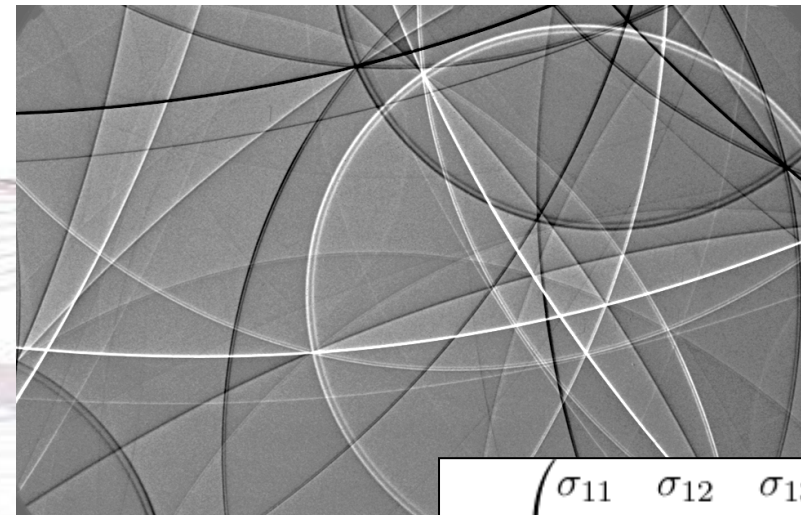


# La diffraction de Kossel en MEB

R. Pesci, D. Bouscaud, M. Wary  
ENSAM Metz  
LEM3 UMR CNRS 7239

GN-MEBA\_novembre 2013



$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix}$$



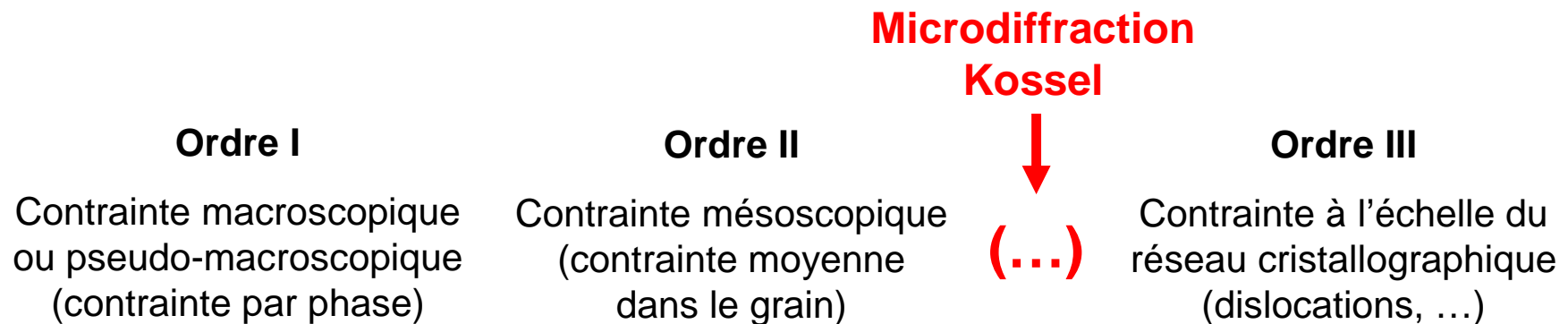
## Contexte - besoins

Contraintes résiduelles : grande importance

→ tenue en service, résistance à la fatigue, fiabilité des systèmes...

Mesures classiques à l'échelle macroscopique (mm) : diffraction des rayons X, ultrasons, méthode du trou/trépan...

→ nécessité de pouvoir réaliser des analyses à une échelle beaucoup plus fine.

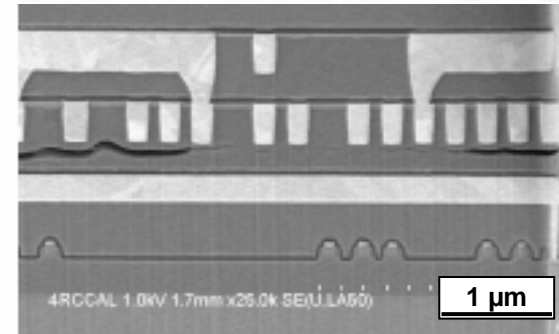


## Applications

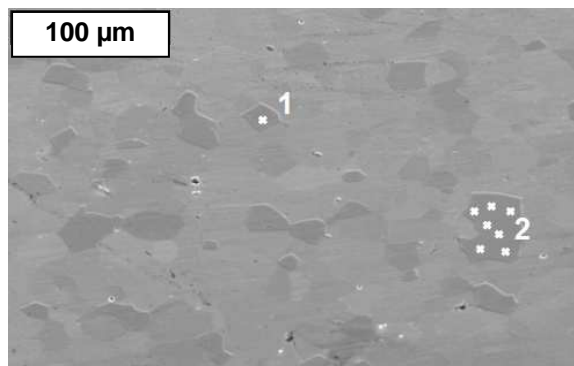
Vayrette - Thèse - 2011



Miniaturisation, complexification  
→ microsystèmes, microélectronique



Comportement grain à grain



*Acier IF - ArcelorMittal*

→ modèles micromécaniques,  
simulation numérique

## Applications

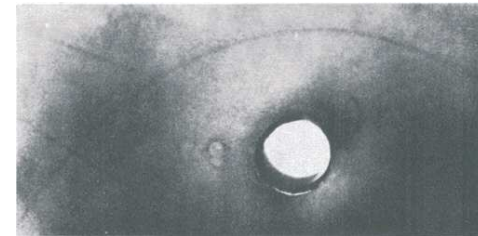
### Principales techniques locales développées

	Spectrométrie micro-Raman	Microdiffraction X	CBED	EBSD	Microdiffraction Kossel
<b>Équipement / Rayonnement</b>	Laser / Photons	Synchrotron / Rayons X	MET / Électrons	MEB / Électrons	MEB / Rayons X
<b>Résolution spatiale</b>	~ $\mu\text{m}$	~ $\mu\text{m}$	~10 nm	~50 nm	~ $\mu\text{m}$
<b>Résolution en déformation</b>	$10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$10^{-5}$
<b>Restrictions</b>	Inadaptée aux métaux	Difficile d'accès	Lame mince		

## Historique

### État de l'art microdiffraction Kossel - analyse des contraintes

- ✓ 1934 : 1<sup>er</sup> cliché (W. Kossel <sup>\*</sup>)
- ✓ 1990 : détecteurs numériques  
→ 1<sup>ères</sup> tentatives de mesure des déf. élastiques
- ✓ 2003 : 1<sup>ers</sup> clichés à Metz dans un MEB  
→ faisabilité



<sup>\*</sup> : Kossel et al. - Zeitschrift für Physik - 1935

### Objectifs du travail

- ✓ Mettre en place la méthode d'analyse des contraintes
- ✓ Valider la technique
- ✓ Utiliser sur des matériaux polycristallins

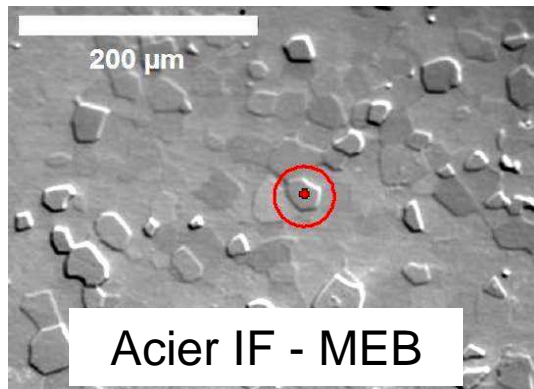


## Sommaire

- Différentes étapes de la technique
- Principe de la technique
- Montage expérimental en MEB
- Résolution spatiale
- Indexation des clichés
- Validation sur monocristaux
- Comportement des polycristaux
- Capteurs MEMS

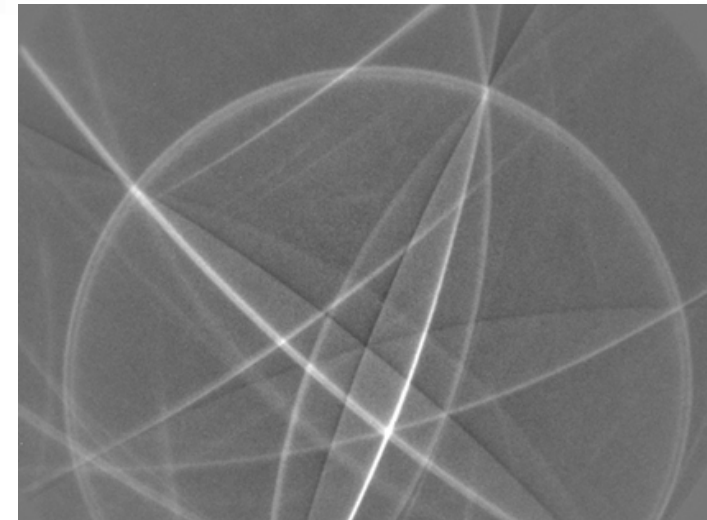
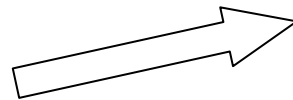
## Différentes étapes de la technique

**Visualisation  
microstructure et  
choix zone d'intérêt**

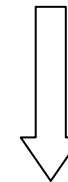


Taille du grain : 30 μm

**1. Obtention  
d'un cliché**

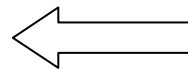


**2. Traitement  
du cliché**



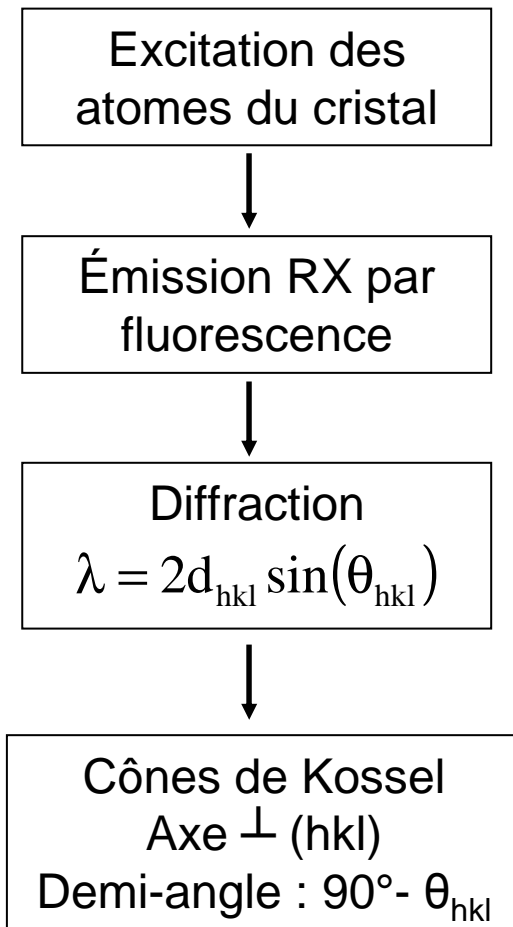
**Orientation cristallographique  
et déformations élastiques**

**3. Calcul**



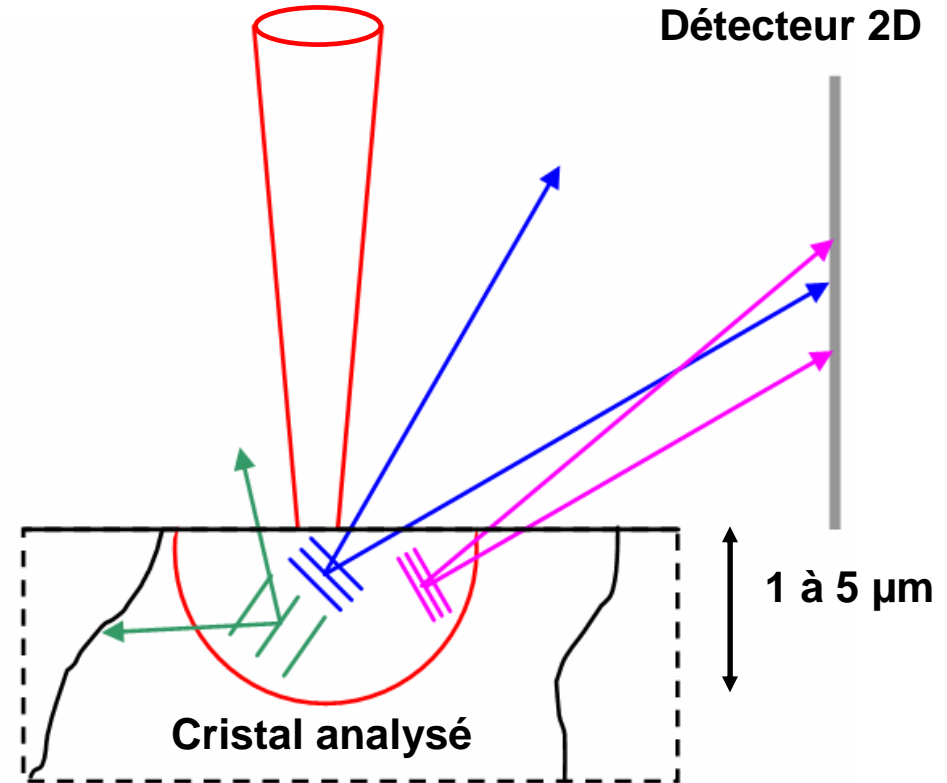
**État de contraintes local**

## Principe de la technique



Faisceau focalisé  
(électrons, RX)

Détecteur 2D

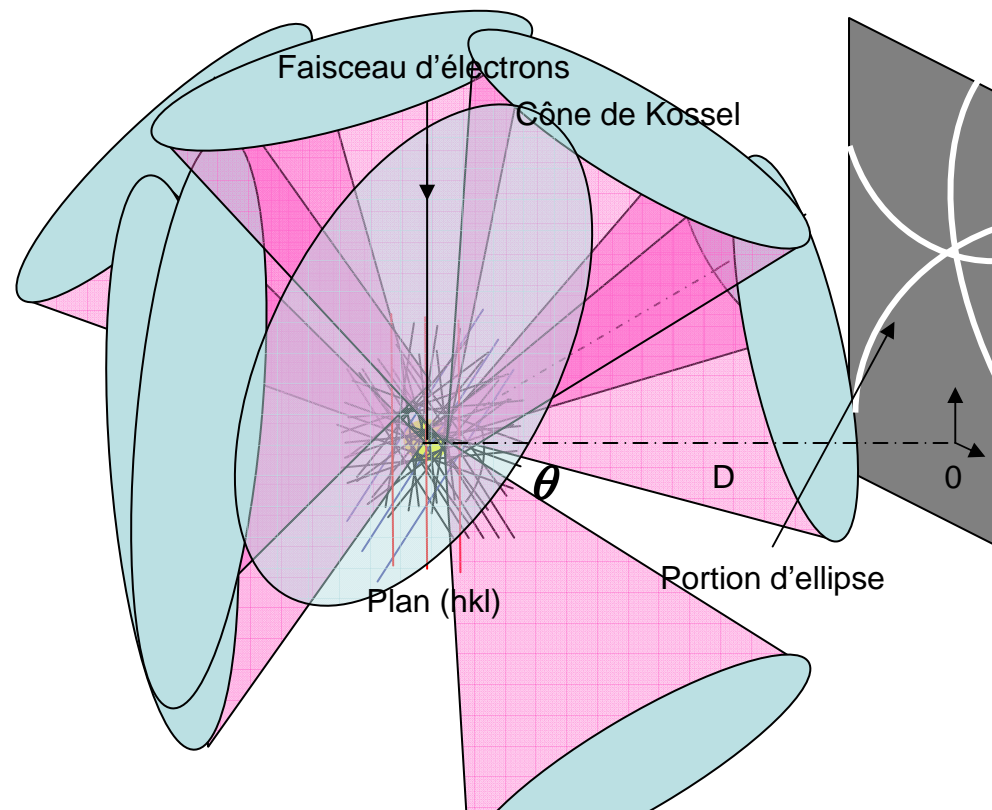


1 plan (hkl) = 1 réflexion

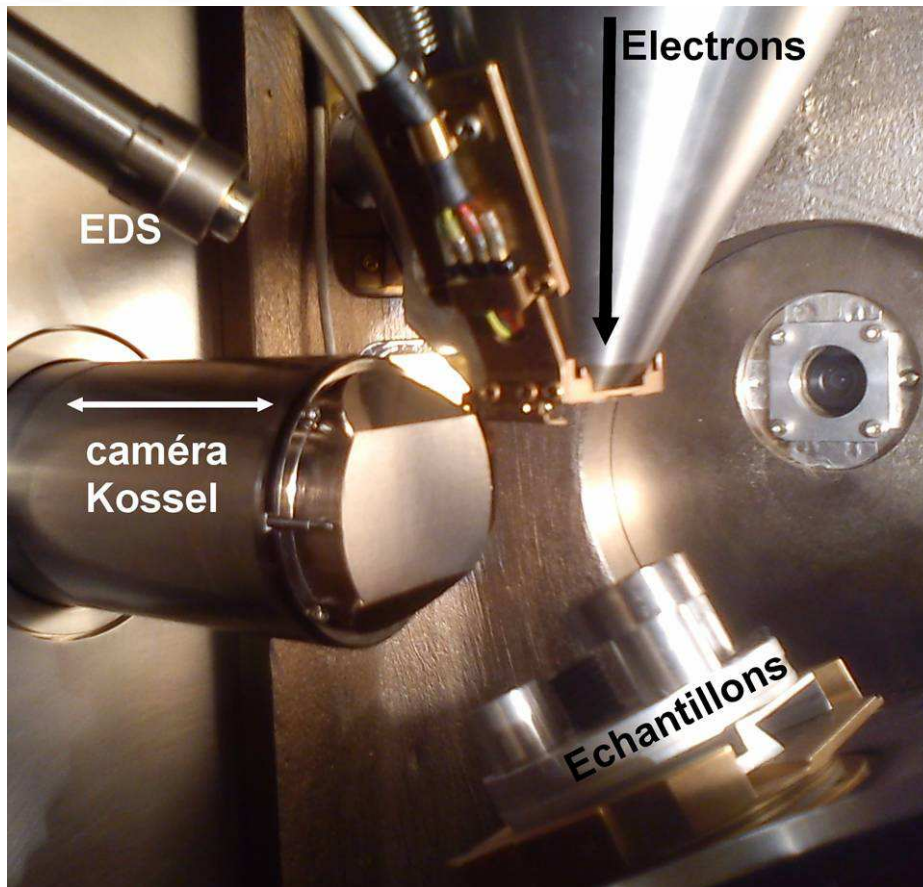
## Principe de la technique

Plusieurs réflexions simultanées, dans toutes les directions :  
1 cône émis pour chaque plan diffractant (hkl)

→ grande sensibilité à la contrainte du réseau de lignes de Kossel



## Montage expérimental en MEB



### MEB

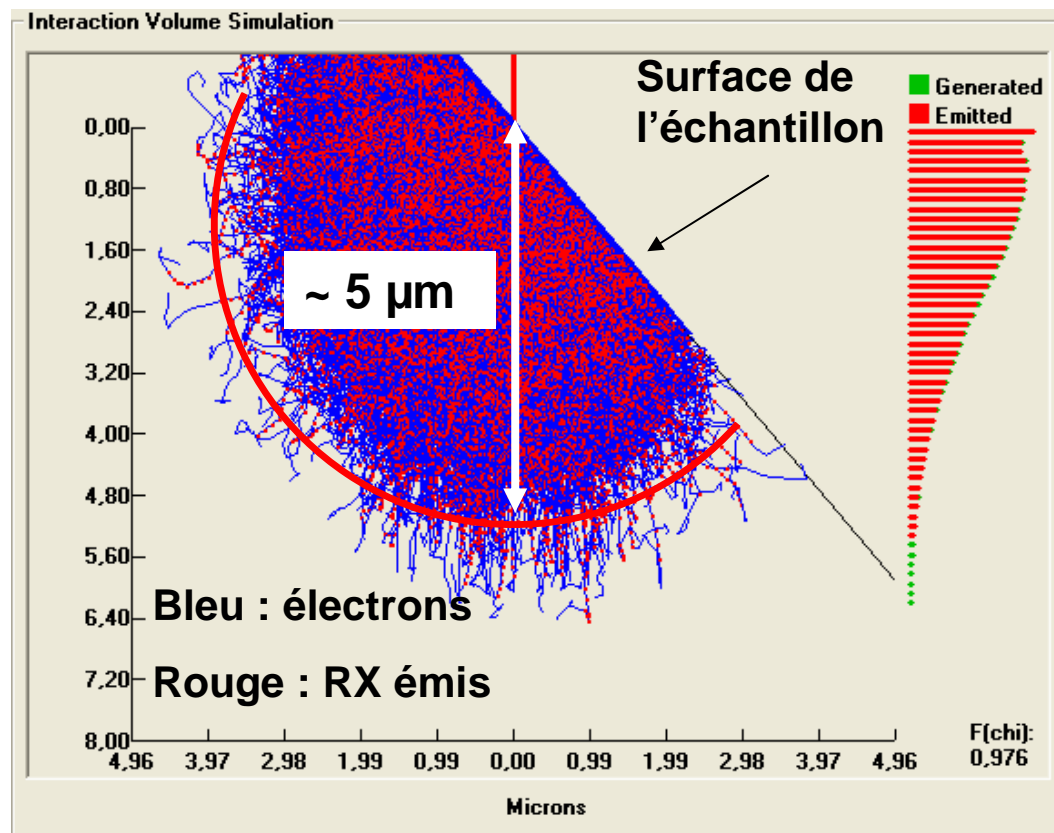
Accès facile  
Observation simultanée de la microstructure  
Pas de tilt imposé

### Caméra CCD

Étanche au vide  
Écran sensible RX (5 à 12 keV)  
Haute résolution : 1,4 à 11 MPixels  
Courant de sonde de plusieurs nA (RX)  
Acquisition : durée de 1 à 5 minutes

## Résolution spatiale

A partir de simulations de trajectoires électroniques (Monte-Carlo) \*



**Germanium**

Logiciel  
'Electron Flight Simulator'

30kV

Tilt 50°

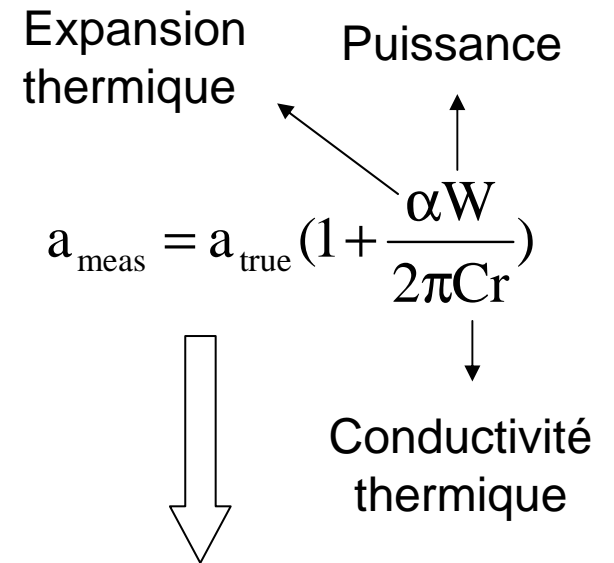
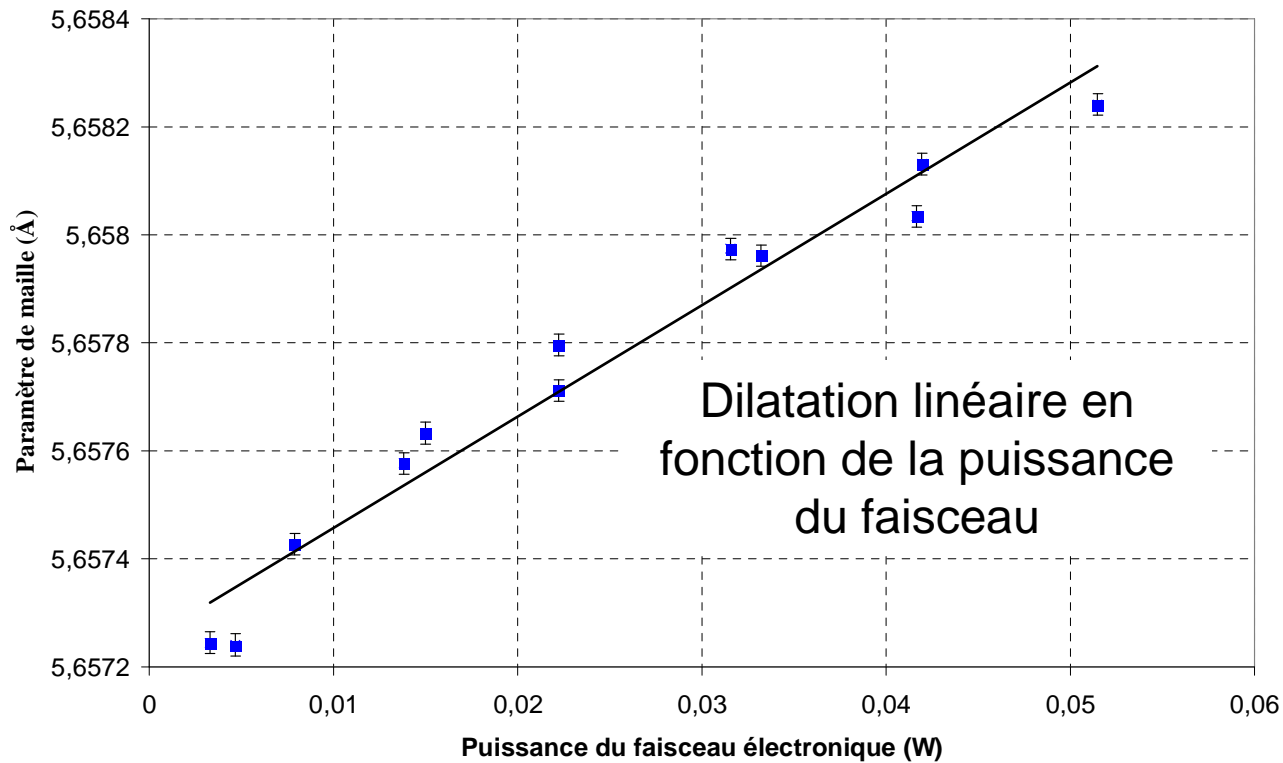
32 000 trajectoires

**Fe, Ni, Cu → 3 μm**

\* : Joy - Scanning Microscopy - 1991

## Résolution spatiale

A partir de mesures de paramètre de maille \*



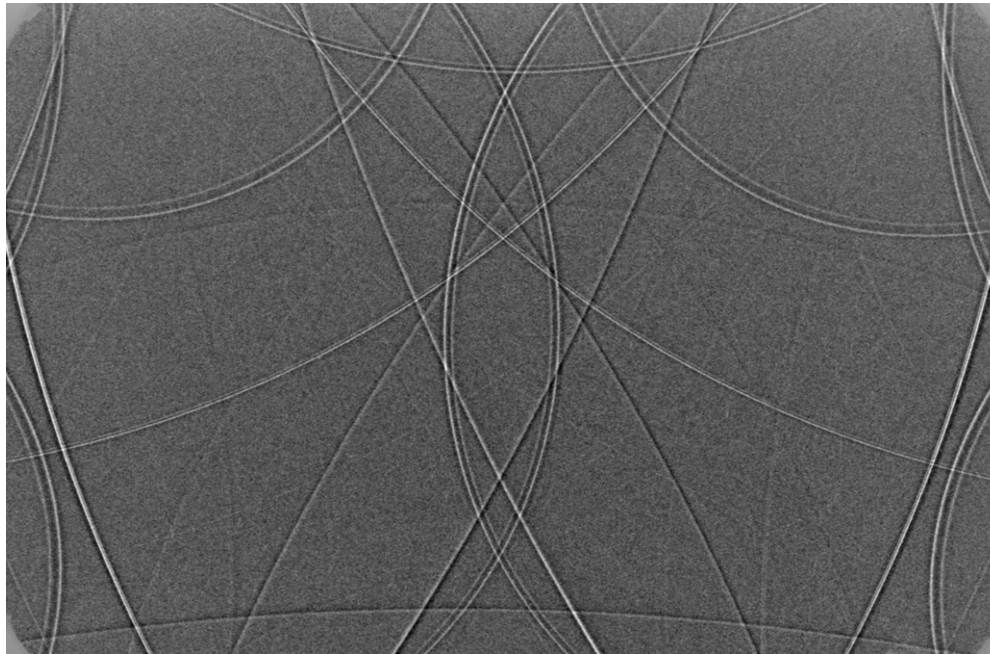
$$r_{\text{Ge}} = 4,4 \pm 0,1 \mu\text{m}$$

\* : Bouscaud et al. - Ultramicroscopy - 2012



## Indexation des clichés

Programme semi-automatique - collaboration A. Morawiec \*

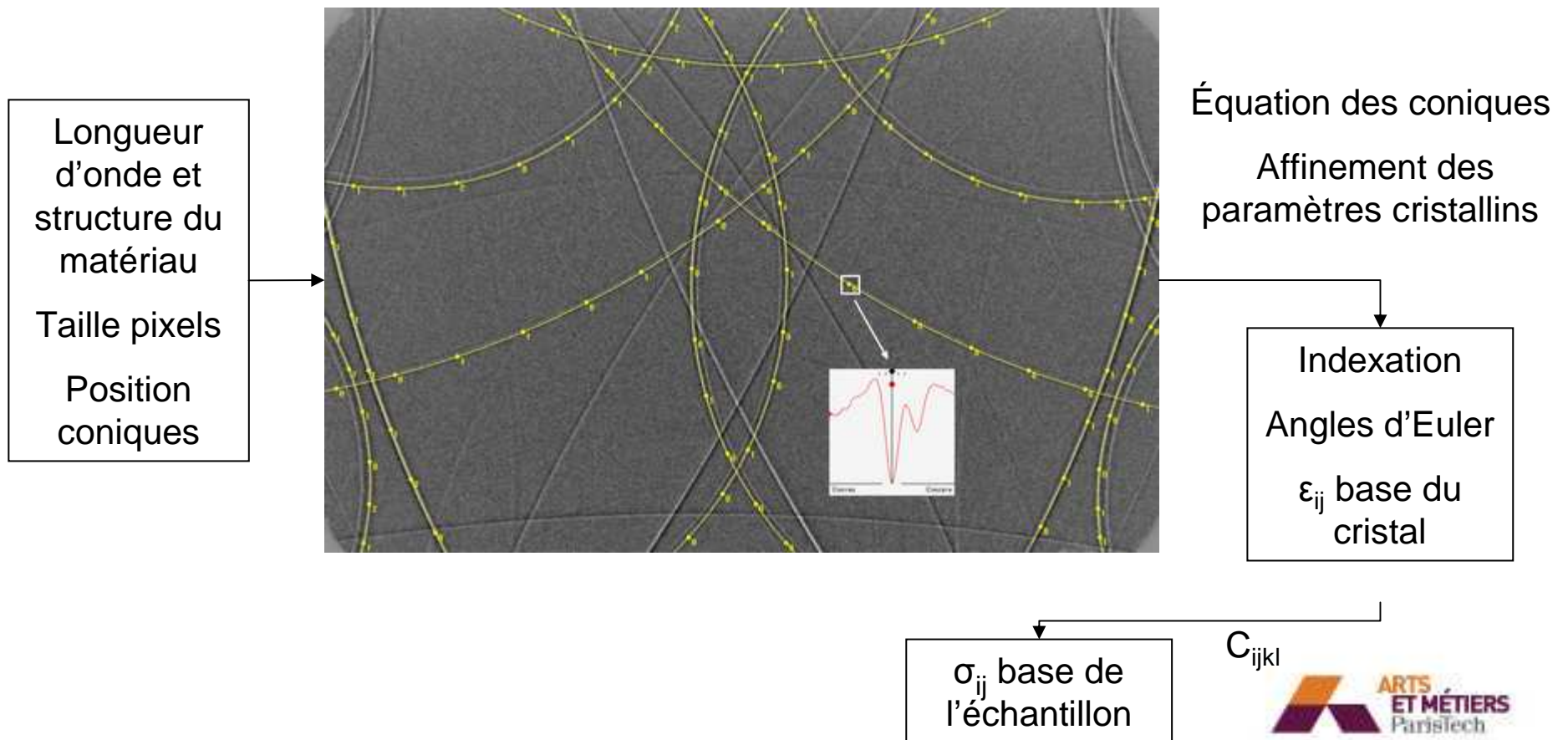


Cliché expérimental - Monocristal de cuivre

\* : *Morawiec et al. - Ceramic Transactions - 2008*

## Indexation des clichés

Programme semi-automatique - collaboration A. Morawiec \*





## Résolution en déformation

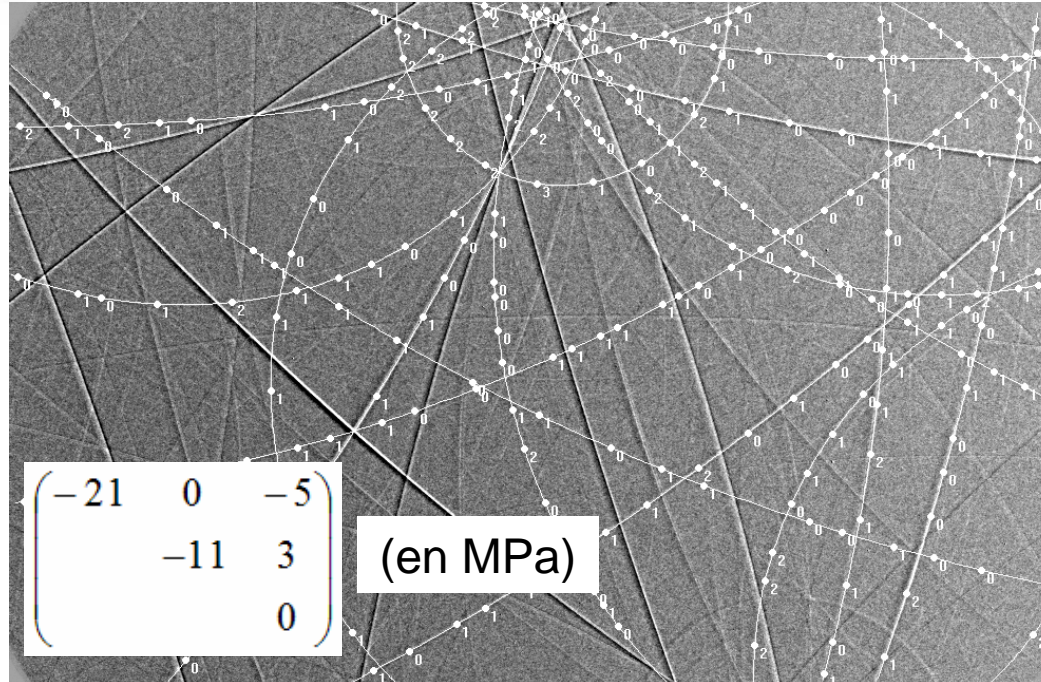
10 mesures sur monocristal de cuivre  
(zone de 300  $\mu\text{m}^2$ )

$$\begin{pmatrix} 0,5 & 0,4 & -0,2 \\ & 2,2 & -2,3 \\ & & 1,1 \end{pmatrix} \cdot 10^{-4} \pm \begin{pmatrix} 1,5 & 0,4 & 0,6 \\ & 0,4 & 0,3 \\ & & 0,4 \end{pmatrix} \cdot 10^{-4} \Rightarrow < 2 \cdot 10^{-4}$$

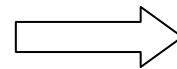
Écarts avec un autre opérateur  $\Rightarrow < 5 \cdot 10^{-5}$

## Validation sur monocristaux

**Wafer de Germanium**



Comparaison avec DRX de labo  
(méthode monocristalline - Ortner \*)



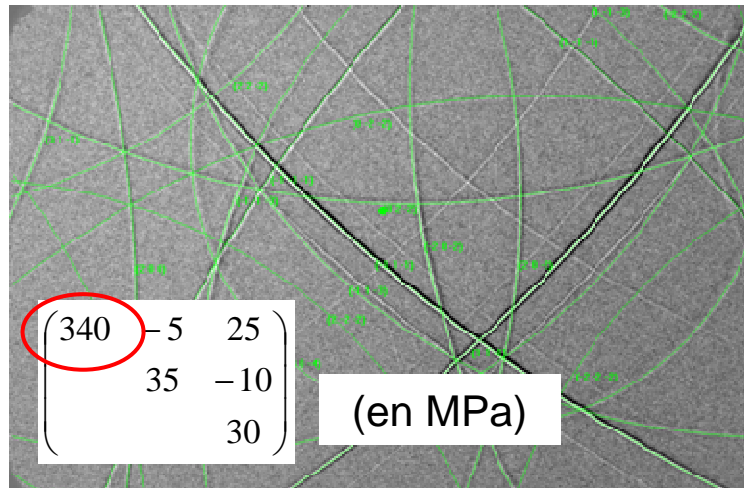
$$\begin{pmatrix} -20 & -6 & 2 \\ & -20 & 3 \\ & & 0 \end{pmatrix} \pm \begin{pmatrix} 4 & 1 & 1 \\ & 4 & 1 \\ & & 3 \end{pmatrix} \quad (\text{en MPa})$$

\* : Ortner - *Advances in X-ray analysis* - 1986

## Validation sur monocristaux

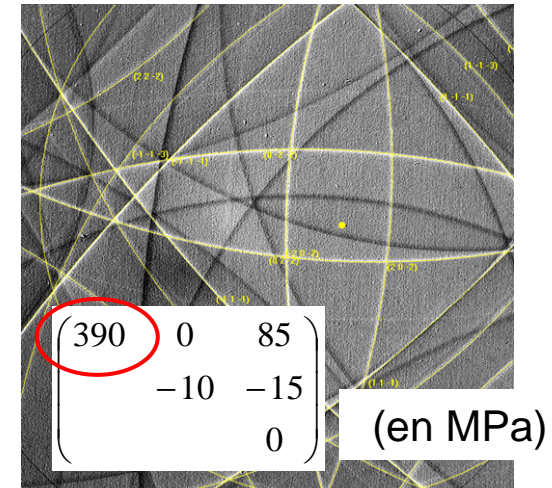
Superaliage de Ni chargé in situ en MEB (traction), limite élasticité de 900MPa

Chargement de 370 MPa



Ecart-type 3 mesures : 10 MPa

Chargement de 400 MPa



E (RX) > seuil d'absorption

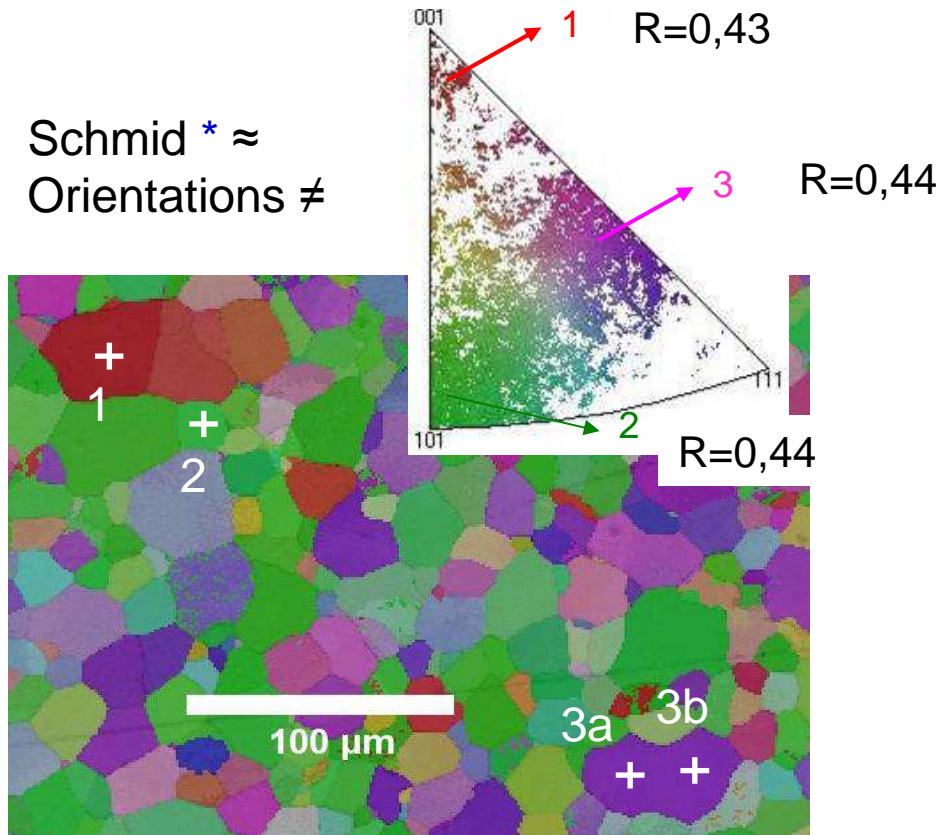
→ bon accord entre valeurs Kossel et contrainte imposée

→ validation de la méthodologie

# Comportement de polycristaux

## Acier IF - grains micrométriques

Schmid \*  $\approx$   
Orientations  $\neq$

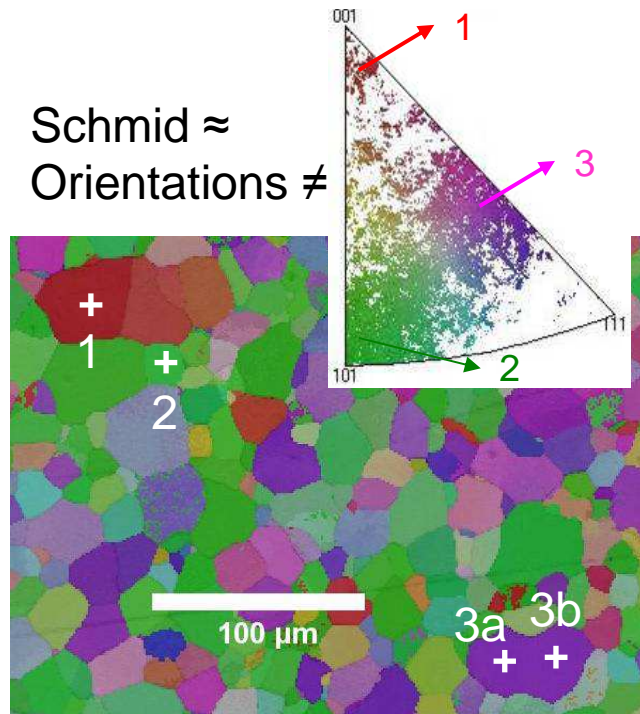


Traction in situ  
Choix de 3 grains

Cartographie EBSD

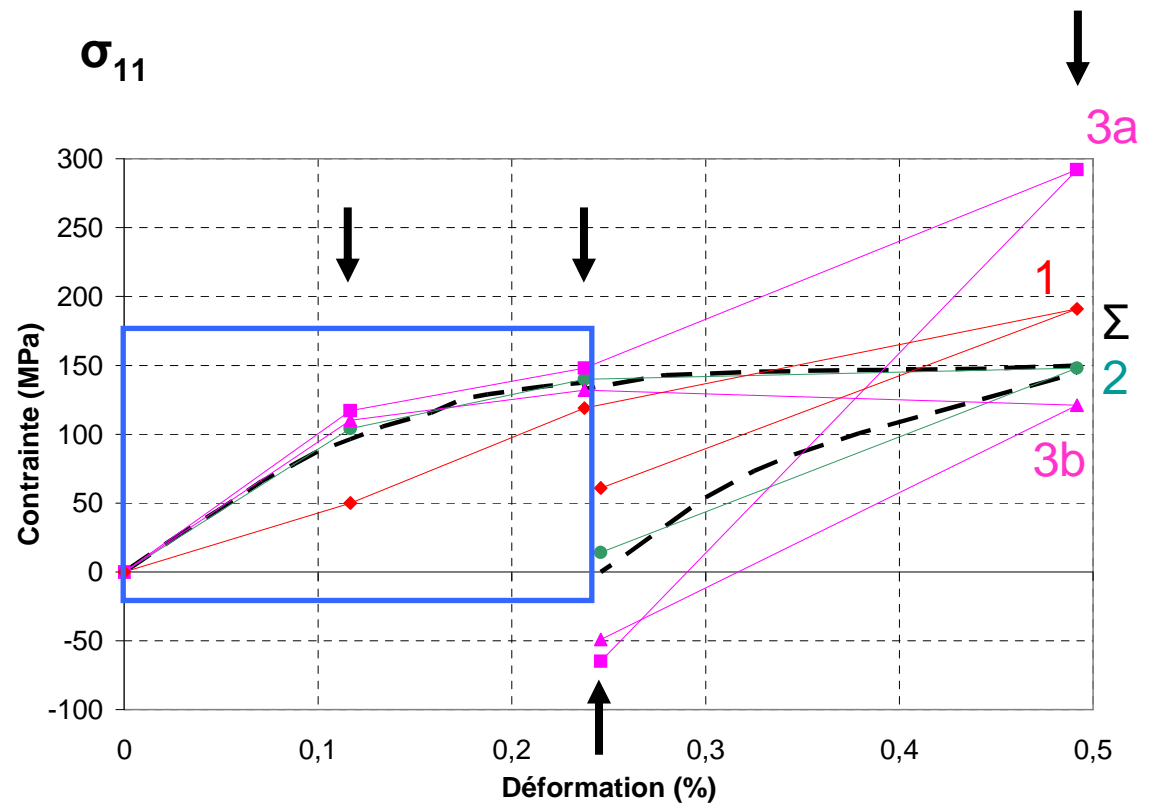
\* : Systèmes  $\{110\}\langle 111\rangle$

# Comportement de polycristaux



Traction in situ

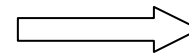
Hétérogénéités inter- et intragranulaires



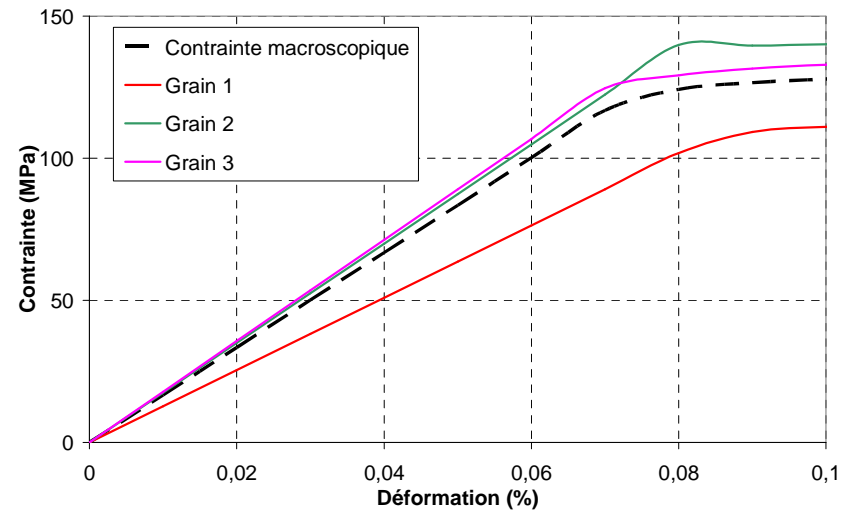
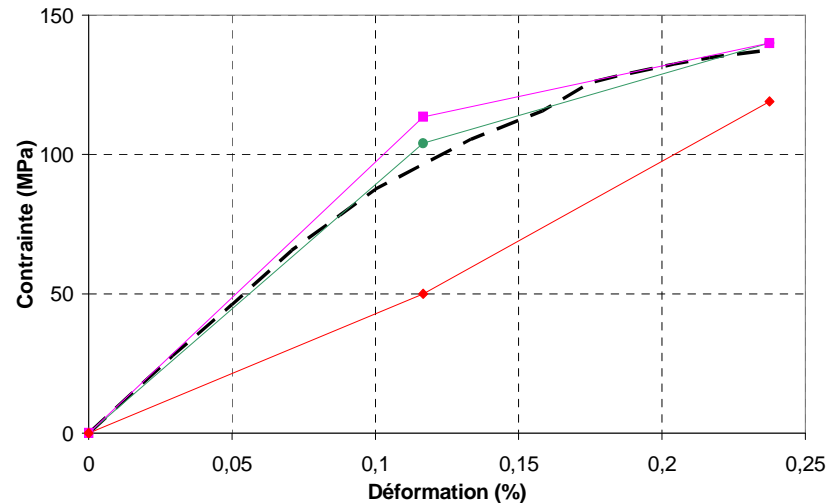
## Comportement de polycristaux

Comparaison avec modèle autocohérent (R. Pesci)

- ✓ Déformation imposée en traction uniaxiale
- ✓ Suivi de 3 orientations particulières
- ✓ Texture de laminage, 1000 grains



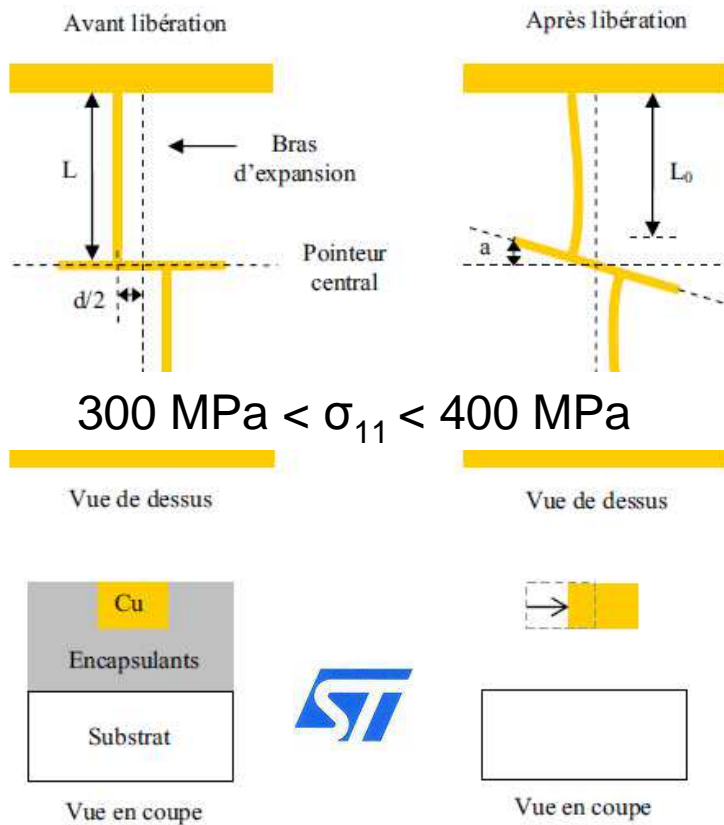
Bon accord



## Capteurs MEMS

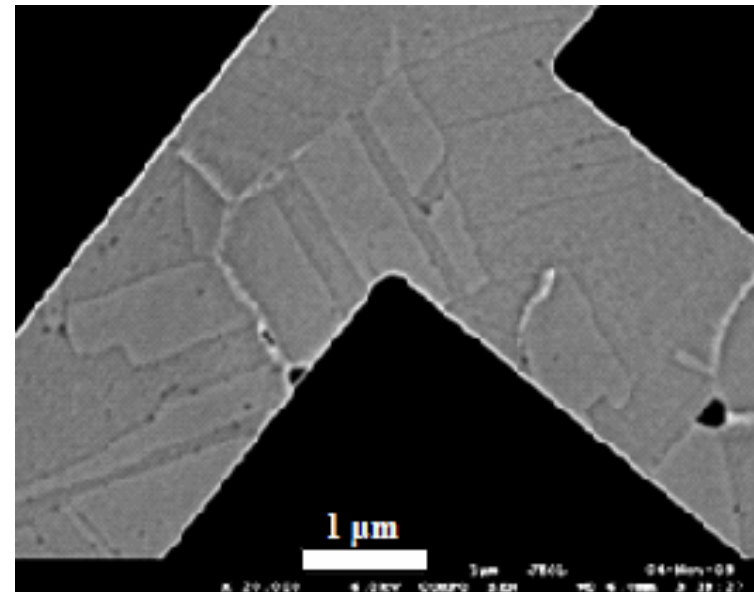
Contrainte moyenne (méthode géométrique)

→ libération du bras : relaxation



Contrainte locale  
(microdiffraction Kossel)

Cu - épaisseur 700 nm

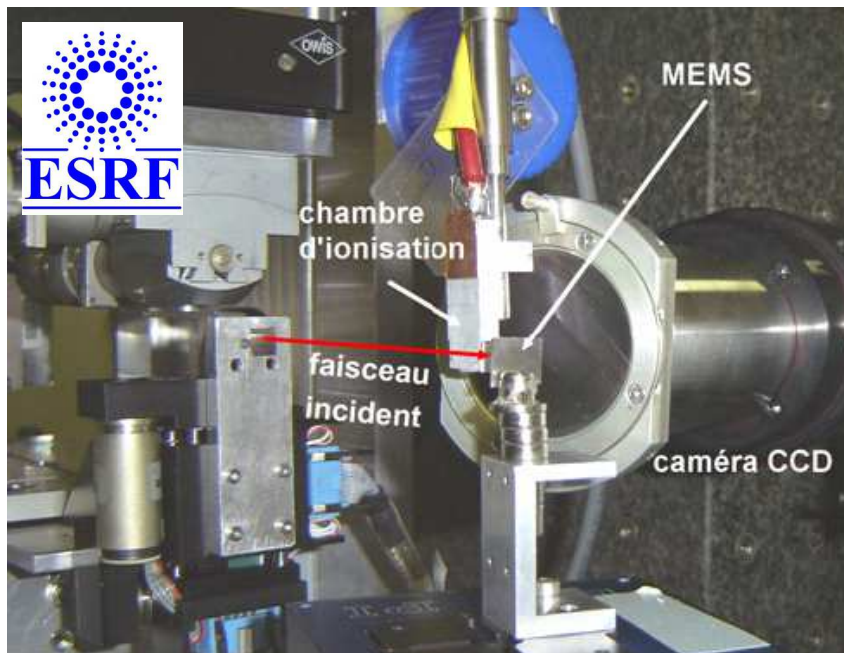


Grains fins, macles

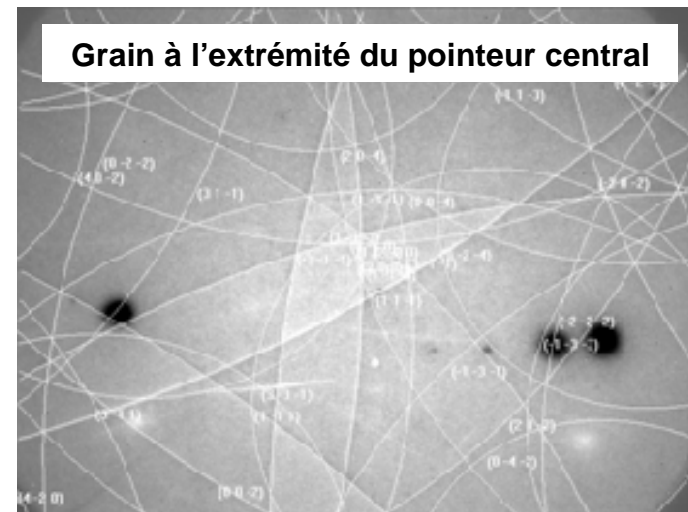
## Capteurs MEMS

Difficulté : volume diffractant faible, microstructure fine et hétérogène

Essais à l'ESRF : faisabilité, bon ordre de grandeur



ID13, faisceau 300 nm



$$(3 \ 4 \ \bar{1}2) \ [\bar{1}2 \ \bar{3} \ 4] \begin{pmatrix} 470 & -230 & 160 \\ -230 & 170 & 70 \\ 160 & 70 & 0 \end{pmatrix}$$



## Conclusions

- Outil couplant l'observation de la microstructure à l'analyse de contrainte en MEB
- 1ers résultats de contraintes validés sur monocristaux
- mesures directs sur polycristaux

### Evolutions

- Traitement des données actuellement en mode semi-automatique
- automatisation de la procédure, reconnaissance automatique des lignes (Hough 3D)
- Intégration des effets dynamiques de la DRX
- Pseudo-Kossel : possibilité d'étudier certains éléments à numéro atomique Z faible : Al, Mg, Si

**Large champ d'applications en Mécanique des matériaux**

Merci pour votre attention