

Micro-usinage, préparation et cisaillement in-situ d'un monocristal sous MEB-FIB

Thomas Tancogne-Dejean^{1,2}, Eva Héripré^{2,3} et Dirk Mohr^{1,2,4}

¹ICL - Impact and Crashworthiness Lab
Department of Mechanical Engineering, MIT, USA

²LMS – Laboratoire de Mécanique des Solides,
Ecole polytechnique, France

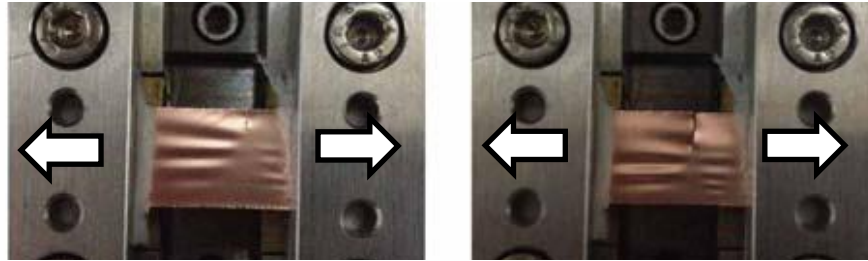
³MSSMAT – Laboratoire de Mécanique des Sols, Structures et Matériaux,
Ecole Centrale Paris, France

⁴MAVT - Department of Mechanical and Process Engineering,
ETH Zürich, Switzerland

- Etude de la rupture des feuilles métalliques minces ($\approx 10 - 50\mu\text{m}$)
Ex: collecteur batteries Lithium-Ion (anode Cu $\approx 9\mu\text{m}$, cathode Al $\approx 15\mu\text{m}$)
- Etude de la rupture en cisaillement de monocristaux à l'échelle micrométrique
- Calibration des lois de plasticité cristalline par mesure directe

Etude des feuilles métalliques minces ($\approx 10 - 50\mu\text{m}$)

collecteur batteries Lithium-Ion (anode Cu $\approx 9\mu\text{m}$, cathode Al $\approx 15\mu\text{m}$)



Amiri S. et al. (2015). Investigation of the mechanical behaviour of lithium-ion batteries by an indentation technique.

 Flambement des échantillons

Solution: Réduction de la taille de l'éprouvette



Bonatti C., & Mohr D. (2015). Anisotropic Viscoplasticity and Fracture of Fine Grained Metallic Aluminum Foil used in Li-ion Batteries

Analyse du comportement en cisaillement sur monocristal

- Observation d'un essai 3D de torsion pure compliqué au MEB

➔ **Cisaillement dans le plan**

- Obtention d'une rupture par cisaillement

➔ Echantillon retenu: **smiley shear test**

- Intérêt de la déformation locale, nécessité d'utiliser la

Corrélation d'Images Numériques

Objectif :

- Cisaillement dans le plan
- Echantillon de taille réduite

Echantillon retenu: **smiley shear test**

(Roth, C. C., & Mohr, D. (2015). Ductile Fracture Experiments with Locally Proportional Loading Histories. Int. J. of Plasticity.)

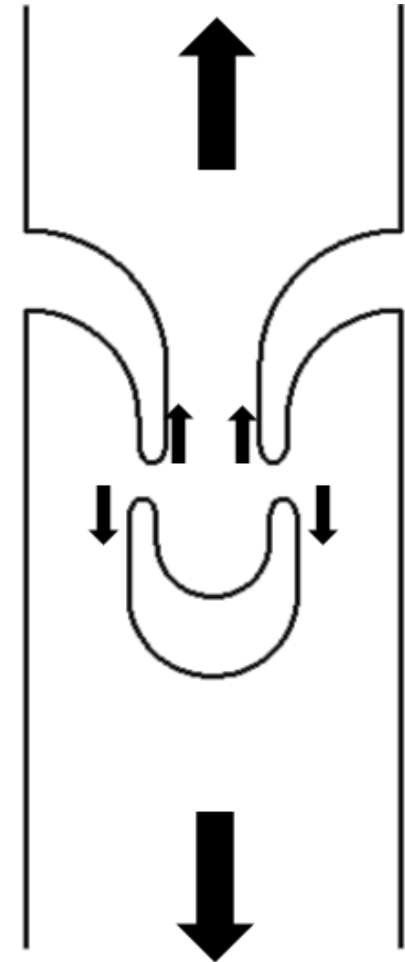


Objectif :

- Cisaillement dans le plan
- Echantillon de taille réduite

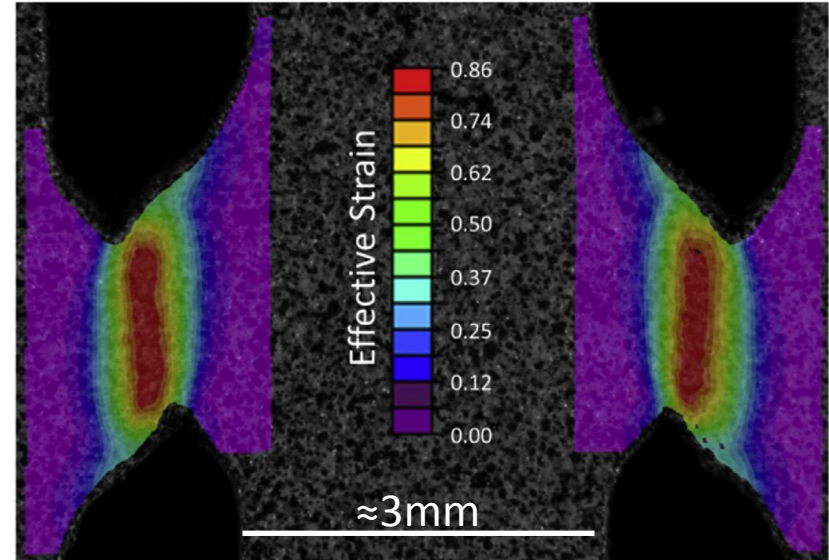
Echantillon retenu: **smiley shear test**

(Roth, C. C., & Mohr, D. (2015). Ductile Fracture Experiments with Locally Proportional Loading Histories. Int. J. of Plasticity.)



Objectif :

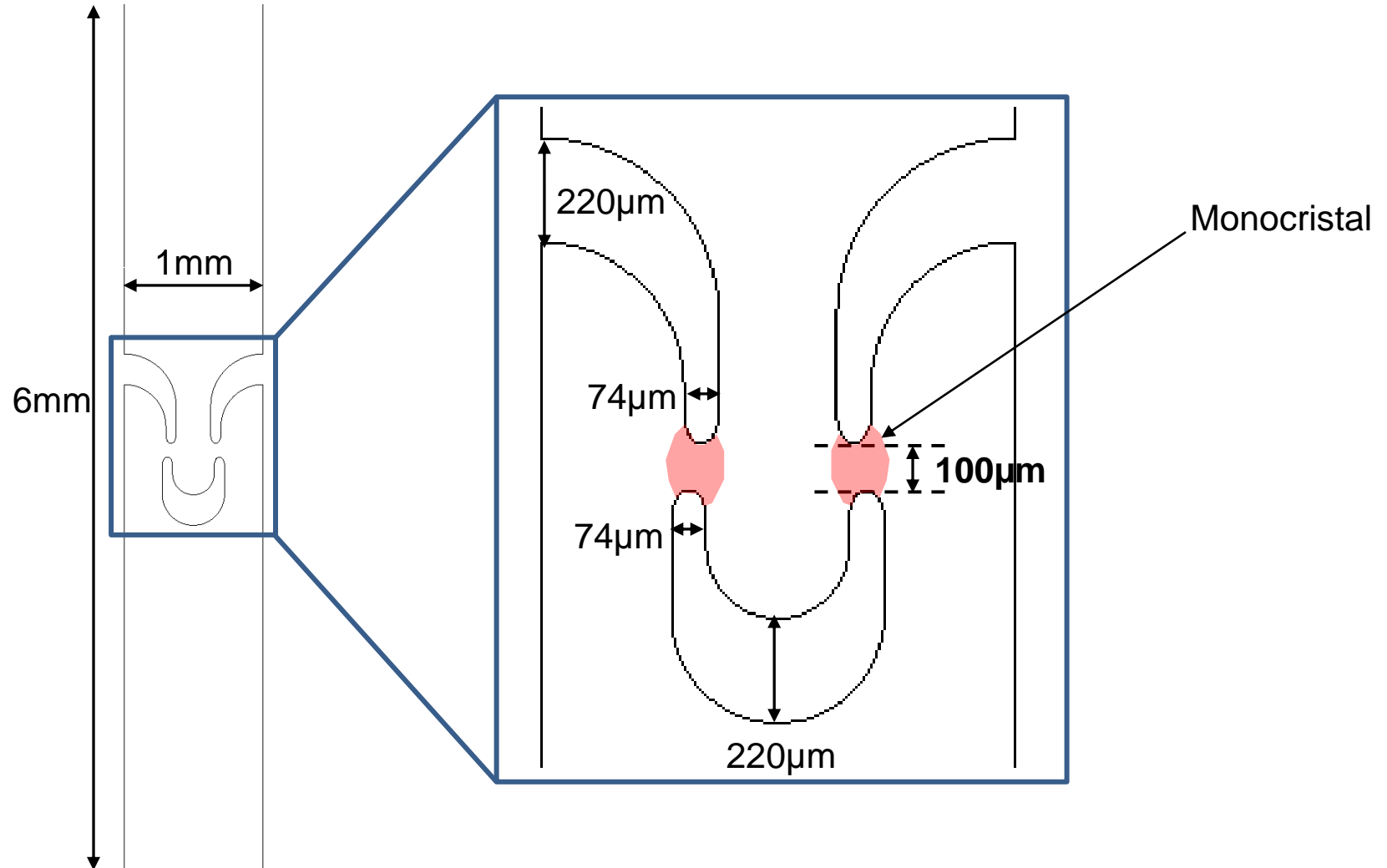
- Cisaillement dans le plan
- Echantillon de taille réduite



Roth, C. C., & Mohr, D. (2015)

Echantillon retenu: **smiley shear test**

(Roth, C. C., & Mohr, D. (2015). *Ductile Fracture Experiments with Locally Proportional Loading Histories*. *Int. J. of Plasticity*.)

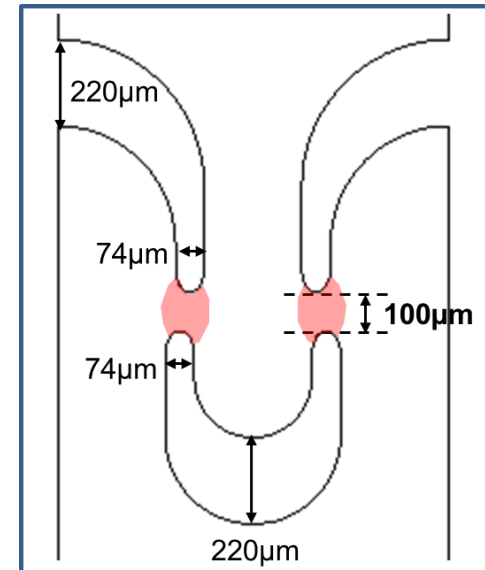


Problématiques:

- Haute précision de découpe nécessaire
(Initiation de la rupture)
- Application d'une grille/mouchetis
- **Manipulation des échantillons très difficile, à limiter**

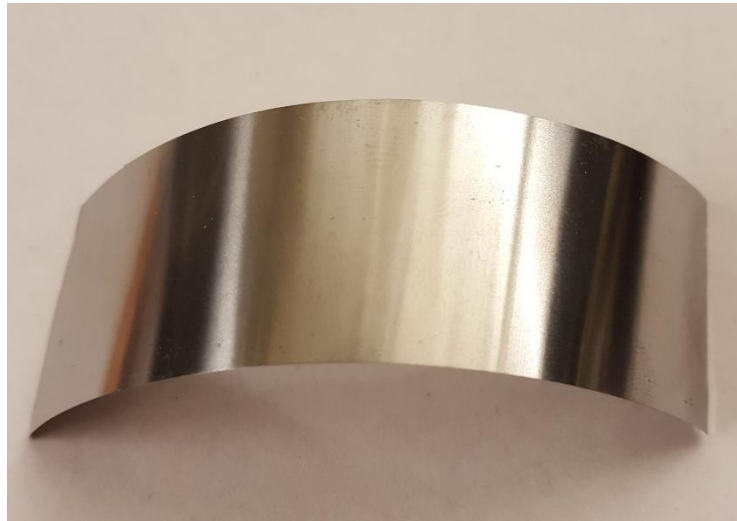
➔ Utilisation du MEB/FIB

- *Obtenir un monocristal dans l'épaisseur de la feuille*
- *Obtenir un monocristal dans la zone utile*

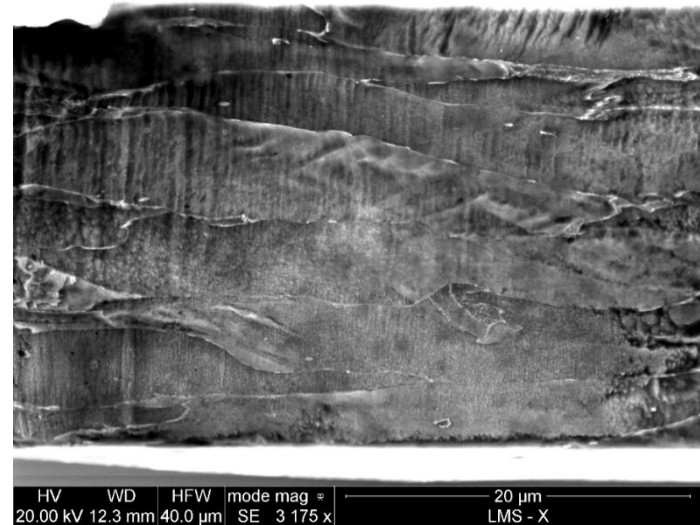


Matériau de l'étude

- Acier faiblement allié : $[C]=0.001$
- Feuille laminée de $25\mu\text{m}$ d'épaisseur
- Plusieurs cristaux présents dans l'épaisseur à cause du laminage

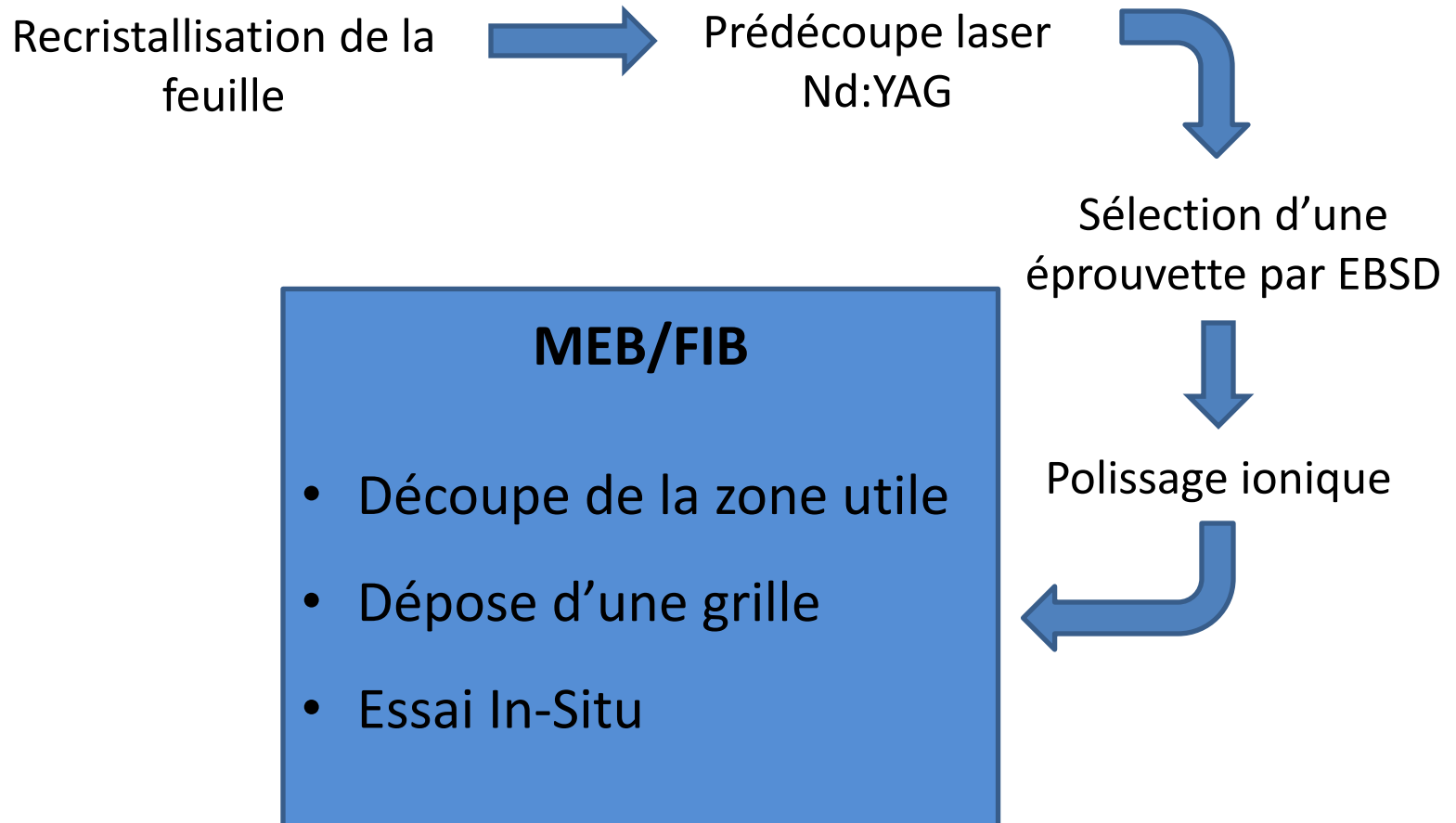


Etat initial



Epaisseur (polissage ionique + Nital)

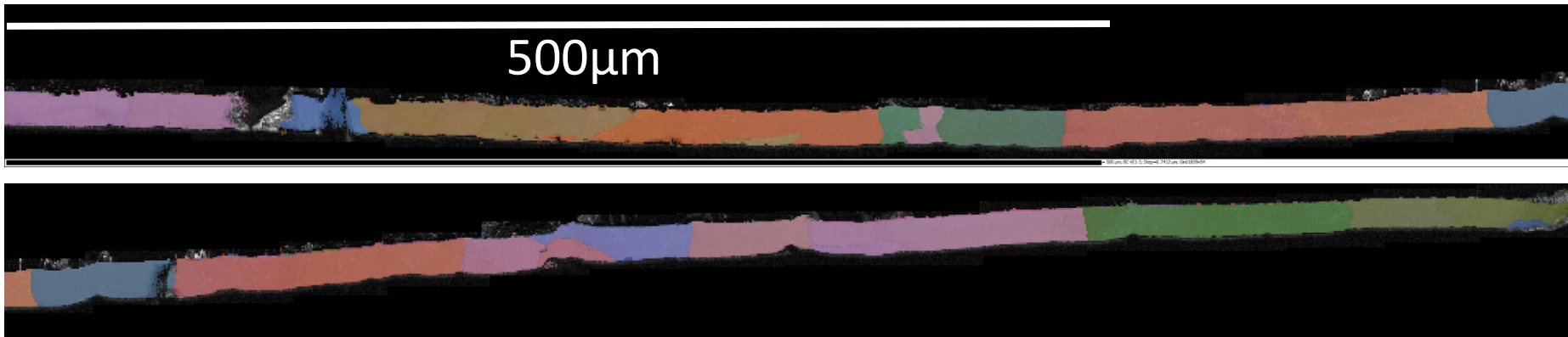
Processus de fabrication



Objectif: obtenir un cristal dans l'épaisseur

- Recristallisation sous vide pendant 8h à 1100°C

Polissage de la section au polisseur ionique (*Gatan PECS II cross section mode*) et vérification par EBSD sur la section polie au polisseur ionique sur 1.3mm



EBSD dans l'épaisseur (après polissage ionique), FEI Quanta

Remerciement : Alexandre Tanguy, Simon Hallais (Sésame 2007)

Objectif: Découpe rapide de nombreuses éprouvettes

- Création d'une zone thermiquement affectée $\approx 100\mu m$ (Laser Nd:YAG)
- Découpe de plusieurs éprouvettes plutôt que de repérer la position d'une éprouvette



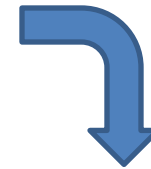
Visualisation de la zone thermiquement affectée (MEB mode SE)

Processus de fabrication

Recristallisation de la
feuille



Prédécoupe laser
Nd:YAG



Sélection d'une
éprouvette par EBSD



Polissage ionique

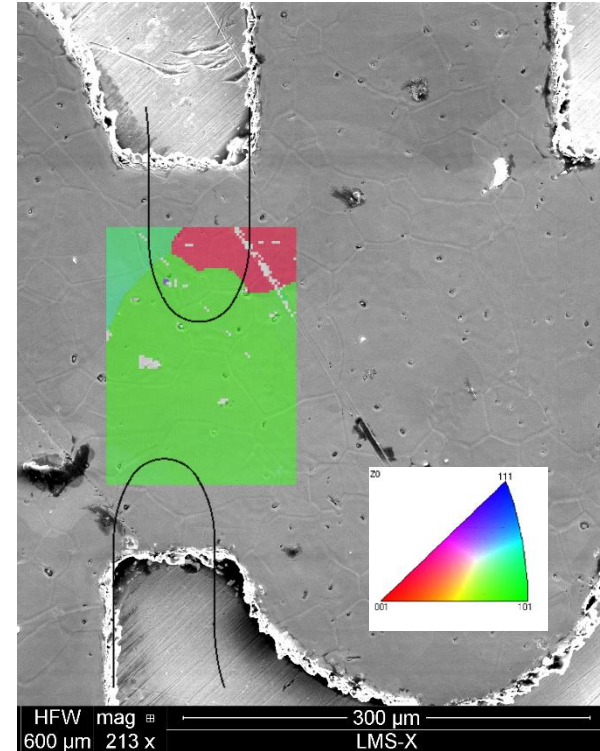


MEB/FIB

- Découpe de la zone utile
- Dépose d'une grille
- Essai In-Situ

Objectif: trouver un échantillon avec un monocristal dans la zone utile

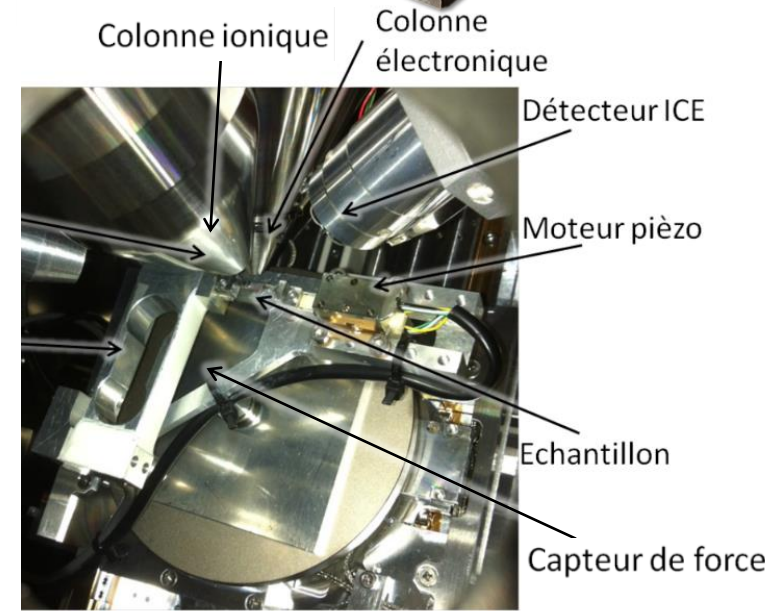
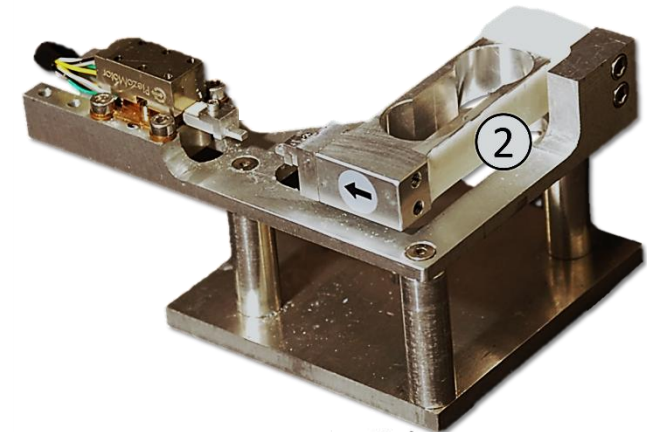
- EBSD rapide (4min) dans chaque zone utile (140 μ m \times 180 μ m, pas 2 μ m)
- 8 échantillons sont insérés simultanément dans le MEB
- Chaque échantillon est collé à la laque d'argent sur un support métallique pour limiter les manipulations (soluble à l'acétone)



*EBSD sur la zone utile
(MEB SE)*

Machine de traction in-situ

- Cadre en aluminium (léger, non magnétique)
- Possibilité de travailler sous faisceau ionique et EBSD (*Helios 660 Nanolab*)
- Cellule de force 20N
- Moteur piézoélectrique
- Echantillon collé sur des supports (colle à jauge)

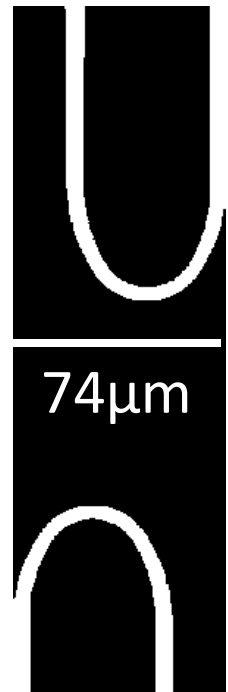


Développement : Erik Guimbretière, Vincent de Greef

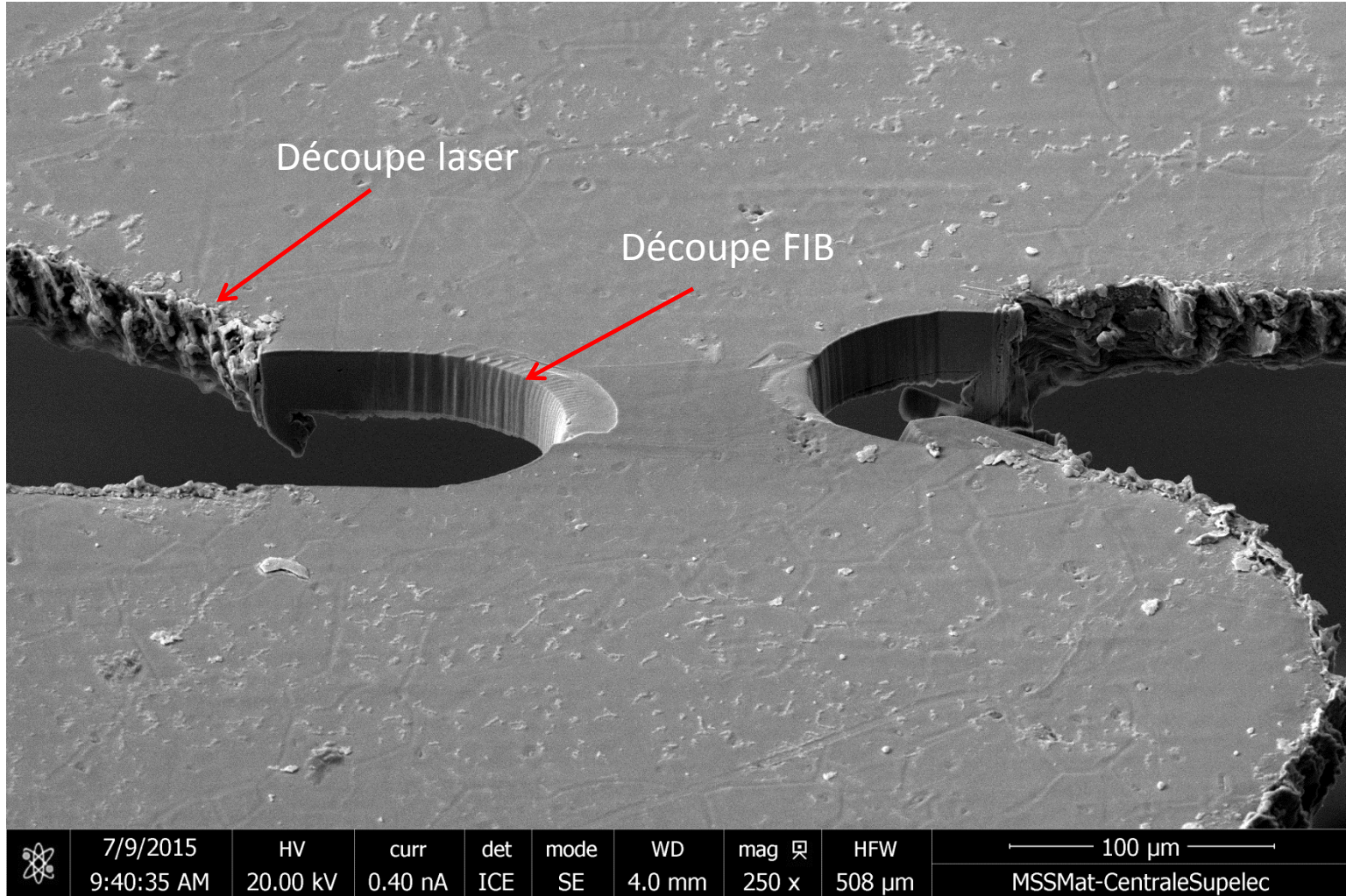
Machine de traction sous la colonne ionique

Objectif: retirer la zone thermiquement affectée et obtenir la précision de découpe nécessaire

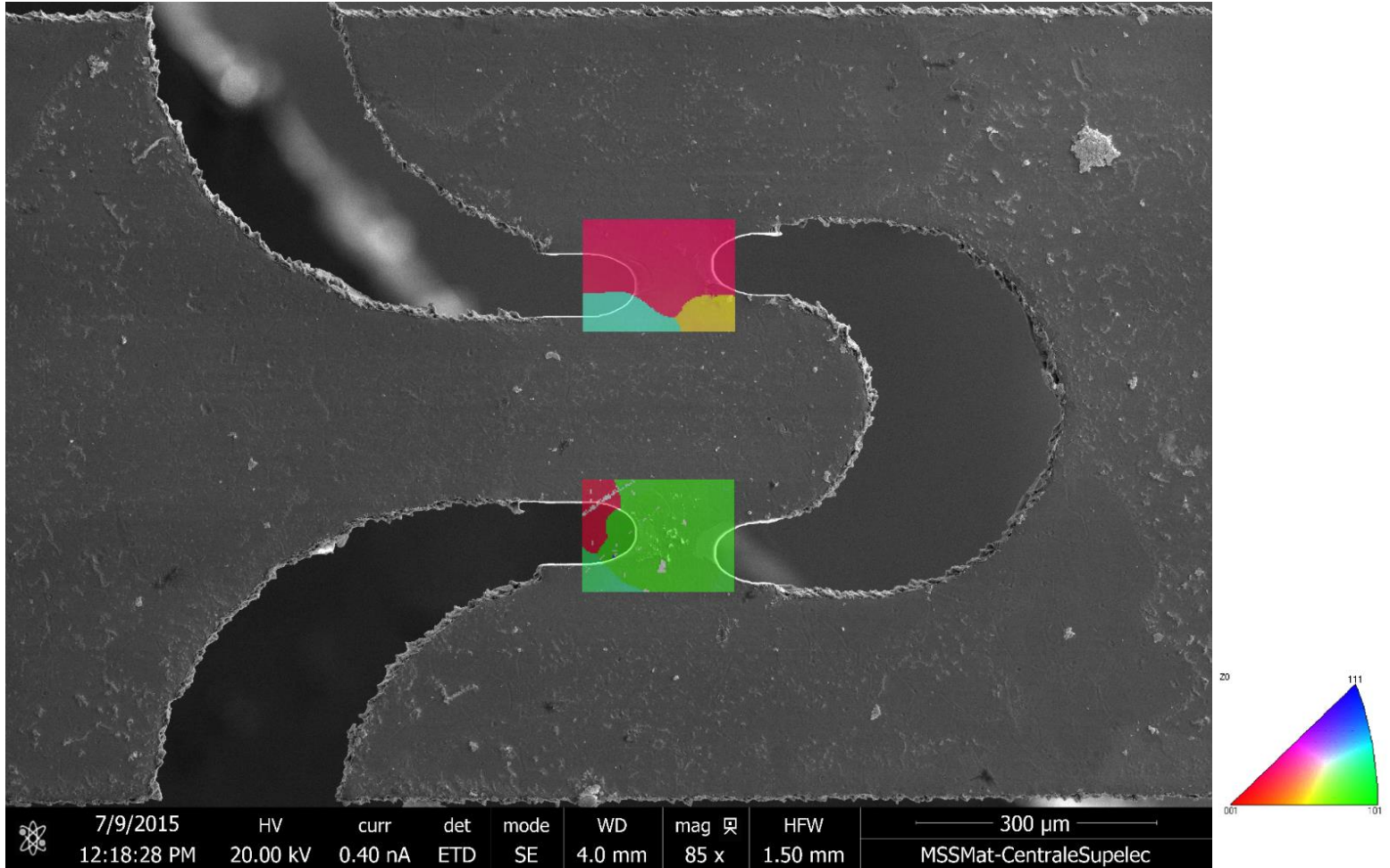
- Directement sur la machine de traction
- Uniquement le contour (image N&B 24bits)
- Paramètres de découpe:
 - $I=65\text{nA}$
 - Temps total de découpe : **12h30**



*Schéma de
découpe*



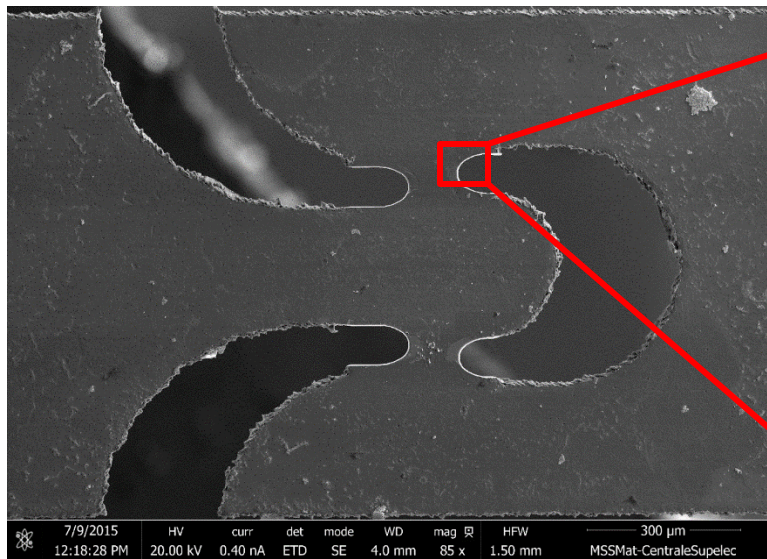
Echantillon après découpe



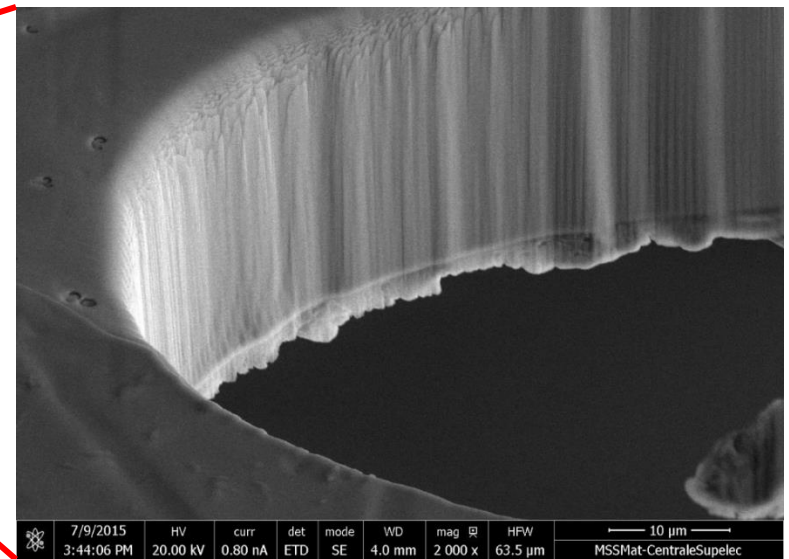
Echantillon après découpe

Découpe au faisceau ionique

- Bonne précision de découpe, effet rideau
- Paramètres de découpe: $I=65\text{nA}$

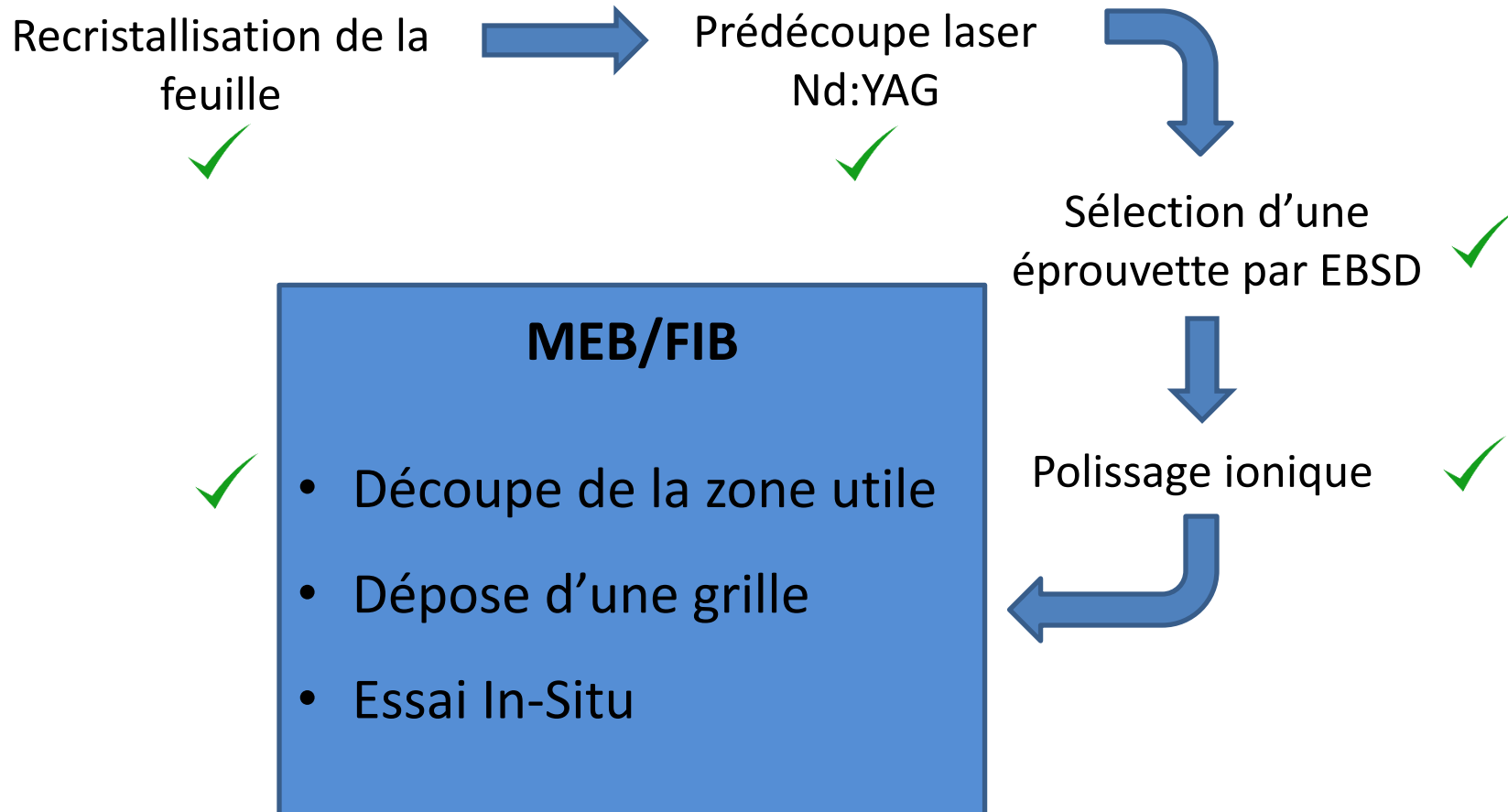


Echantillon après découpe

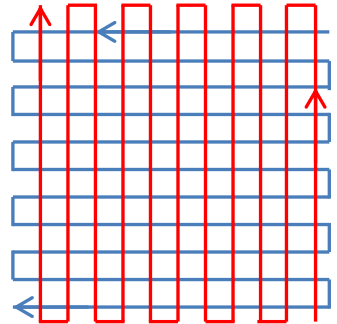


Bord de découpe

Processus de fabrication

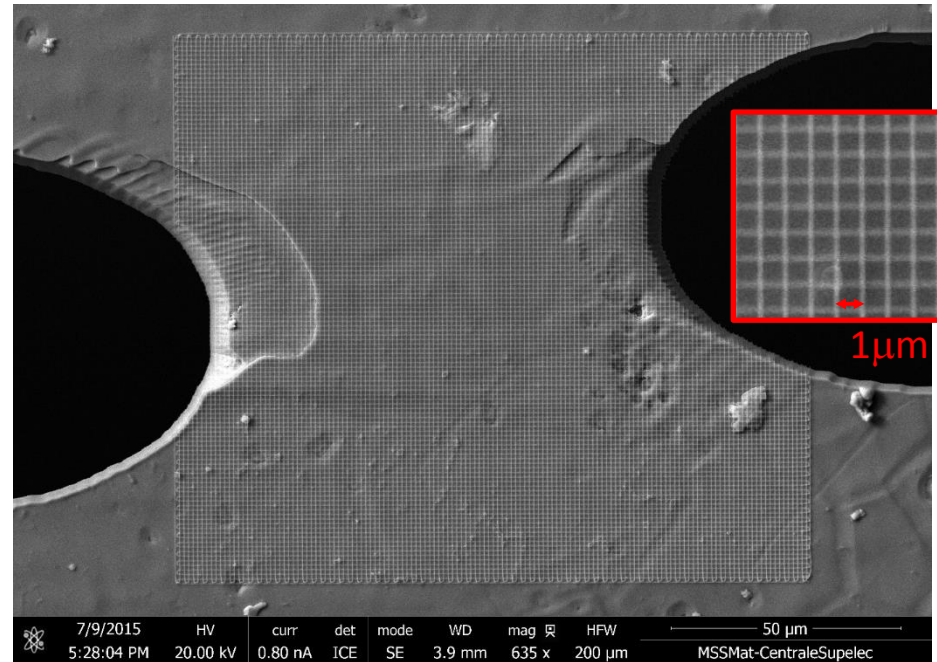


Objectif: déposer une micro-grille pour suivre la déformation du cristal



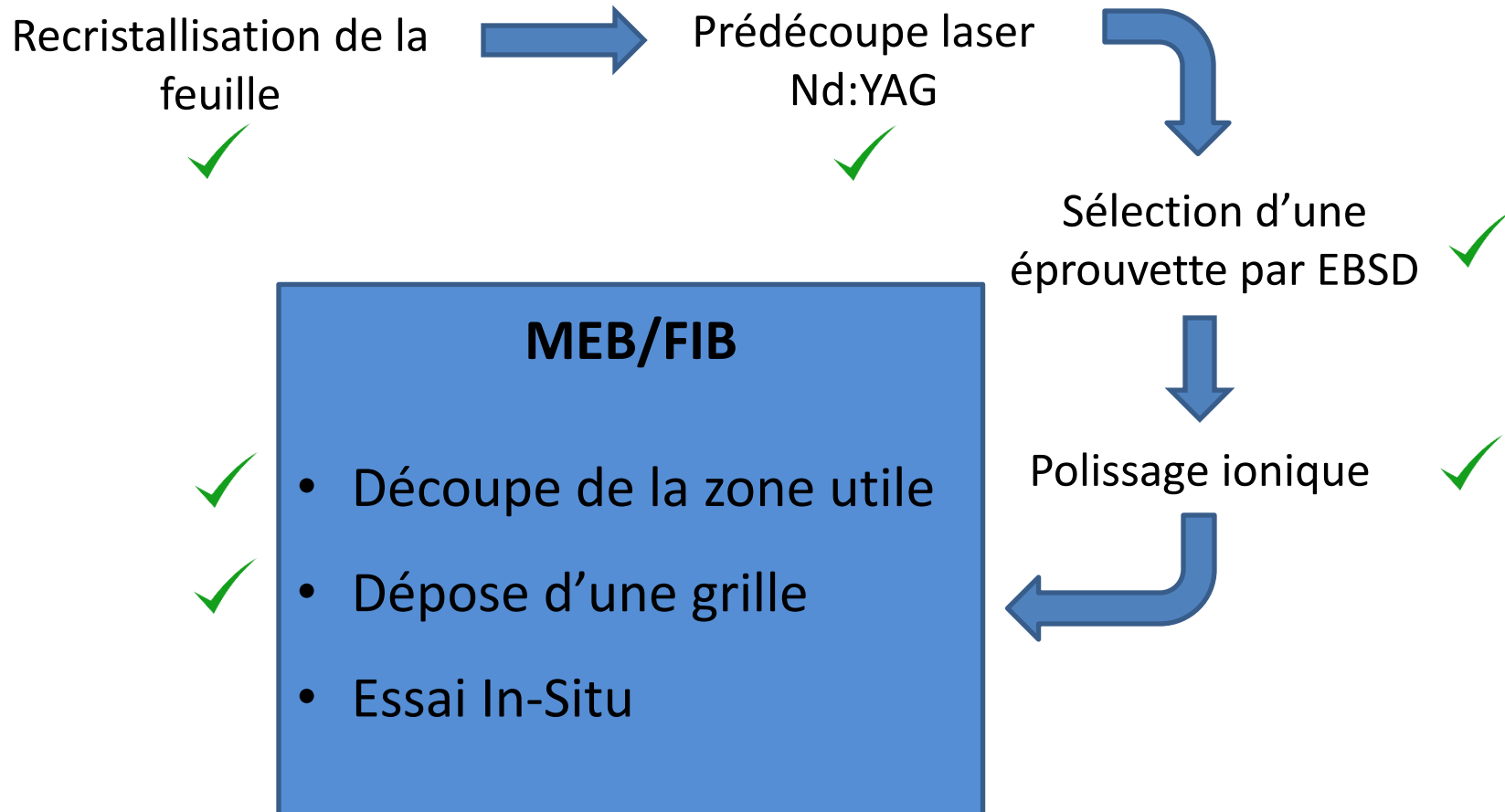
- Micro-grille de platine déposée sous faisceau ionique
- Paramètres de dépose:
 - Defocus: 0%
 - Overlap: -1000%
 - Current 0.79nA
 - Serpentine
 - Step size: 1 μ m
 - Layer height: 0.01 μ m

– Temps de dépose: 1h30 par côté



Grille sur l'échantillon

Processus de fabrication

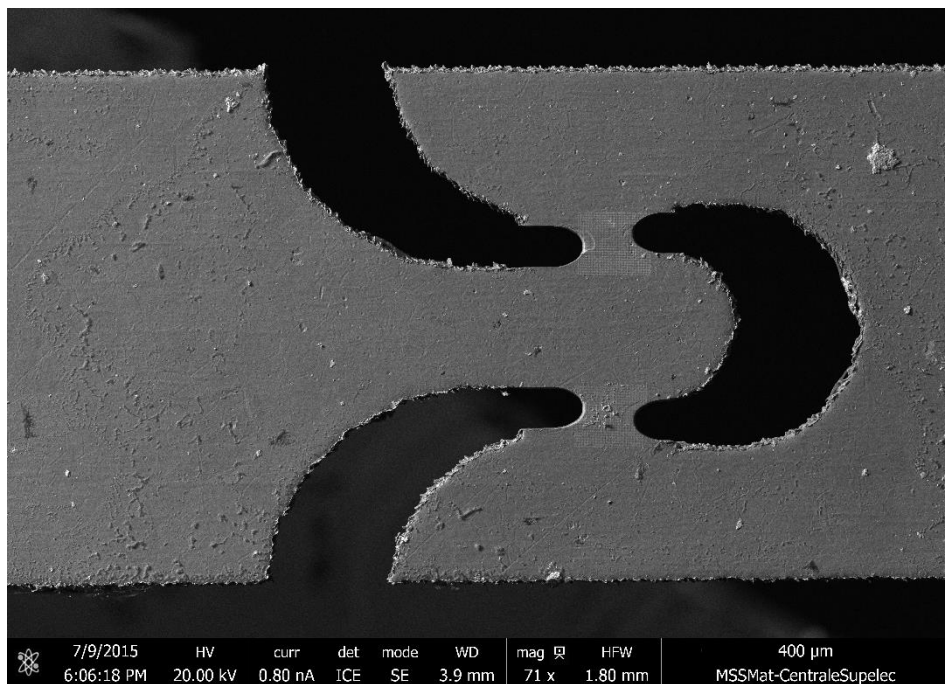


Objectif: appliquer un chargement et suivre la déformation locale et globale de l'éprouvette (jusqu'à rupture)

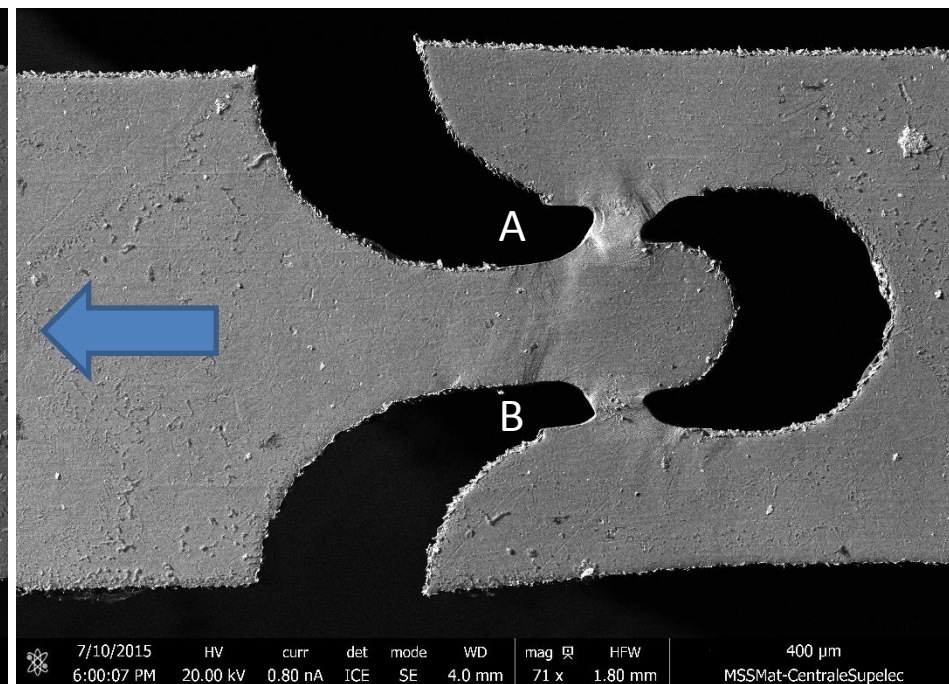
- Vitesse de chargement: $0.5 \mu\text{m/s}$
- Etape tous les 5, 10, $20 \mu\text{m}$ de chargements
- 18 étapes au total: jusqu'à 0.23mm de déplacement global
- Acquisition de 3 images par étape: globale, deux zones utiles
 - Résolution : 6144×4415 pixels ($30\text{px}/\mu\text{m}$ local, $3.4\text{px}/\mu\text{m}$)
 - Dwell time: $5 \mu\text{s}$

 3 images de 2min30

Déformation macroscopique

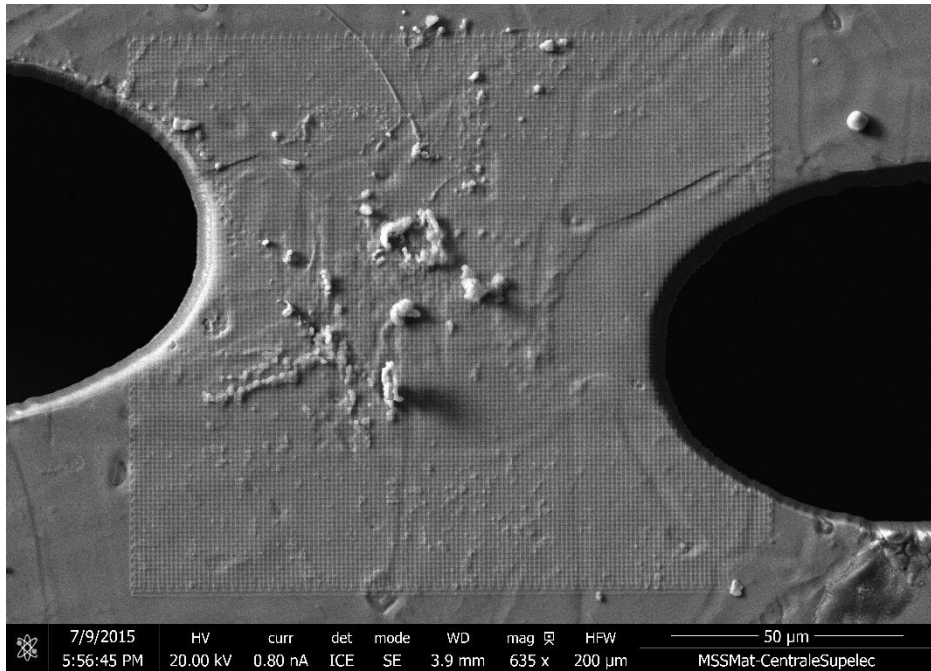


Echantillon non déformé

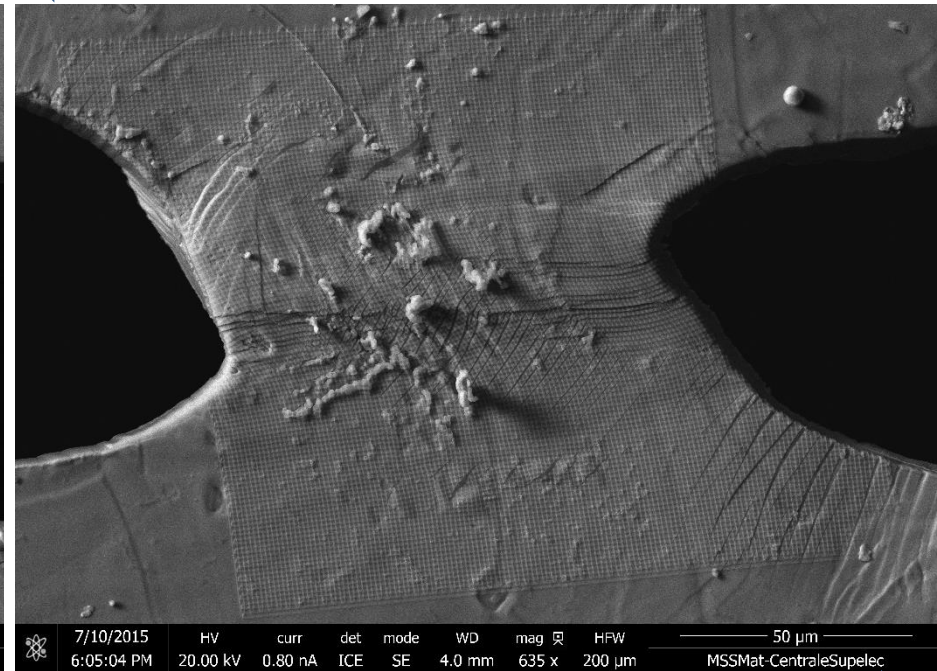


Déformation à l'étape 16

Ligament gauche (B)



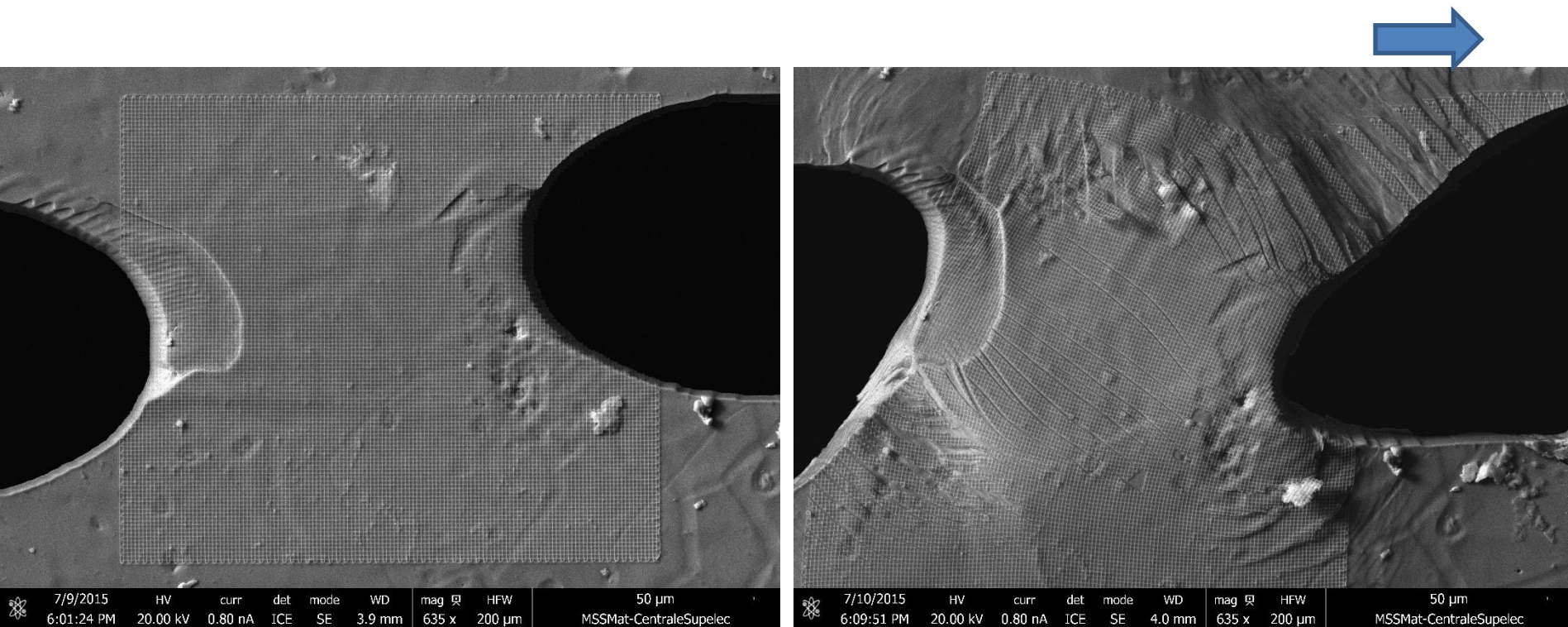
Echantillon non déformé



Déformation à l'étape 16



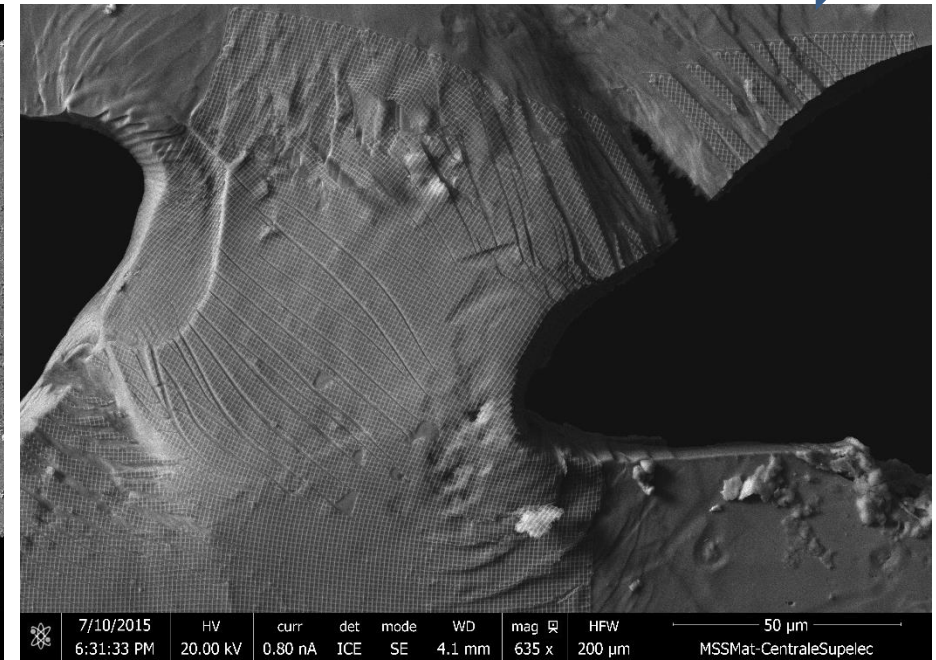
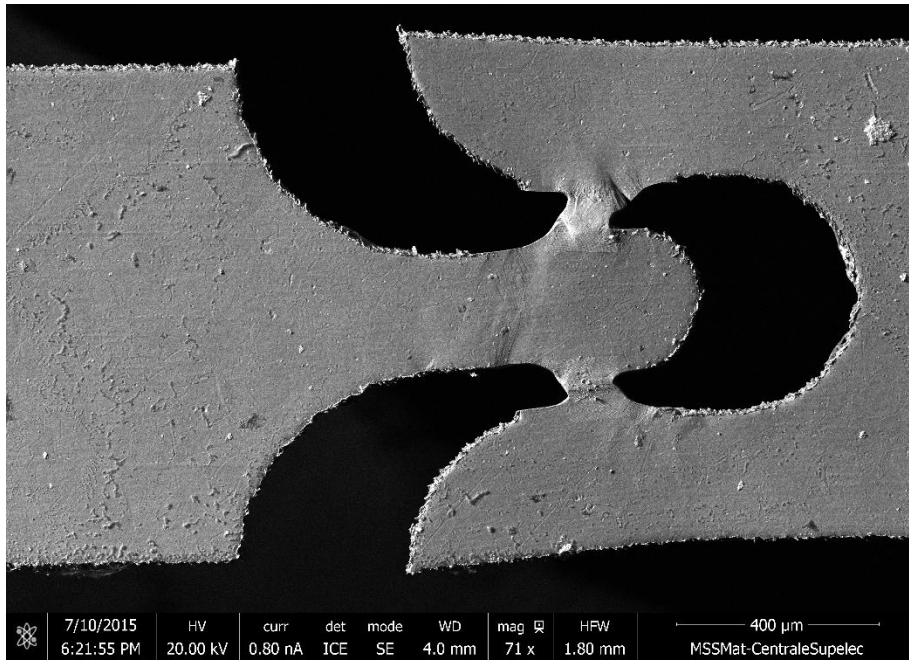
Ligament droit (A)



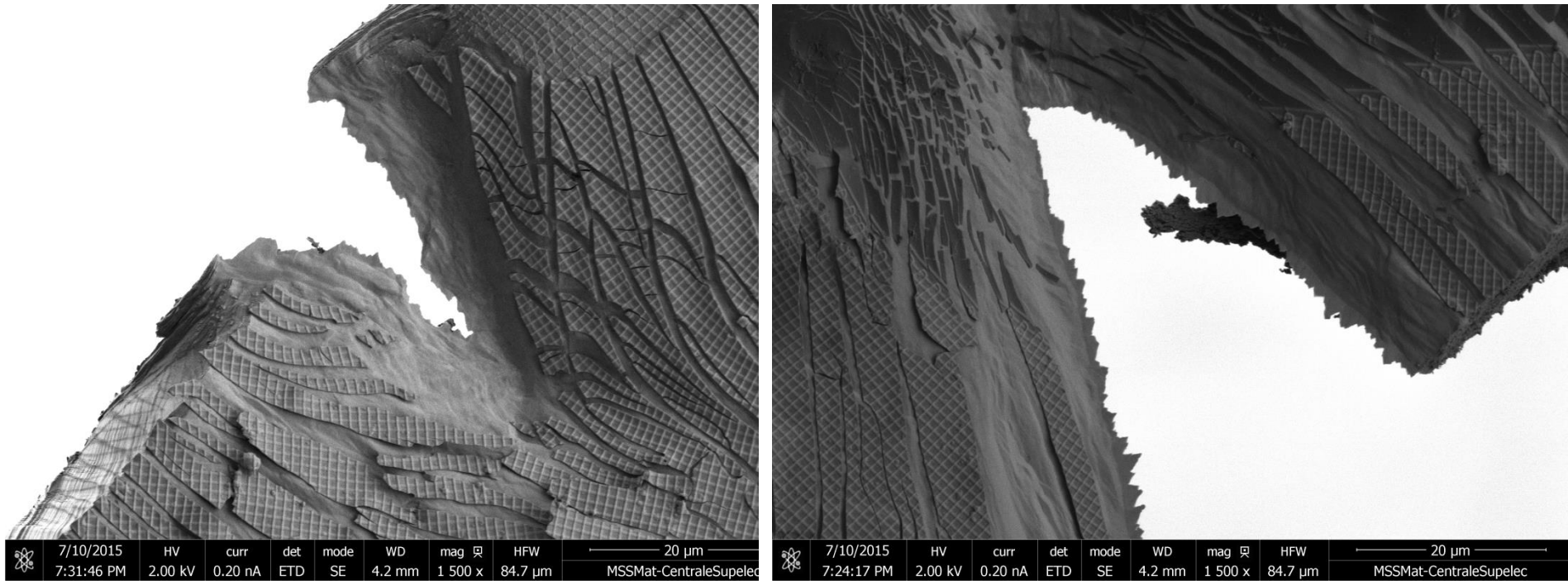
Echantillon non déformé

Déformation à l'étape 16

Rupture

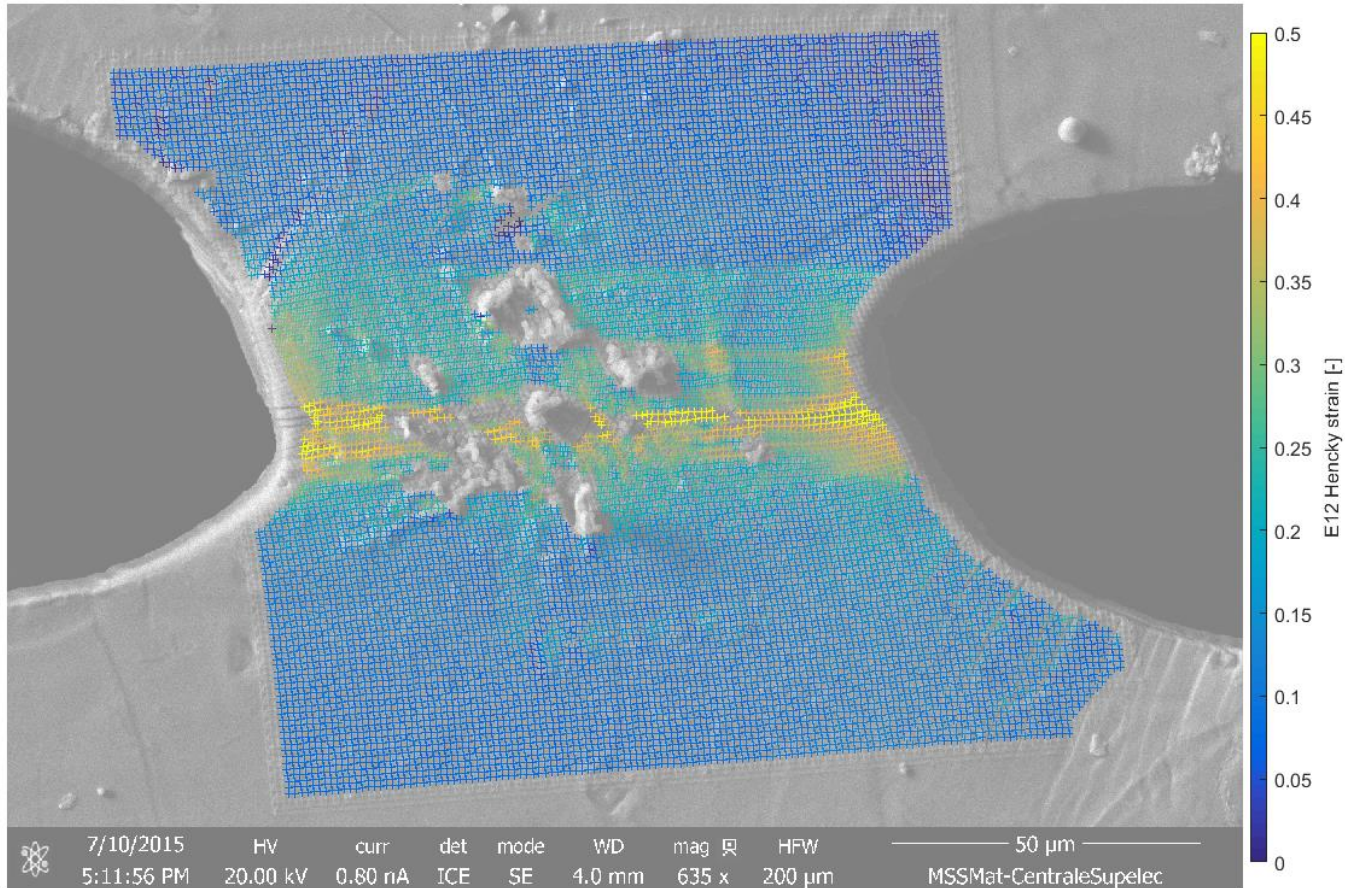


Rupture



Images basses tension des ruptures

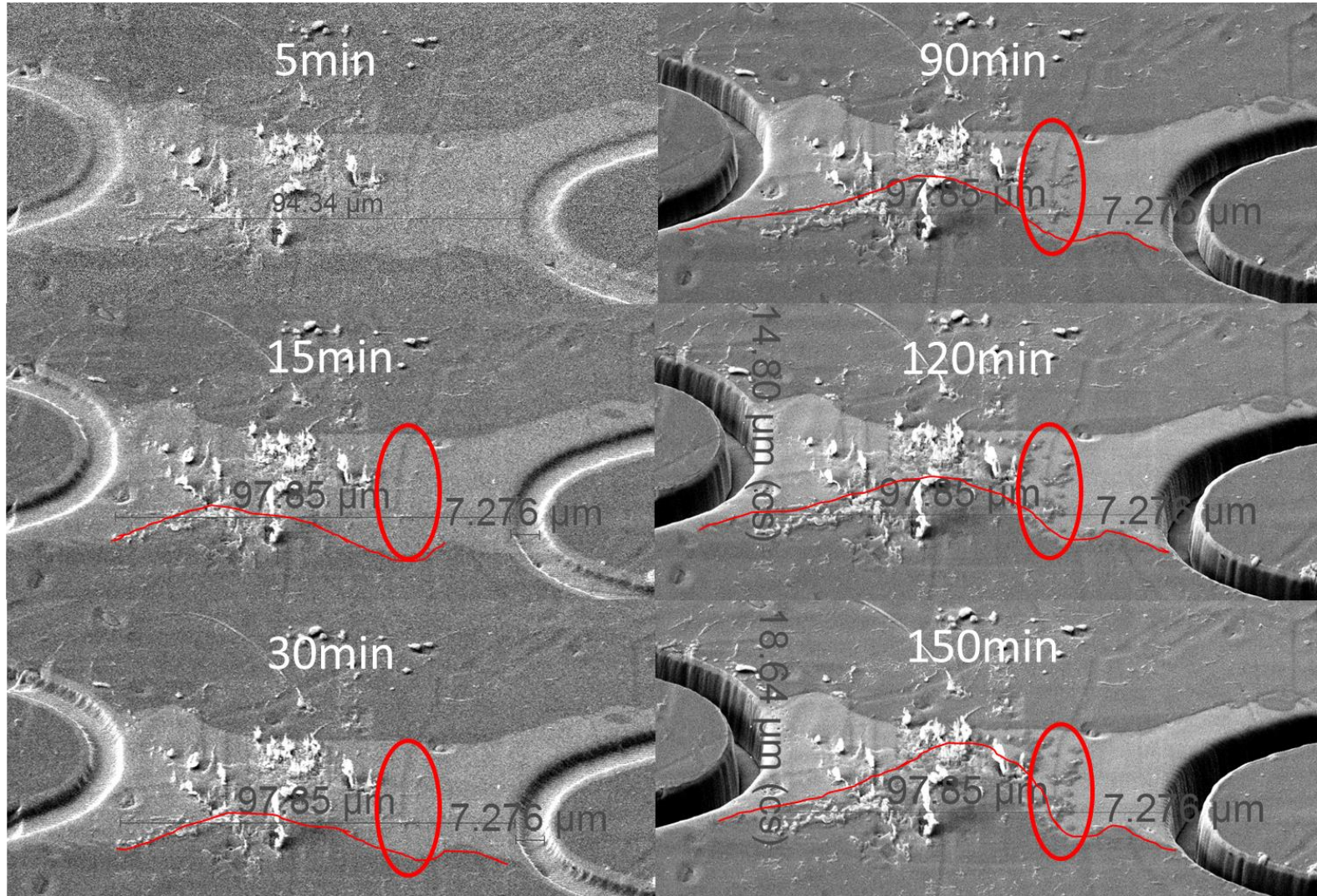
Corrélation d'image numérique (CorrelManuV)



Déformation à l'étape 15 sur le ligament gauche

- Essai de cisaillement sur un monocristal à l'échelle micrométrique
- Découpe précise d'un échantillon au faisceau ionique
- Dépose d'une micro-grille platine au faisceau ionique
- Essai in-situ
- Manipulations de l'échantillon limitée au minimum par la versatilité du MEB/FIB
- Explication de la couche fragile en surface ?

Couche fragile en surface



Back up slides

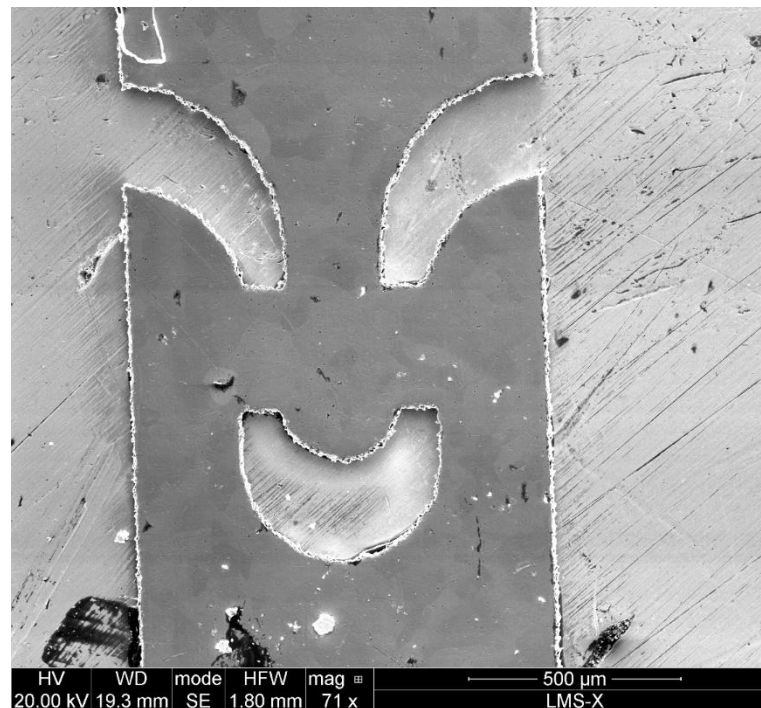
Contexte

Smiley cut. Part I: laser cut



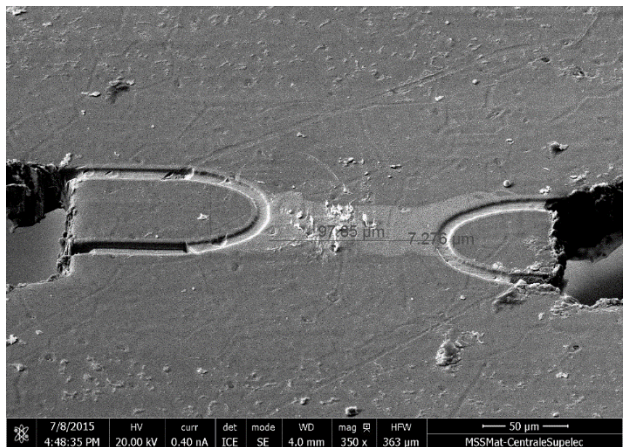
Heat affected zone

Cutting time < 1min

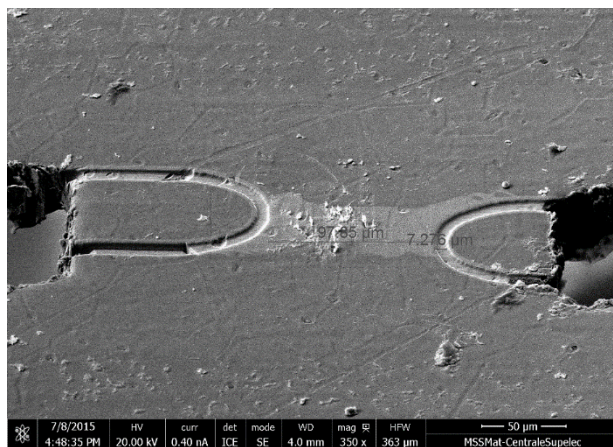


Different sample

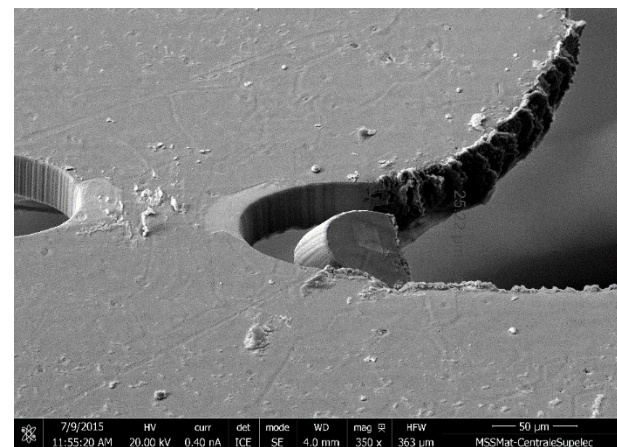
Smiley cut. Part II Focused Ion Beam



15min

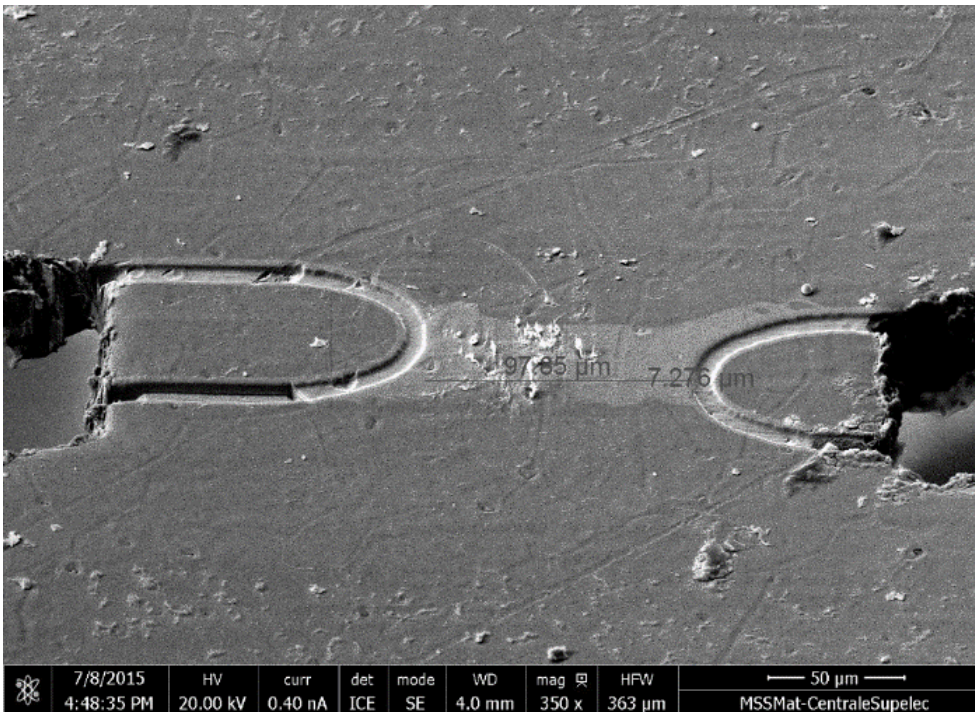


30min

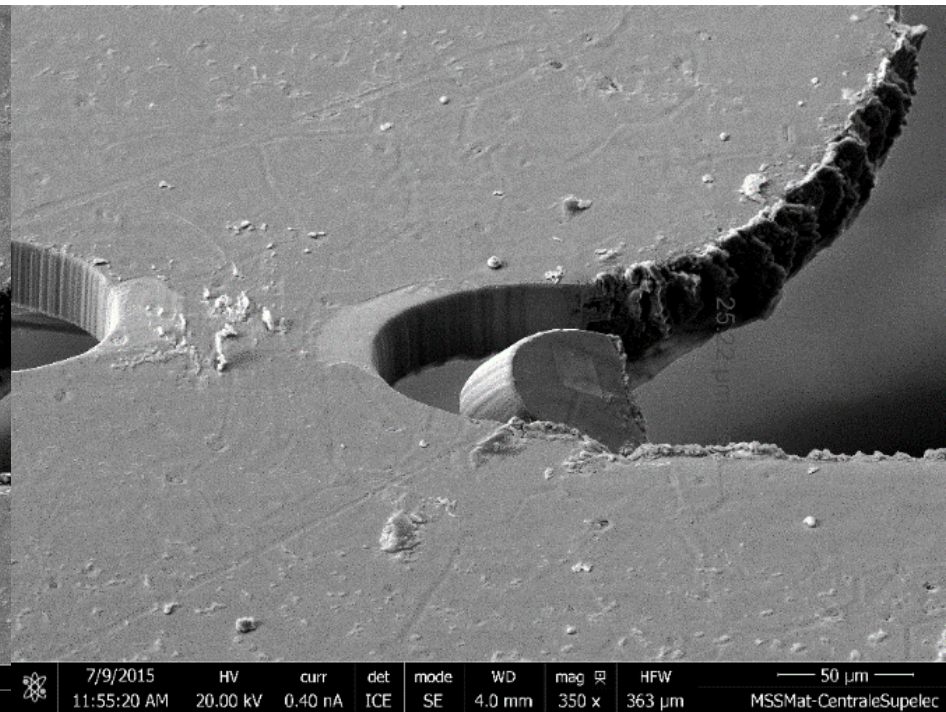


7h30

Smiley cut. Part II Focused Ion Beam

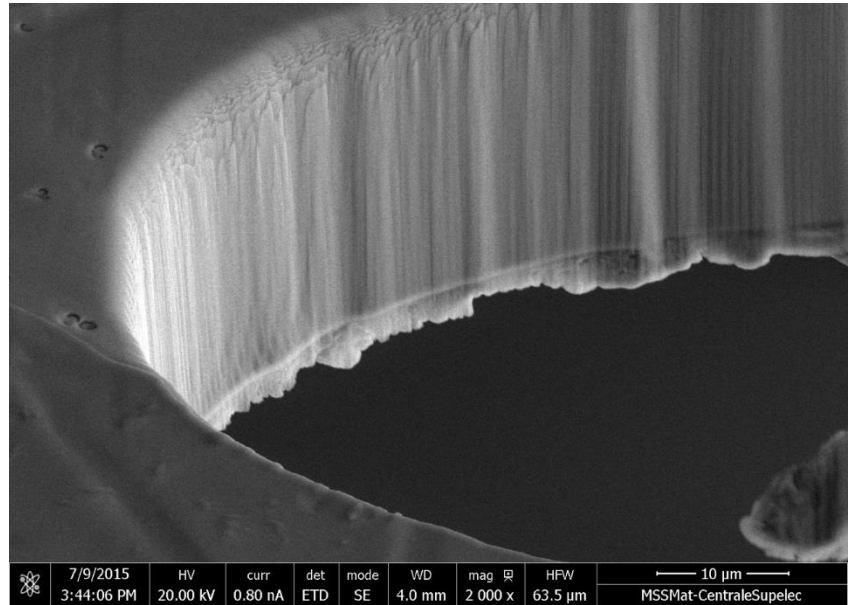
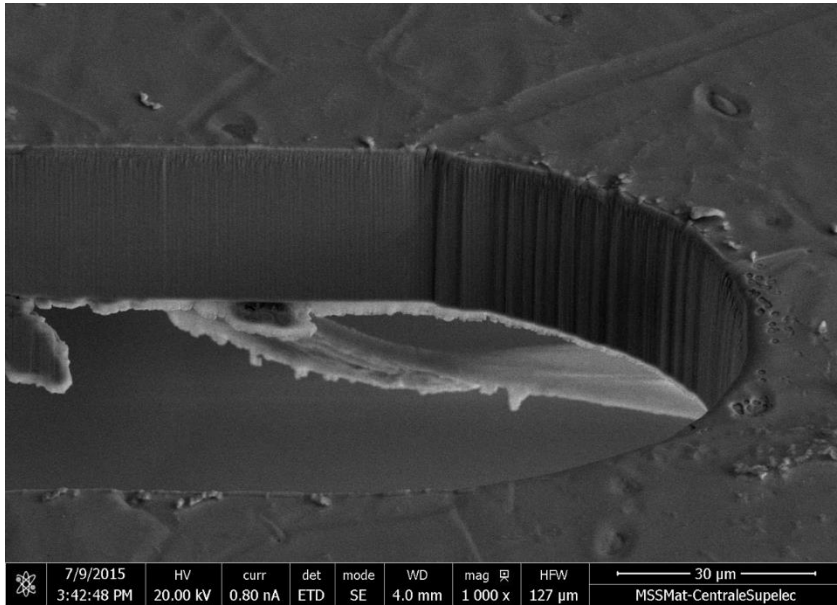


15min

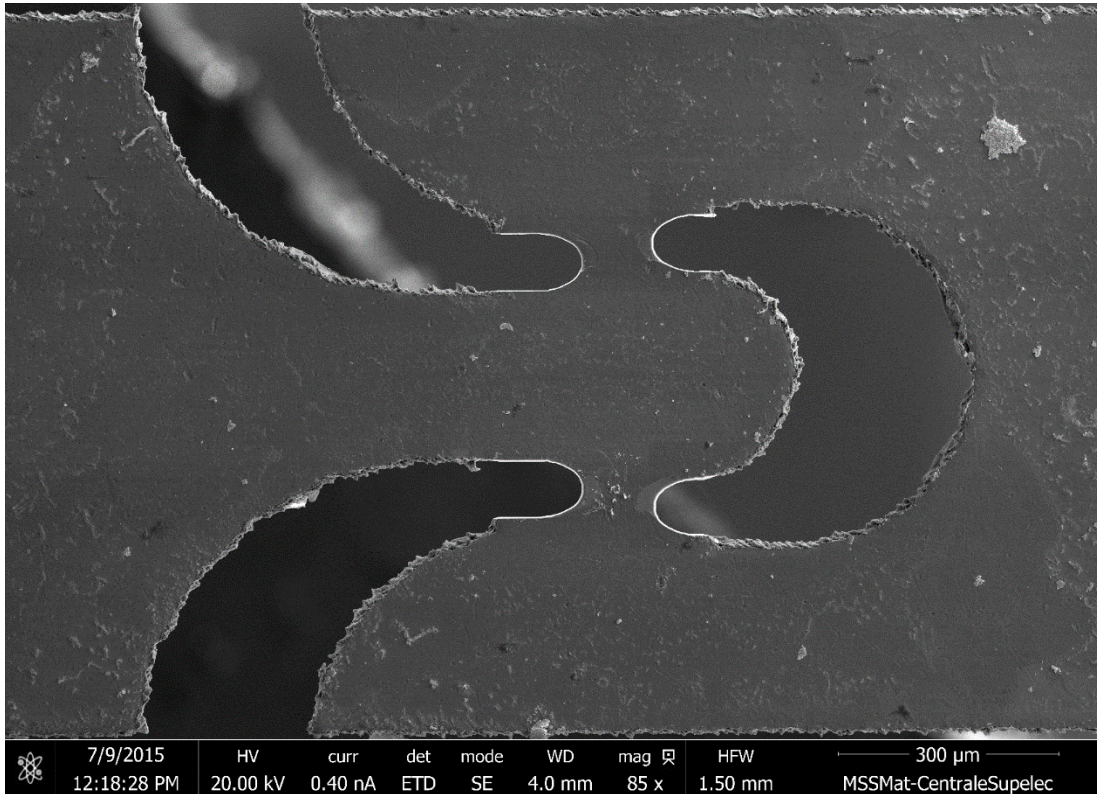


7h30

Smiley cut. Part II Focused Ion Beam



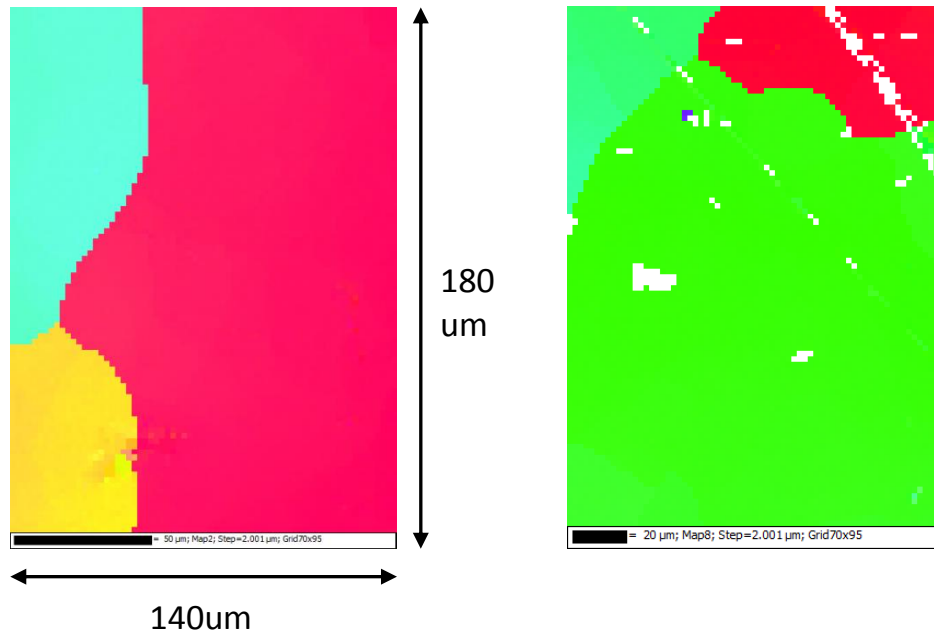
Smiley cut. Part II Focused Ion Beam

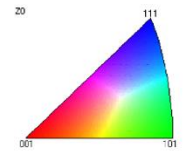
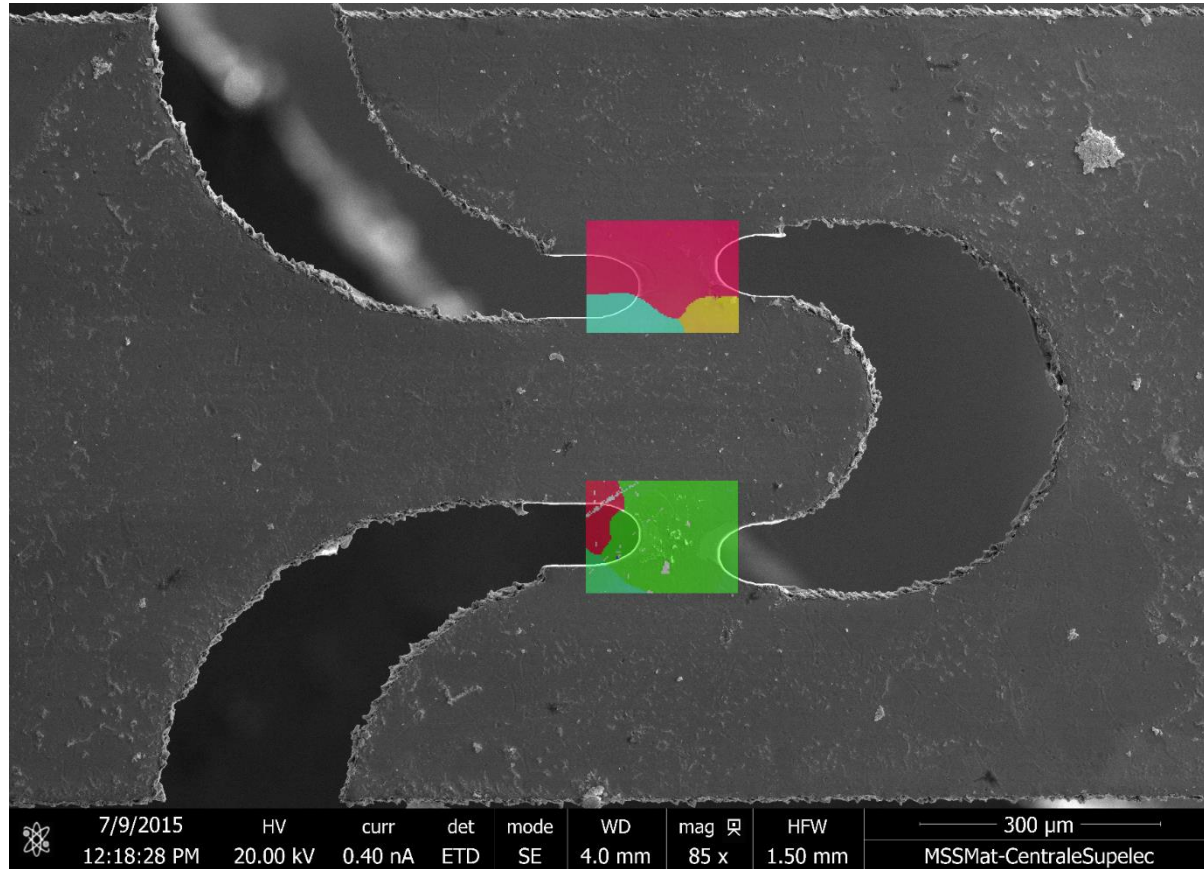


Total cutting time:
5h+7h30

Specimen selection (one grain in the gauge section)

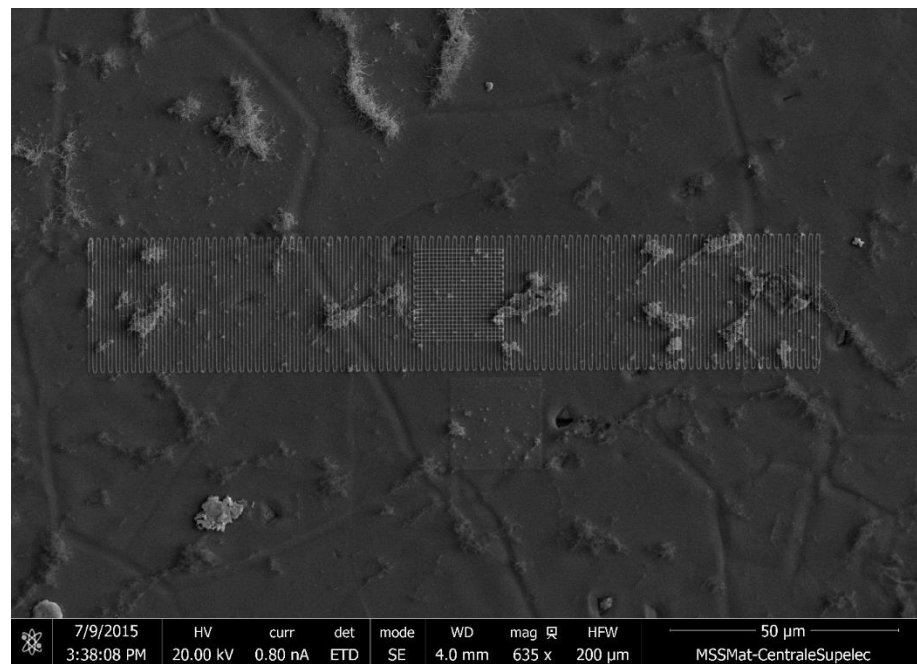
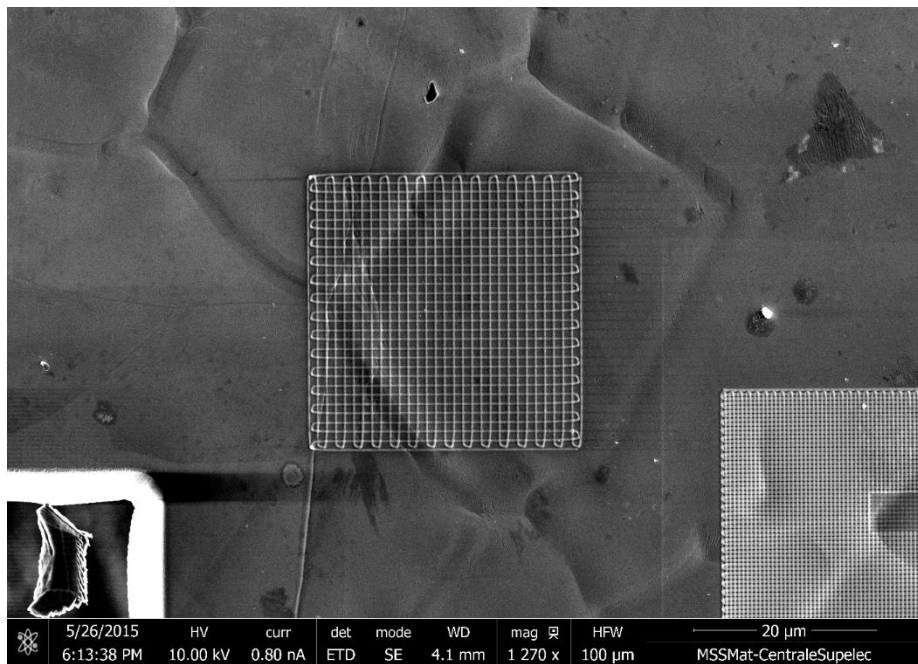
- Fast Electron Back Scattered Diffraction (EBSD)
~4min on each gauge section



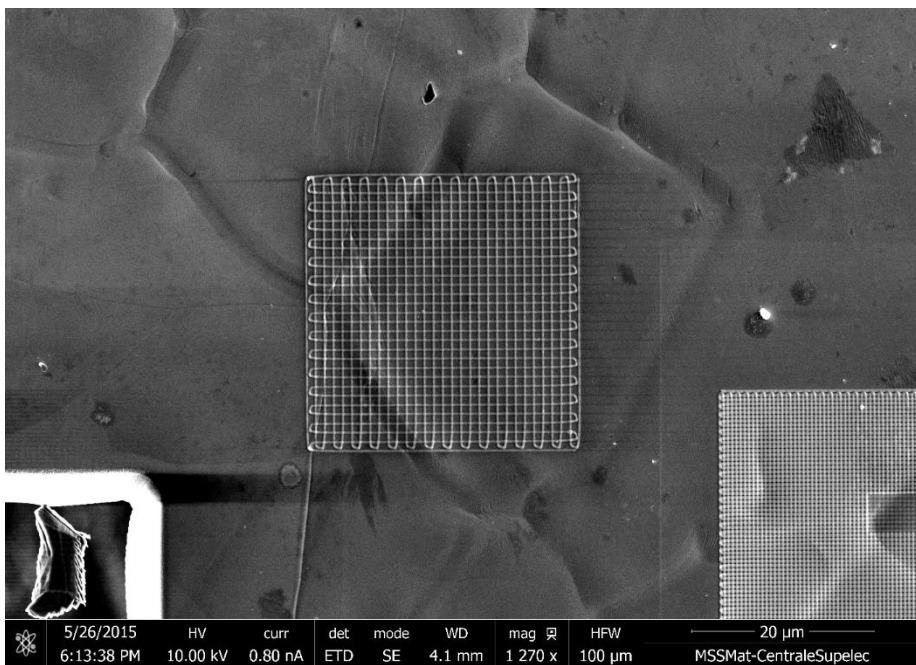


EBSD grossier sur l'échantillon

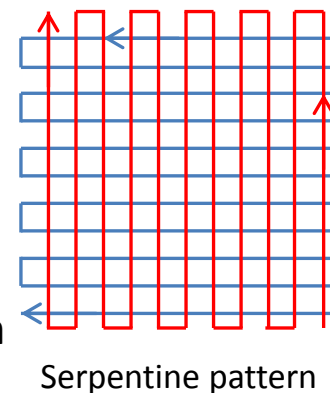
Micro-grid for DIC (Pt deposition)



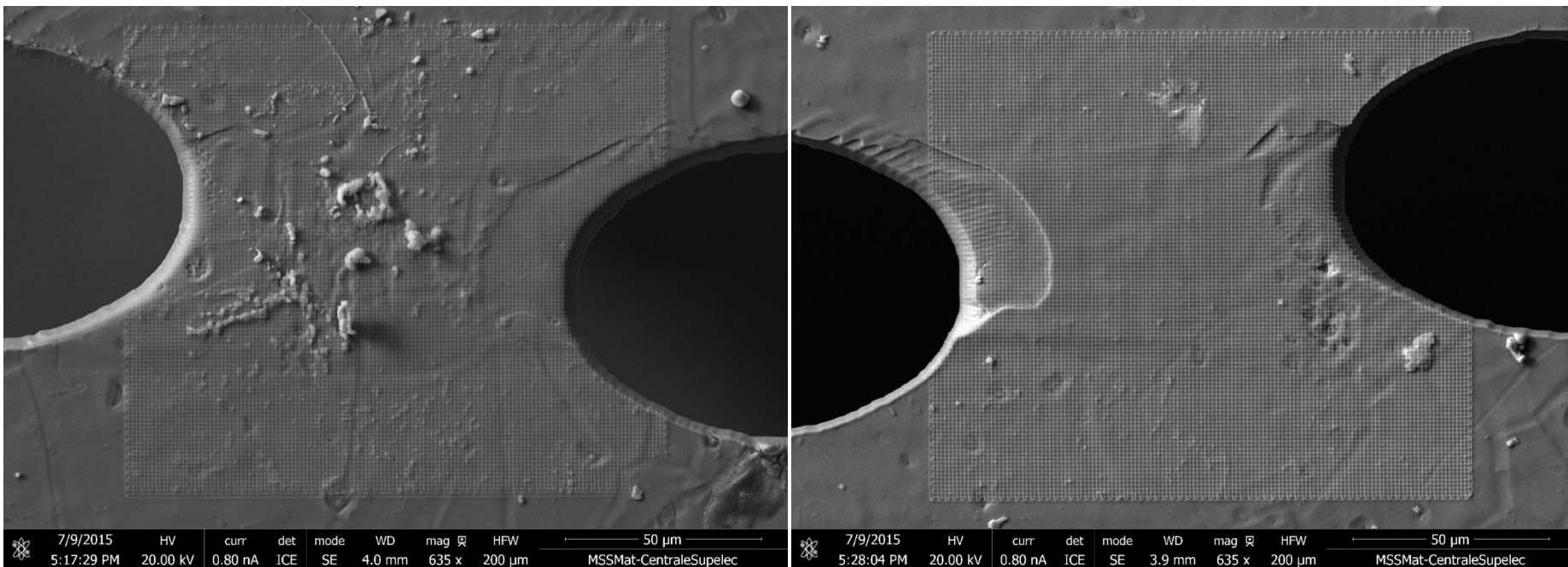
Micro-grid for DIC (Pt deposition)



- Defocus: 0%
- Overlap: -1000%
- Current 0.79nA
- Serpentine
- Step size: 1μm
- Layer height: 0.01μm
(to be verified)

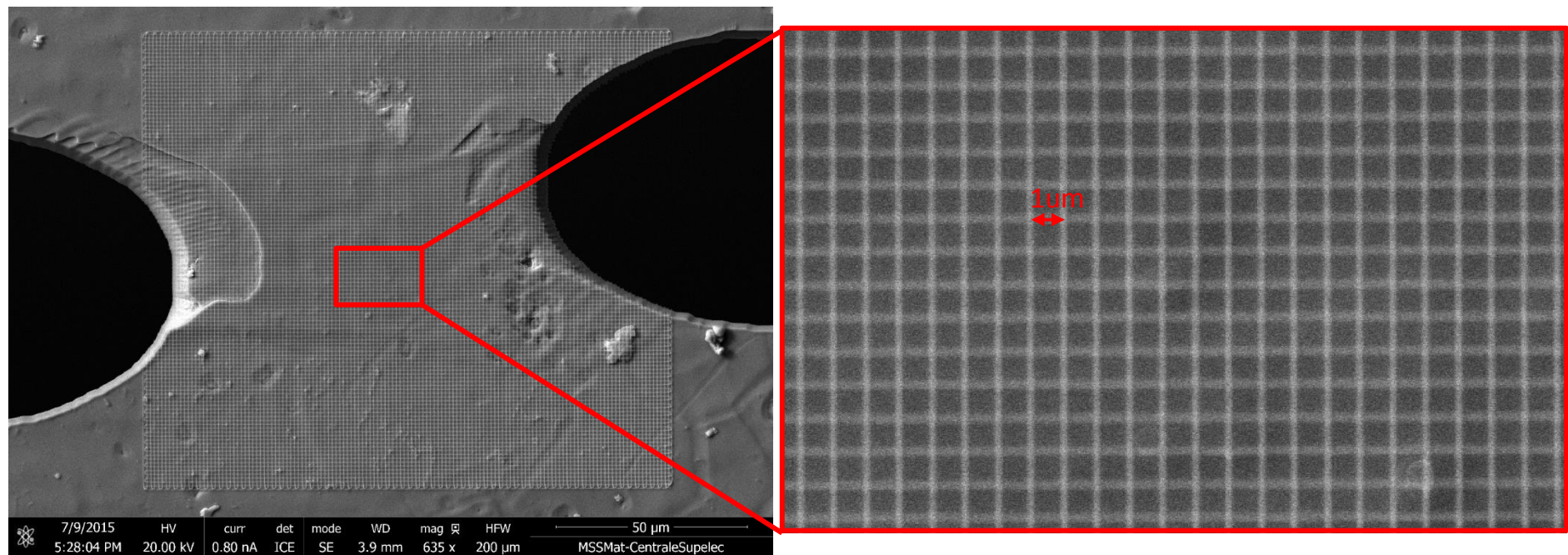


Micro grid for DIC (on sample)



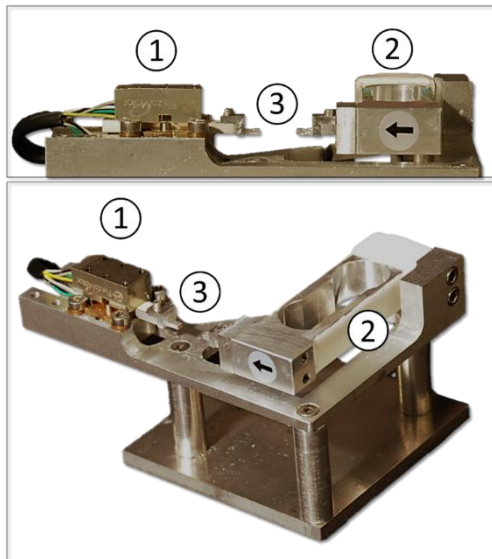
Grid deposition time: 2h (to be verified)

Micro grid for DIC (on sample)

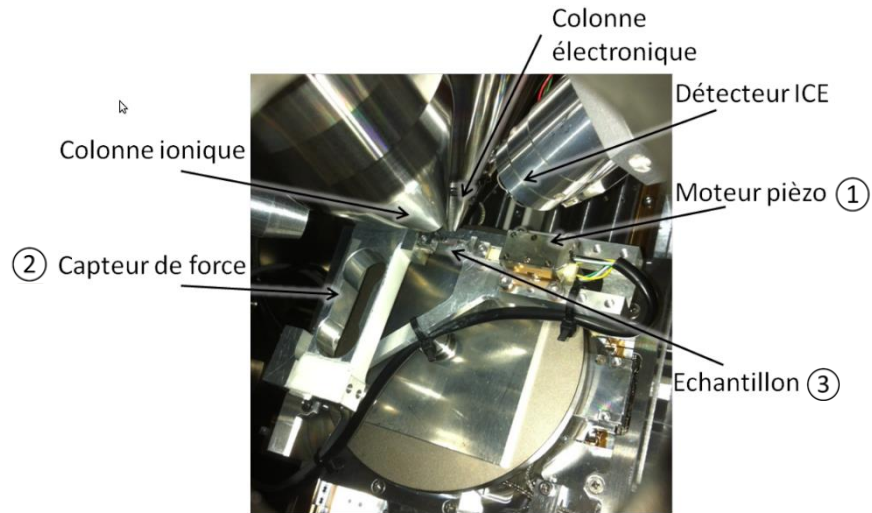


Contexte

Micro testing machine



- ① Piezoelectric motor
- ② 20N load cell
- ③ Specimen support

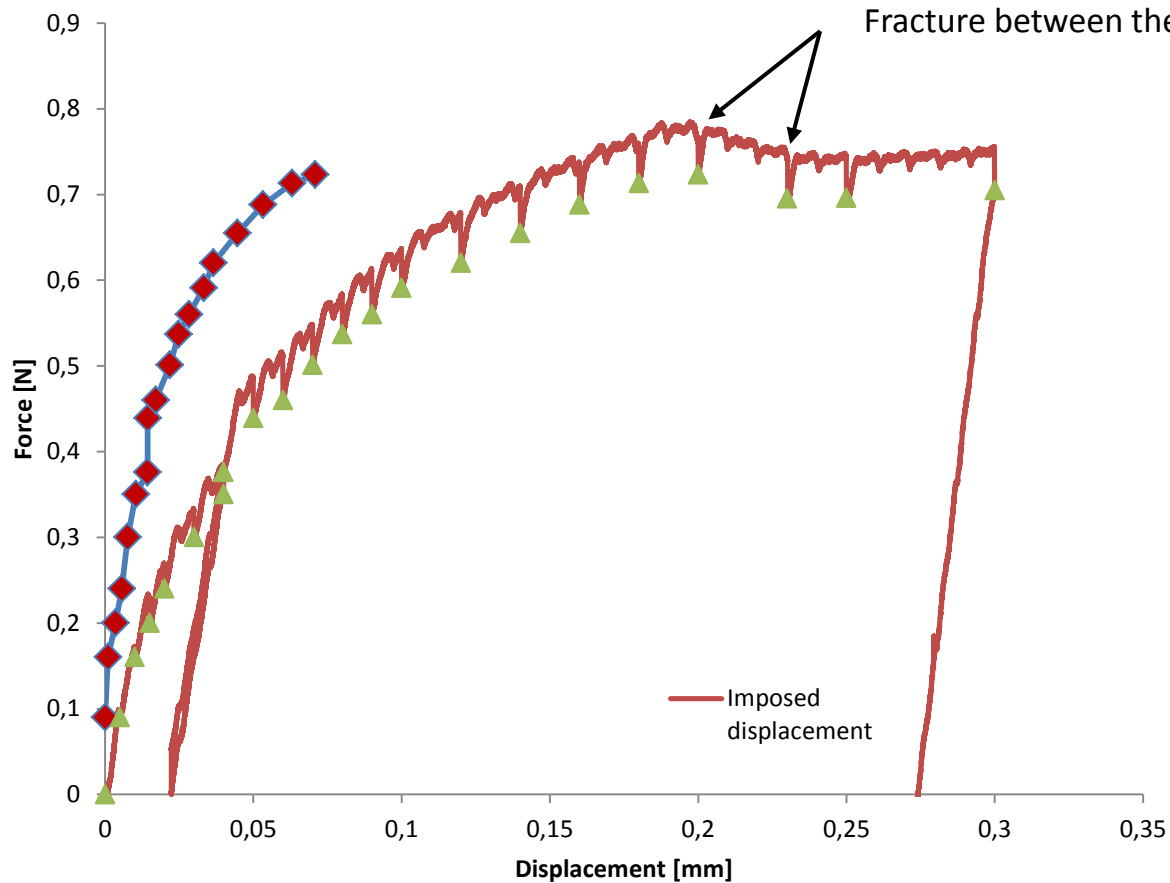


Possible to tilt it for ion cutting and EBSD

Contexte In-Situ shear

- Speed 0.5um/s
- Step every 5um at the beginning, then 10 then 20
- 17 steps before fracture. Total displacement from DIC of the sample 80um. More at fracture ~85um
- Maximum force 0.781N

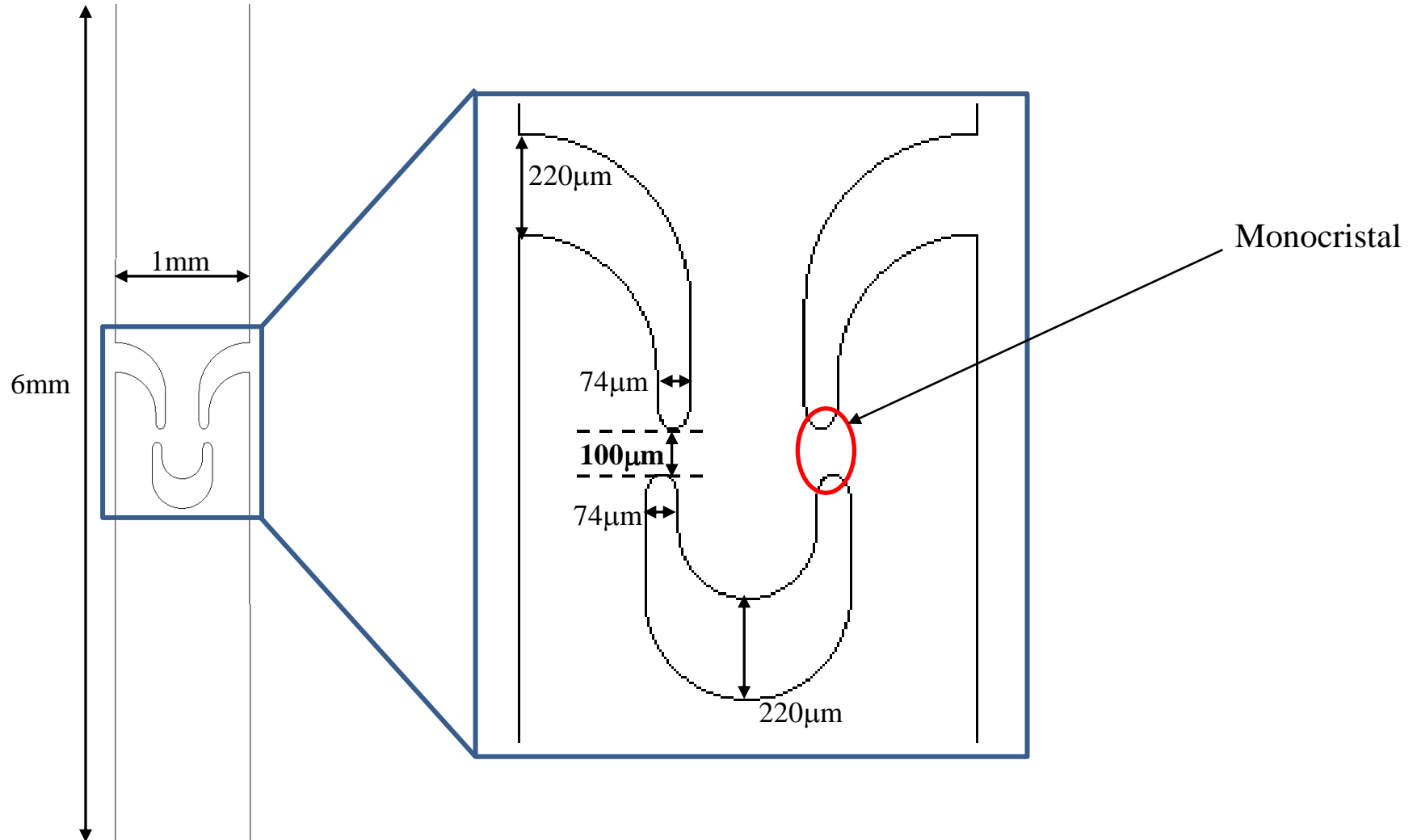
Contexte In-Situ shear



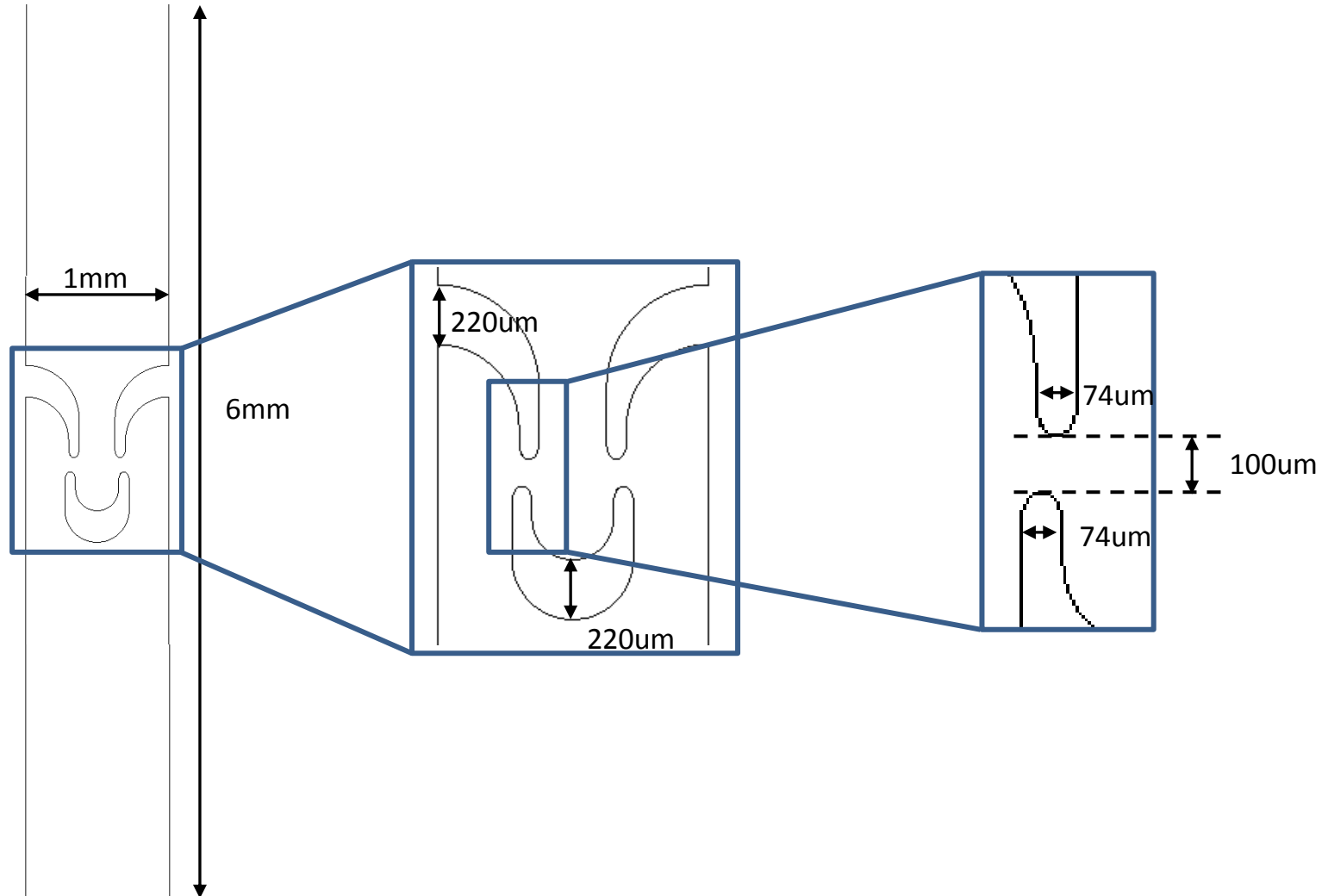
Imposed displacement from the motor is not reliable



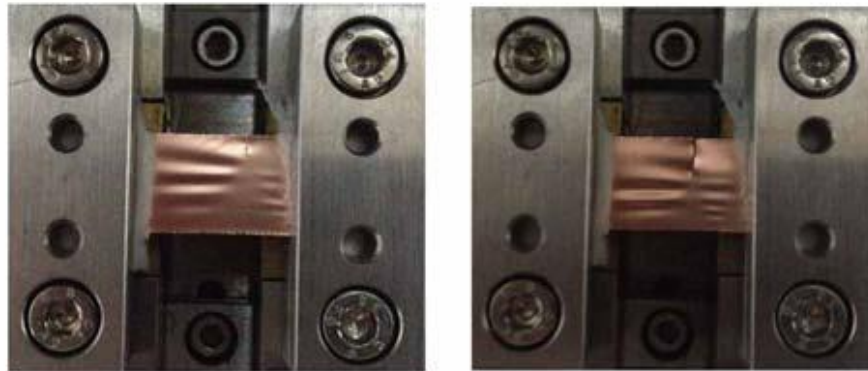
Contexte Smiley Shape



Contexte Smiley Shape



- Etude des feuilles métalliques minces ($\approx 10 - 50\mu m$)
 - Problème de la taille de l'échantillon (**flambement**)



Amiri et al. (2015). Investigation of the mechanical behaviour of lithium-ion batteries by an indentation technique.

➔ Réduction de la taille de l'éprouvette



Bonatti et Mohr (2015). Anisotropic Viscoplasticity and Fracture of Fine Grained Metallic Aluminum Foil used in Li-ion Batteries