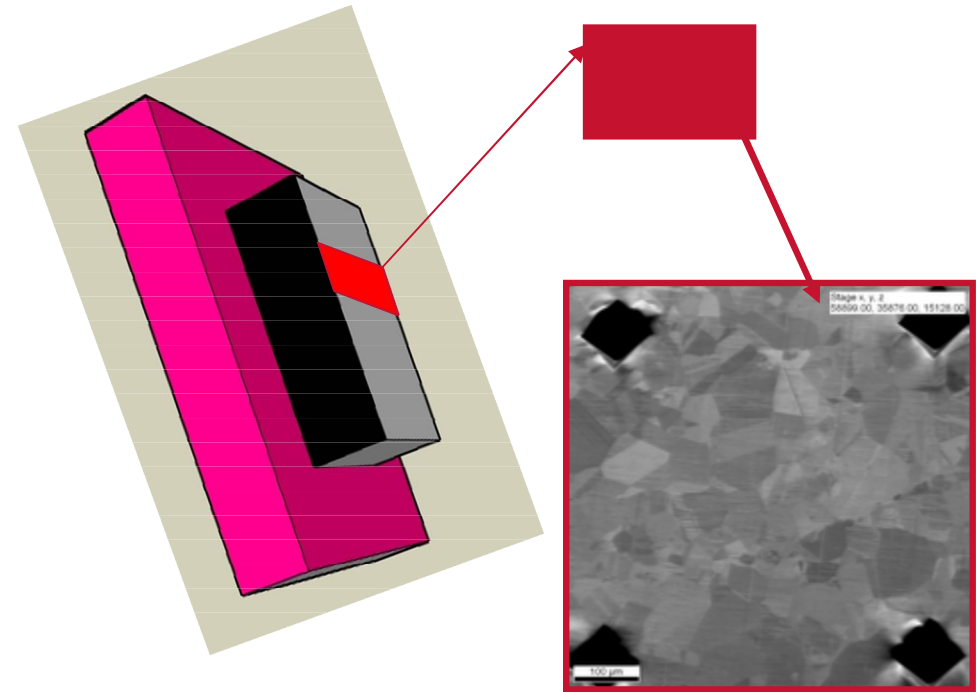
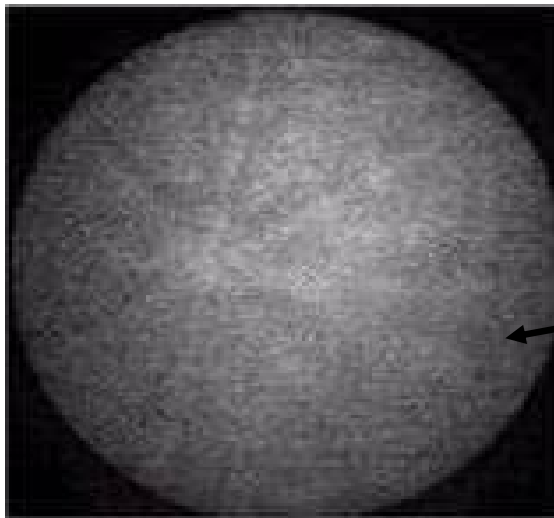


Image FSD d'un acier inoxydable avec faces

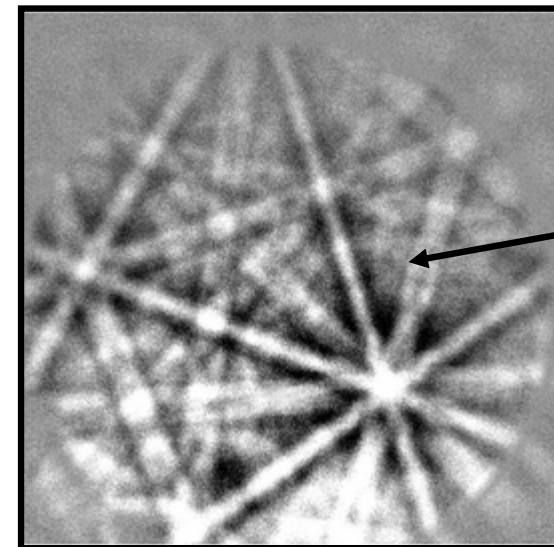
- >> Difficulté à focaliser le faisceau sur toute la hauteur
- >> Déformation de la zone caractérisée et de la microstructure
- >> Erreur sur l'indexation

Les incontournables des conditions de surface

- ▶ Absence d'écrouissage lié à la préparation
- ▶ Indice de qualité de clichés est l'indicateur d'absence d'écrouissage de surface



Cliché EBSD obtenu sur un base Nickel après un polissage 1 µm



Cliché EBSD obtenu sur un base Nickel après un décapage chimique

Ecrouissage de surface perturbe le réseau cristallin donc dégrade le cliché de diffraction → nuit à la qualité d'indexation

Les incontournables des conditions de surface

► Absence de pollution/rugosité/topographie

◆ Effet d'ombrage sur le cliché de diffraction

- pas d'indexation donc pas d'information
- bas IQ

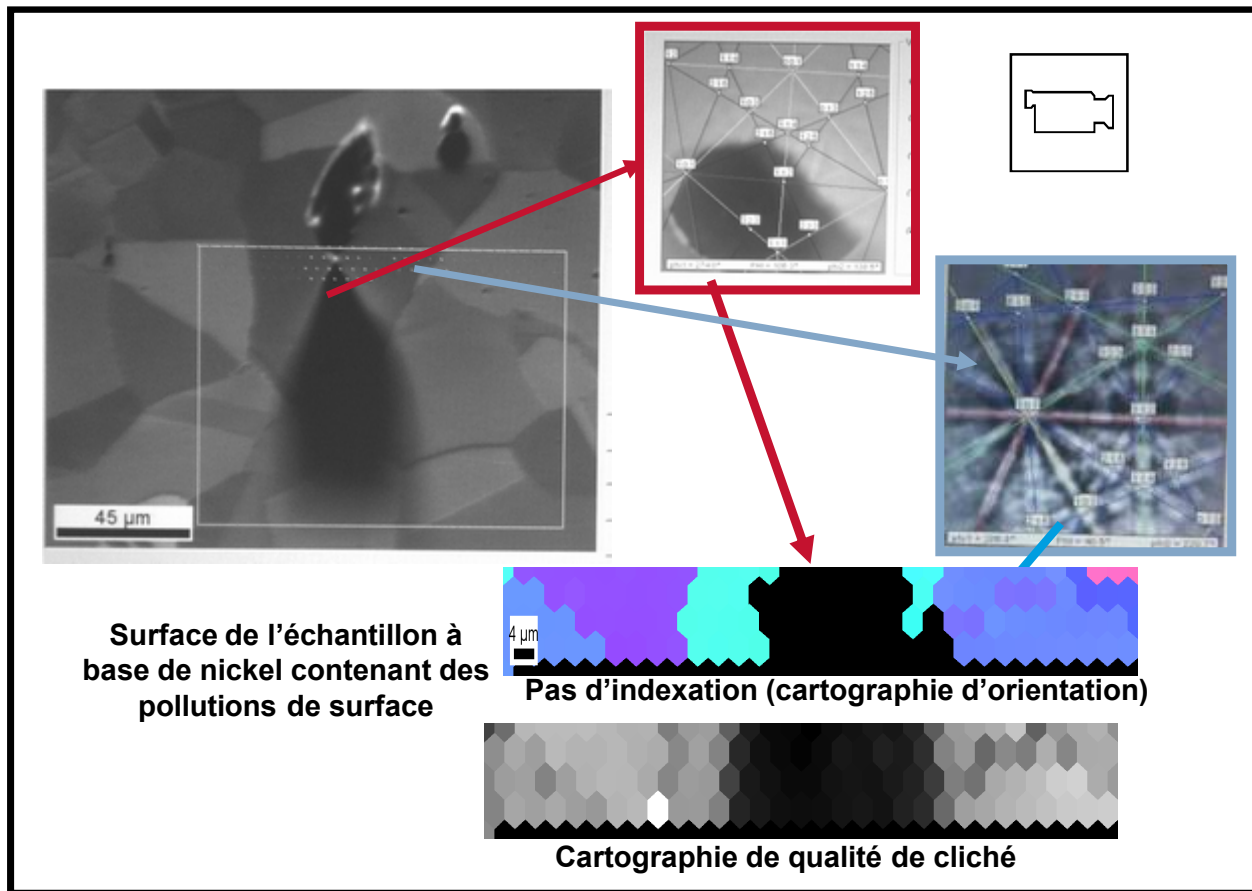
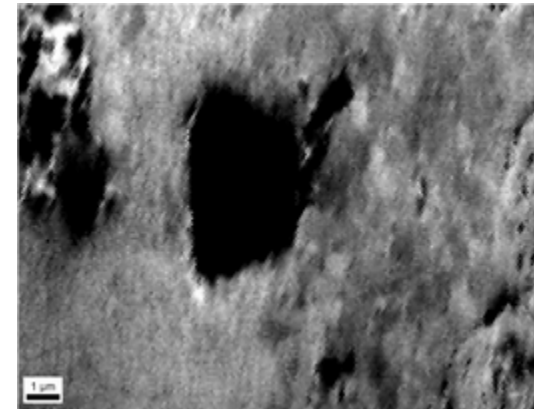
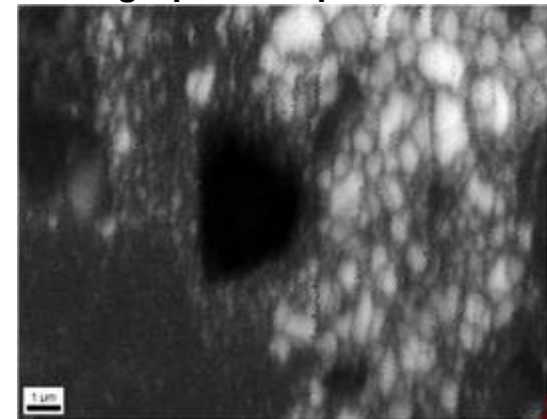


Image électronique d'une surface après "shot peening"



Cartographie de qualité de cliché



Les incontournables des conditions de surface

► Absence de couche en surface extrinsèque ou intrinsèque au matériau

- ◆ Oxydation
- ◆ Métallisation

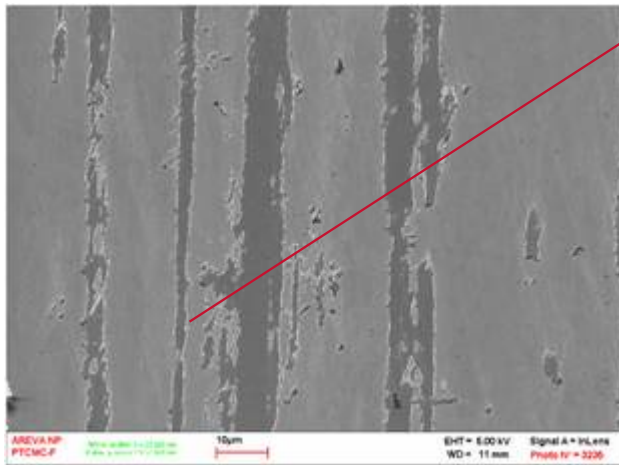
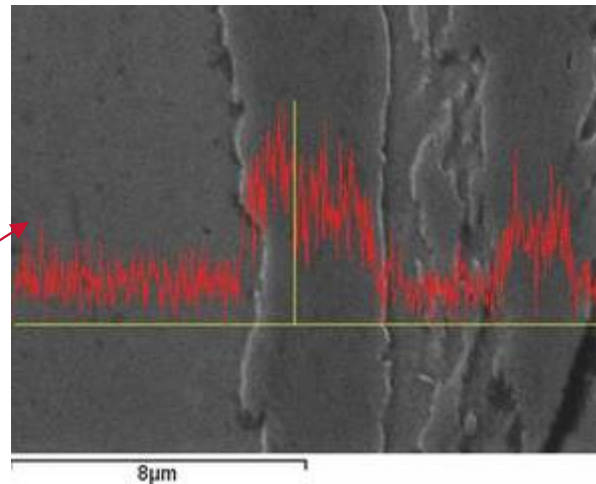
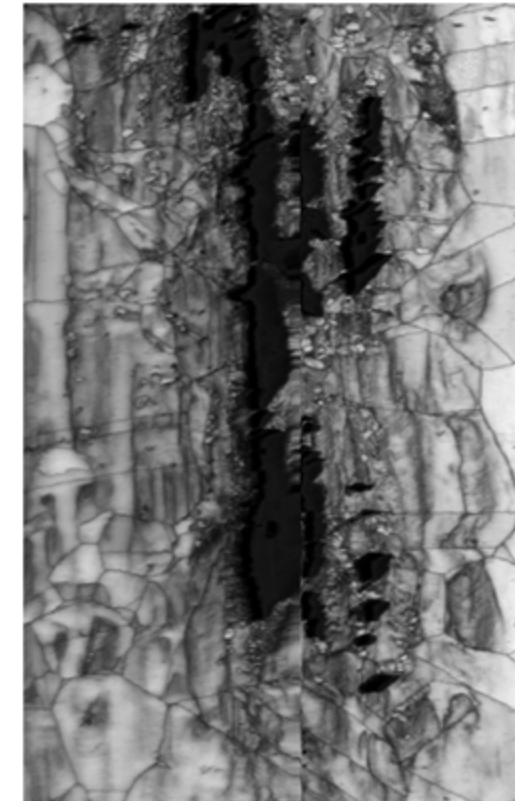


Image électronique en Inlens
d'un alliage 718 avec des liserés
d'oxyde (TTH)



Profil d'oxygène (EDS)



Cartographie de qualité de
cliché



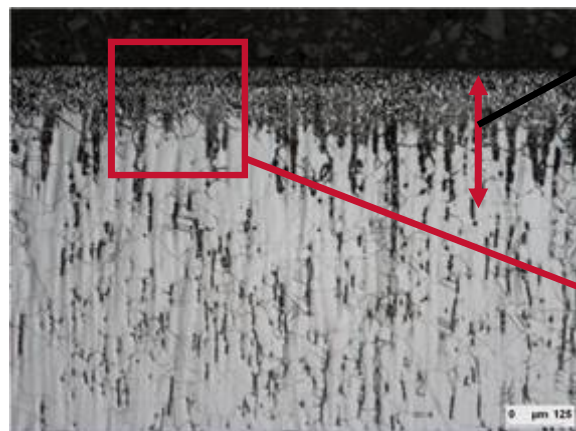
► Techniques de préparation répondant aux critères

- ◆ Planéité
- ◆ absence d'écrouissage
- ◆ absence de relief
- ◆ absence de pollution, couche d'oxyde

Prélèvement de la matière

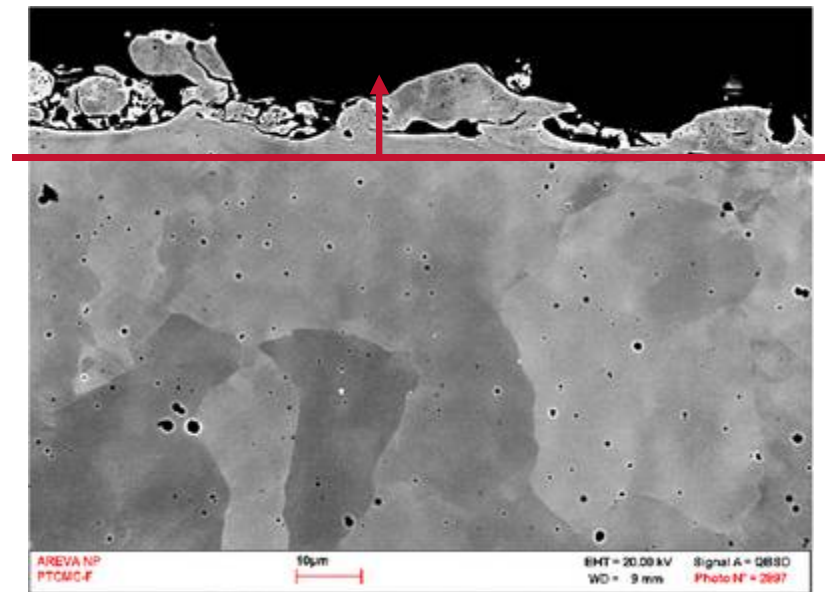
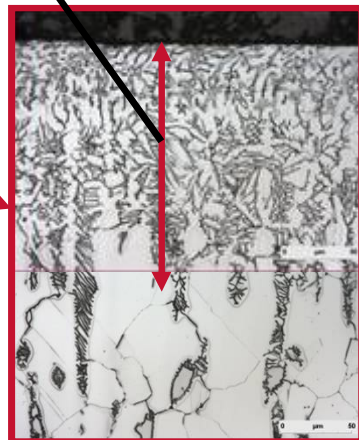
► Risque d'écrouissage de l'extrême surface

- ◆ Par Laser
- ◆ Par Electroérosion
- ◆ Par fraisage, tronçonnage



Structure de solidification dans un acier inoxydable (après découpe Laser)

Extrême surface modifiée par la découpe Laser



Alliage à base de nickel après une découpe par électroérosion (en coupe)

Micro-tronçonnage

► Réduire la dimension de l'échantillon pour la préparation ou pour la chambre du MEB

◆ **Micro-tronçonnage à haute vitesse avec lubrifiant (eau..)**

- Réduit les dommages thermomécaniques
- Choix de la meule (fonction du matériau)
- Choix de la vitesse d'avance et de rotation de la meule

◆ **Micro-tronçonnage à vitesse lente (meule diamantée)**

- Limiter en taille d'échantillon
- Moins de dommage thermomécanique



Micro-tronçonneuse Mecatome T210

>> **Endommagement dû à la micro-découpe supérieur à 100 µm**



▶ Enrobage à chaud

- ◆ Vérification de la résistance du matériau à la température et pression
- ◆ Résine conductrice → fort retrait
- ◆ Résine non conductrice → peu de retrait
 - Désenrobage
 - Métallisation

▶ Enrobage à froid

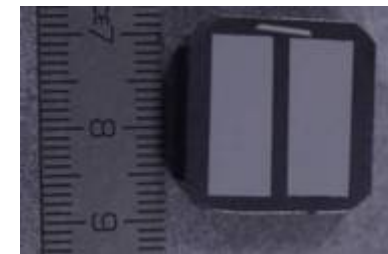
- ◆ Pièce de dimensions plus importantes
- ◆ Requiert une action de désenrobage

▶ Sans enrobage c'est beaucoup mieux

- ◆ Problème d'effet de bord



Equipements pour enrobage à chaud
(diamètre 25 et 40 mm hauteur 5 mm)
290 bar 180°C

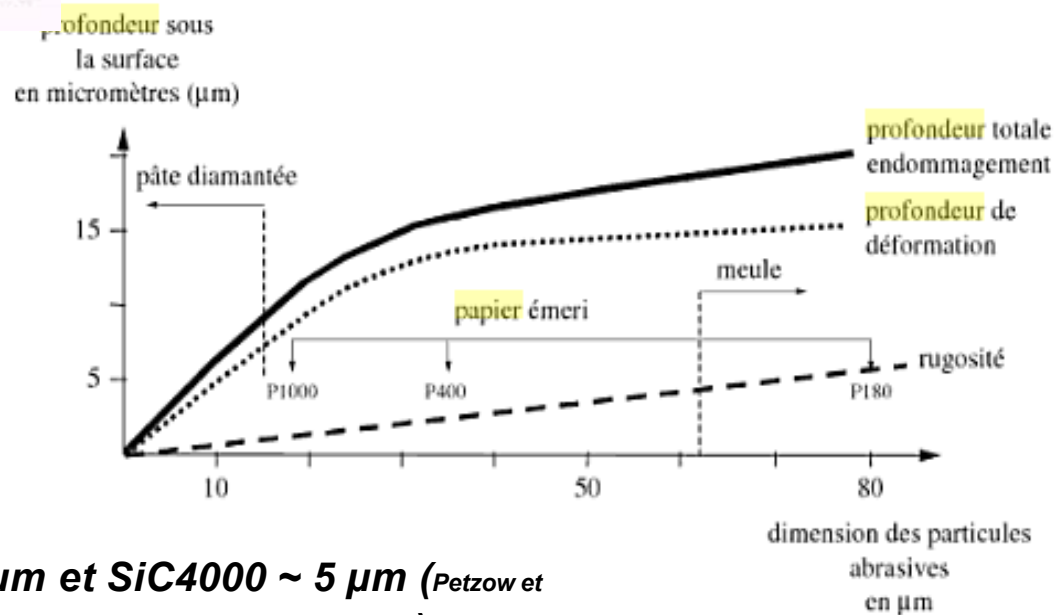
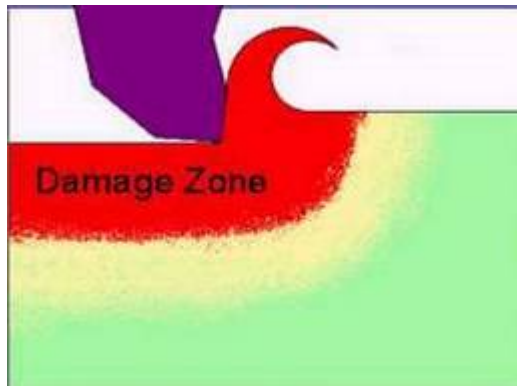


Techniques de préparation répondant aux critères

► Pré-polissage automatique sur rodeuse



- ◆ Permet de supprimer le relief et l'écrouissage dû à la découpe
- ◆ Mise au parallèle des deux faces
- ◆ Effectuer des polissages successifs : papiers abrasifs SiC (80 à 4000)



La zone endommagée → SiC400 ~ 15 µm et SiC4000 ~ 5 µm (Petzow et

Esnert Caractérisation expérimentale des matériaux: Propriétés physiques ... Par Suzanne Degallaix)

R&S

► Polissage

◆ Effectuer des polissages successifs

- Sur Drap (tissés ou velours) : retrait de l'écrouissage des étapes précédentes
- Pâte diamantée de 9 à 1 μm

◆ Polissage automatique

- Avantage
 - Reproductibilité
 - Rendement (multi-enrobages)
 - Pression contrôlée

◆ Polissage final

- Silice colloïdale (0.04 à 0.06 μm)
- Alumine
- Pour le Zr (H_2O_2 , HF, Silice)



Polisseuse automatique

► Polissage final vibratoire

- ◆ Finition avec une suspension à base de silice colloïdale (avec un pH basique entre 8 et 10)



Polisseuse vibrante

◆ Avantages:

- Economique en suspension
- Reproductible et automatique
- Pas de relief
- Pas d'écrouissage
- Multidirectionnel
- Action chimique
- Très efficace sur les céramiques et les échantillons géologiques

◆ Inconvénients:

- Vitesse d'abrasion faible
- Action chimique : ne peut être appliqué à tous les matériaux (aciers : risque de piqûres)



► Les étapes clés

- ◆ **Vérification entre chaque étape de polissage** (contrôle au microscope optique d'absence de rayure + mesure du retrait)
- ◆ **Nettoyage des surfaces**
 - eau déminéralisée
 - bac à ultrason
 - séchage air comprimé (avec filtre à huile)
- ◆ **Vérification en fin de préparation d'absence d'écrouissage (rayures etc.) ou pollution**
 - Microscope optique à contraste interférentiel



Alliage de Zr après finition
OPS + H₂O₂ + HF

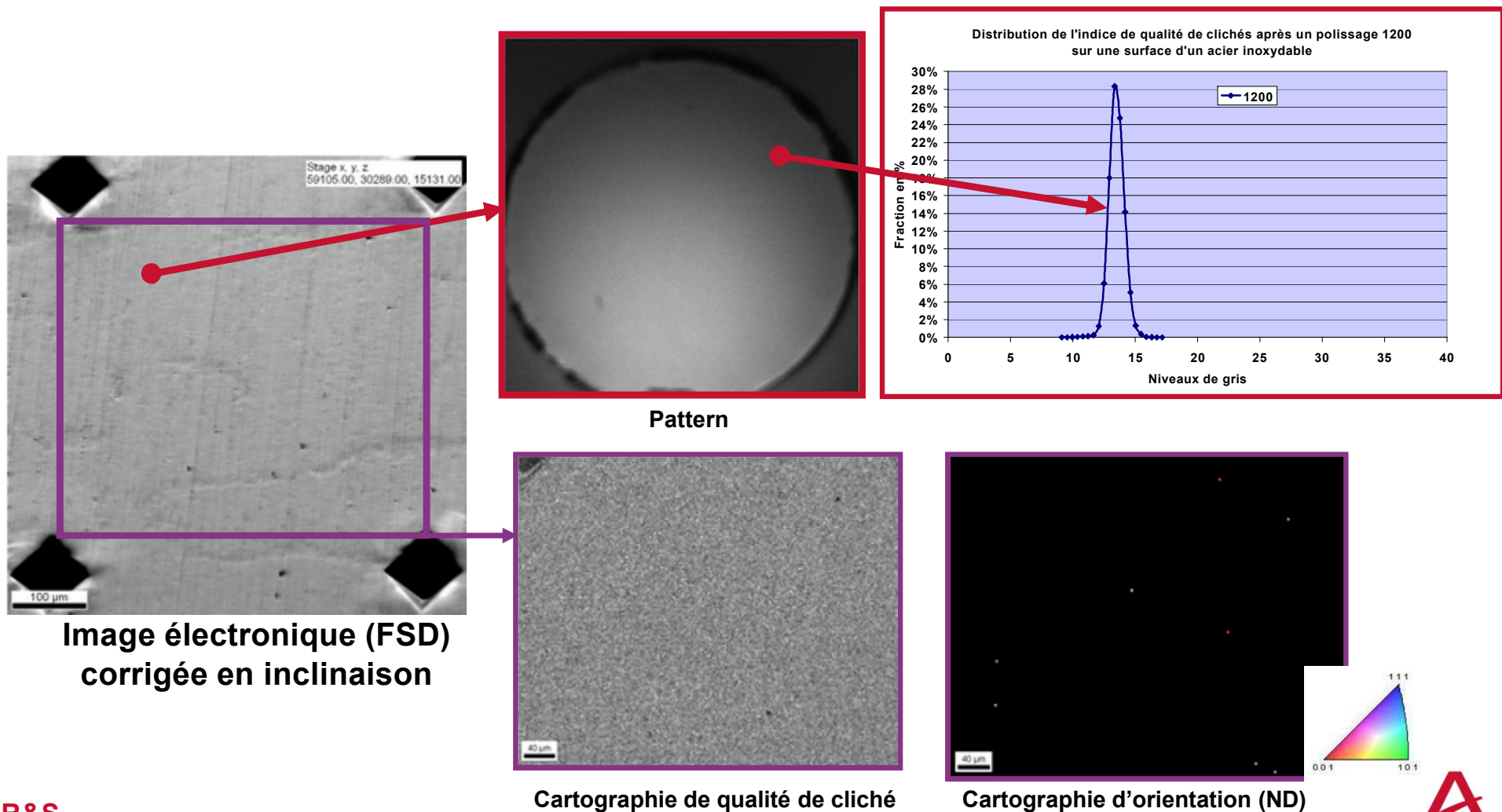


Alliage de soudure à base de Nickel
après finition OPS vibrant une nuit

Techniques de préparation répondant aux critères

► Diffraction des électrons rétrodiffusés d'un acier inoxydable après un polissage mécanique finition SiC 1200

- ◆ Profondeur d'écaillage proche de 15 μm (Granulométrie entre 15 et 20 μm)



R&S

Techniques de préparation répondant aux critères

- ▶ Diffraction des électrons rétrodiffusés d'un acier inoxydable après un polissage mécanique sur drap avec suspension 1 μm
 - ◆ Profondeur d'écrouissage inférieure à 10 μm

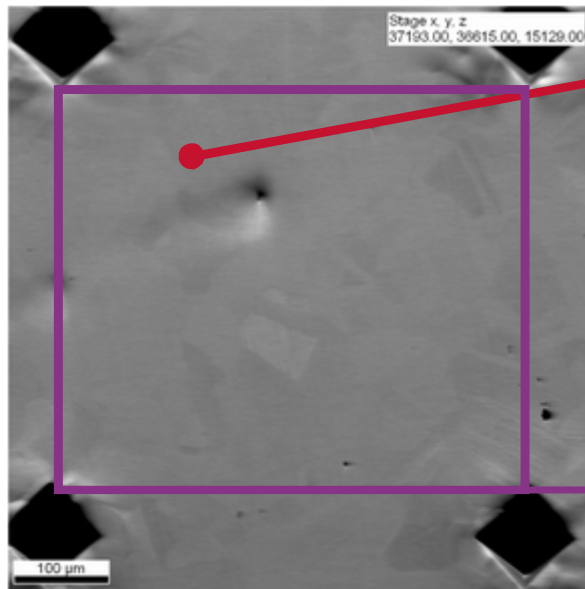
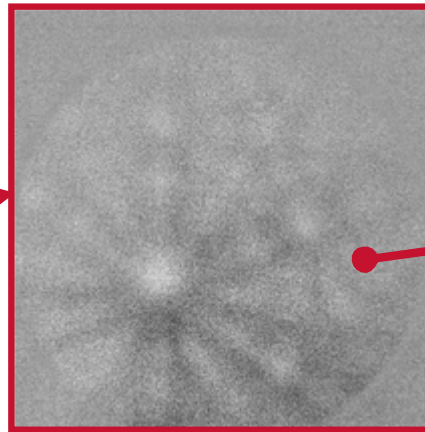
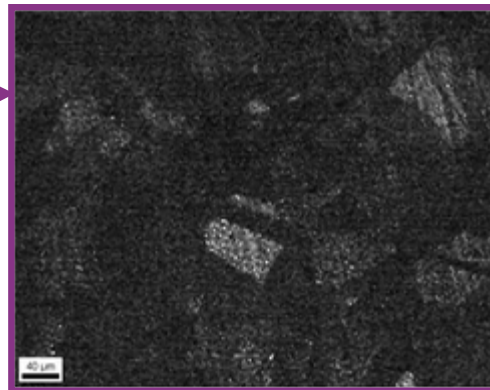
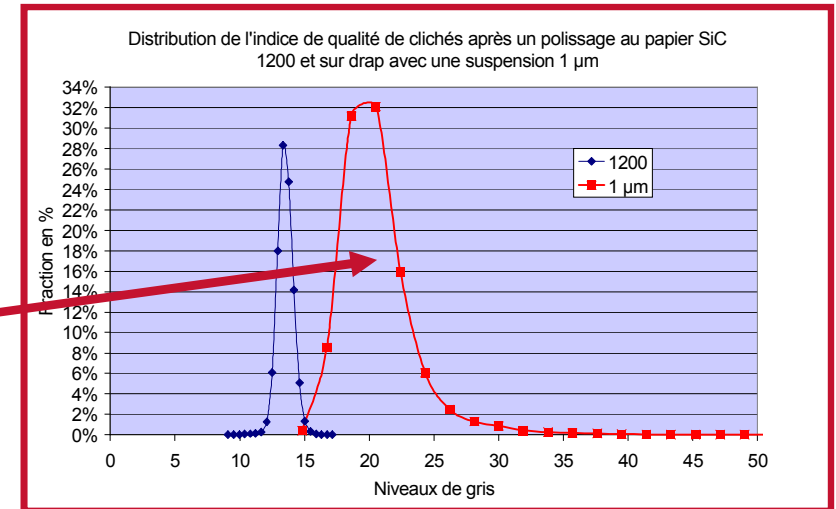


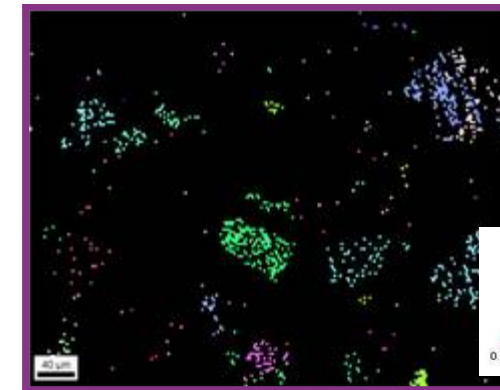
Image électronique (FSD) corrigée en inclinaison



Pattern



Cartographie de qualité de cliché



Cartographie d'orientation (ND)

Techniques de préparation répondant aux critères

- ▶ Diffraction des électrons rétrodiffusés d'un acier inoxydable après un polissage de finition (table vibrante) : silice colloïdale

- ◆ Pas d'écrouissage à cet échelle d'observation

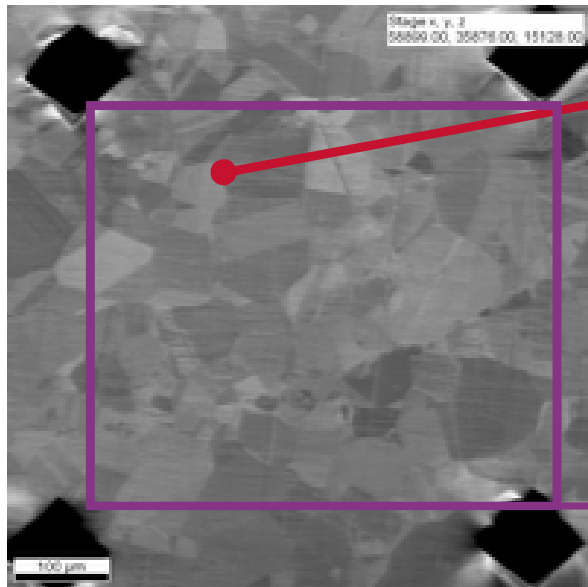
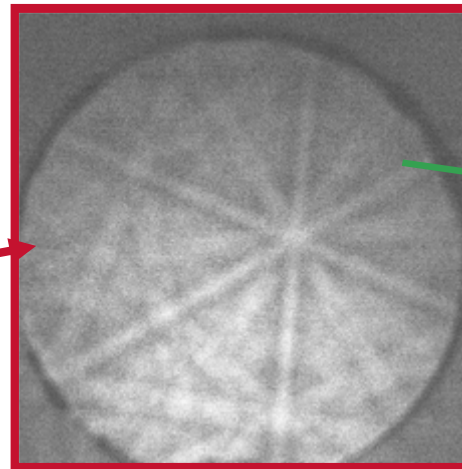
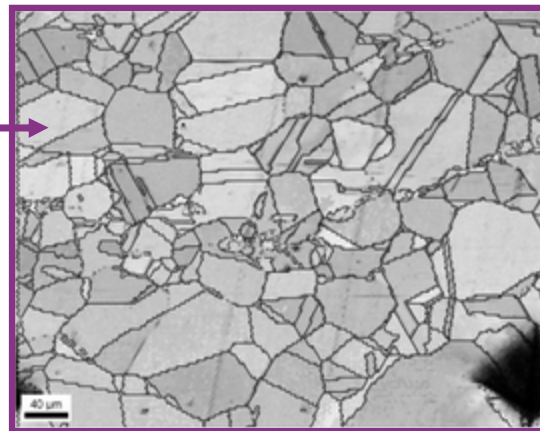
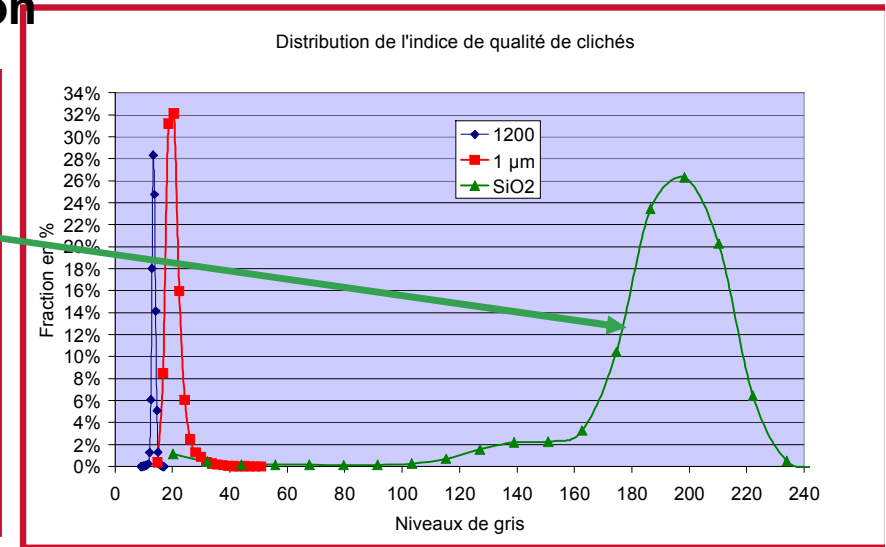


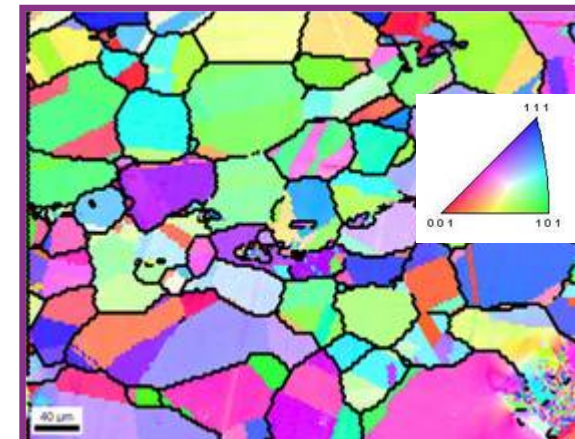
Image électronique (FSD) corrigée en inclinaison



Pattern



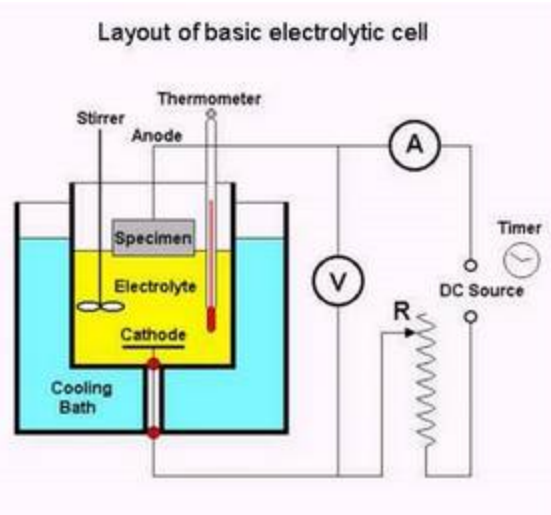
Cartographie de qualité de cliché



Cartographie d'orientation (ND)

Techniques de préparation répondant aux critères

► Polissage électrolytique

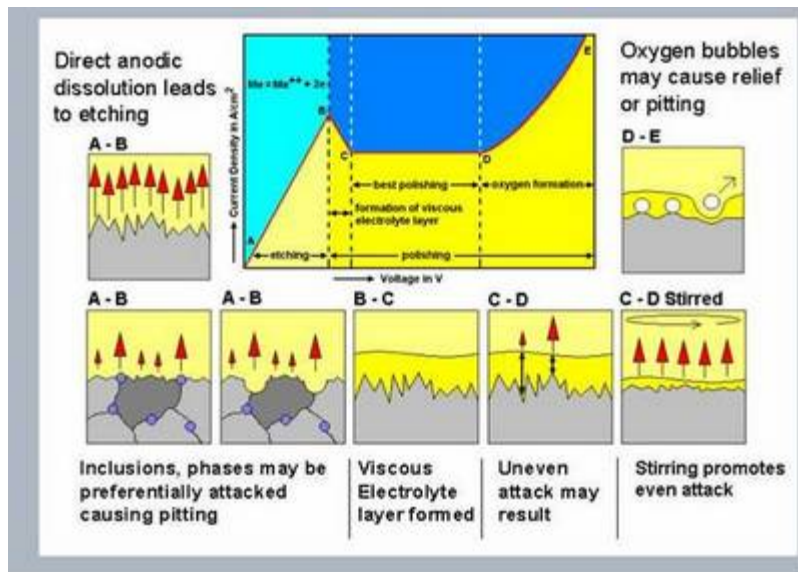


◆ **Avantage:**

- Excellent état de surface
- Pas de relief
- Pas d'écrouissage

◆ **Inconvénient,**

- limité aux échantillons conducteurs et homogènes,
- Utilisation de bains chimiques dangereux et difficile à conserver ou stocker
- création d'une couche superficielle,
- Electrolyte dépend du matériau,
- Mise en œuvre délicate
- Reproductibilité non évidente
- Etablir une courbe potentiel – courant (afin d'éviter les piqûres..) ou au contraire une « sur-oxydation »

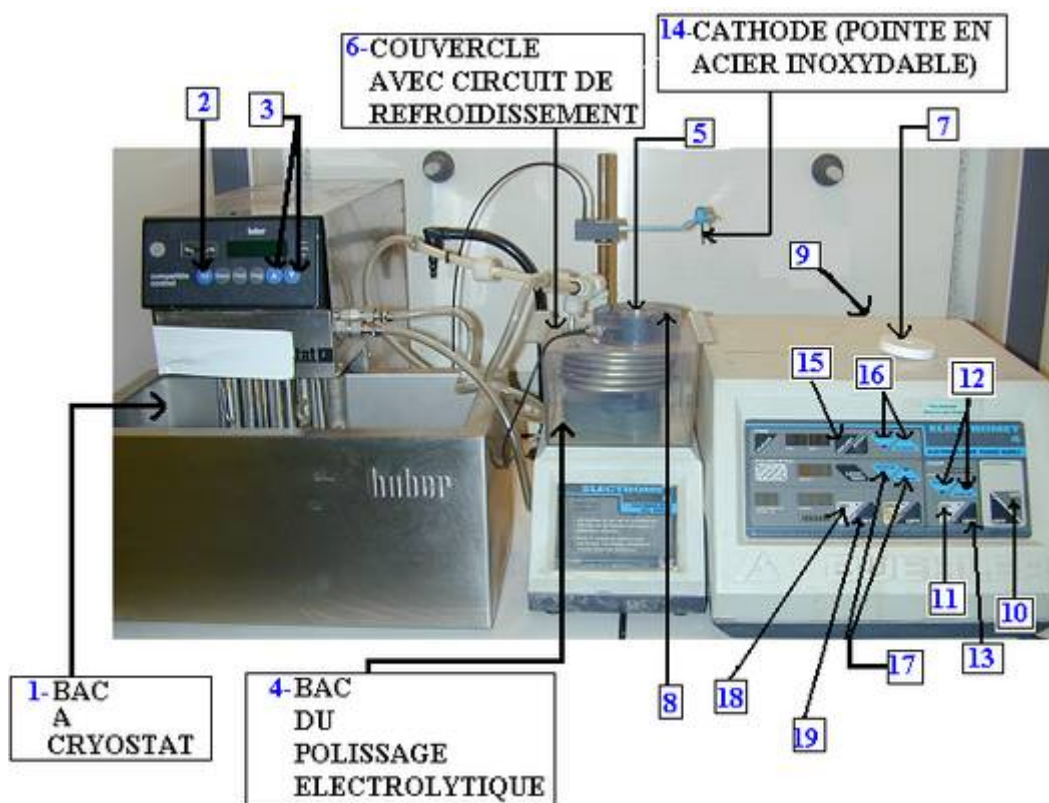


R&S

Techniques de préparation répondant aux critères



► Exemple de polissage Electrolytique



Polisseuse électrolytique : Type ELECTROMET 4 Buehler et cryostat : Type HUBER Avantec

► Alliage à base de Nickel

- ◆ Bain 45% d'acide acétique, 45% de butoxyéthanol, 10% d'acide perchlorique
- ◆ 40V à une T° de 6°C pendant 4 min

► Alliage à base de zirconium

- ◆ Bain de 950mL de butoxyéthanol, 100mL de méthanol et 50ml de perchlorique
- ◆ 20V à une T° de 7°C pendant 30s

Techniques de préparation répondant aux critères

► Décapage chimique

◆ Celui-ci doit être de courte durée

◆ **Avantage**

- Retrait de l'écaillage de surface

◆ **Inconvénient**

- création d'une couche superficielle (traces ou film en surface)
- de défauts (type piqûre, topographie,..)
- La bain chimique dépend du matériau (acide oxalique, Nital 3%, etc..)

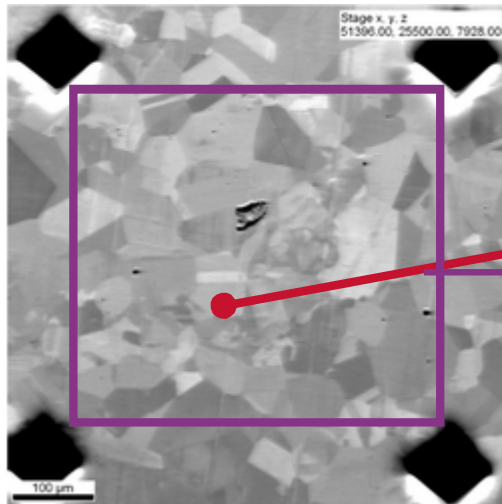
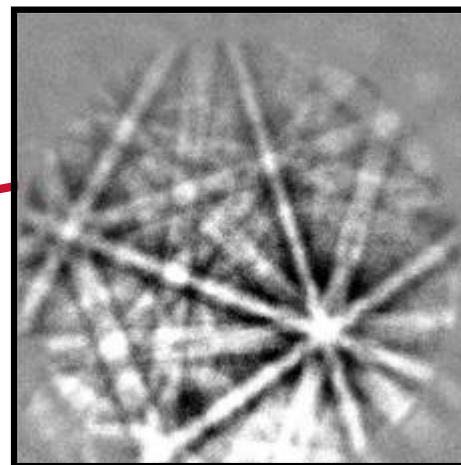
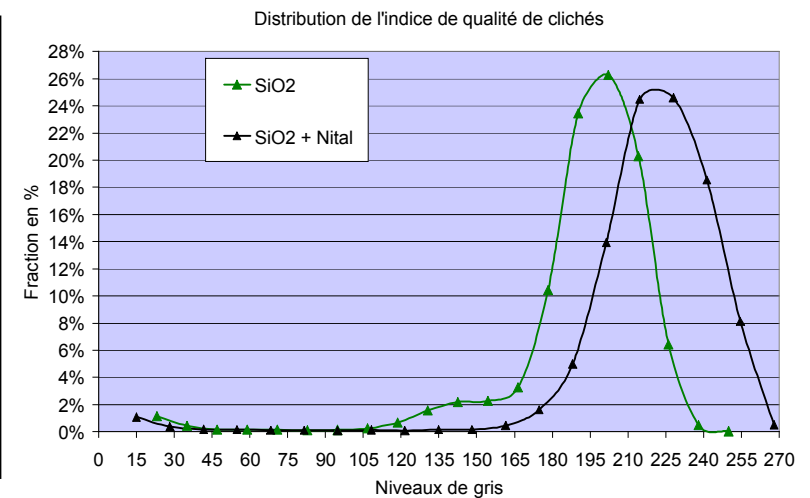


Image électronique (FSD) corrigée en inclinaison



Pattern



R&S

Techniques de préparation répondant aux critères

► Préparation ionique

- ◆ Indispensable pour certains échantillons (film mince..)
- ◆ C'est un gaz ionisé et accéléré sur la surface qui érode l'échantillon
- ◆ Avantages
 - Reproductible (tension, angle d'incidence, temps d'abrasion à définir en fonction du matériau)
 - Application à tous les matériaux même isolant
 - Lame mince → gain en résolution EBSD (affranchissement d'une grande partie de la poire d'interaction)
 - FIB (pas de remise à l'air et EBSD 3D)
- ◆ Inconvénients
 - Endommagement du matériau par implantation ionique
 - Très onéreuse
 - Dimensions des surfaces limitées

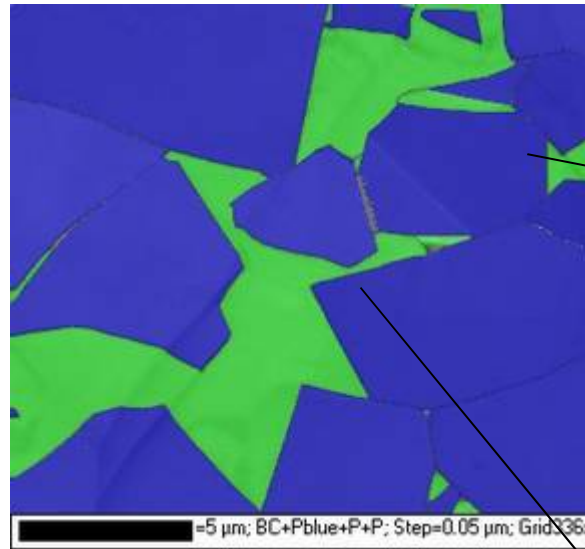
>> Compromis entre énergie des ions suffisante pour éroder et faible pour limiter l'endommagement

WC- Co Techniques de préparation répondant aux critères

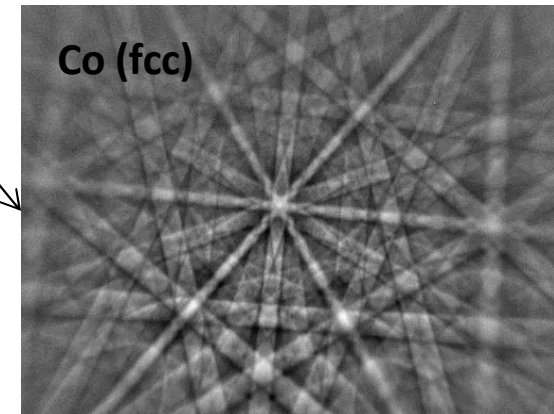
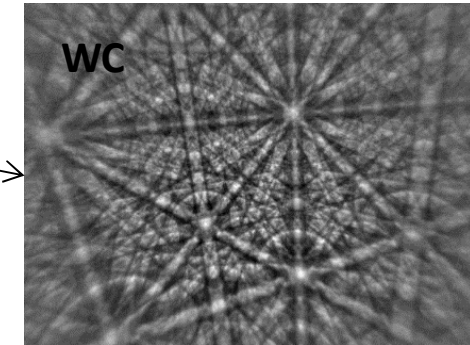
▶ Exemple de préparation ionique



Ilion II Key Features



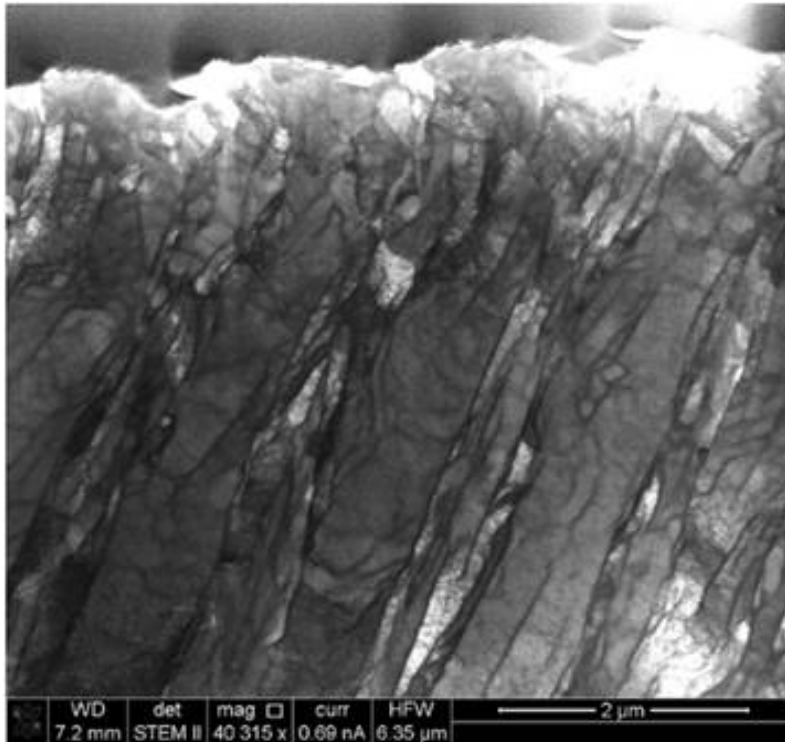
Ilion 1keV, 28μA, 120 min



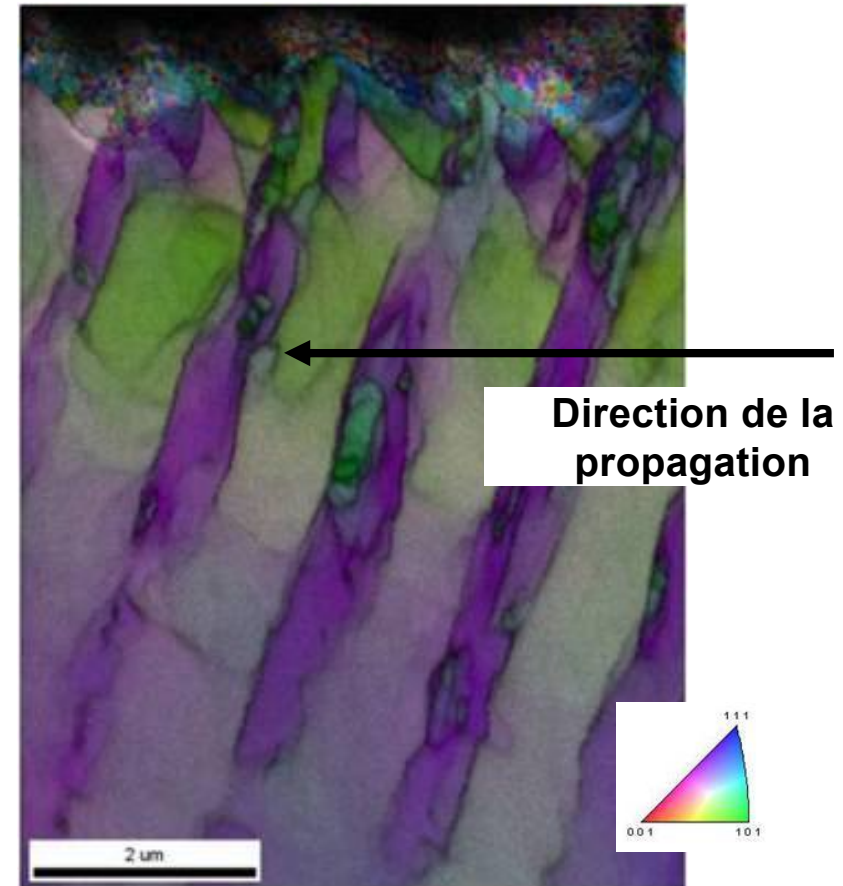
- ▶ Intérêt du polissage ionique révèle 2 phases en présence (WC and Co-FCC).
- ▶ Si autre méthode de préparation: dommage et transformation de phase potentielle. Par exemple dans le cas des ions Ga la phase de Co se transforme en BCC

Techniques de préparation répondant aux critères

- ▶ **Lame FIB extraite d'un faciès de rupture de fatigue**



Imagerie STEM (FIB) d'une lame extraite sur un faciès de fatigue d'un acier inoxydable



Cartographie d'orientation RD (direction de propagation)



► **Les étapes clés, les
petites attentions qui
font toute la différence**

Les étapes clés et les petites attentions qui font toute la différence



- ▶ **Le temps de préparation est plus long qu'une préparation classique**
- ▶ **La préparation doit être adaptée au matériau**
- ▶ **Choix de l'enrobage**
 - ◆ **enrobage à chaud (moins de dégazage)**
 - ◆ **enrobage conducteurs (limiter les phénomènes de charges)**
 - ◆ **limiter le volume des enrobages**
 - ◆ **sans enrobage : c'est encore mieux**

Les étapes clefs et les petites attentions qui font toute la différence

► Nettoyage des surfaces (plasma cleaner)

- ◆ Action chimique et/ou mécanique
- ◆ Appareil dans ou hors de la chambre du MEB
- ◆ Elimine la contamination

► Echantillon non conducteur

- ◆ Métallisation (carbone < 30Å...)



Plasma cleaner

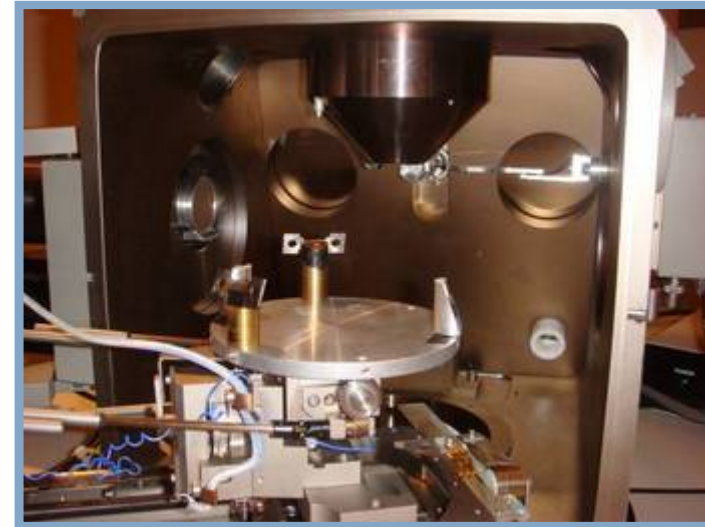
► Stockage des échantillons avant observation

- ◆ Temps de stockages courts
- ◆ Chambre plasma cleaner,
- ◆ Chambre du MEB
- ◆ Dessiccateur sous vide

Les étapes clés et les petites attentions qui font toute la différence

► Fixation de l'échantillon

- ◆ Ruban carbone
- ◆ Laque d'argent (dégazage..)
- ◆ Fixation (étau, vis..)



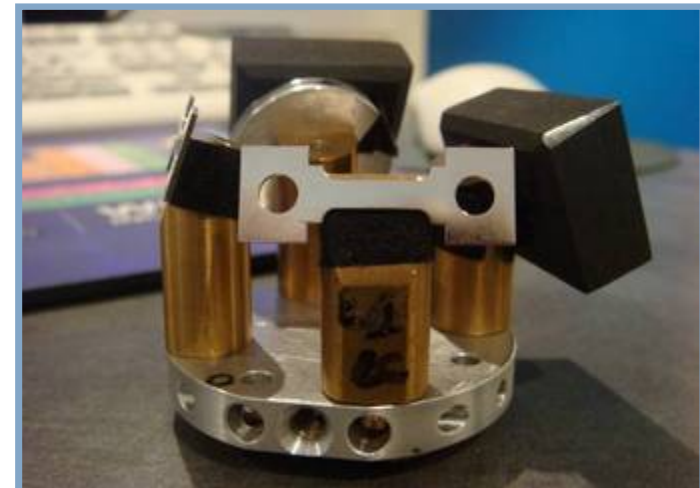
portes échantillon prétiltés

► Bonne qualité de vide

- ◆ Colonne VC: $5 \cdot 10^{-10}$ mbar
- ◆ Chambre VS : $5 \cdot 10^{-07}$ mbar

► Inclinaison de 70°

- ◆ Echantillon pré-tilté
- ◆ Platine du MEB



Les étapes clés et les petites attentions qui font toute la différence



► Exemple de glissement d'échantillon

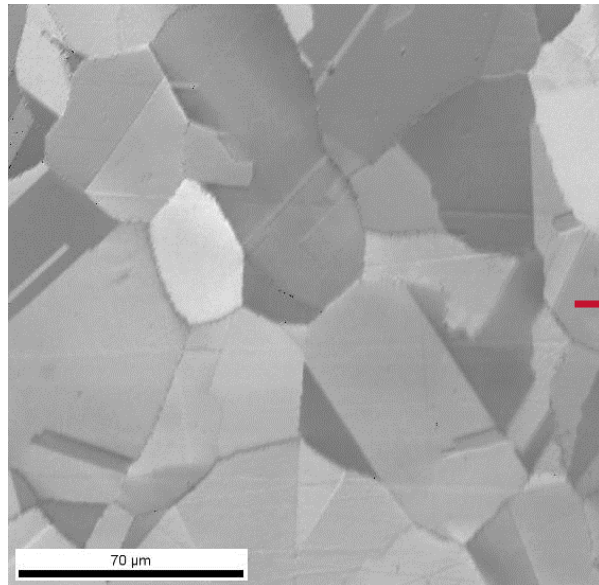
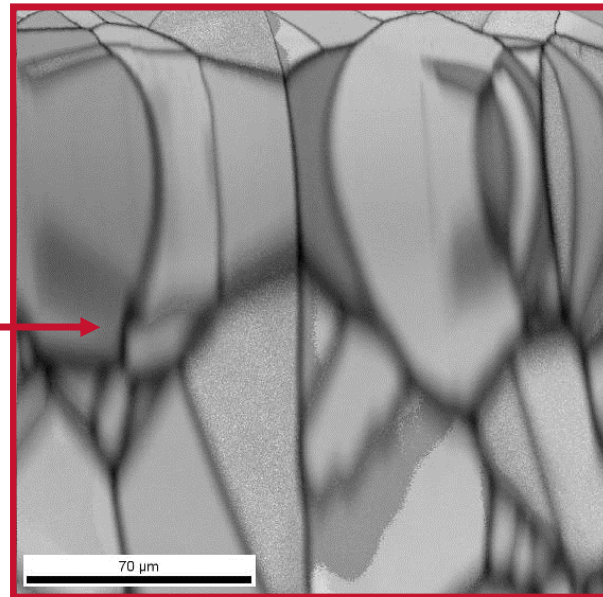
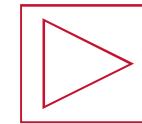


Image électronique de la zone de caractérisation



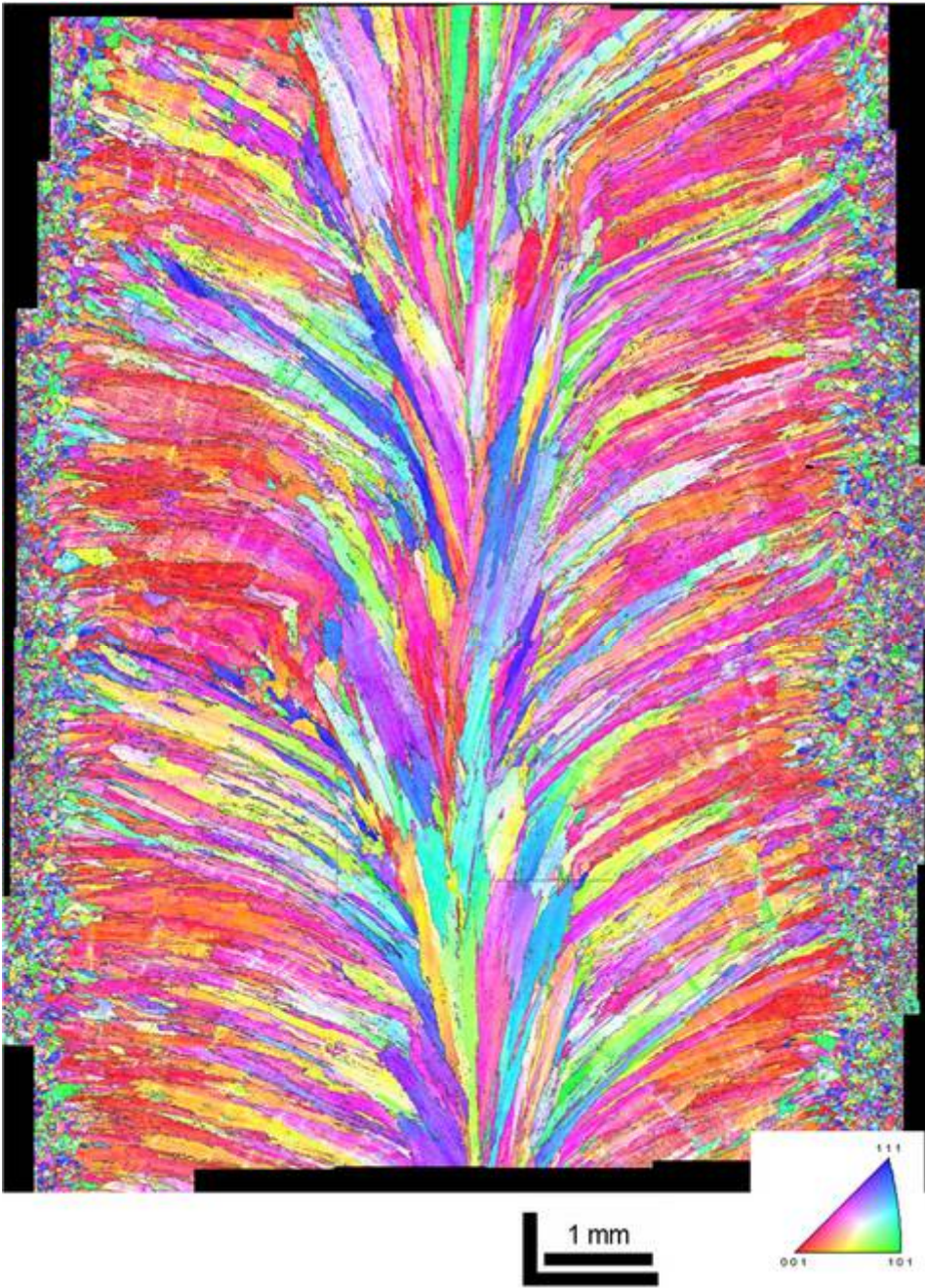
Cartographie de qualité de clichés



→ mauvais maintien de l'échantillon
→ qualité de vide médiocre

CONCLUSION

- ▶ **Polissage mécanique suivi d'un polissage vibrant avec silice colloïdale est satisfaisant pour une grande partie des matériaux**
- ▶ **Polissage électrolytique à préconiser pour réduire l'écrouissage malgré la complexité de mise en œuvre et la reproductibilité.**
- ▶ **Décapage chimique : risque de forte topographie**
- ▶ **Décapage ionique solution palliative au polissage mécanique et utilisable sur tous les matériaux. Mais attention de ne pas endommager le réseau**



**Merci de votre
attention**