



Couplage Microscopies Optique et Electronique Pour essais micromécaniques in situ

*Denis Boivin,
Yves Renollet, Nicolas Horezan (ONERA)
Jean-Claude Ménard (NEWTEC)*

*Journées GN-MEBA
Jussieu Novembre 2015*



r e t u r n o n i n n o v a t i o n

Couplage microscopies optique et électronique pour essais micromécaniques in situ

- **Contexte**
- **Etat de l'art**
- **Solution technique innovante**
- **Exemples d'application**
- **Conclusions & Perspectives**

Département des matériaux ONERA

Caractérisation mécanique de matériaux divers

Echelle « macro »

- Machines d'essais mécaniques
- Champ d'analyse $> \sim 1\text{cm}^2$)
- Traction, compression, flexion, torsion
- Température ambiante ou supérieures ($\rightarrow 1000^\circ\text{C}$).

Mesures des propriétés mécaniques
Etude de l'endommagement
à l'échelle macro et structure

Echelle « micro »

- **Platine d'essai micromécanique in situ MEB**
- $100 \times 100 \mu\text{m}^2 < \text{champ d'analyse} < 1 \times 1 \text{mm}^2$
- Traction, compression, flexion 3 et 4 points
- Température ambiante

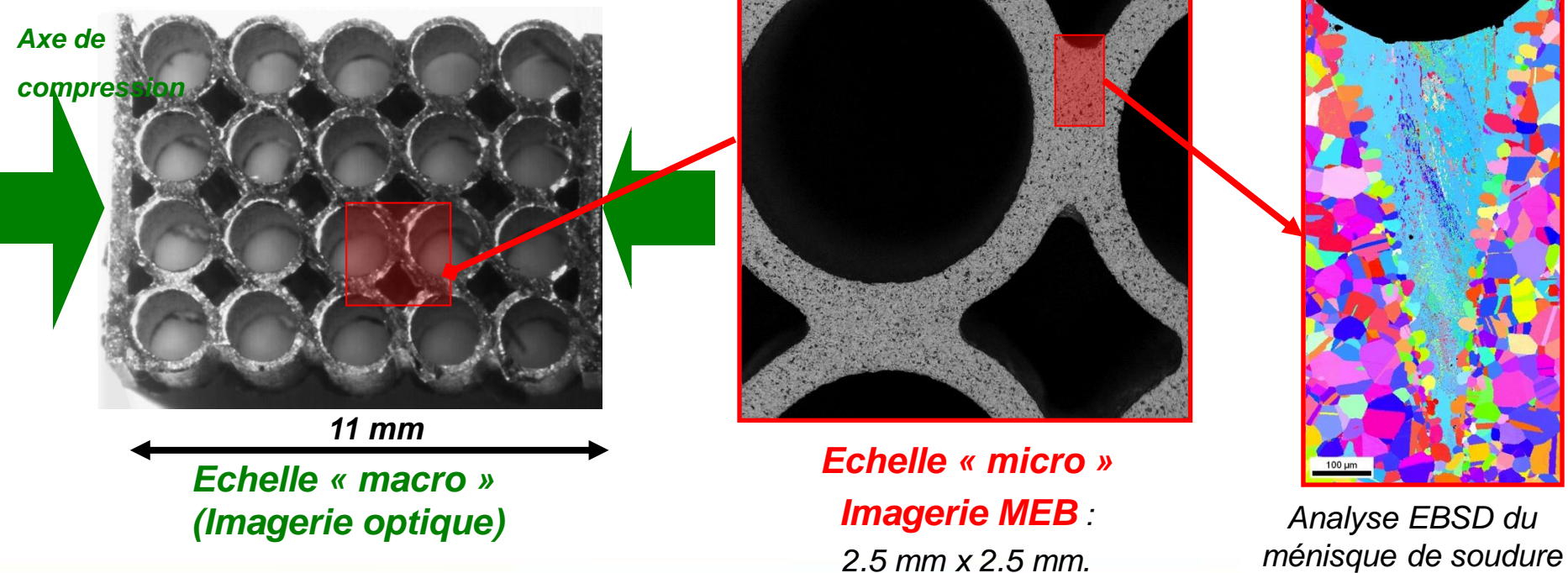
Mesures des propriétés mécaniques
Etude de l'endommagement
à l'échelle de la microstructure

Besoin 1**Caractérisation du comportement mécanique
aux échelles « micro » et « macro » simultanément**

Exemple : Caractérisation en compression du matériau architecturé.
Observation simultanée, à deux échelles, d'un empilement de tubes soudés

Echelle MACRO de la structure d'empilement des tubes (microscope optique)

Echelle MICRO du joint de soudure entre les tubes (MEB)



Besoin 2 **Contrôle/Validation de l'essai micromécanique in situ MEB**

- **Détection de l'artéfact de glissement de l'éprouvette dans les mors, en essai de traction.**
→ Validation ou rejet de l'essai
- **Comparaison des modules d'Young, issus du traitement des images aux deux échelles.**
→ Validation de l'ensemble « instrumentation et processus de traitement ».
- **Observation du comportement mécanique autour de la zone observée en MEB.**
→ Aide à l'interprétation des phénomènes observés à l'échelle « micro »

Besoin 3 **Outil pratique de sélection sur une vue « macro » optique de la zone d'intérêt « micro » en MEB**

Couplage microscopie optique ex situ avec MEB

- Performances microscope optique
 - Résolution
 - Dimension du champ
 - Eclairage
 - Filtres



- Solution inadaptée pour essais in situ
- Précision de positionnement ?
- Changement environnement potentiel (atmosphère, pression)

Imagerie MEB grand champ par acquisition multichamps

- Mise en œuvre aisée dans tous les MEBs (Logiciel nécessaire)



- Temps d'acquisition
- Imperfection des signaux de balayage à faible grandissement (< x200)
- Reconstruction image grand champ parfois difficile
- Défauts de l'image reconstruite dans les zones de "recollement"

Imagerie MEB d'une image grand champ par acquisition à haute résolution numérique (Nb de pixels élevé)



- Temps d'acquisition réduit (1 seule acquisition)
- Elimination des problèmes et défauts de reconstruction



- Temps d'acquisition reste conséquent
- Champ maximum de $\sim 2 \times 2 \text{ mm}^2$
- Nécessité d'une électronique et d'un logiciel de pilotage spécifiques
- Distorsion de l'image à faible grandissement

Microscope optique coaxiale intégré à la colonne électronique (type Cassegrain dans microsonde)



- Simultanéité rigoureuse des acquisitions optique et MEB



- Pas intégrable : dispositif « constructeur » intégré à la colonne électronique
- Modularité, réglages (grandissement, focale, profondeur de champ, éclairage ?)

Solution innovante : Microscopie optique in situ MEB

➔ Conception d'un accessoire MEB avec cahier des charges précis

Performances optiques

- Image sans déformation notable
- Champ de dimension variable (zoom optique) allant de 1x1 cm² à 6x1 cm²
- Focale variable ➔ 15 mm < WD < 30 mm.
- Stabilité de la zone observée

Couplage avec l'imagerie MEB

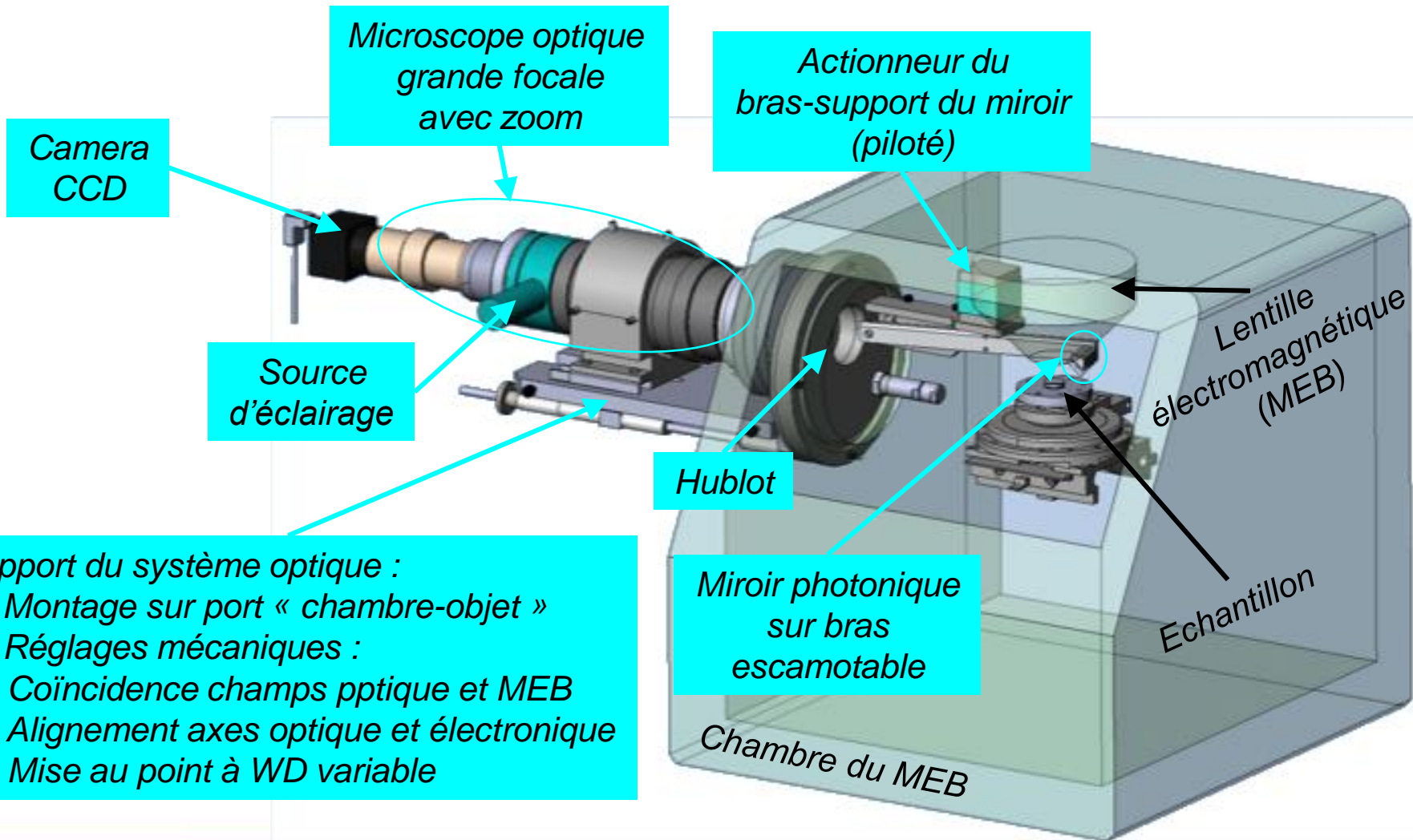
- Coïncidence des centres des champs imagés en optique et en MEB
- Alignement des directions horizontales et verticales des images optique et MEB
- Acquisition simultanée ou quasi simultanée des images optiques et MEB

Intégration dans le MEB

- Dispositif amovible monté sur un port de la chambre-objet
- Fonctionnement sous vide
- Encombrement limité ➔ Limitations des contraintes sur la position de l'échantillon
- Absence de perturbations de l'imagerie MEB
- Système d'éclairage intégré au dispositif

Solution développée : Microscope optique in situ MEB

Solution technologique développée (1^{er} prototype)

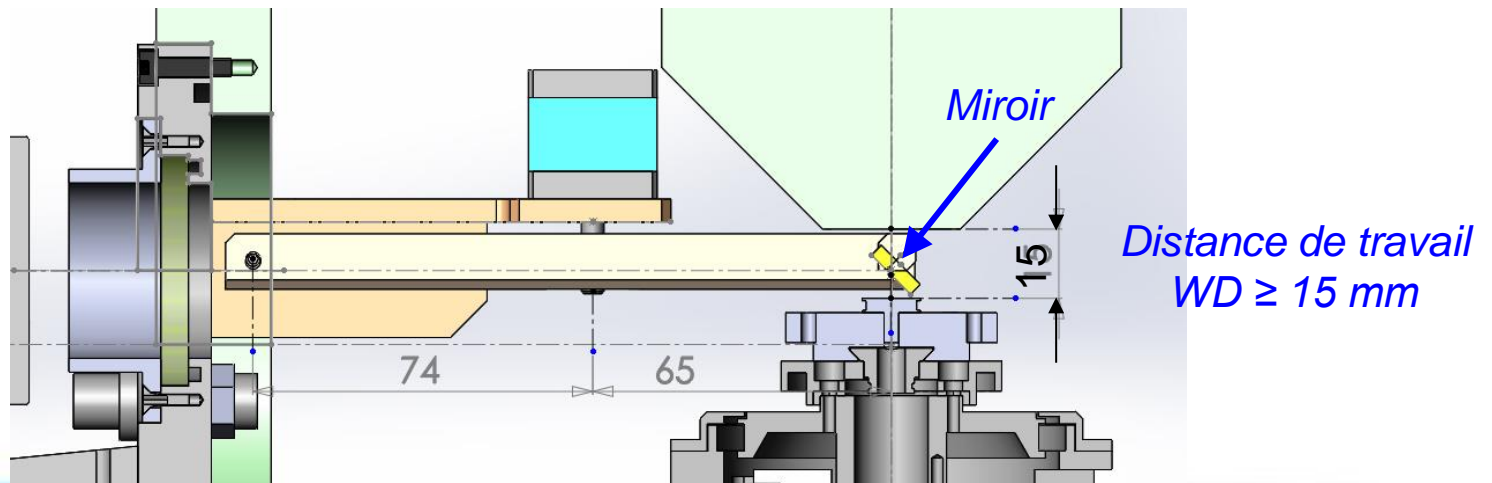
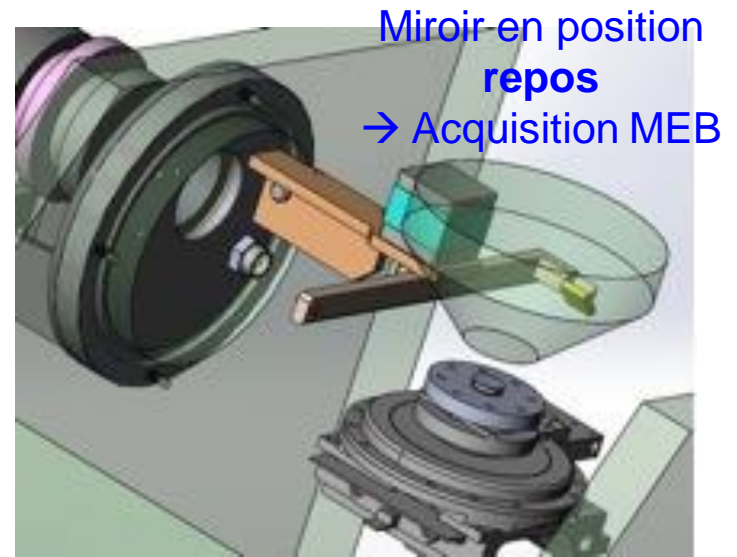
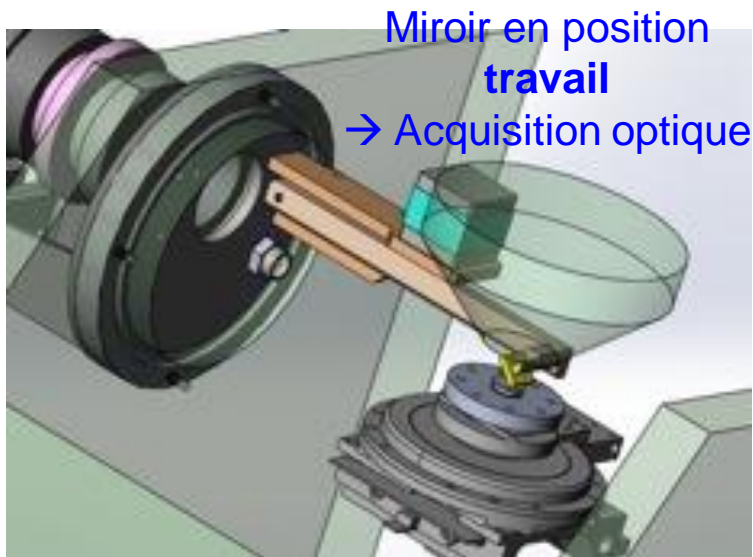


Support du système optique :

- Montage sur port « chambre-objet »
- Réglages mécaniques :
 - Coïncidence champs optique et MEB
 - Alignement axes optique et électronique
 - Mise au point à WD variable

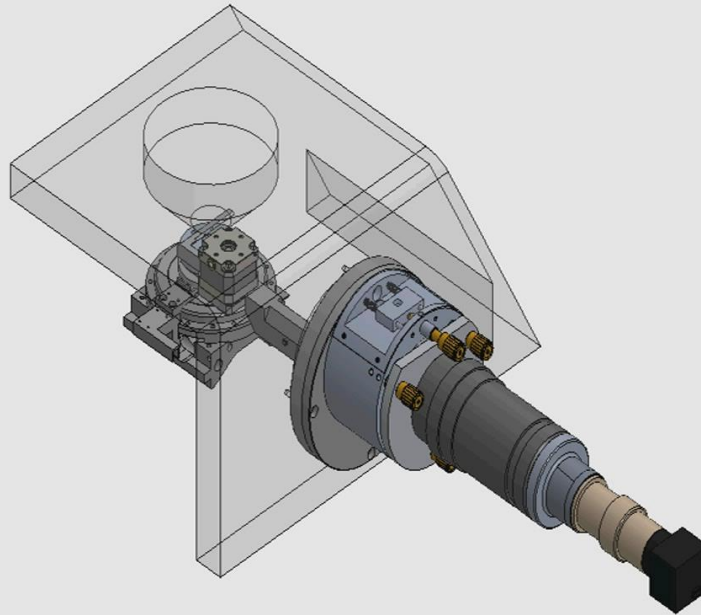
Solution développée : Microscope optique in situ MEB

Solution technologique développée (1^{er} prototype)



Solution développée : Microscope optique in situ MEB

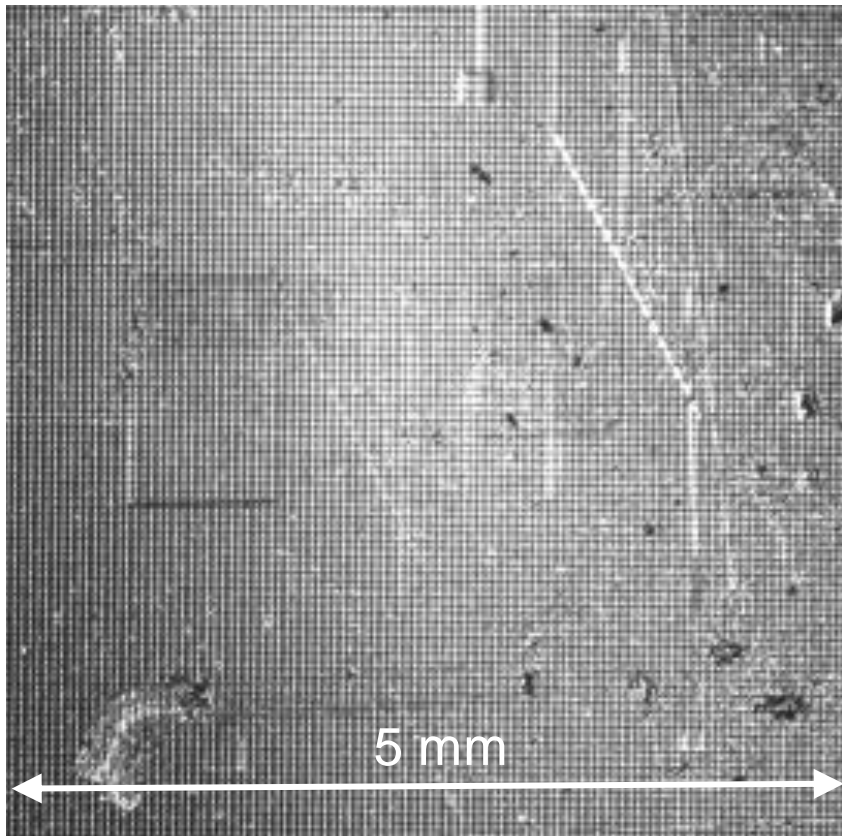
Solution technologique développée (2nd prototype)



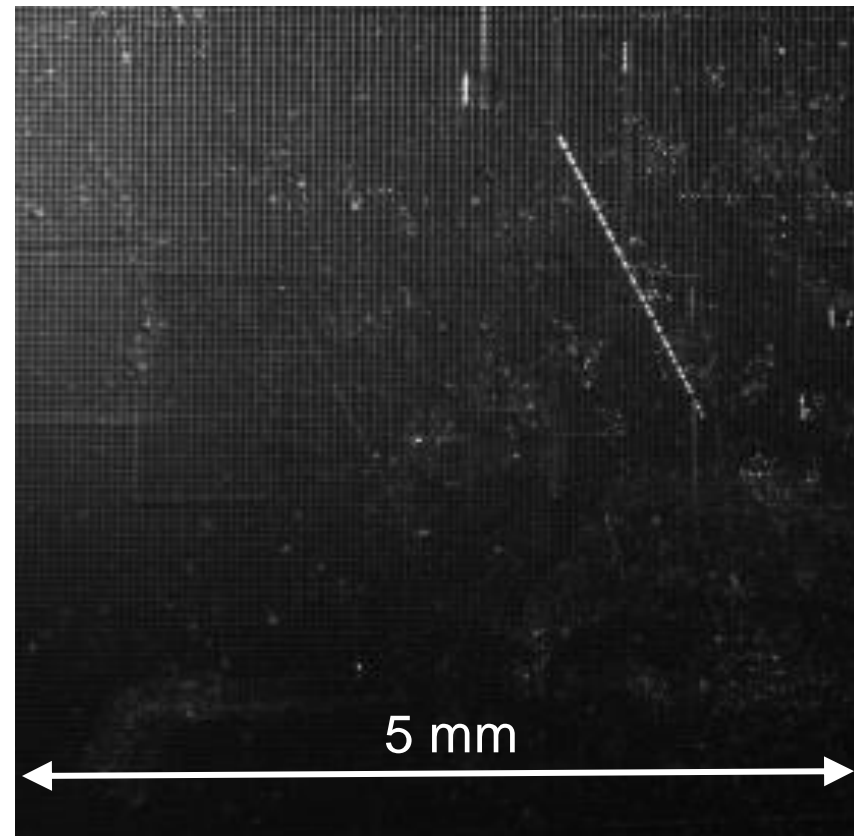
Solution développée : Microscope optique in situ MEB

Solution technologique développée (1^{er} prototype)

Distance focale variable



WD = 18 mm



WD = 35 mm

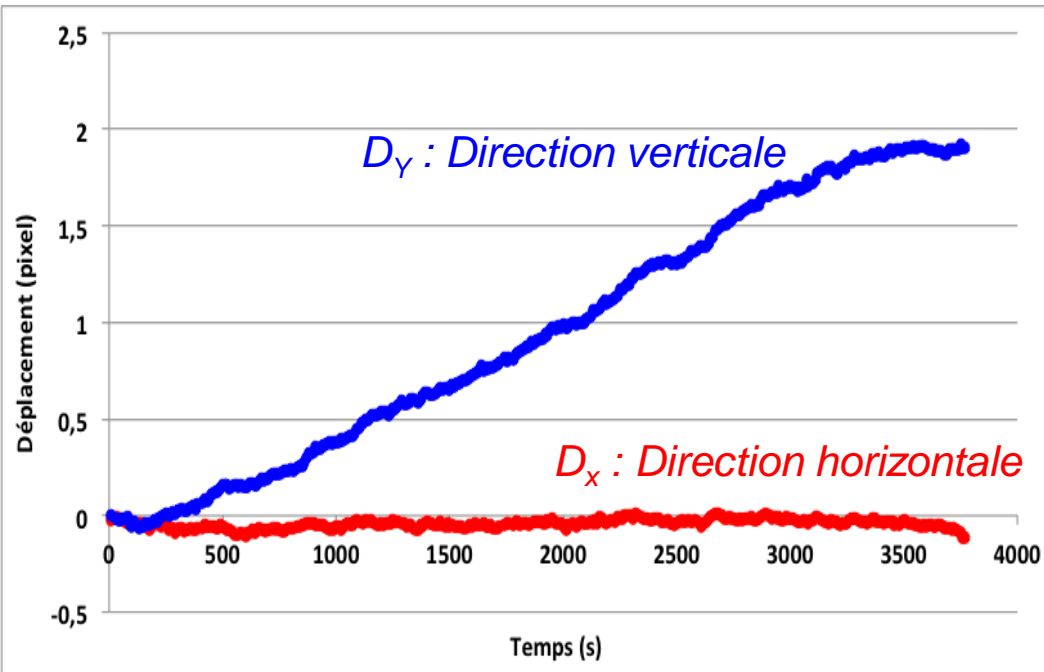
Solution développée : Microscope optique in situ MEB

Solution technologique développée (1^{er} prototype)

Stabilité du repositionnement du miroir entre les positions *Travail* et *Repos*

Déplacement moyen mesuré par corrélation des images optiques. Image de référence : l'initiale

- pas de 10s
- Aller-retour du miroir avant chaque mesure
- Image de 2000x1350 pixel



Dérive selon Y $\approx 2^\circ / \text{.}$

Dilatation du bras support du miroir par échauffement causé par l'actionneur
(Problème résolu sur second prototype)

Dérive selon X de $\approx 0.1^\circ / \text{.}$

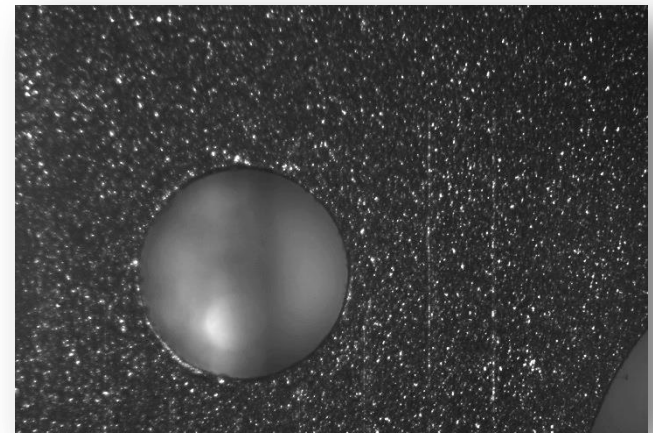
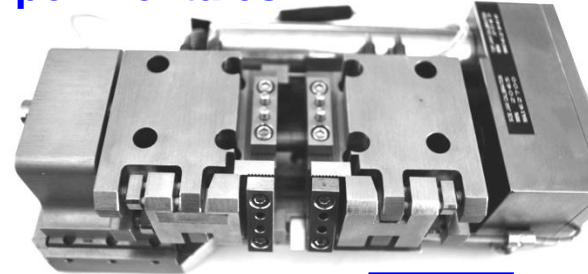
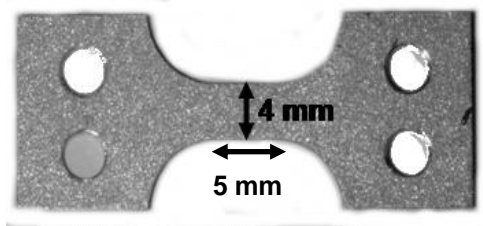


Image optique

Objectif : Vérification cohérence des déformations issues des images optique et MEB

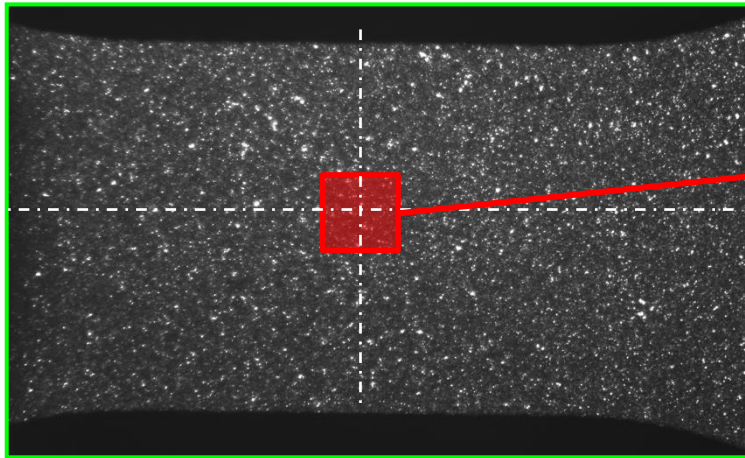
Conditions expérimentales

Eprouvette de traction



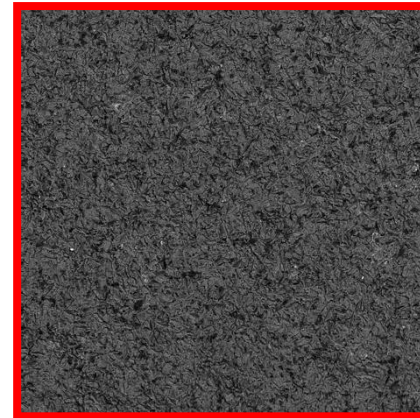
Platine in situ
Traction
Compression
Flexion

Optique



Champ observé : 8 mm x 5 mm
Image 1600 x 975 pixels
1 pixel = 5 μ m
Durée d'acquisition : \approx 200 ms

MEB

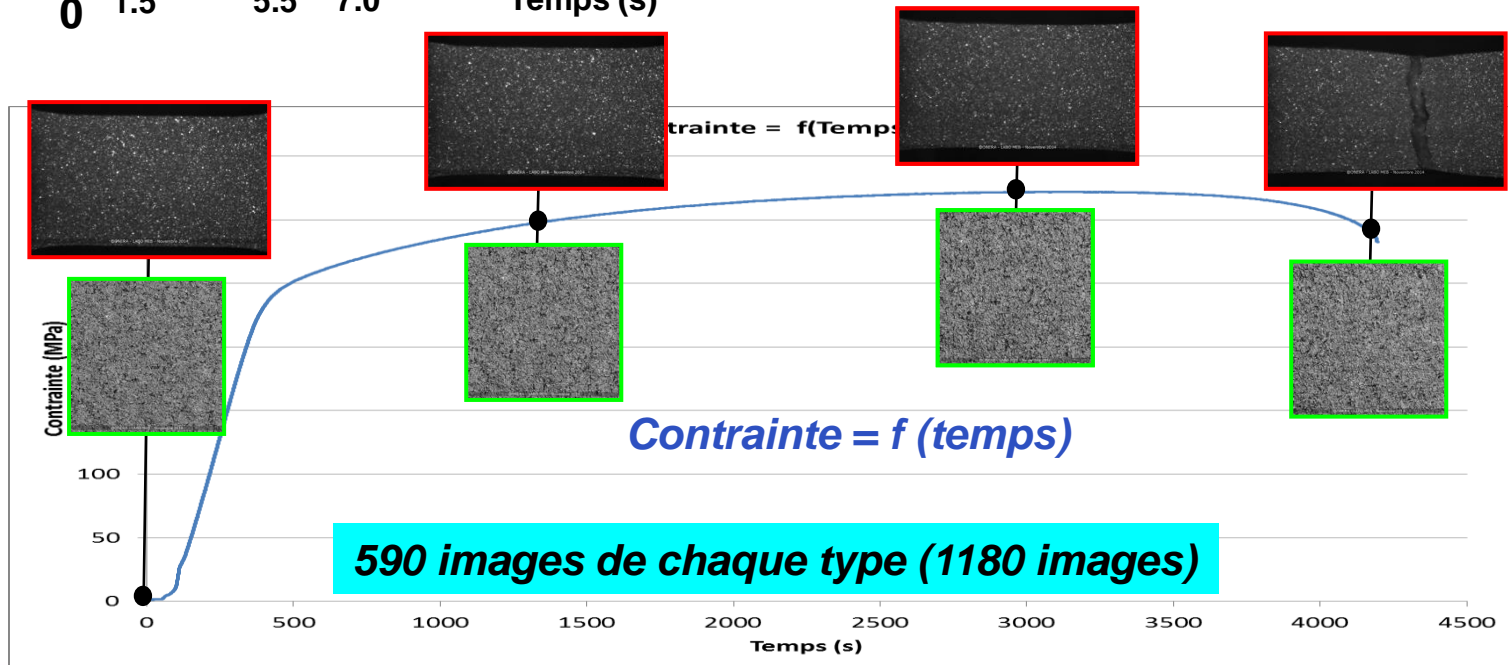
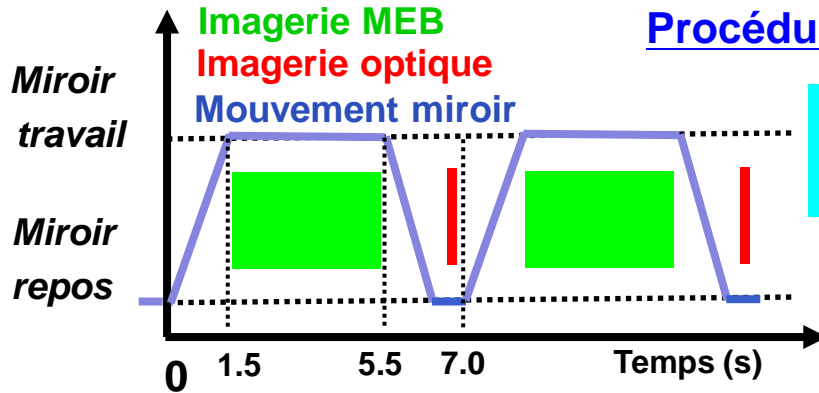


Champ observé : 1 mm x 1 mm
Image 1000 x 1000 pixels
1 pixel = 1 μ m
Durée d'acquisition : \approx 4 s

Objectif : Vérification cohérence des informations issues des images optique et MEB

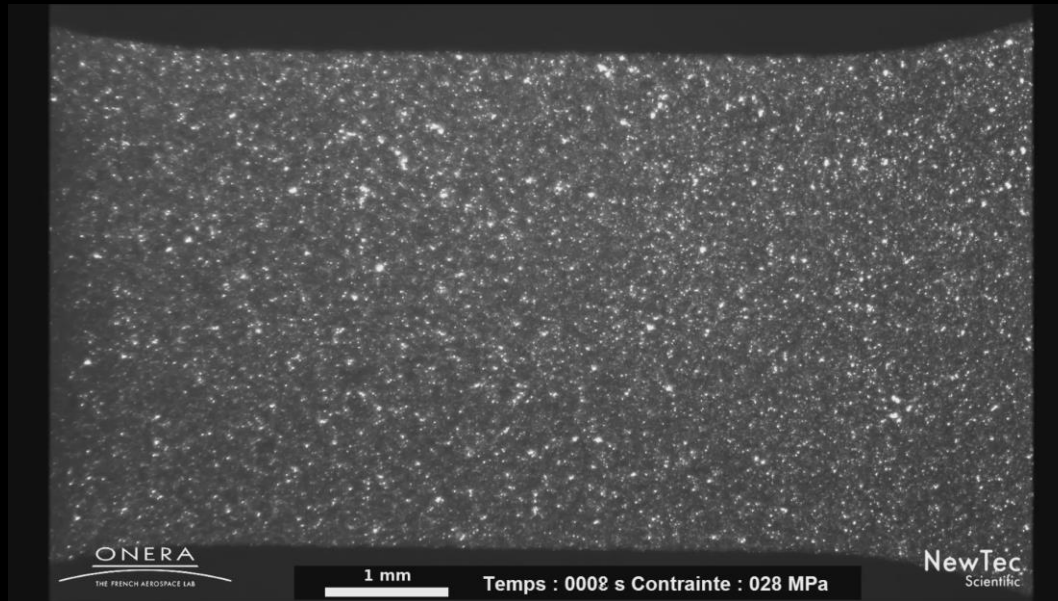
Procédure expérimentale

Séquence d'acquisition Images MEB et optique avec une période 7 s pendant l'essai en continu



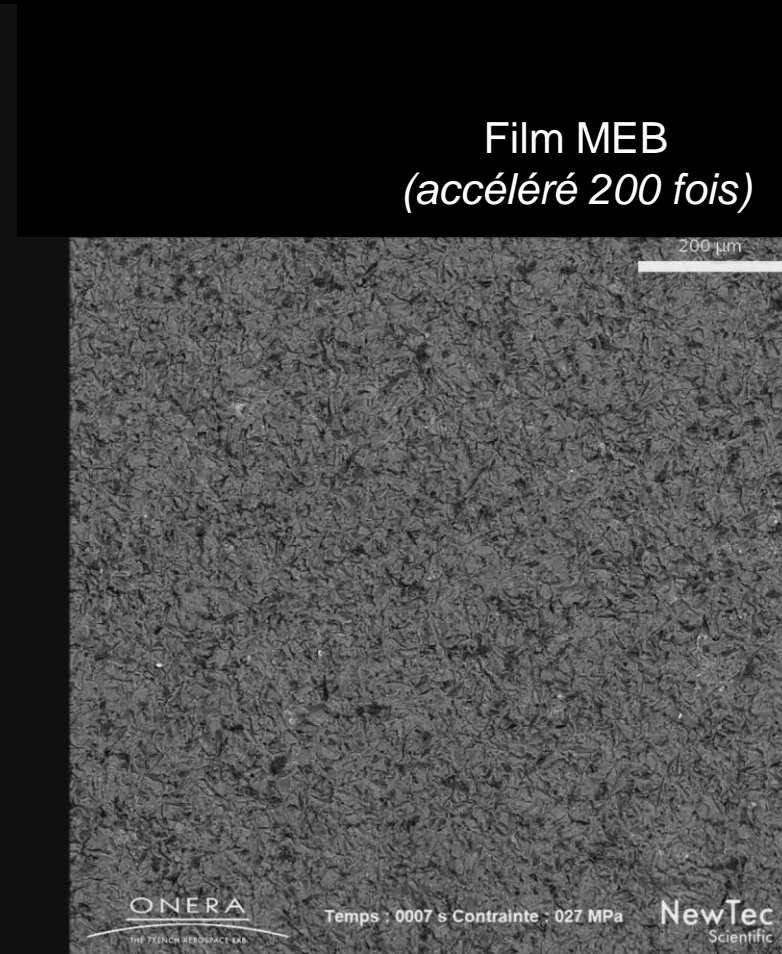
Objectif : Vérifier la cohérence des informations issues des images optique et MEB

Exploitation qualitative : Montage des images dans un film



Film optique
(accéléré 200 fois)

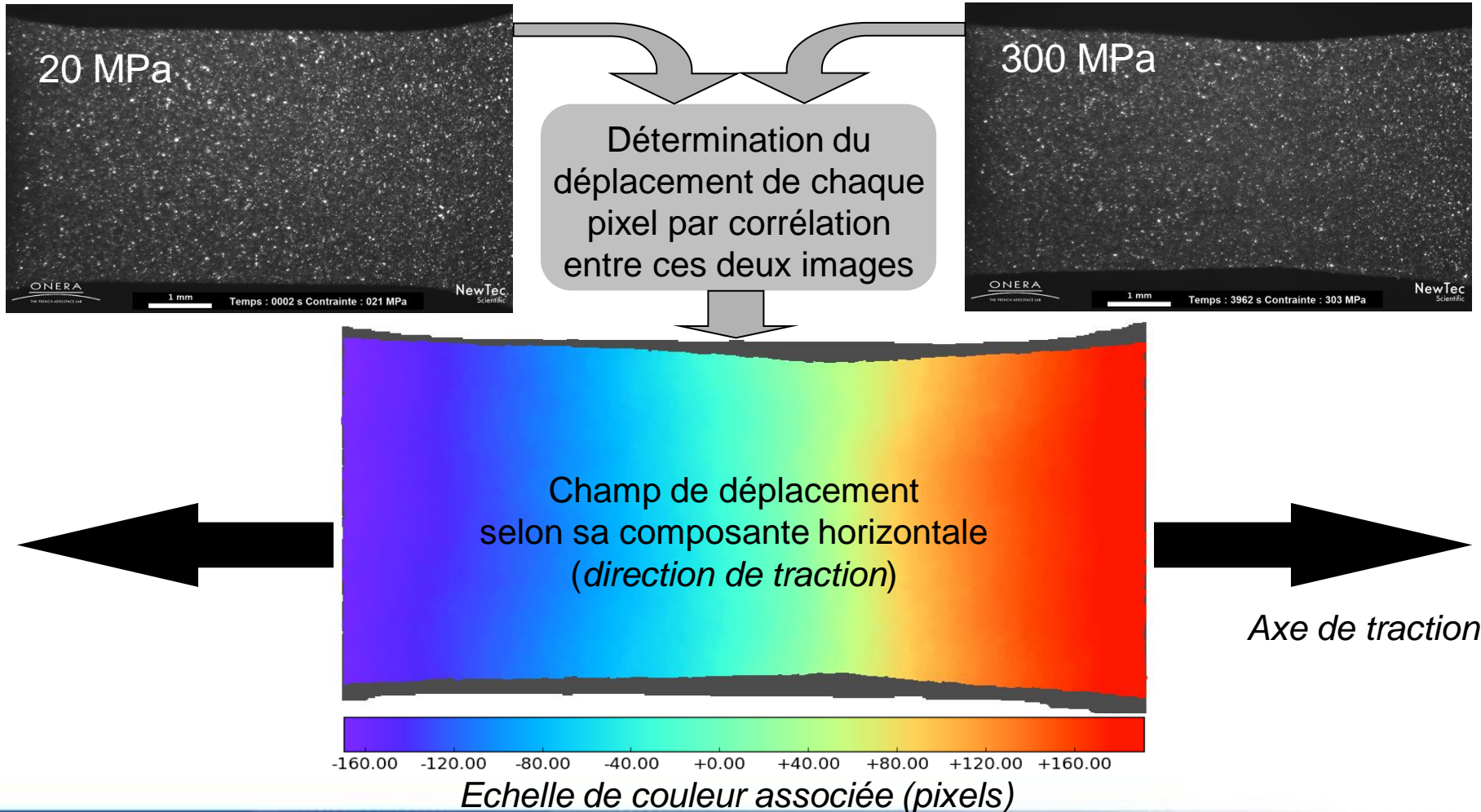
- Qualité et stabilité des images optiques
- Pas de perturbations des images MEB



Film MEB
(accéléré 200 fois)

Objectif : Vérifier la cohérence des déformations issues des images optique et MEB

Exploitation quantitative : Champs de déplacement entre deux états de chargement



Objectif : Vérifier la cohérence des déformations issues des images optique et MEB

Visualisation animée du champ MEB dans le champ optique au cours de l'essai

Temps : 0015 s Contrainte : 031 MPa

Vue optique - Pas 3

Vue MEB - Pas 3

Complémentarité des informations aux deux échelles

Aide à l'interprétation du comportement observé à l'échelle MEB

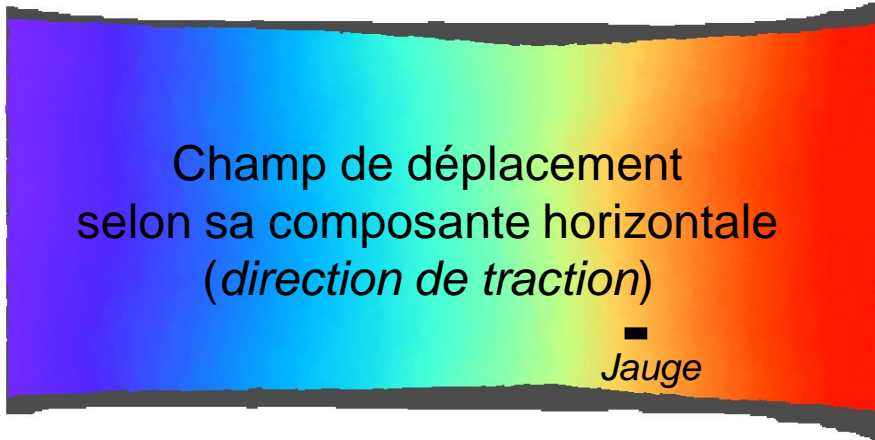
1 mm

ONERA
THE FRENCH AEROSPACE LAB

NewTec
Scientific

Objectif : Vérifier la cohérence des déformations issues des images optique et MEB

Exploitation quantitative : Champs de déformations entre deux chargements (20 et 300 MPa)



+0.0000 +0.1000 +0.2000 +0.3000 +0.4000 +0.5000 +0.6000 +0.7000 +0.8000 +0.9000

Echelle de couleur associée ()

Dérivation du Champ de Déplacement

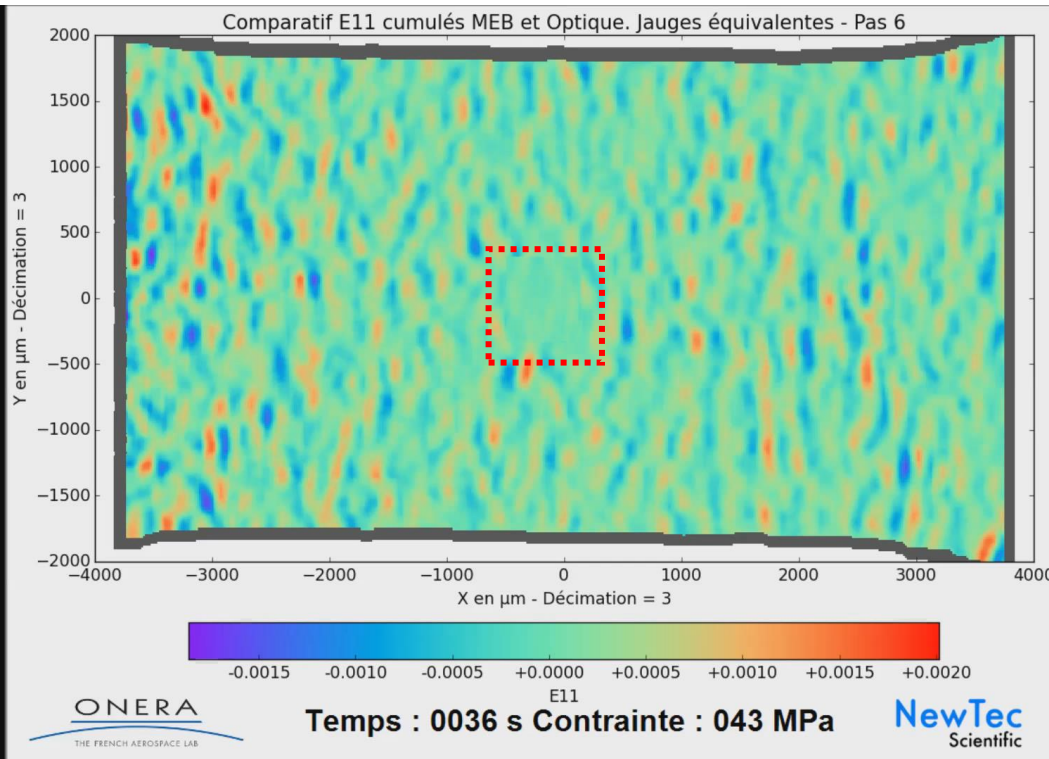
Détermination en chaque pixel du gradient local du déplacement sur un segment (jauge) horizontal(e) de $\sim 200\mu\text{m}$ (dans cet exemple) (*direction de traction*)

Déformation locale $\sim 80\%$

Déformation locale $\sim 15\%$

Objectif : Vérifier la cohérence des informations issues des images optique et MEB

Exploitation quantitative :
Superposition des champs de déformations MEB et optique
Jauge de 200 μm adaptée à la résolution optique



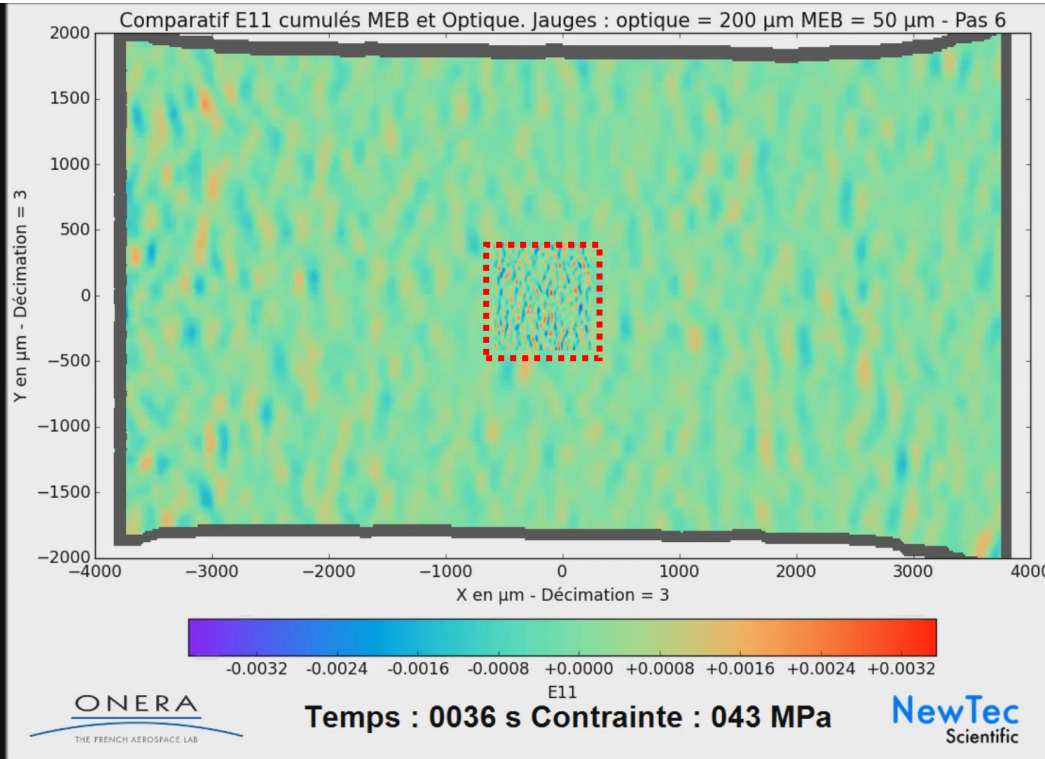
Parfaite similitude des amplitudes de déformation obtenues en MEB et optique



Validation du prototype instrumental de l'optique in situ

Objectif : Vérifier la cohérence des informations issues des images optique et MEB

Exploitation quantitative :
Superposition des champs de déformations MEB et optique
Jauge de 40 μm (MEB) et 200 μm (optique)



en **MEB**
Gain en résolution
spatiale (2D)



Augmentation de la
dynamique des
amplitudes de
déformation locales
mesurées

Objectif : Caractériser l'endommagement en fonction de la charge

Matériau composite

- *Matrice carbone*
- *Fibres de carbone ($\phi=7\mu\text{m}$)*
- *Tissu 2 D – Toron (épaisseur $\sim 0.3\text{ mm}$)*

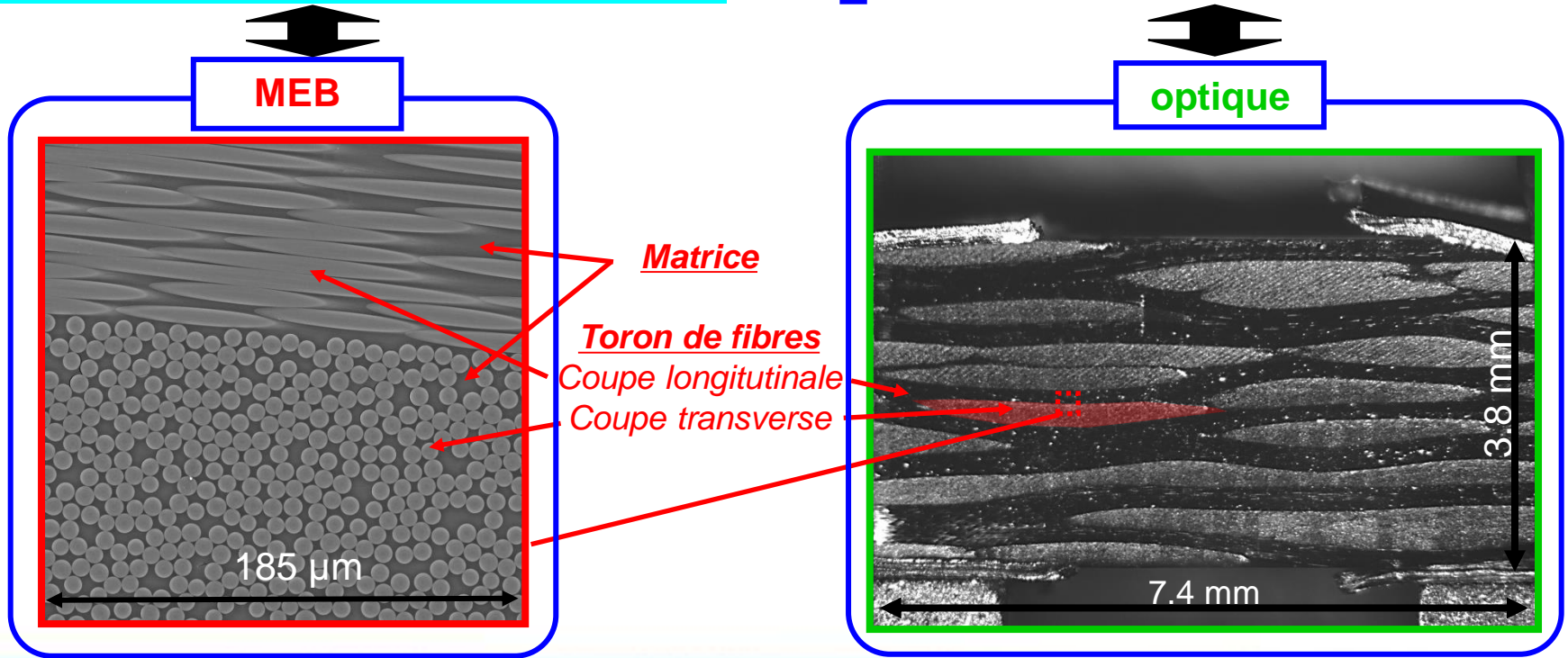
Identification de l'endommagement :

- *Interface fibre/matrice ?*
- *Fissuration fibres et/ou matrice ?*

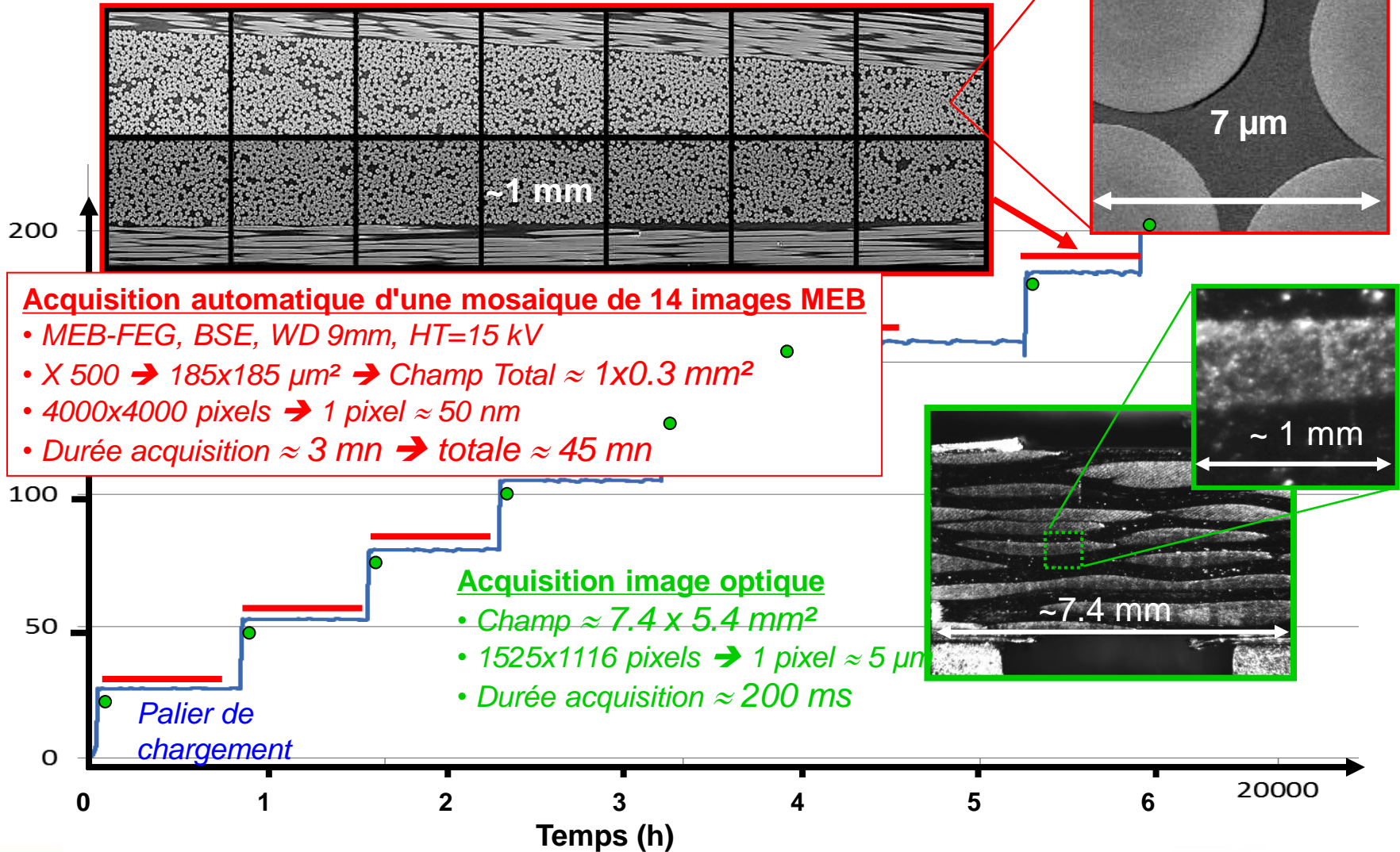


Etat du chargement :

- *Déformation globale*



Procédure expérimentale

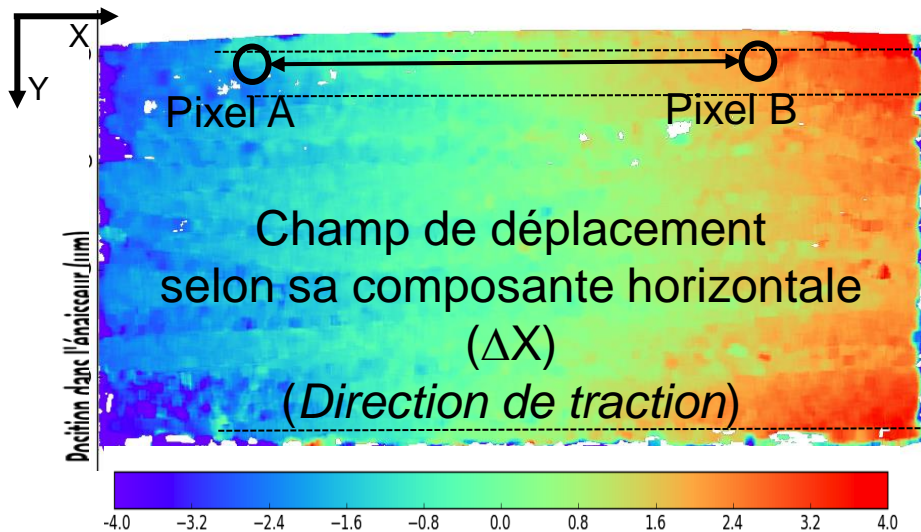


Exploitation des images optique aux états de chargement de 25 N et 1600 N

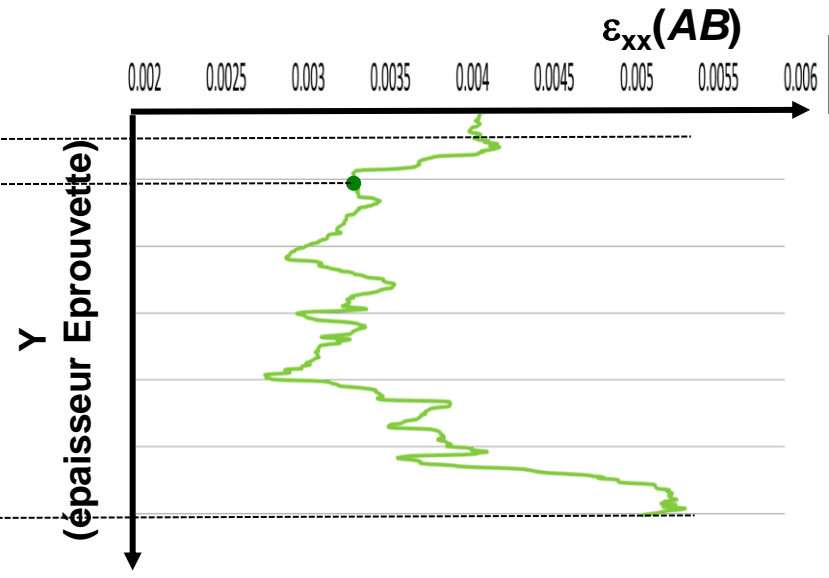
Extensomètre virtuel - Segment AB

→ Déformation $\epsilon_{xx}(AB)$

$$\epsilon_{xx}(AB) = \frac{[(X_B + DX_B) - (X_A + DX_A)]}{(X_B - X_A)}$$



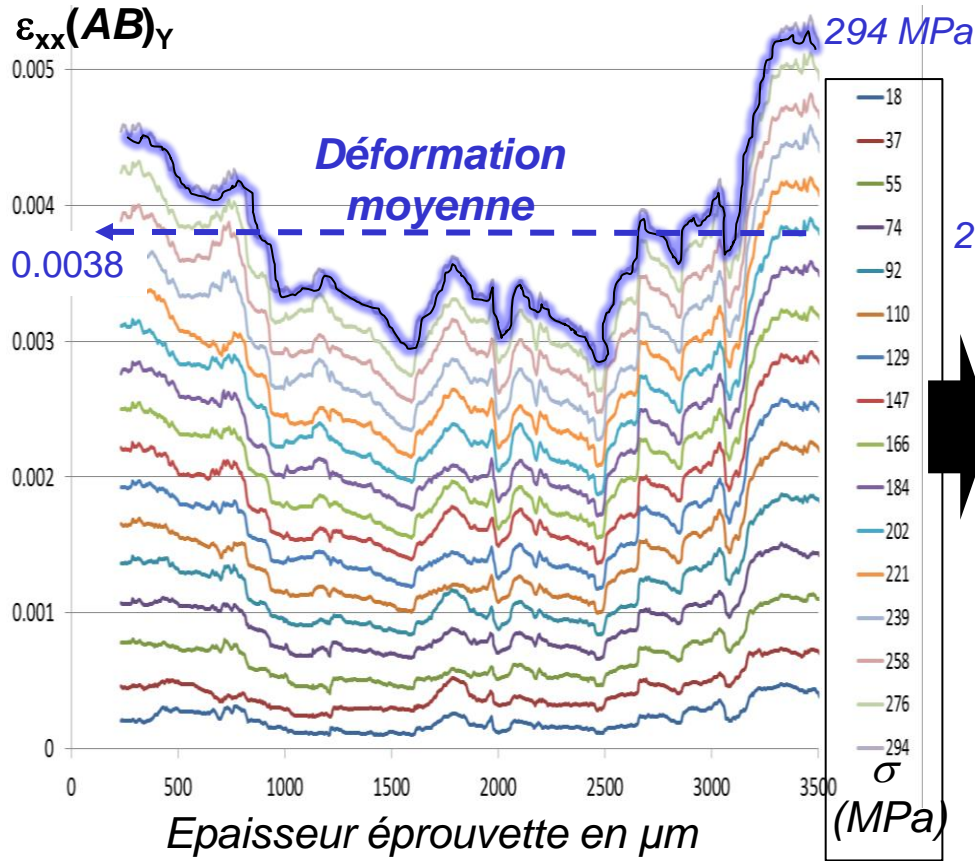
Evolution de la déformation dans l'épaisseur (Y) de l'éprouvette



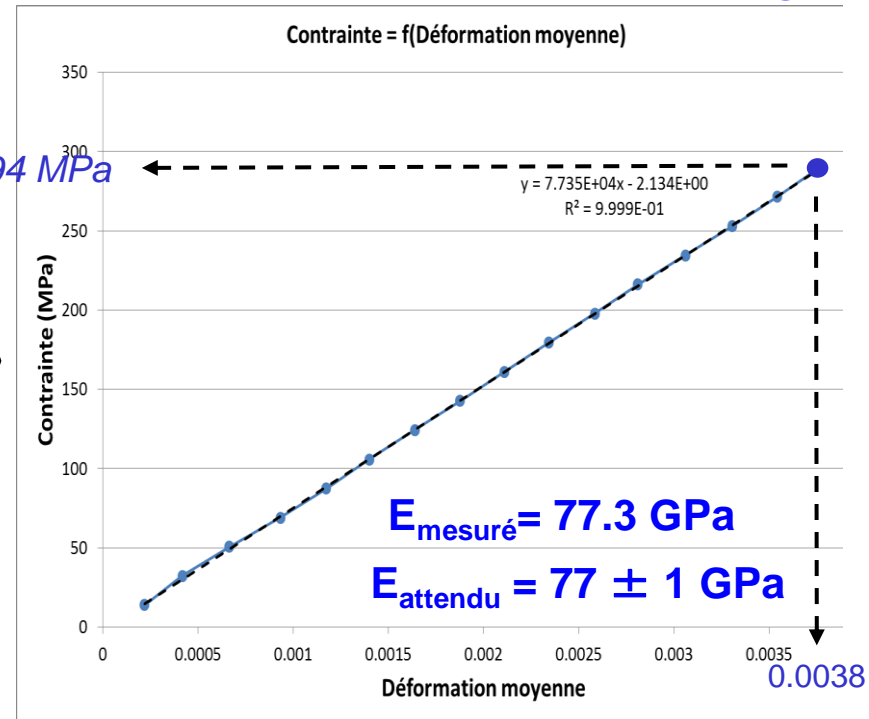
Déformation moyenne hétérogène du composite
 ≈ 3 ‰ à cœur et ≈ 4.5 ‰ en paroi
Déformation variable avec la direction du toron

Exploitation de toutes les images optique associées aux états de chargement entre 25 N (18 MPa) et 1600 N (294 MPa)

Courbes $\varepsilon_{xx}(AB)_Y=f(Y)$ à toutes les contraintes.

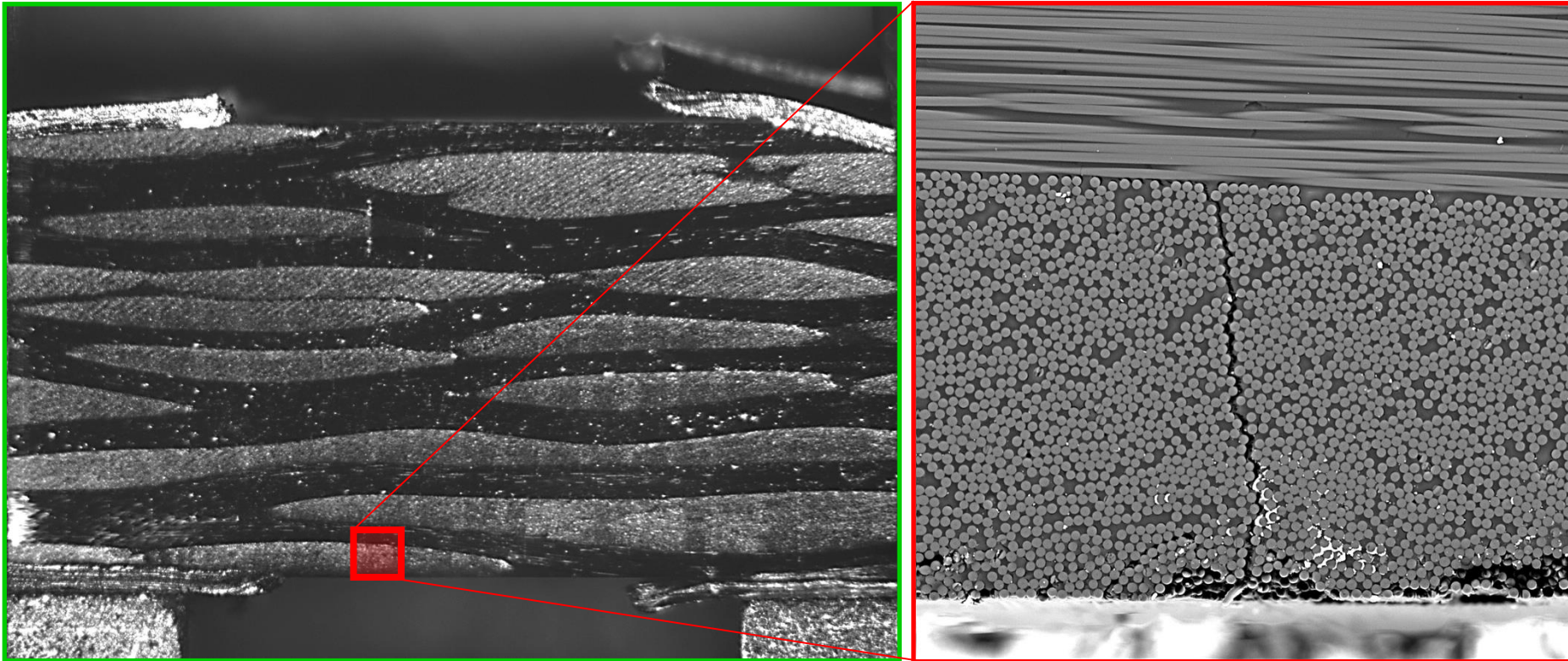


Détermination du module d'Young



Élément de validation de l'essai à l'échelle micro

Exploitation de l'imagerie MEB : analyse de l'endommagement

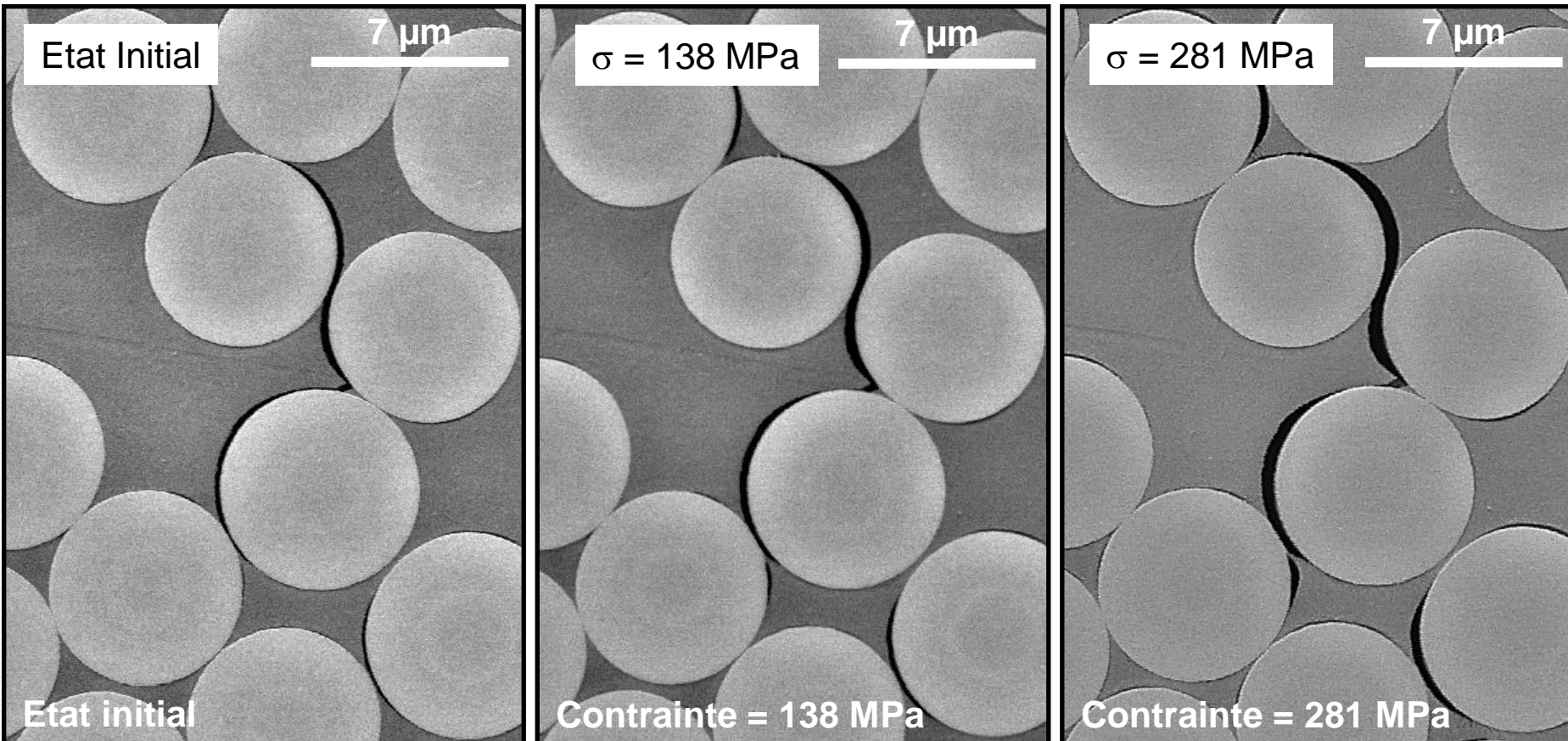


l'imagerie multi-échelle **optique** et **MEB** en essai de traction **in situ** permet **simultanément** :

- la mesure de la déformation locale et globale (charge donnée par la platine d'essai)
- la visualisation de l'endommagement, (fissure ici), visible en **MEB**
- La localisation de l'endommagement, (dans un toron transverse ici) visible en **optique**

Exploitation de l'imagerie MEB : analyse de l'endommagement

Mise en évidence de l'évolution de la décohésion fibre/matrice au cours du chargement



Conclusion & Perspectives

Exemples d'application :

- Intérêt de l'imagerie multiéchelles pour essais micromécaniques in situ
- Validation qualitative et quantitative de l'accessoire de microscopie optique in situ

Perspectives:

- Amélioration du prototype
(Elimination dérive résiduelle, amélioration éclairage, étalonnage, amélioration des réglages mécaniques, etc...)
- Evolution vers une solution d'imageries optique et MEB rigoureusement simultanées
- Utilisation de l'imagerie optique à d'autres types d'application en MEB
*Aide au repérage et positionnement du champ MEB,
Contrastes optique complémentaires au MEB,
Observation d'essais in situ autres que micromécaniques,
etc ...*

**Merci de votre
attention**

Annexes

Imagerie aux deux échelles, à différentes contraintes de compression

Observation échelle « macro »

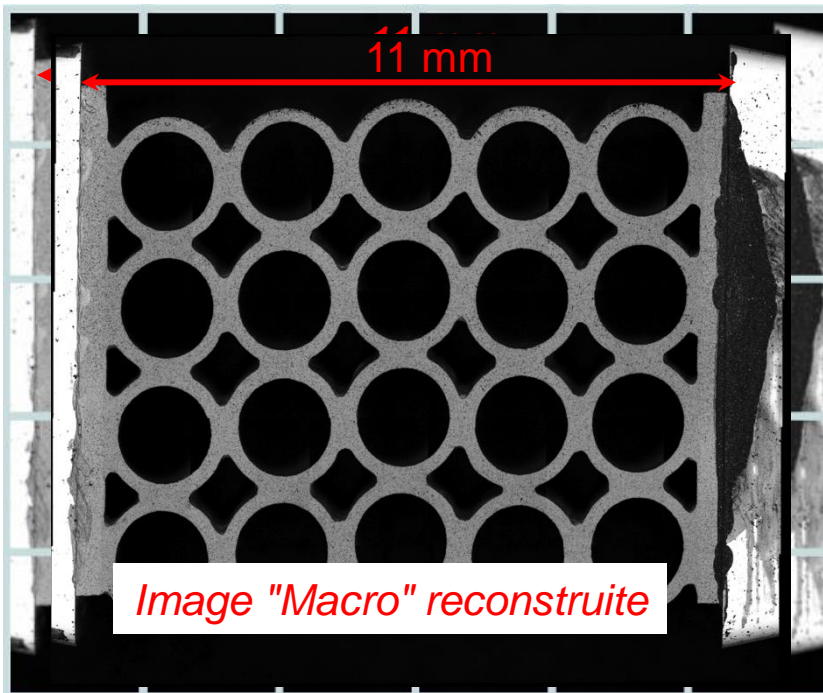


Image "Macro" reconstruite

Acquisition automatique mosaïque (6x4)
images partiellement recouvrantes
(1000x1000 pixels)

Observation échelle « micro »

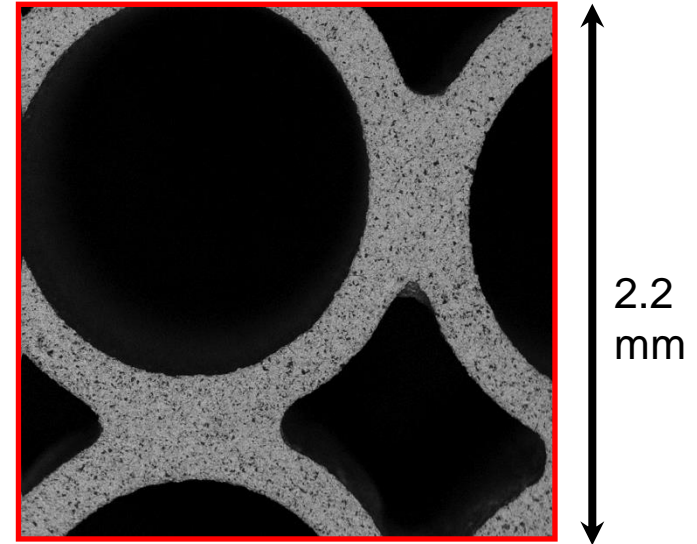
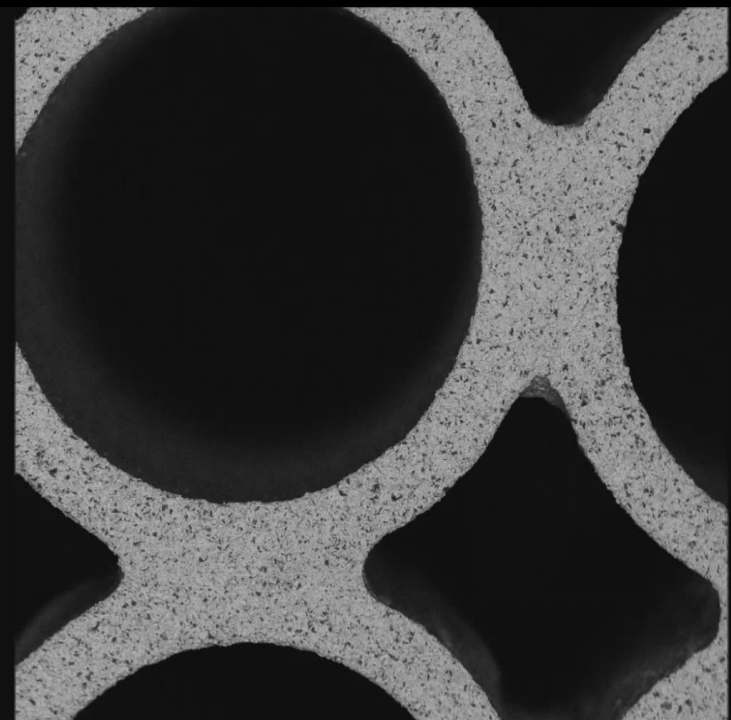
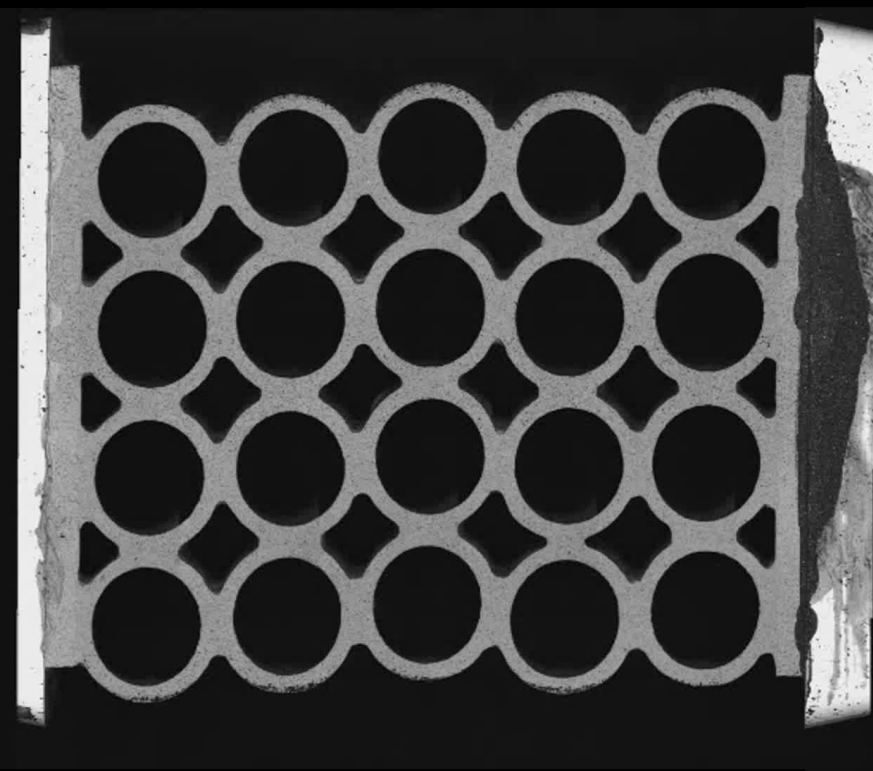


Image MEB Signal BSE d'une
cellule représentative
Résolution : 1000 x 1000 pixels.

Acquisition d'images MEB aux deux échelles, à différentes contraintes de compression

Observation « macro » : **mosaïque** / 200s

Observation « micro » : **1 image** / 10 s



000003 T = 16.30 s F = 34.30 N C = 8.58 MPa DL = 2.0 microns ONERA-Labo MEB

Champs de déplacement/déformation à l'échelle « micro » - **VALIDE**

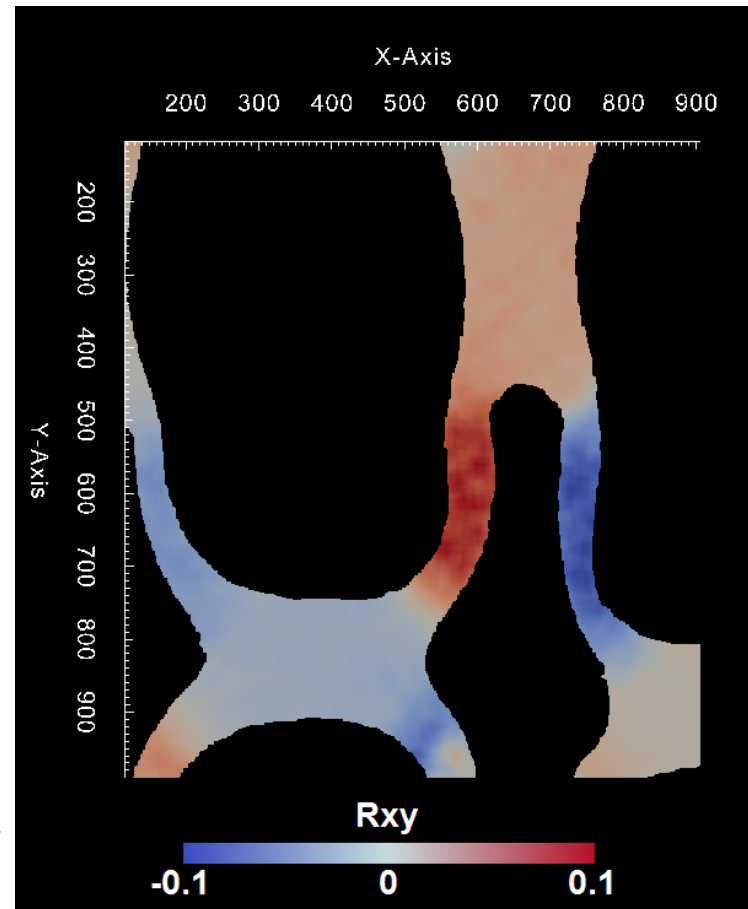
Paire images
à différents taux de contraintes

Calcul par corrélation
des champs de déplacement des pixels

Champs de déformation ϵ_{xx} , ϵ_{yy} , ϵ_{xy}

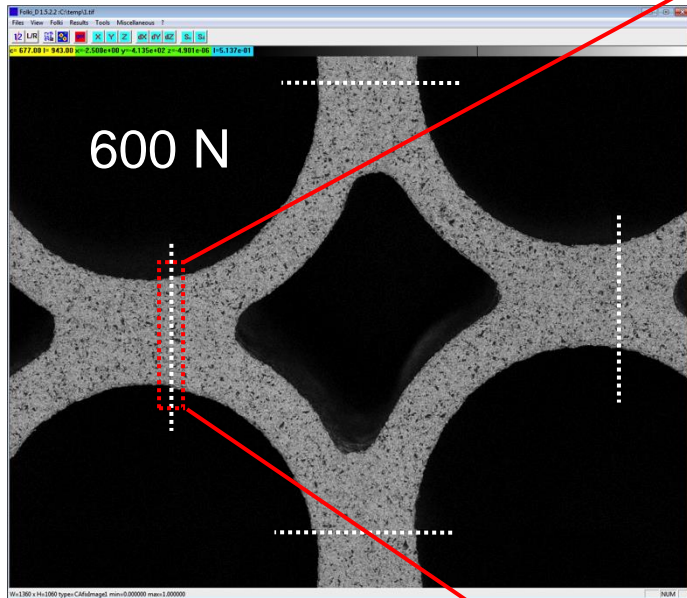
Série de champs de déformation
pour différents stades de
compression

Exemple de la déformation en cisaillement →
à divers taux de compression

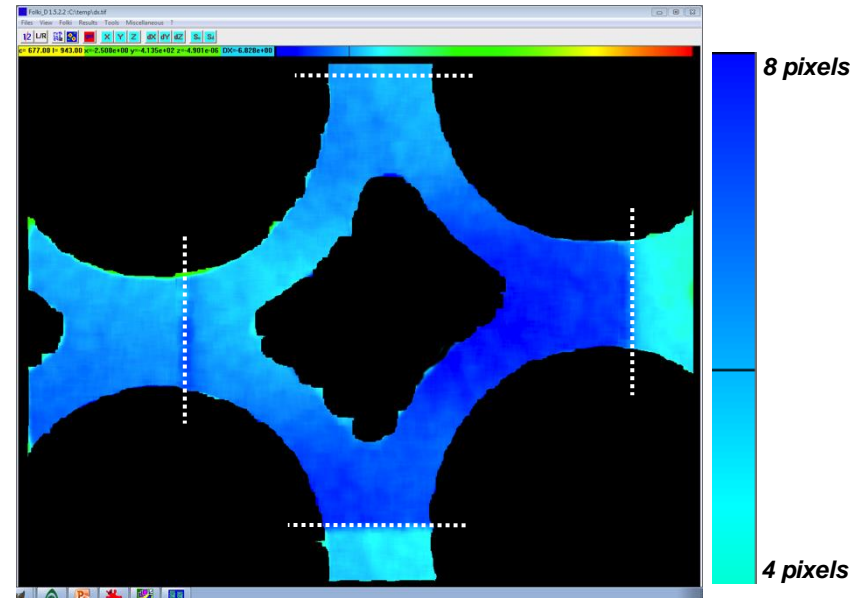
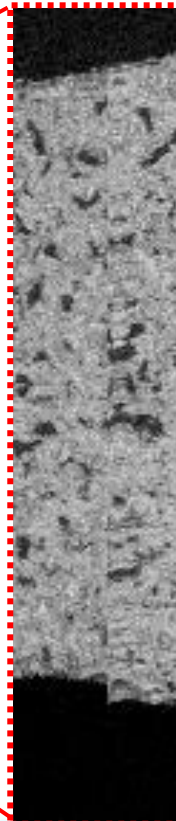


Champs de déplacement/déformation à l'échelle « macro » - **INVALIDE**

Défauts de recollement des Images
→ Image « grand champ » MEB inutilisables
pour calculer des champs de « déplacement » et « déformation ».



Zoom paire images
« grand champ » reconstruites
200 N et 400 N



Artéfacts dans champ de déplacement selon X
entre les 2 images 200 N et 400 N