

# Le marquage de surface au service de la corrélation d'image.



# Plan de la présentation.



- I. Préambule.
- II. Introduction.
- III. Le marquage de surface.
- IV. Résultats de corrélation d'image numérique.
- V. Conclusions.



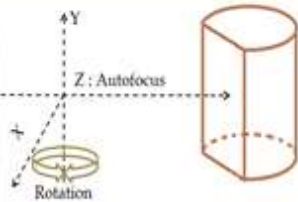
# I. Préambule.



+ La plateforme Microscopie, Mesure de Champs et Analyses (MiMeCA) est : une des plateformes expérimentales du Laboratoire Mécanique des Solides, UMR-7649.

4 ingénieurs : 2 pour la partie optique et 2 pour la partie MEB

+ Caractérisation optique : Jean Christophe EYTARD et Hakim GHARBI.



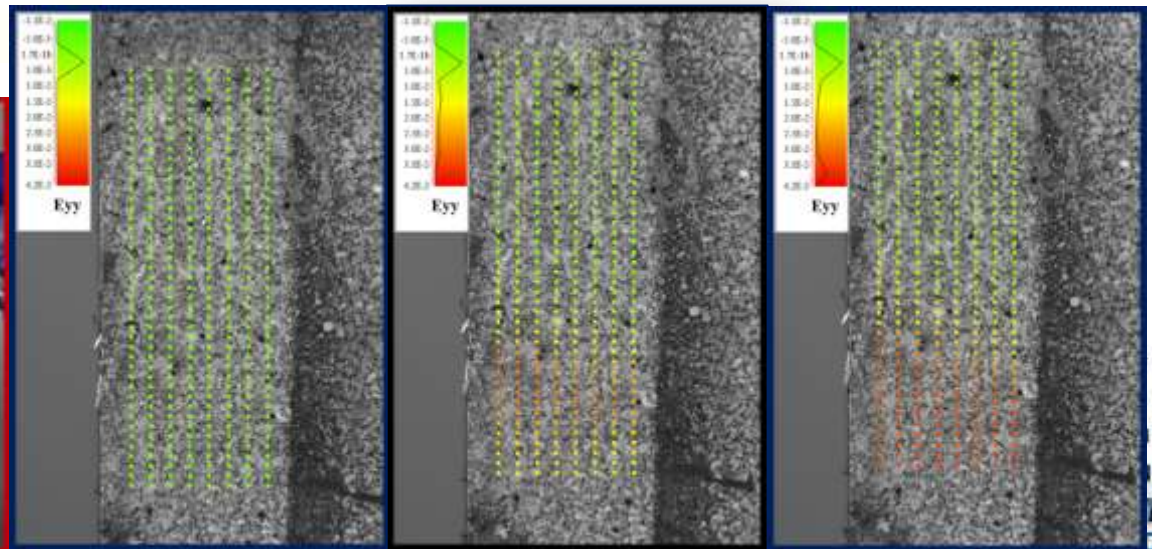
+ Développement d'essai mécanique spécifique avec possibilité de :

-Le contrôle de **la température** de l'échantillon.

-Le contrôle de **l'humidité** de l'échantillon.

-Un **suivi de la déformation** et **corrélation d'image en direct**.

Microscope piloté par 4 platines motorisées

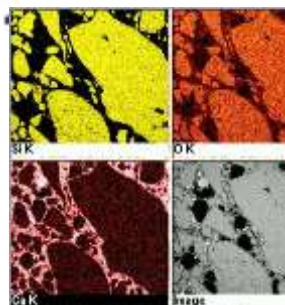


# I. Préambule.



+ Caractérisations MEB : Simon HALLAIS et Alexandre TANGUY.

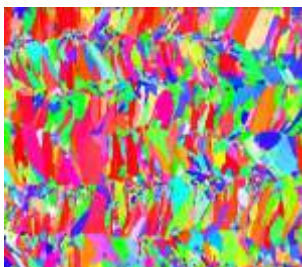
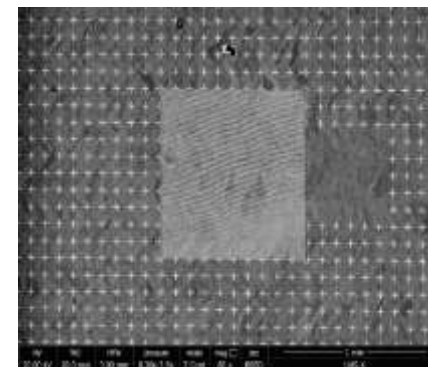
MEB-FEG quanta 600 ESEM, Thermo Fischer Scientific .



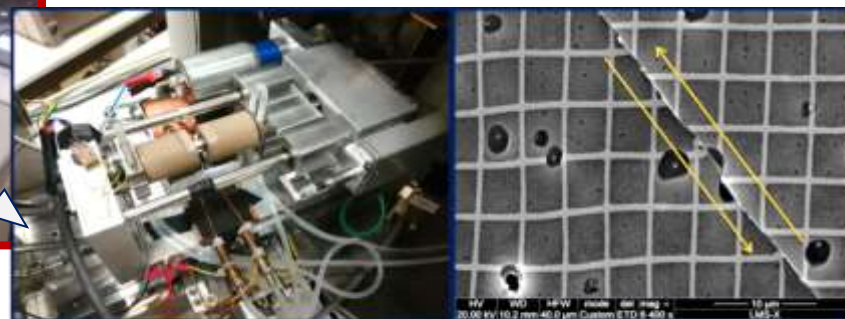
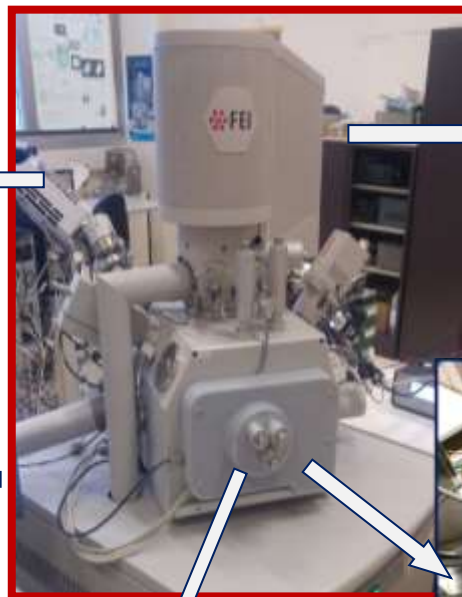
EDS



Lithographie

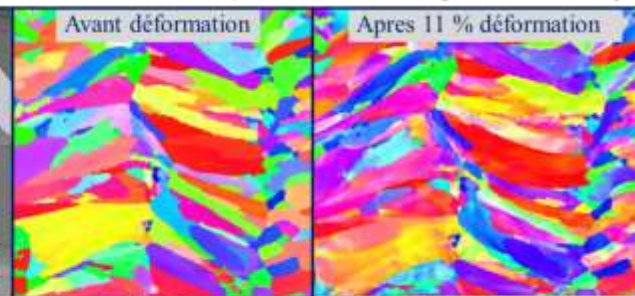
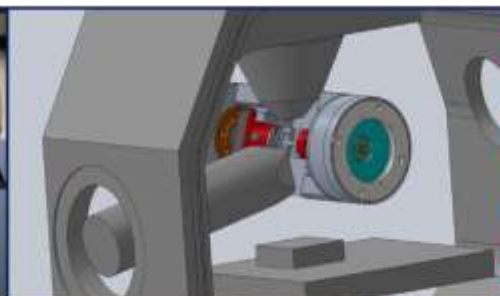


EBSD



Essai mécanique à chaud. Ex: glissement au joint de grain. Aluminium 300°C

Mécanique in-situ MEB



Avant déformation

Après 11 % déformation

Essai mécanique avec suivi cristallographique. Ex: évolution cristallographique d'un INOX 316L réalisé par Fabrication additive



# I. Préambule.



+ Plate forme MatMeca caractérisation Micromécanique in-situ.  
**Equipement d'excellence (ANR-10-EQPX-37)**



TITAN3 G2 + EDX, EELS  
+ Platine Traction GATAN



Refroidissement jusqu'à -170°C

TITAN3 G2 + EDX, EELS  
+ Platine Traction GATAN



HELIOS 660 + EDS, EBSD  
+ Platines Traction < 20N



HELIOS 660 + EDS, EBSD  
+ Platines Traction < 20N



Tomographe RX NSI  
+ Platine Traction/Torsion



Tomographe RX NSI  
+ Platine Traction/Torsion



GN-MEBA décembre 2018

Alexandre TANGUY

# I. Préambule.



Nous œuvrons dans un **cadre académique** avec une problématique scientifique de recherche en **mécanique des matériaux**.

Nous réalisons **des essais in situ MEB**, utilisant la large gamme de grandissement de l'instrument, pour une **approche multi-échelle de la micromécanique**.

Pour cela nous mettons en œuvre un **marquage de surface** adapté à l'échelle à laquelle on souhaite obtenir des données caractéristiques de la déformation du matériau, par **corrélation d'image numérique**.



# I. Introduction.



## + Définition et cahier des charges

Le marquage de surface a pour but d'introduire une variation de contraste local suffisante, pour être identifiée par un système optique, que se soit l'œil ou autre.

Lors d'un **essai de micromécanique**, ce marquage devra être identifié et reconnu dans une séquence d'images par un **logiciel de corrélation d'images numériques**.

- Il doit être **local** et **adapté** aux échelles souhaitées.
- Son application ne doit pas modifier les propriétés de l'échantillon.
- Il doit présenter une bonne **variation de contrastes** avec le reste de l'échantillon.
- Il doit **suivre** la déformation de l'échantillon sans évoluer.

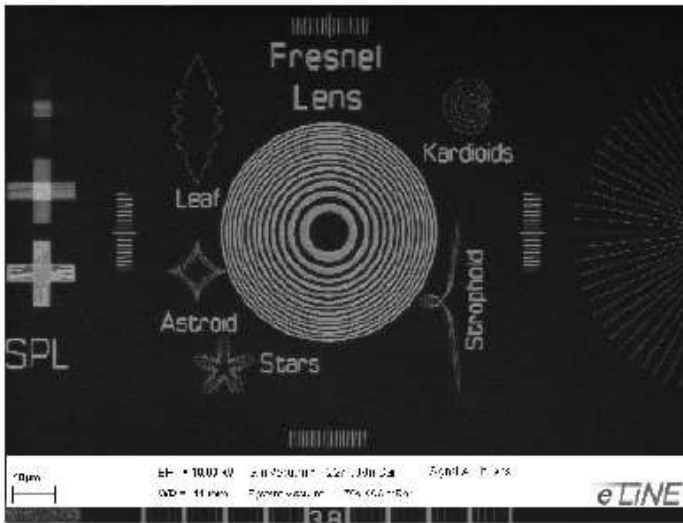


# I. Introduction.

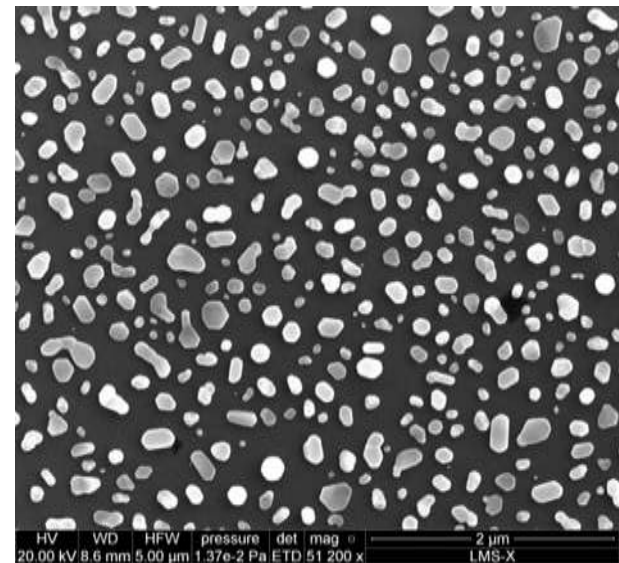


+ Deux techniques mises en œuvre au LMS.

+ La lithographie par faisceau d'électron (Système Raith Elphy Quantum®) .



+ Le démouillage de film mince métallique.



Alexandre TANGUY

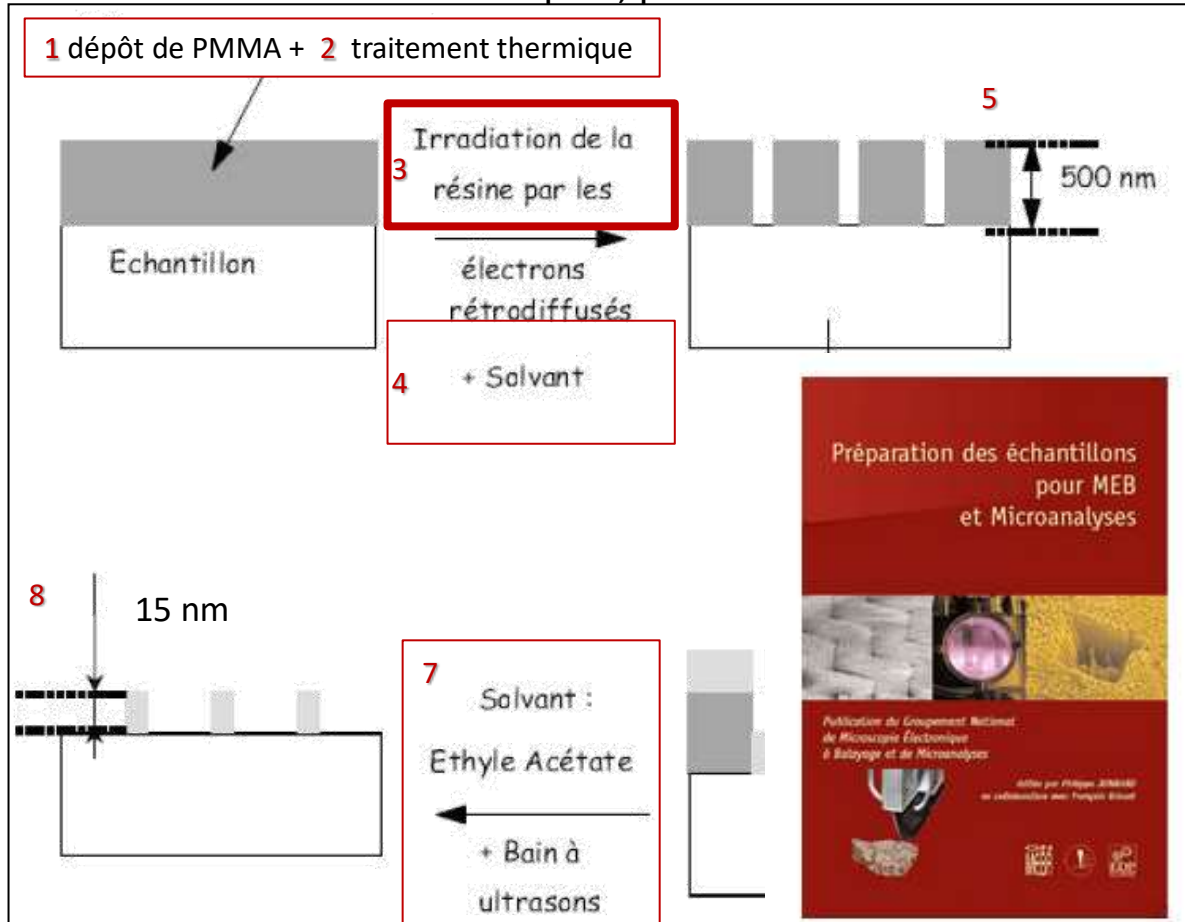


# II. Le marquage de surface.



## + lithographie électronique : principe de mise en œuvre.

Sur un échantillon plan, poli miroir.



### Conditions usuelles du LMS.

- 1** Tournette : 4000 rpm 60 s
- 2** Polymérisation 140°C / 30min
- 3** Ecriture du motif par le faisceau d'électron. MEB
- 4** Révélation dans MIBK/IPA 3565 1 min 30.
- 5** Vérification du masque obtenu sous microscope optique.
- 6** Dépôt d'or :  
+ 2 nm Pulvérisation cathodique  
+ 12 nm évaporation sous vide
- 7** Dissolution du reste de PMMA Ethyle Acétate.
- 8** Observation MEB de l'intégrité du motif, pas et épaisseur de barreau de grille.

Préparation des échantillons, Publication de GN-MEB, A.MARTINEZ-GIL, R CHIRON



## II. Le marquage de surface.



+ lithographie électronique : conditions d'écriture du motif au MEB

Le système de lithographie va générer ses propres signaux de balayage afin de réaliser le motif.

L'utilisation du MEB pour faire de la lithographie électronique se déroulera en plusieurs étapes.

- > Aligner l'éprouvette dans le repère de coordonnées platine (impossible d'observer la surface de l'échantillon).
- > Choisir le ou les motifs à écrire.
- > Fixer les conditions de faisceau pour l'irradiation (paramètres colonnes, mesure du courants)
- > Calibrer le champs d'écriture, pour obtenir un motif sans distorsion.
- > Ecrire le motif sur la zone d'intérêt, après focalisation et détermination un facteur dose.

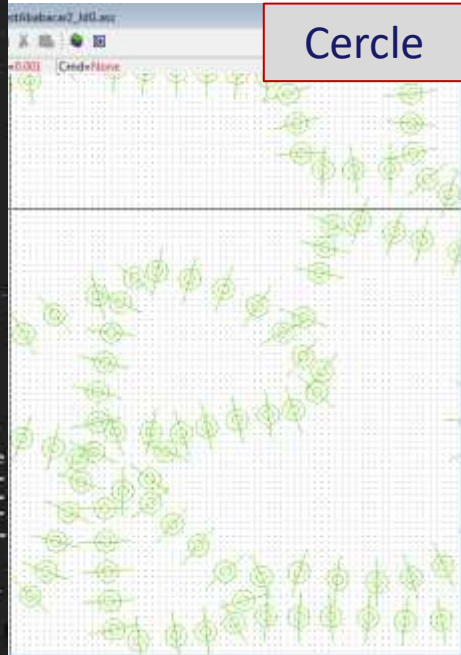
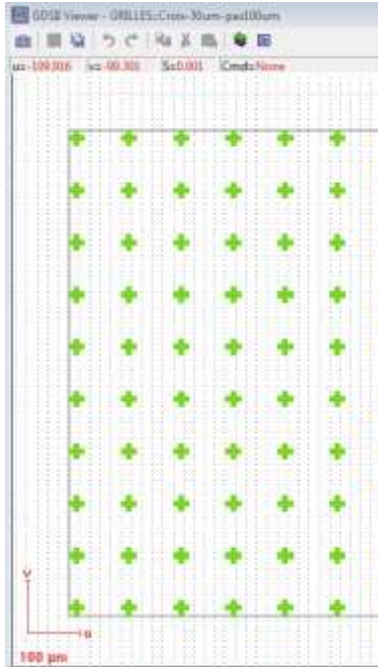
# II. Le marquage de surface.



+ lithographie électronique : conditions d'écriture du motif au MEB

> Choix du motif

- un des avantages de la lithographie est la liberté sur le motif que nous pouvons réaliser.



mais aussi tout mot

# II. Le marquage de surface.



+ lithographie électronique: conditions d'écriture du motif au MEB

> Les conditions MEB usuelles, spécifiques pour la lithographie.

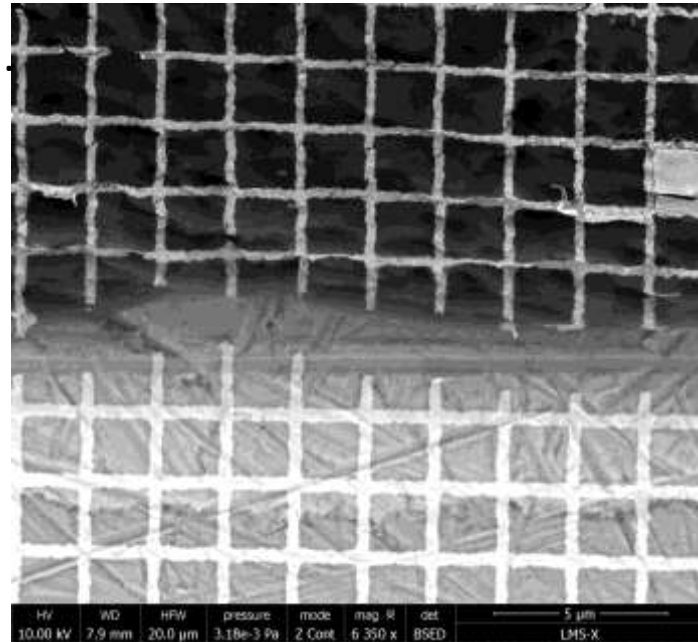
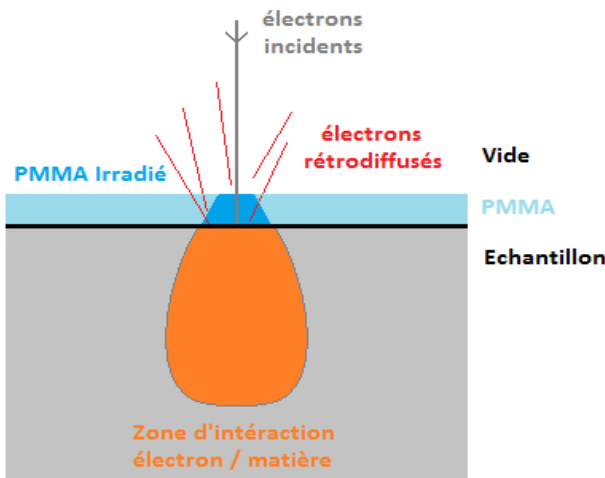
HT : 20KV

Diaphragme objectif de 20 $\mu$ m.

Spot size de 5 soit 0,98 nA sur cage de Faraday.

Working Distance : 8 mm

Taille de champs d'écriture de 1000 $\mu$ m.



Substrat Polymère  
Barreau de 295 nm.

Substrat Métallique  
Barreau de 350 nm.

## II. Le marquage de surface.

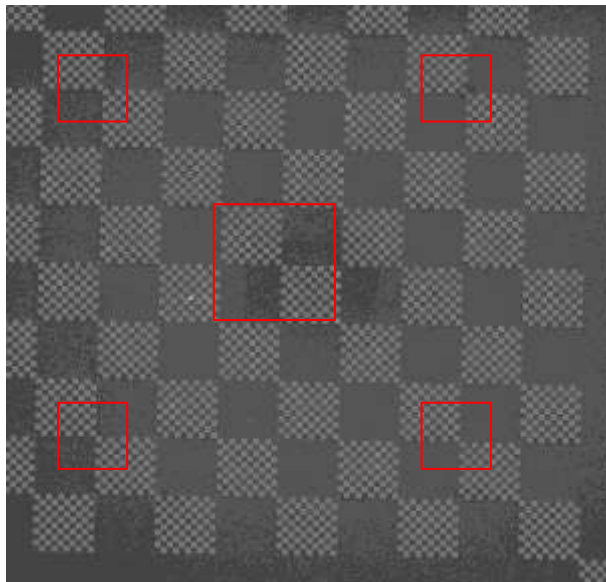


+ lithographie électronique: conditions d'écriture du motif au MEB

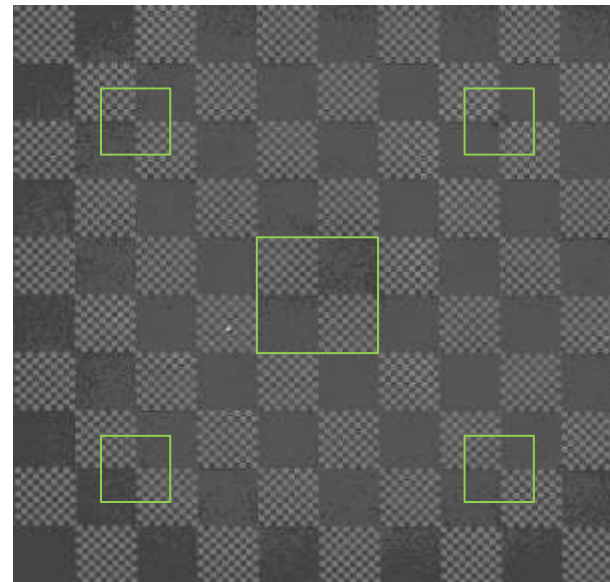
> La calibration

sur une mire étalon pour corriger les erreurs de : **grandissement, rotation et translation.**

Avant calibration



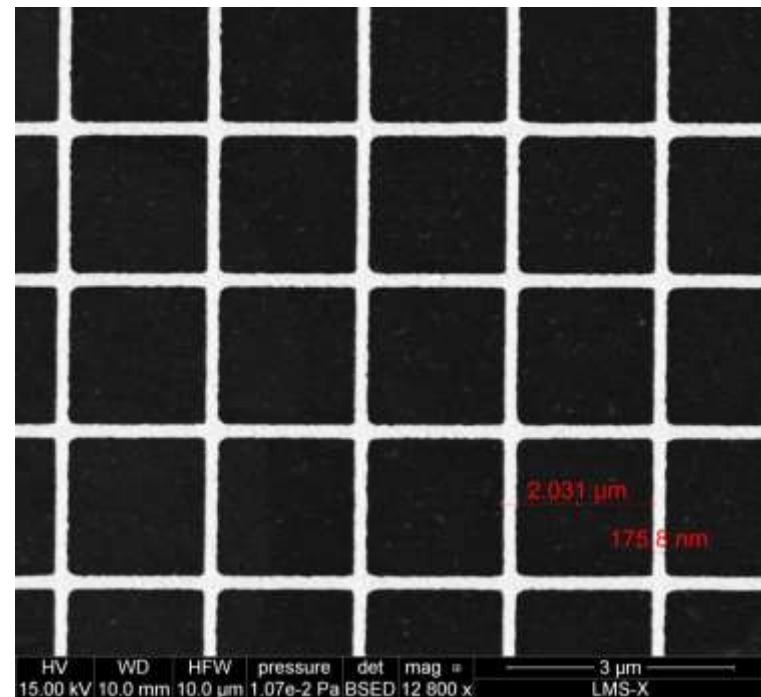
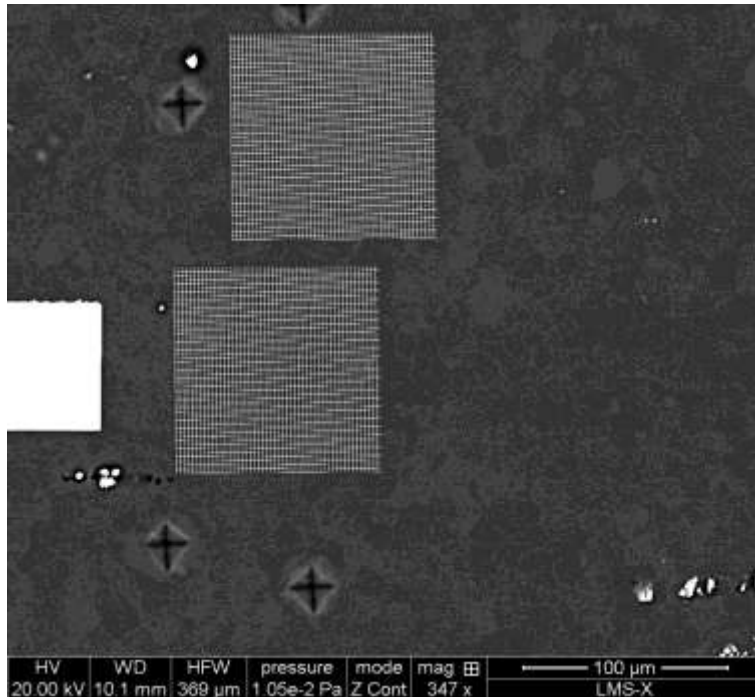
Après calibration



## II. Le marquage de surface.



+ lithographie électronique : résultat correct

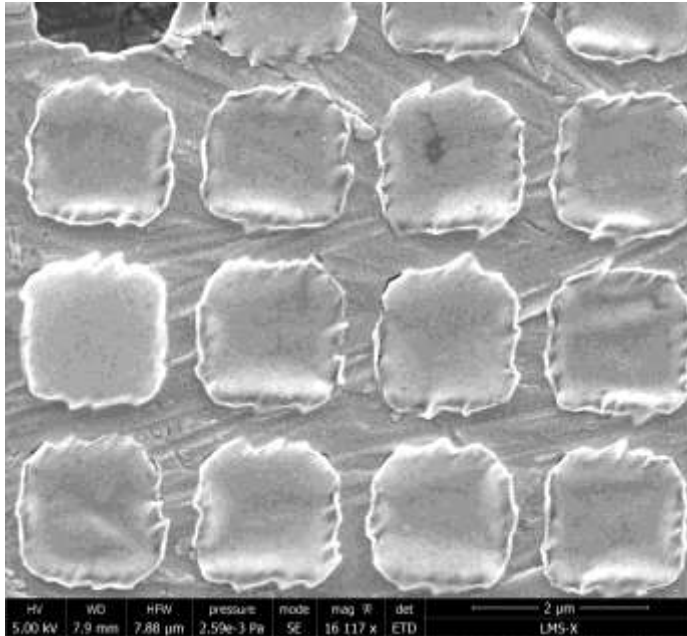


Grille de 100µm, avec une épaisseur de barreau de 175 nm et un pas de 2 µm

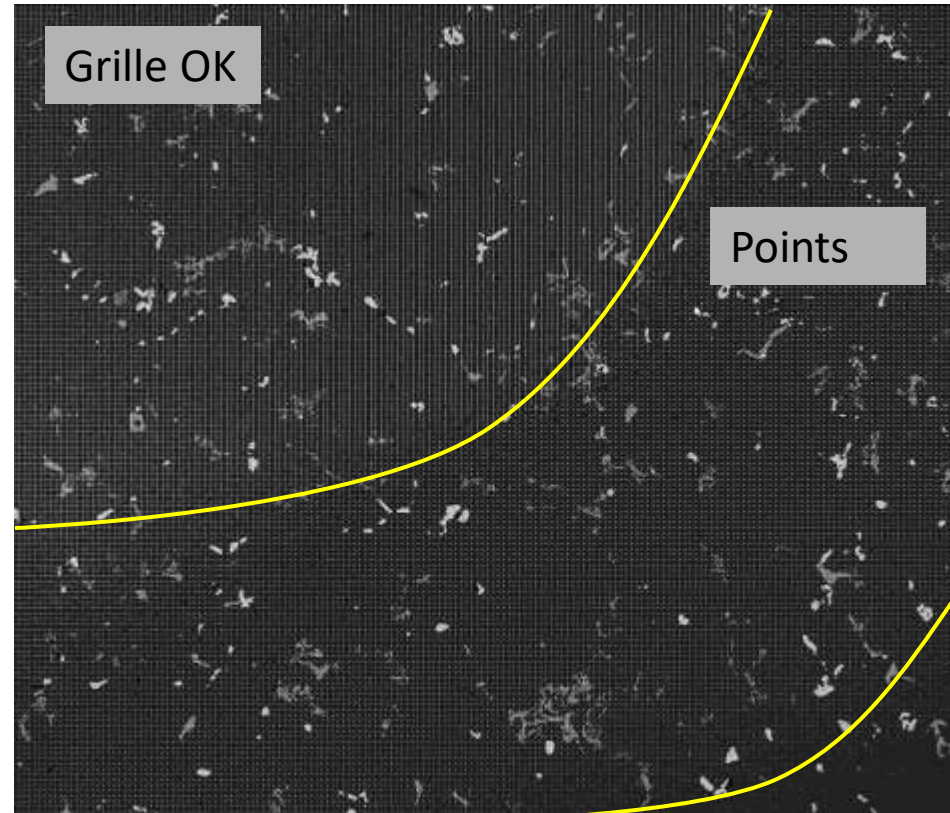
## II. Le marquage de surface.



+ lithographie électronique : résultat non correct.



Problème de révélation avec une dose trop importante.



Problème de défocalisation du faisceau en bord de champ de 1000µm.

# II. Le marquage de surface.



## + lithographie électronique : avantages et limites de la technique

### Avantages :

- Versatilité des motifs à écrire dans un champ de  $1 \text{ mm}^2$  (**possibilité de multi-échelle**)
- Possibilité de faire du stitching via déplacement de la platine MEB.
- Motifs assez résolus (**grilles avec un pas de  $1 \mu\text{m}$  et épaisseur de barreau de  $150 \text{ nm}$** ).
- Méthode peu violente pour les échantillons.
- Choix du matériau à déposer.

### Limites :

- Méthode longue à réaliser (journée) qui passe par plusieurs **étapes sensibles**. Manipulation manuelle de l'échantillon, positionnement précis dans le MEB pour écrire sur la zone d'intérêt, calibration du système, test de dose...
- Résultat matériau dépendant car utilisation des électrons rétrodiffusés ( Z atomique)
- Nécessite un traitement thermique pour la polymérisation du PMMA à  $140 \text{ }^\circ\text{C}$
- L'échantillon doit résister aux divers solvants utilisés.
- Travail à l'aveugle lors de la lithographie. Imprécisions du positionnement des motifs liées aux effets de charge et à la répétabilité du repositionnement de la platine.
- **Effet de proximité qui limite la résolution du marquage.**



## II. Le marquage de surface.



+ **démouillage de film mince : objectif et principe.**

+ L'objectif du démouillage est de passer d'un film mince métallique continu, obtenu par évaporation, à la formation de sphéroïdes sur la surface du substrat.

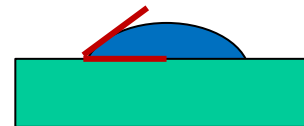
+ Le principe physique est d'activer la diffusion atomique de surface afin d'obtenir un équilibre des tensions de surface entre substrat et film métallique. La minimisation des tensions de surfaces fera changer l'état de mouillage du système.

Nous passons d'un état de mouillage total angle de contact =  $0^\circ$  à un état de mouillage partiel angle de contact  $> 0^\circ$  (dans l'exemple environ  $45^\circ$ ).

Mouillage total



Mouillage partiel



## II. Le marquage de surface.



+ démouillage de film mince : mise en œuvre sur échantillon plan poli.

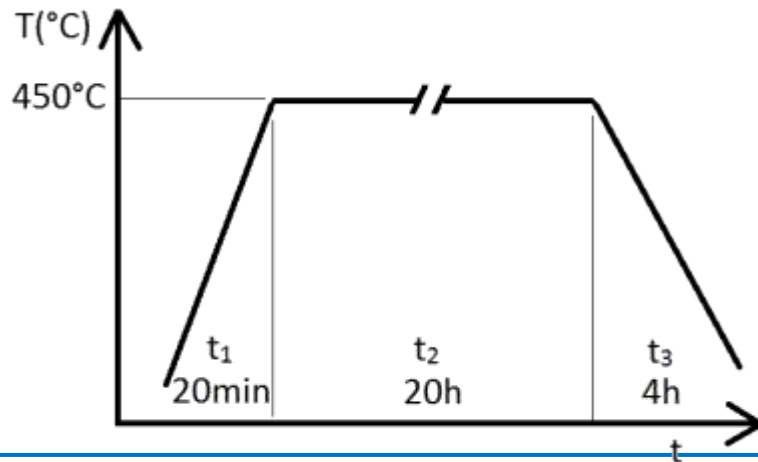
Deux techniques identifiées:

### Traitement thermique sous atmosphère.

vide ou gaz neutre ou air.

- une montée en température.
- un maintien à un palier (20 h à 450°C).

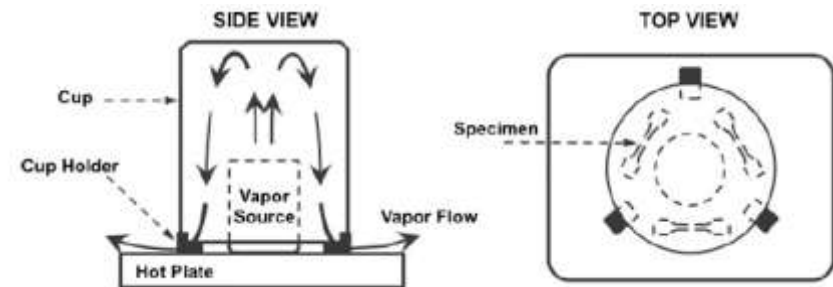
Utilisation récente thèse, El SABBAGH.



### Démouillage assistée par vapeur:

- palier température (3 h à 120 à 200°C)
- vapeur H<sub>2</sub>O

Utilisation récente thèse GOYAL



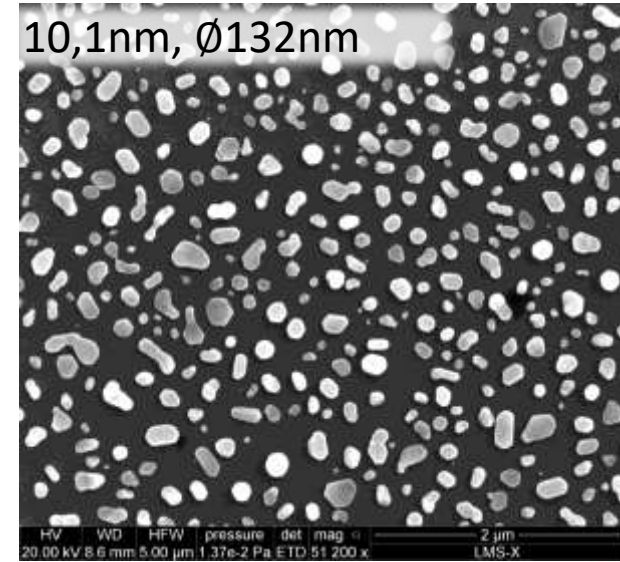
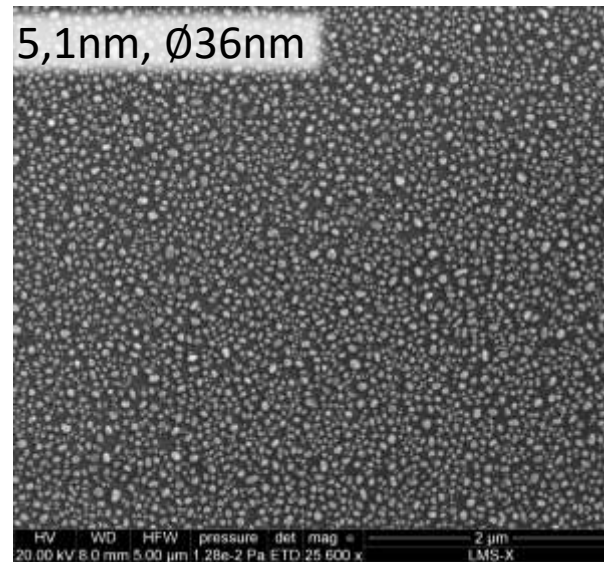
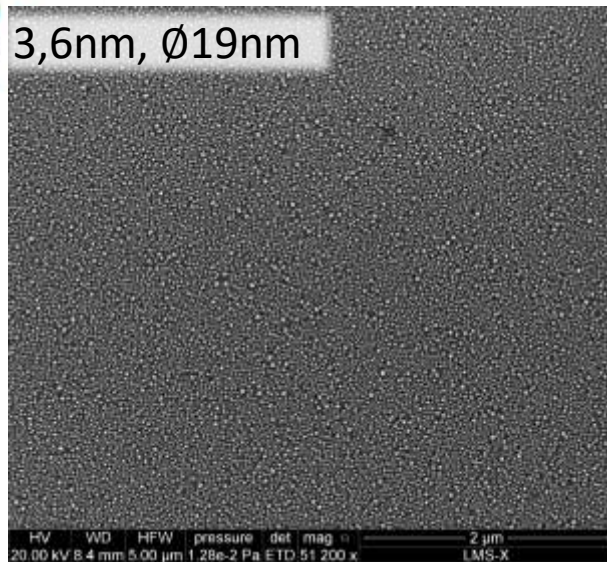
F.Di Giacchino, J.Quinta da Fonseca : 2012 experimental Mechanics

## II. Le marquage de surface.



### + démouillage de film mince : résultats

- + Substrat aluminium poli miroir
- + Dépôt d'or obtenu par évaporation sous vide
- + Traitement de démouillage: 430°C pendant 23 h sous air.



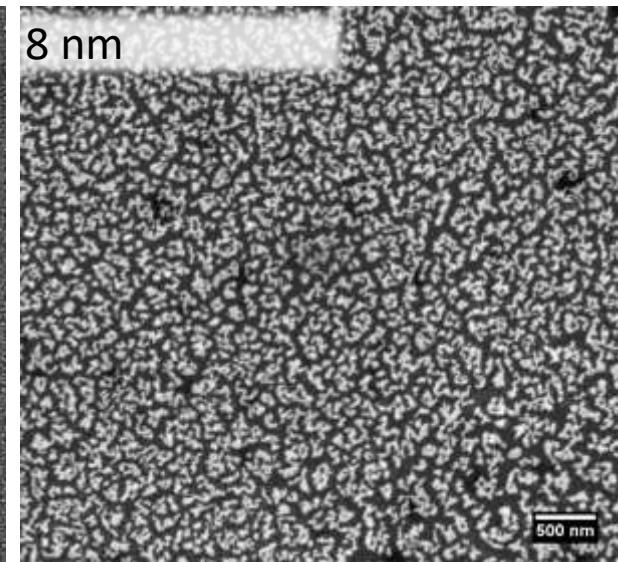
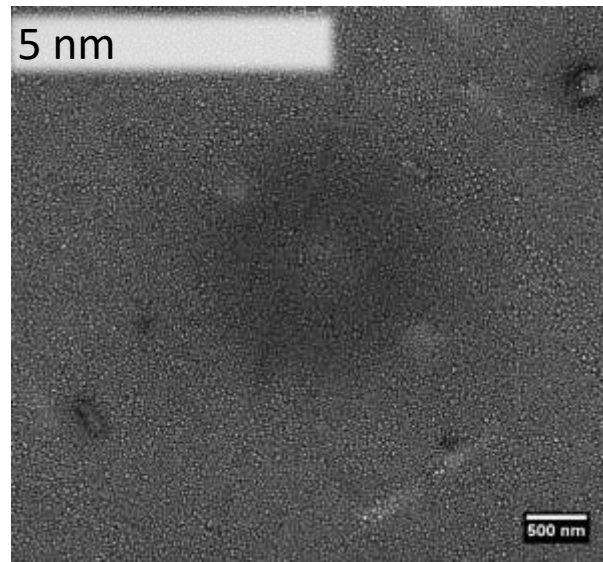
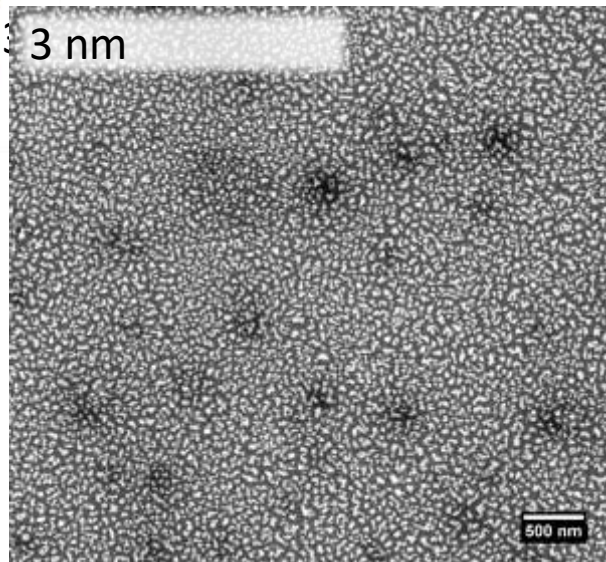
L'épaisseur du dépôt influence la forme et la taille des sphéroïdes obtenues. La densité sur la surface en est aussi affectée.

## II. Le marquage de surface.



+ démouillage de film mince : résultats bizarres.

Dépôt d'or obtenu par évaporation sous vide  
Traitement à 200°C pendant 3 h assisté par vapeur d'eau.



Un démouillage partiel est observé pour 3 nm et 8 nm.

On rencontre souvent des problèmes de répétabilité de mise en œuvre.

# II. Le marquage de surface.



+ Démouillage : avantages et limites de la technique.

## Avantages :

- Marquage dense et aléatoire.
- Facilité de mise en œuvre.
- Haute résolution de marquage. (20 nm pour un film entre 3 et 5 nm d'épaisseur)

## Limites :

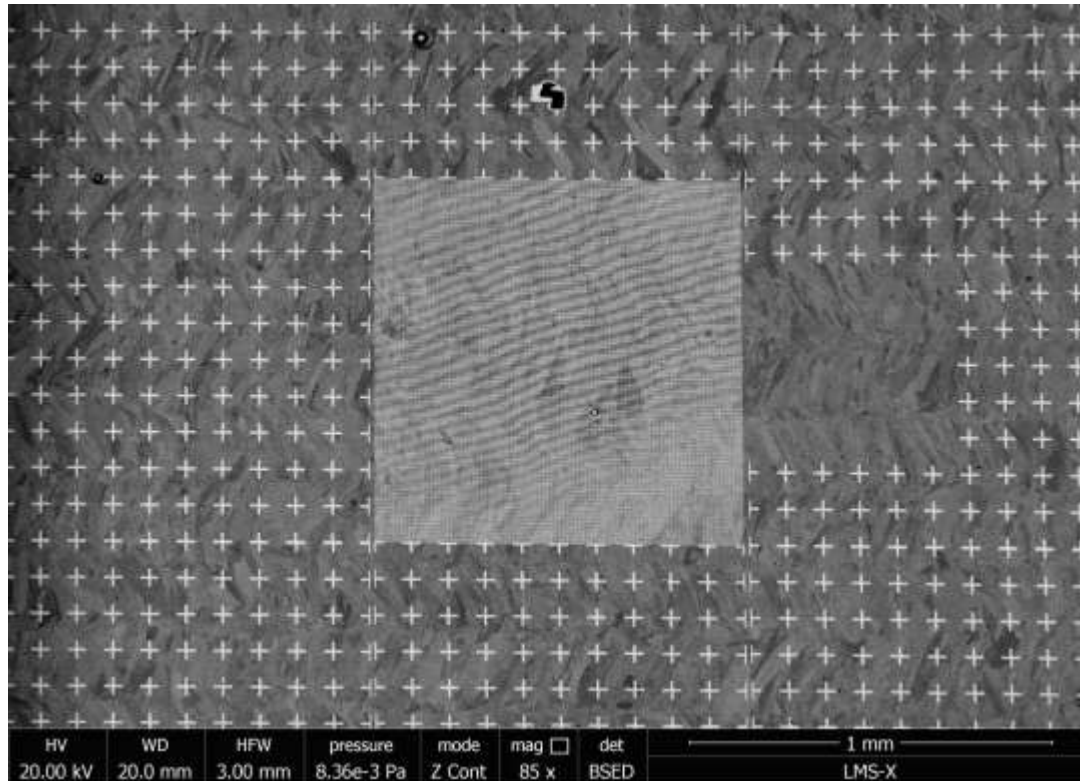
- l'échantillon doit supporter le palier de température. (450°C- 120°C)
- Répétabilité de la méthode difficile. (cas du platine, oxydation etc...)
- Grande dépendance de la physico-chimie de surface. (rugosité, propreté)
- Attention à la création possible d'alliages entre substrat et film mince.

## II. Le marquage de surface.



+ Approche multi échelle, via la lithographie électronique.

+ Croix avec un pas de  $150\mu\text{m}$ .  
+ Grille de  $1000\mu\text{m}$  avec un pas de  $3\mu\text{m}$ .



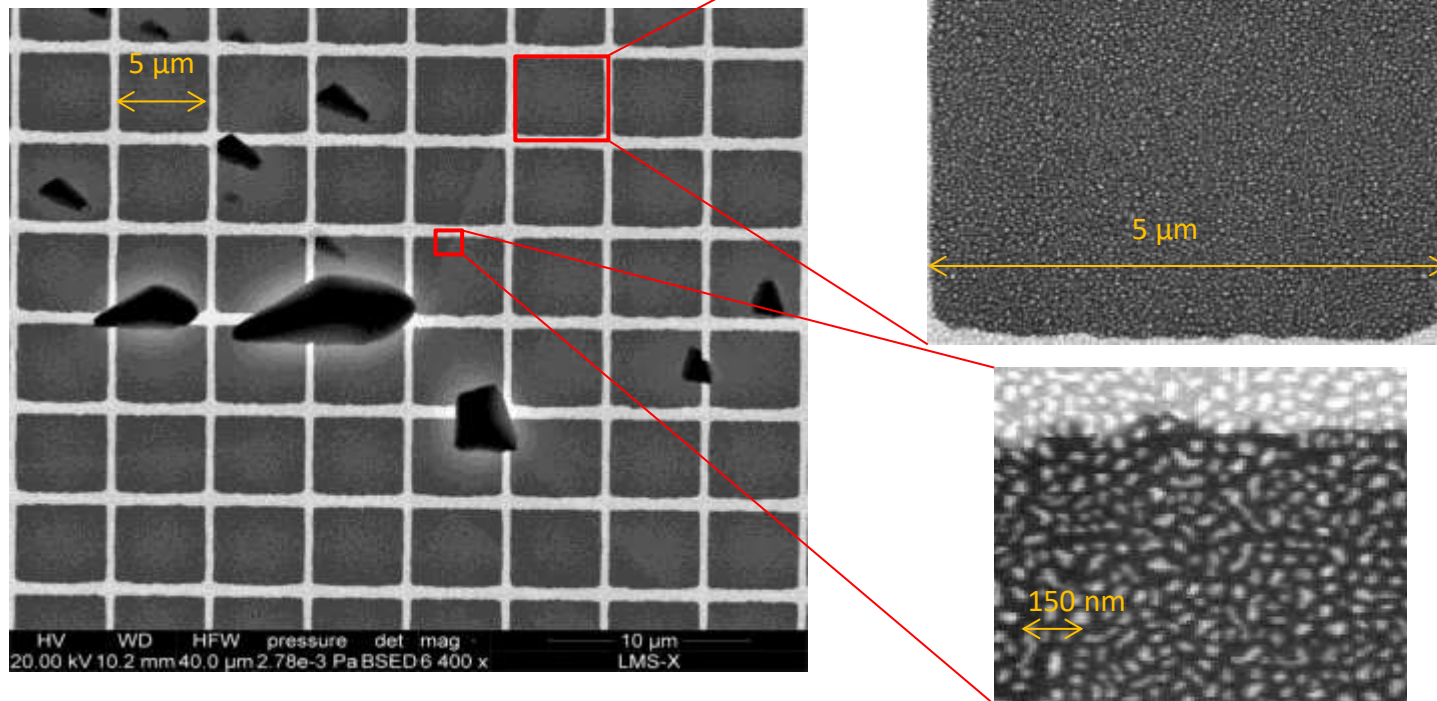
Les croix sont utilisées pour avoir la déformation macro à l'échelle de l'échantillon  
La grille est utilisée pour observer les déformations à l'échelle de la microstructure.

## II. Le marquage de surface.



+ Approche multi échelle, par la combinaison des techniques

Echelle mésoscopique, grille Pas de  $5\mu\text{m}$ , champ de  $1\text{ mm}^2$ , barreau de  $500\text{-}700\text{ nm}$   
Echelle microscopique, billes de  $50\text{ nm}$  (démouillage)



La grille est utilisée pour observer les déformations à l'échelle de la microstructure.  
Les billes sont utilisées pour des mécanismes intra et inter granulaires.

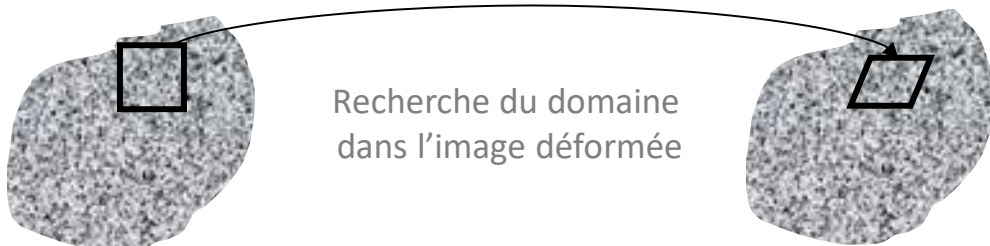
# III. Résultats de la corrélation d'image numérique.



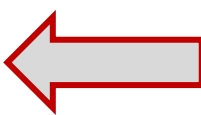
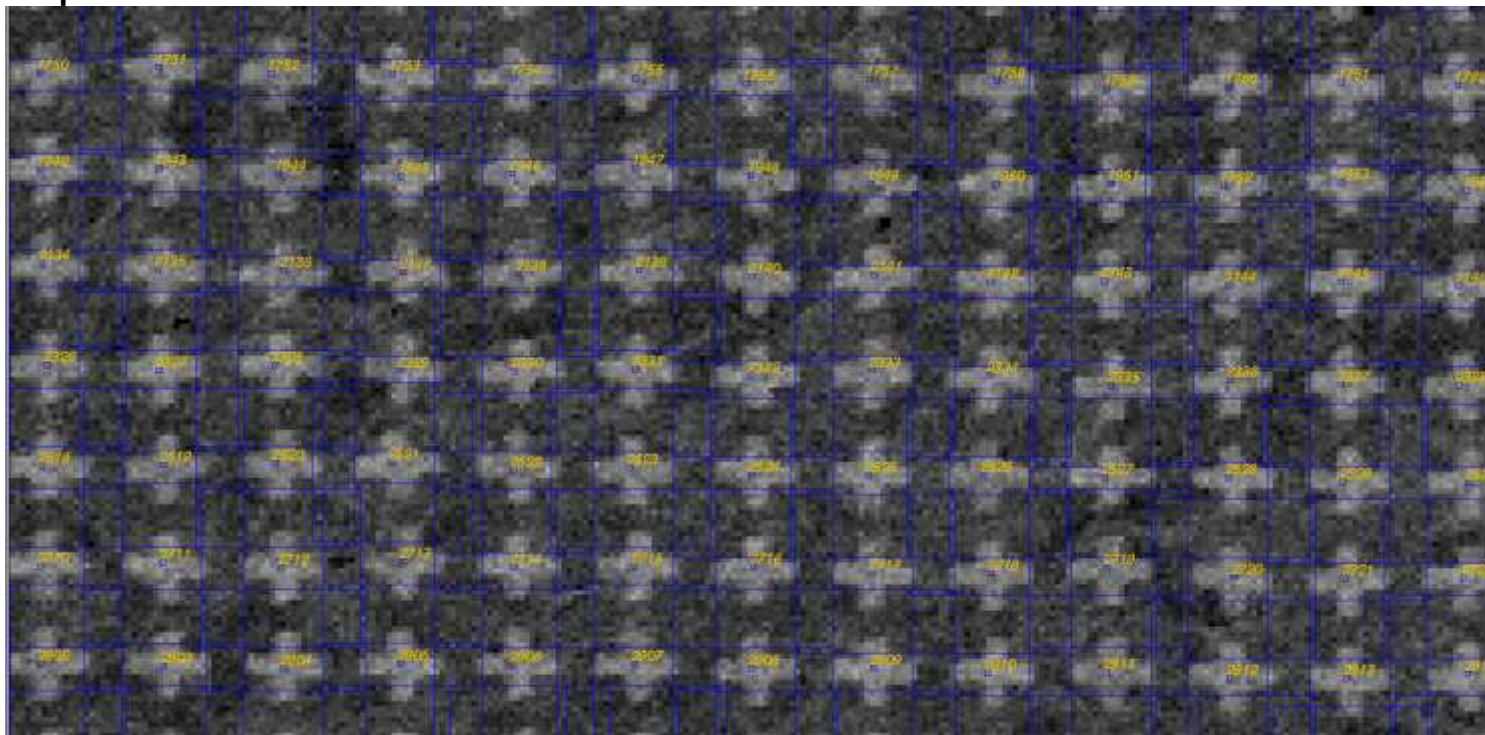
+ Rappel du principe de la corrélation d'image Numérique.

1 – Corrélation d'image

CMV© (M.Bornert)



Par exemple

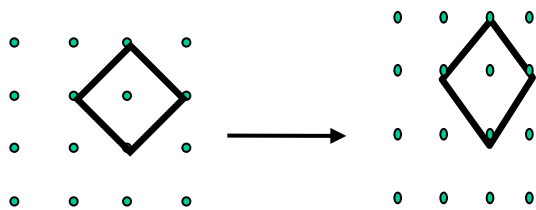


# III. Résultats de la corrélation d'image numérique.

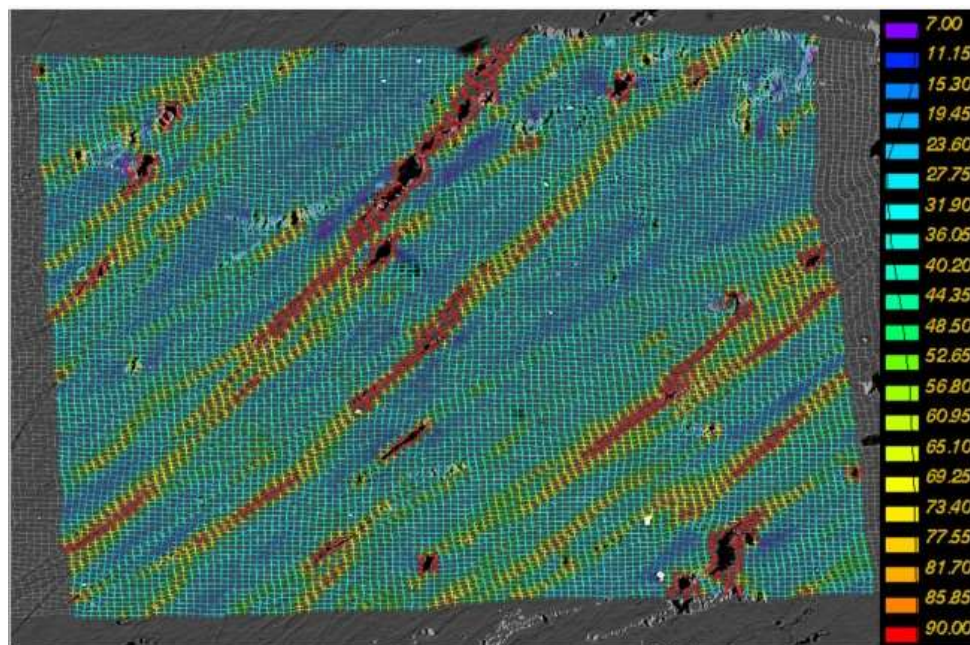


+ Rappel du principe de la corrélation d'image Numérique.

## 2 – Calcul de déformation



$\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$ ,  $\epsilon_{12}$ ,  $\epsilon_{is}$ ,  $\epsilon_{eq}$  ...



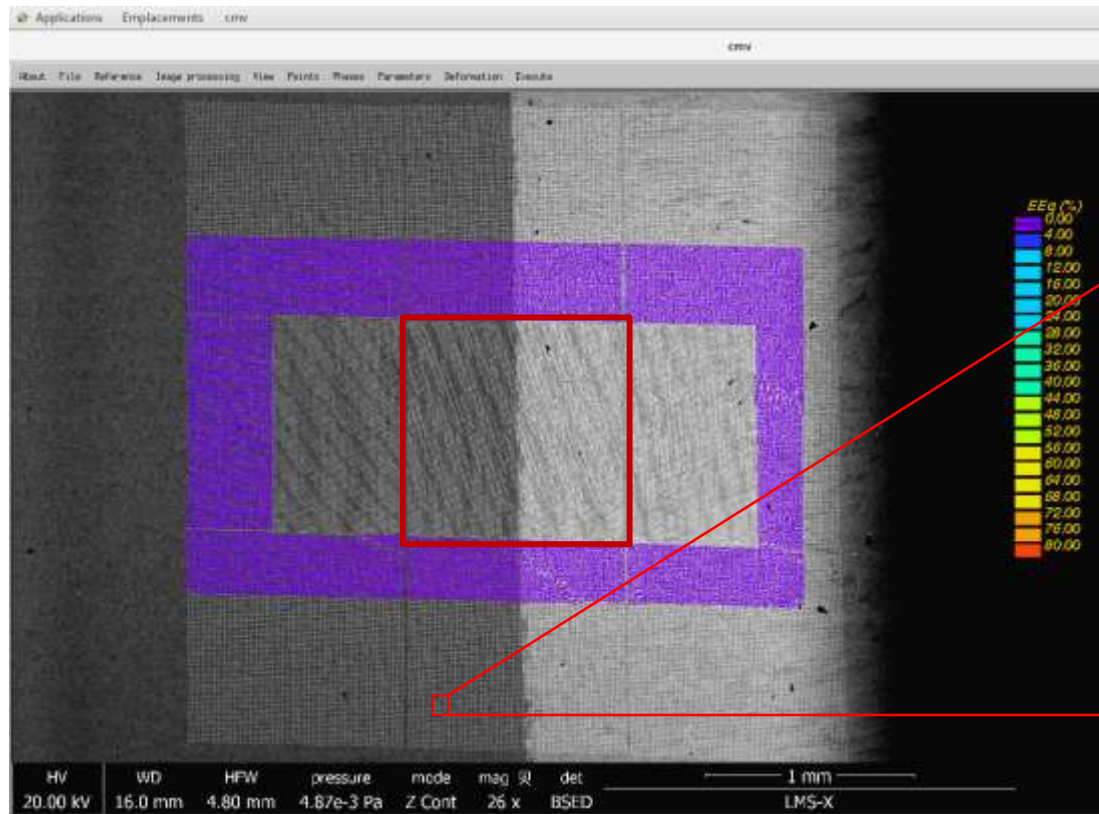
$\epsilon_{11}$ , thèse GOYAL

300 μm

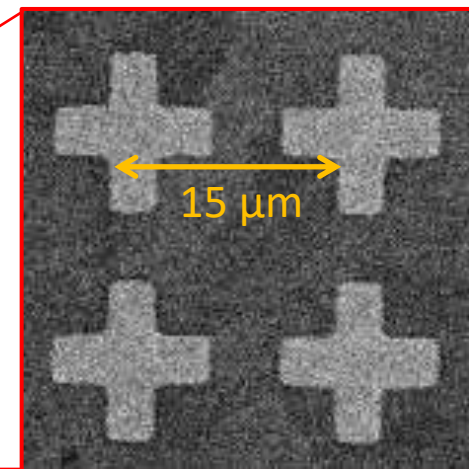
# III. Résultats avec la corrélation d'image numérique.



+ Résultat à l'échelle de l'échantillon, zone utile .



HFW = 4800 $\mu$ m  
Marquage Lithographie:  
Croix de 15  $\mu$ m de pas.

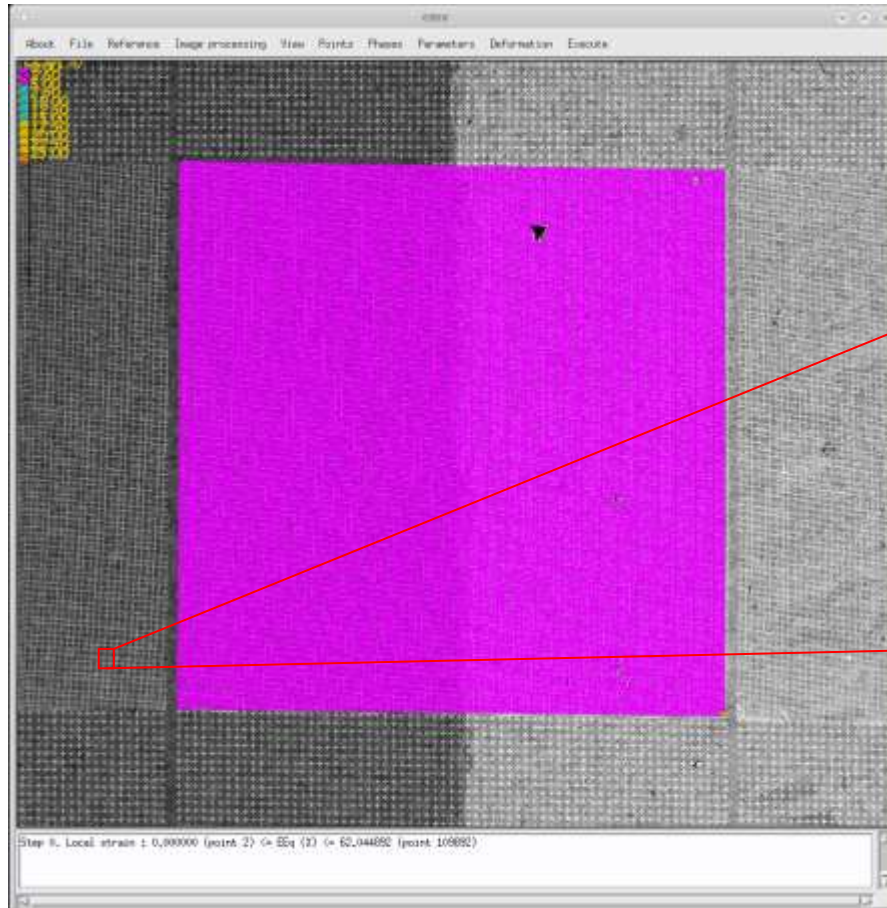


Visualisation des hétérogénéités de déformation sur 3mm.

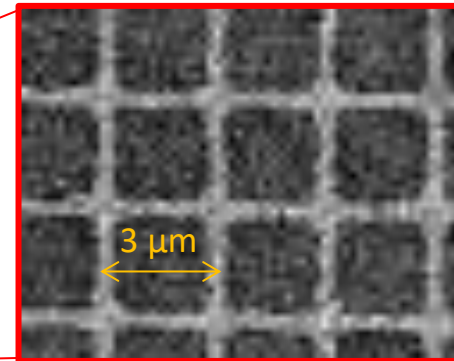
# III. Résultats de la corrélation d'image numérique.



+ Résultat à l'échelle de la microstructure (ensemble de grains).



HFW = 1600 $\mu$ m  
Marquage Lithographie:  
Grille 3  $\mu$ m de pas.

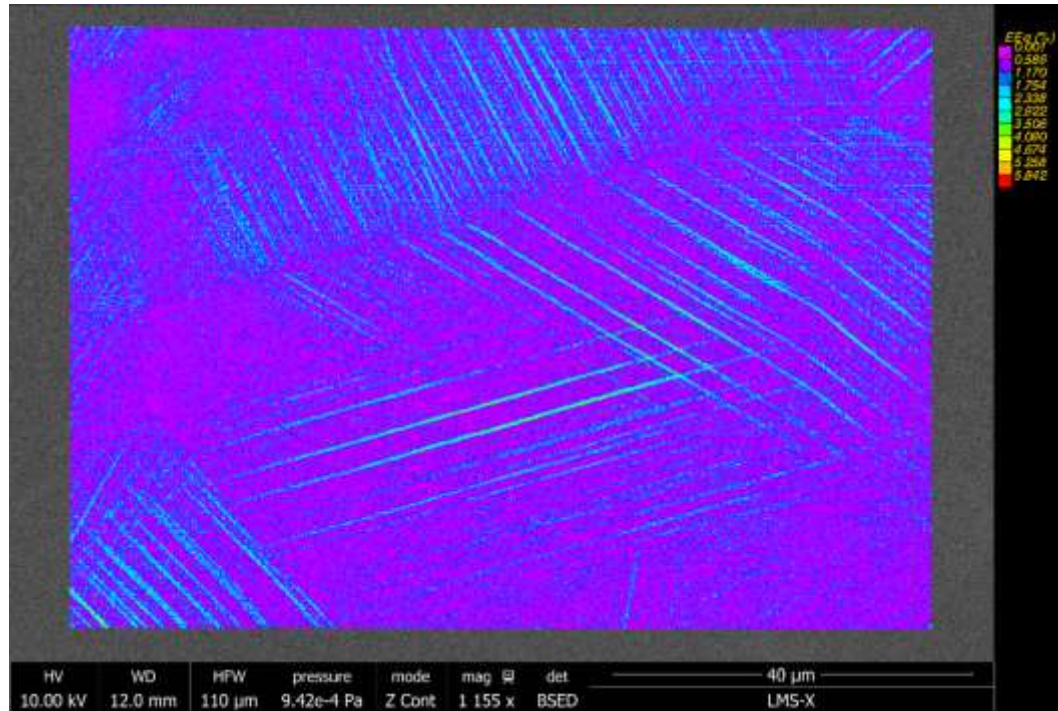


Observation et mesure du champ de déformation à l'échelle des grains de la microstructure.

# III. Résultats de la corrélation d'image numérique.



+ Résultat à l'échelle du grain.



HPW = 110 μm

Marquage démouillage:

Motif suivi bille de 80 a 100nm

visualisation du maillage à l'échelle des grains (Déformation de macroscopique de 0,5 %)

# IV. Conclusions.



Nous avons vu les **avantages et les limites** des **techniques de marquages** présentées, d'un point de vue de leurs mise en œuvre et des résultats.

La **combinaison de la lithographie et du démouillage** permet de réaliser un marquage à **trois échelles différentes**:

macroscopique pour la matrice de croix. (qq mm)

mésoscopique pour la grille. (<1mm)

microscopique pour les billes.( échelle de l'ordre de la 100 nm)

Enfin la réalisation d'un **marquage multi-échelle** permet d'exploiter au maximum la **gamme de grandissement du MEB** pour apporter, par la **corrélation d'images numériques**, des données d'entrées pour l'analyse mécanique **des matériaux**.



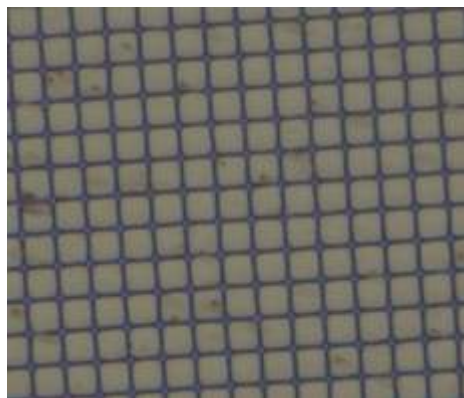
Merci de votre attention

# Annexes.

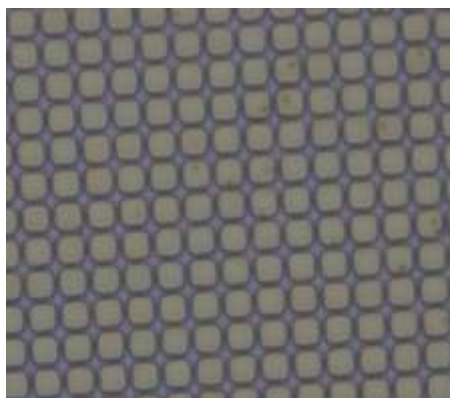
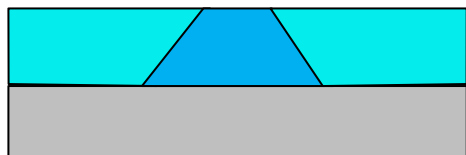


+ lithographie électronique: étape N°5 vérification du motif.

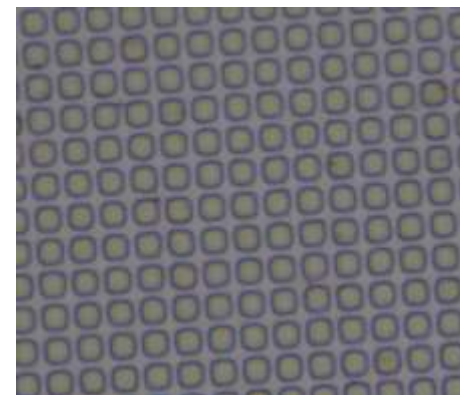
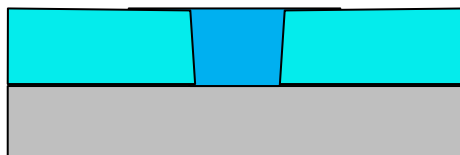
Influence du facteur dose sur le volume de PMMA irradié.



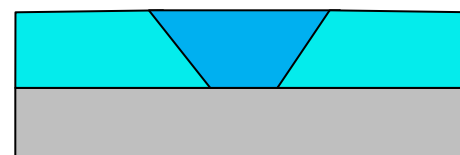
*Dose 0.4*



*Dose 0.8*



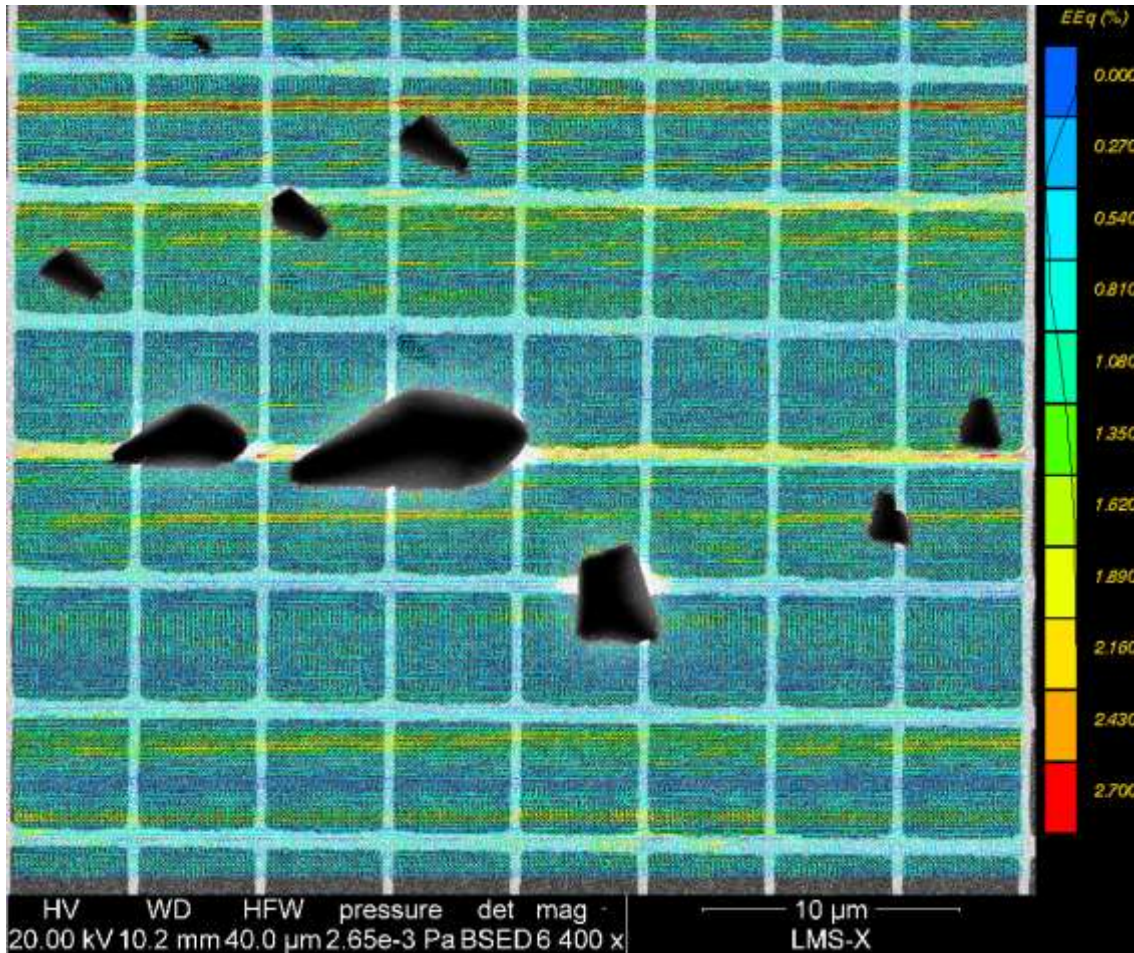
*Dose 1.2*



La dose va avoir une influence sur le finesse du motif et la réussite de l'étape de révélation.

# Annexes.

+ erreur de balayage .



# Annexes.

+ erreur de balayage .

