

# Essais Thermo-mécaniques

## MT1000

*Antoine CANDEIAS*

## Questions en Fin de présentation

*Plusieurs questions ont été posées dont la plus importante pointait les problèmes de dégazage. Nous souhaitons apporter ici le résultat de nos expérimentations :*

- 1. Les éléments chauffants de NewTec ainsi que la MT1000 ne dégazent pas donc n'apportent aucune pollution dans la chambre MEB*
- 2. Seul l'échantillon sera responsable du dégazage ou de la pollution de la chambre MEB*
- 3. Pour les faibles dégazages nous fournissons des outils qui les absorbent, évitant ainsi la pollution*
- 4. Pour les dégazages importants nous vous conseillons de travailler dans une chambre MEB à vide partiel avec un diaphragme sur la pièce polaire. Conserver ce diaphragme même en vide poussé. Le champ d'observation pouvant être élargi par notre logiciel automatique e-Remora,*
- 5. Pour les échantillons inconnus nous vous conseillons de travailler ex-situ pour les essais préliminaires. Cahmbre d'essais que nous fournissons.*

# REMERCIEMENTS

*Hervé NONON : Ingénieur Supelec, qui nous a quitté début novembre et qui a réalisé l'interface électronique avec une résolution extrême*

*Rémi CHIRON : CNRS Villetaneuse, qui nous a transféré son*

*savoir-faire sur la platine MT1000*

# REFLEXIONS DE REMI CHIRON

## I. Tests mécaniques in-situ

Les objectifs :

- Observer les évolutions mécaniques qui surgissent durant les déformations plastiques du matériau
- Caractériser la microstructure des matériaux étudiés et les mécanismes associés
- Améliorer la compréhension des propriétés mécaniques grâce à l'observation et l'analyse du comportement à l'échelle locale (par exemple à l'échelle du grain)

Outils :

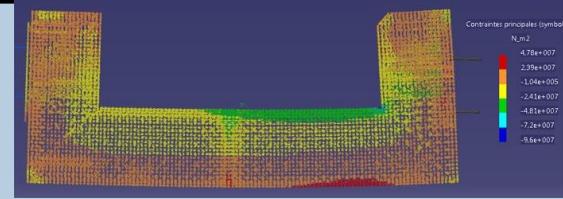
- Microscope Electronique à Balyage (MEB)
- Micro machine de test in-situ (dans la chambre MEB)
- Analyseurs de cristallographie et de morphologie
- Observation des déformations locales (micro-extensomètre, corrélation images) pour obtenir le champ de déformation locale

Caractéristiques de la micro machine de test

- Matériaux magnétiques interdits, hautes caractéristiques mécaniques
- Utilisation de barrières magnétiques pour les éléments avec un champ alternatif
- Légèreté pour utilisation du tilt MEB (EBSD)
- Caractéristiques en fonction des matériaux étudiés
- Traversées de chambre spécifiques au vide
- Electronique de contrôle de la machine et acquisition des données
- Logiciel de contrôle et d'acquisition

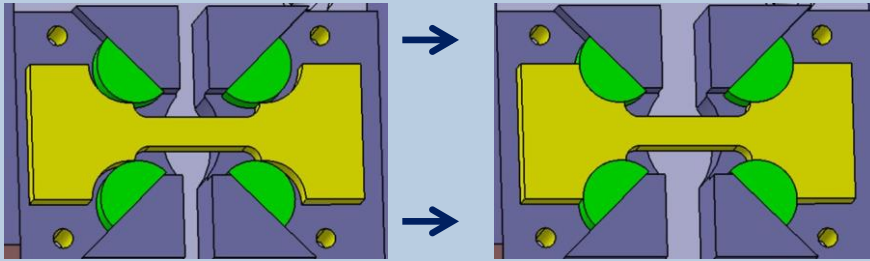
# LES ELEMENTS DE LA MACHINE

- Le bâti : forme en U  
Calcul de dimensionnement (éléments finis) pour  $F = 10 \text{ kN}$



- L'éprouvette et son système de fixation : Mise en place de l'éprouvette

- automatique, alignement dans l'axe
- arrêt par détection de charge
- absence de contrainte de serrage
- mais dimensions géométriques précises



Autres systèmes de fixation, utilisés dans d'autres machines :

- ✓ Serrage des têtes de l'éprouvette (mors + mordaches)
  - forme simplifiée de l'éprouvette
  - positionnement axial plus difficile
  - Risque de mise sous précontrainte de l'éprouvette au serrage
- ✓ Fixation par piges cylindriques

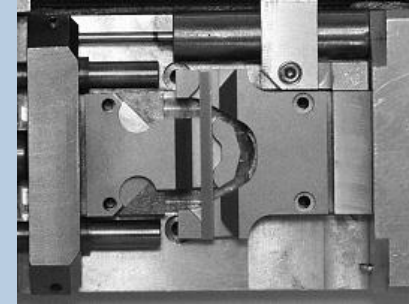
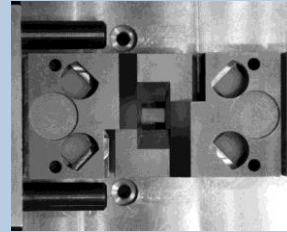
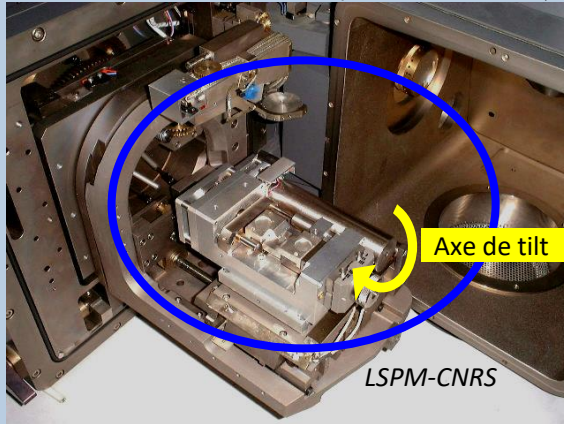
*Différentes formes  
d'éprouvettes*



# DEVELOPPEMENTS LABORATOIRE

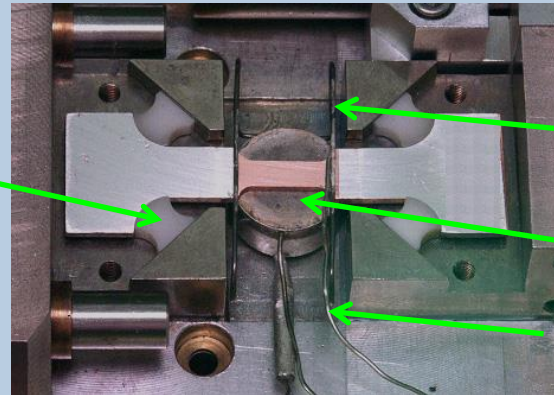
## LSPM

Machine installée au LSPM-CNRS pour des essais de traction, compression, flexion 4 points, développée au LSPM-CNRS  
Machine de traction, compression, flexion 4 points, développée au LSPM-CNRS  
on (10 kN, 800 °C), compression (7,5 kN, 600 °C), flexion (3 kN)  
Accessoire compression



Essai en température

Pion en isolant



Epingle en W

Four 50W

Thermocouple

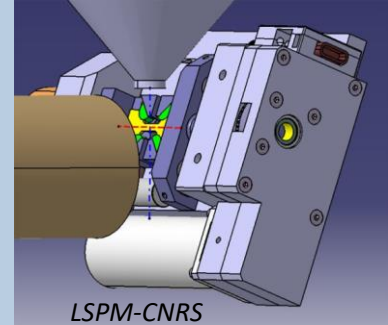
# PLATINE MT1000 INCLINEE

Constat : l'éprouvette de traction (ou de compression ou de flexion) doit être inclinée à  $70^\circ$  pour EBSD

Solution 1 : Machine d'essai inclinée à  $70^\circ$  → encombrement et poids faibles

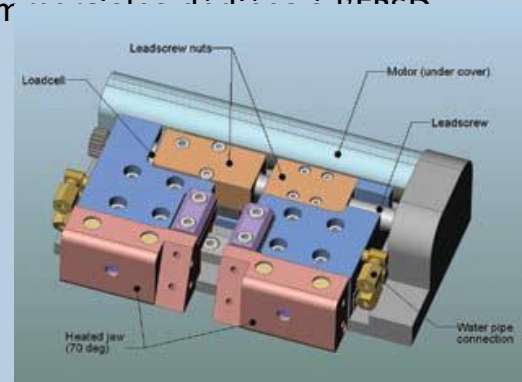
Avantages : imagerie à inclinaison nulle et EBSD à  $70^\circ$   
surface éprouvette // plan XY platine (en général)

Solution développée au LSPM-CNRS



Solution 2 : Machine à plat, éprouvette pré-inclinée à  $70^\circ$

Problèmes : – imagerie à  $70^\circ$  d'inclinaison (distorsions de l'image ?)  
– un déplacement platine hors plan de l'éprouvette  
→ nécessité de compenser en Z



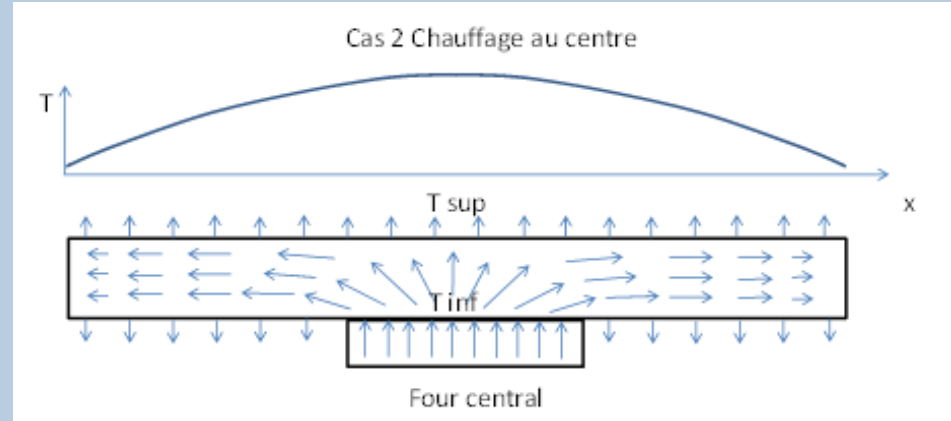
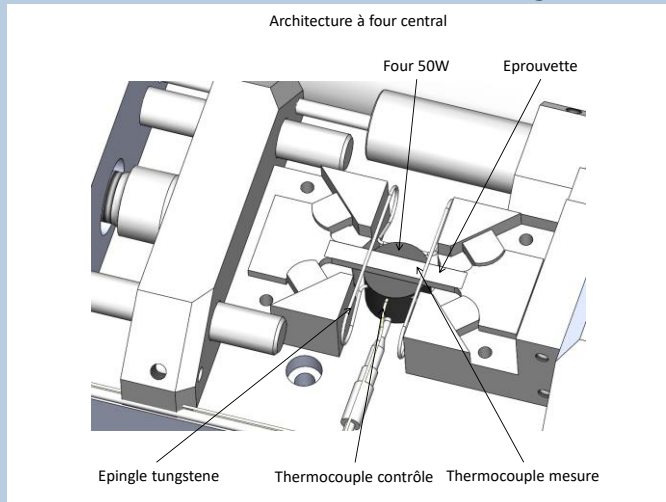
# MISE EN TEMPERATURE DE L'ECHANTILLON

L'idée de Rémi Chiron était de limiter l'énergie injectée in-situ :

- Chauffer seulement l'éprouvette pour limiter l'énergie injectée in-situ (four central fixé sur l'éprouvette)
- Réduire au maximum la vitesse écoulement du refroidissement et éviter les turbulences (vibrations)

Inconvénients liés au four central :

- Lors d'allongements importants les épingles de fixation en W décrochent
- La connectique et le thermocouple engendrent une contrainte qui perturbe le contact du four avec l'échantillon
- Fixation de la mesure de température sur l'échantillon difficile à maintenir
- Rayonnement important car le four est difficile à capoter du fait des épingles
- Visualisation d'importants gradients thermiques dans l'épaisseur de l'échantillon

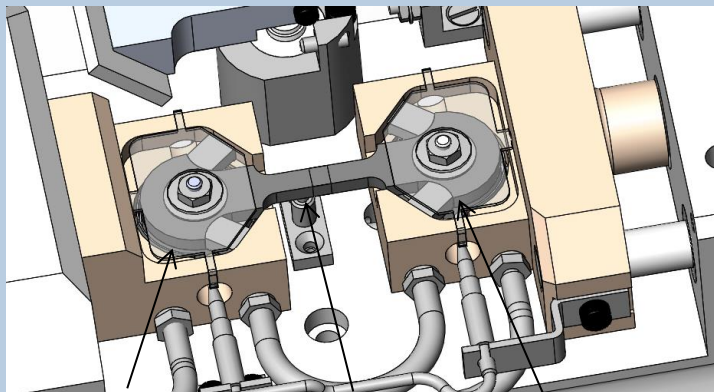


*Gradient de température important dans l'épaisseur*

# REFLEXION REMI CHIRON - NEWTEC

Le comportement thermique du système dépend de nombreux paramètres : géométrie, conductivité et émissivité de l'éprouvette, géométrie et conductivité des pions, coefficients de transfert aux interfaces, température de consigne...

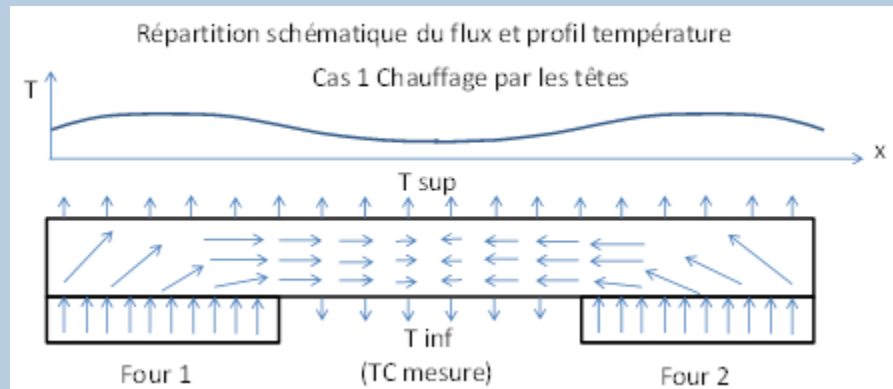
La configuration avec chauffage par les têtes semble malgré tout plus favorable pour la maîtrise du profil de température dans la zone centrale, pour l'homogénéité de température dans la cette même zone et pour le transfert de puissance fours / éprouvette. Elle a par contre l'inconvénient de générer un léger gradient au centre / bords dépendant de la conductivité thermique de l'échantillon.



Four 1 avec son thermocouple

Thermocouple Central

Four 2 avec son thermocouple



Les deux solutions ne sont pas antinomiques et l'on peut envisager de monter un four au centre en utilisant aussi les fours latéraux

# CHOIX NEWTEC

## I. Matériel

- Encapsulation d'un élément chauffant dans chaque mors
- Optimisation du dispositif de refroidissement (réduction maximale des vibrations)
- Insertion d'un dispositif MEB-Iris (image optique et électronique simultanée)
- Insertion d'un dispositif d'injection de gaz sur l'échantillon

## II. Electronique de contrôle

- Développement d'une carte électronique propre avec une résolution extrême (32bits)
- Contrôle rapide de l'environnement platine 100Hz
- Firmware en adéquation avec le logiciel IHM
- Maîtrise des évolutions

## III. Logiciel de contrôle

- Visualisation de tous les capteurs en temps réel (10Hz)
- Ecriture des script avec modification a tout moment, dossier Log
- Mode manuel, semi automatique, automatique, cyclique
- Visualisation de tout type de courbe configurable par l'opérateur

## IV. Logiciel automatisme

- Communication avec le MEB ou le MEB-Iris
- Acquisition d'images petits champs et grands champs avec corrélation
- Acquisition 3D avec tilt ou rocking beam

# TESTS In-Situ

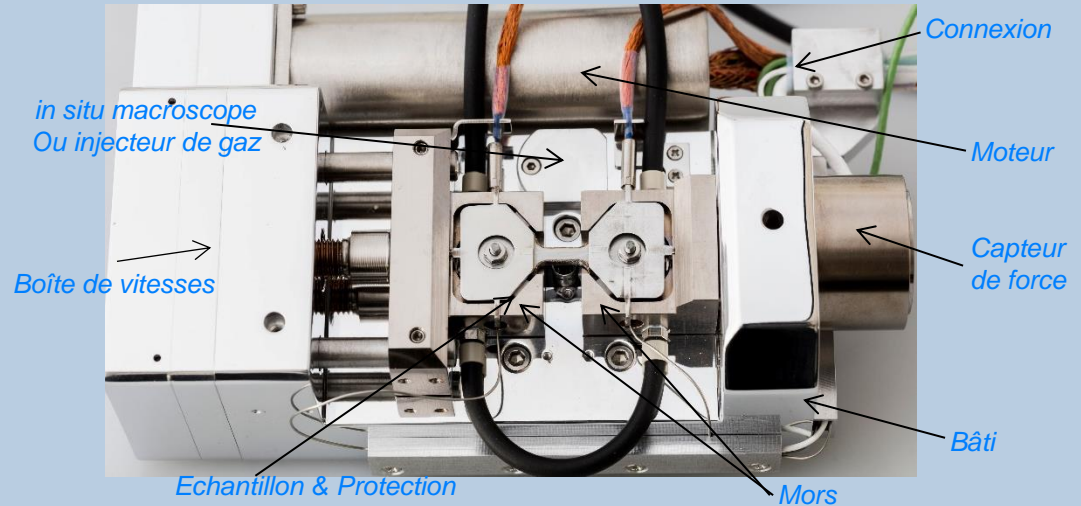
Partnership with LSPM - CNRS (Villetaneuse France)

Traction : jusqu'à 10 kN,  
Compression : 5 kN,  
Flexion 4 points : 3 kN,  
Température : jusqu'à 1000°C

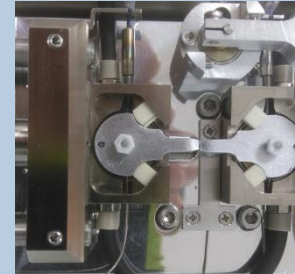
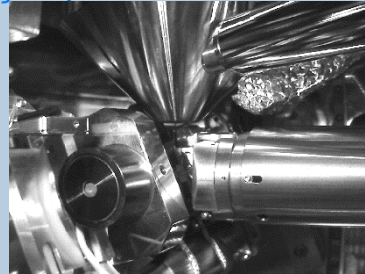
Double chauffage 3 PID pour contrôler la température et possibilité de gradient thermique contrôlé.

Logiciel SoftStrain pour piloter la MT1000 et

eRemora pour l'acquisition automatique d'images MEB et/ou optiques avec corrélation.

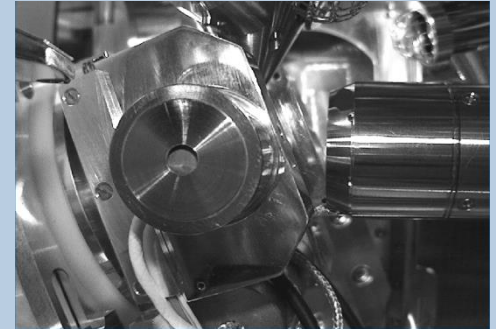
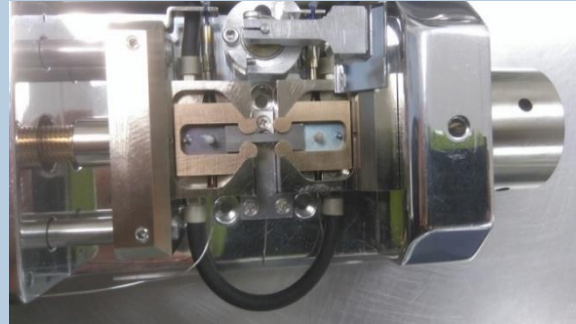
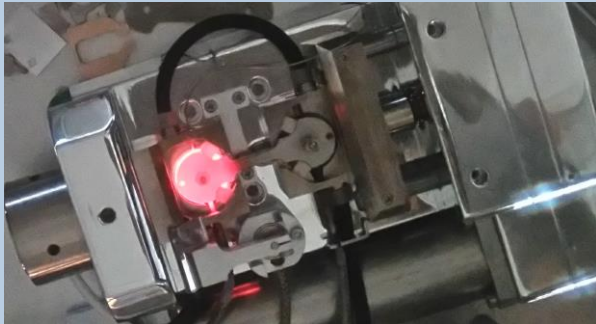
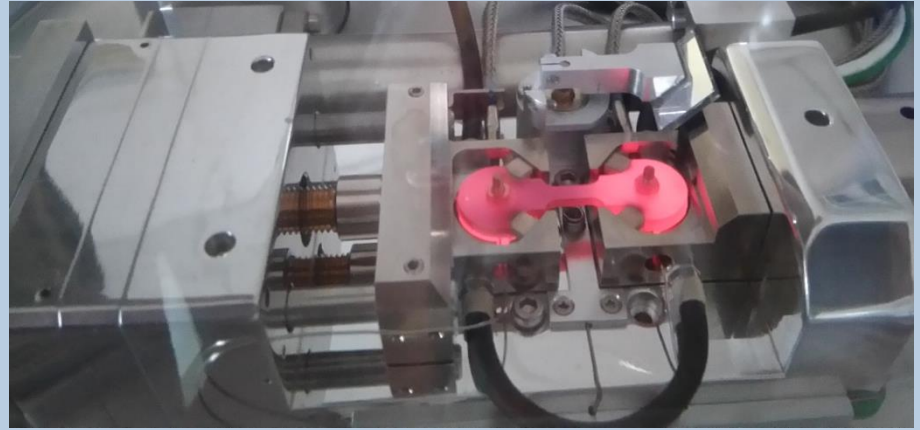
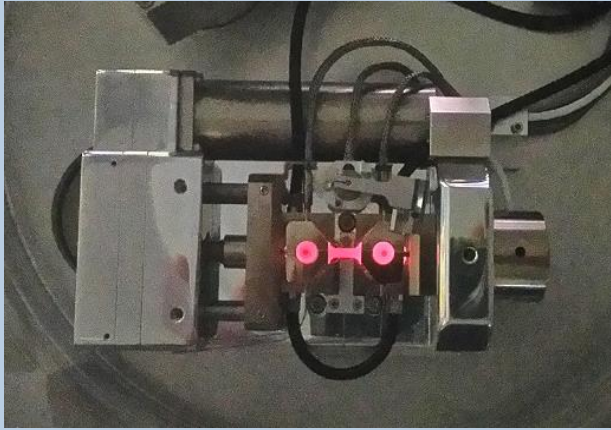


Conçue pour être inclinée : EBSD

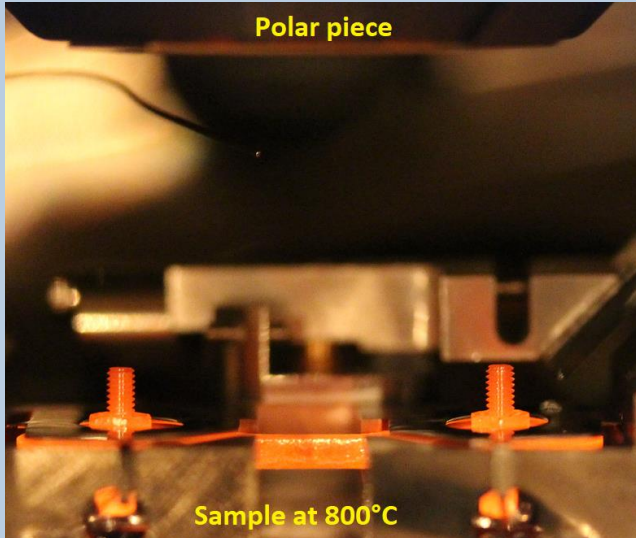


# MT 1000

Chauffant et/ou Cryo (-150°C jusqu'à 1000°C)

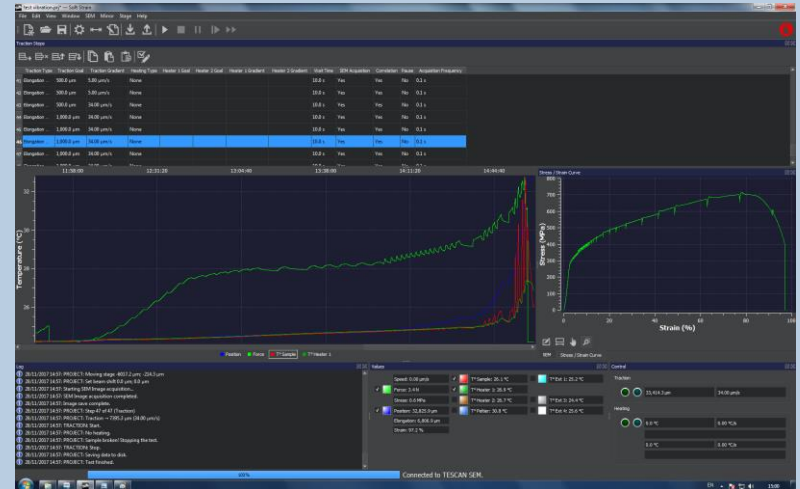
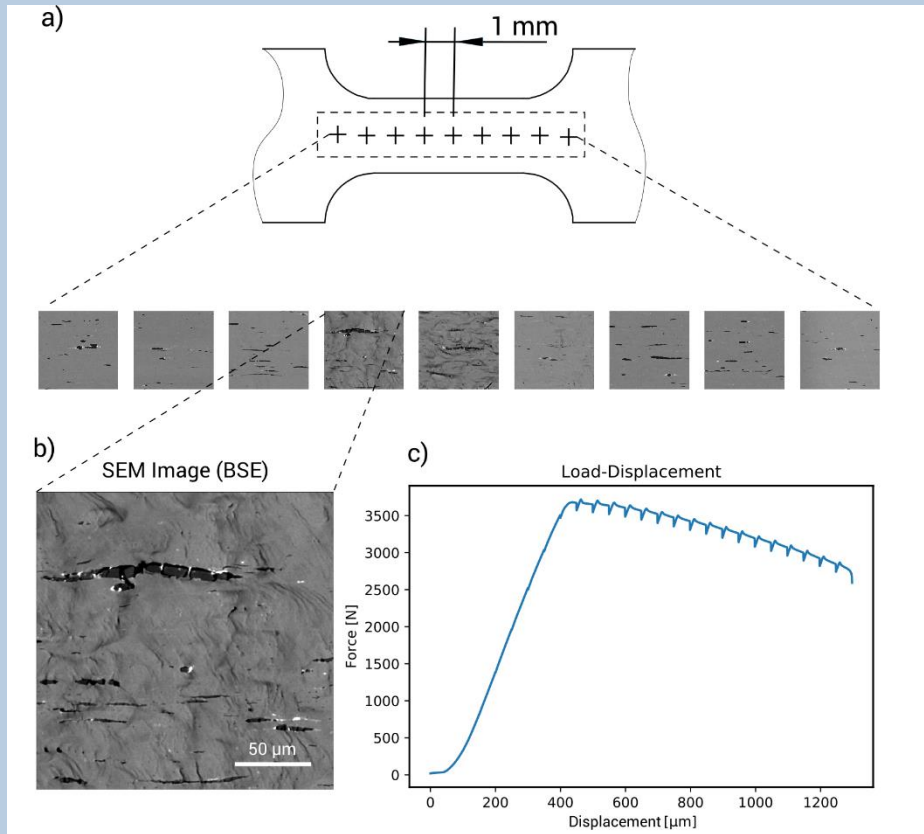


# RESULTATS AVEC MT1000

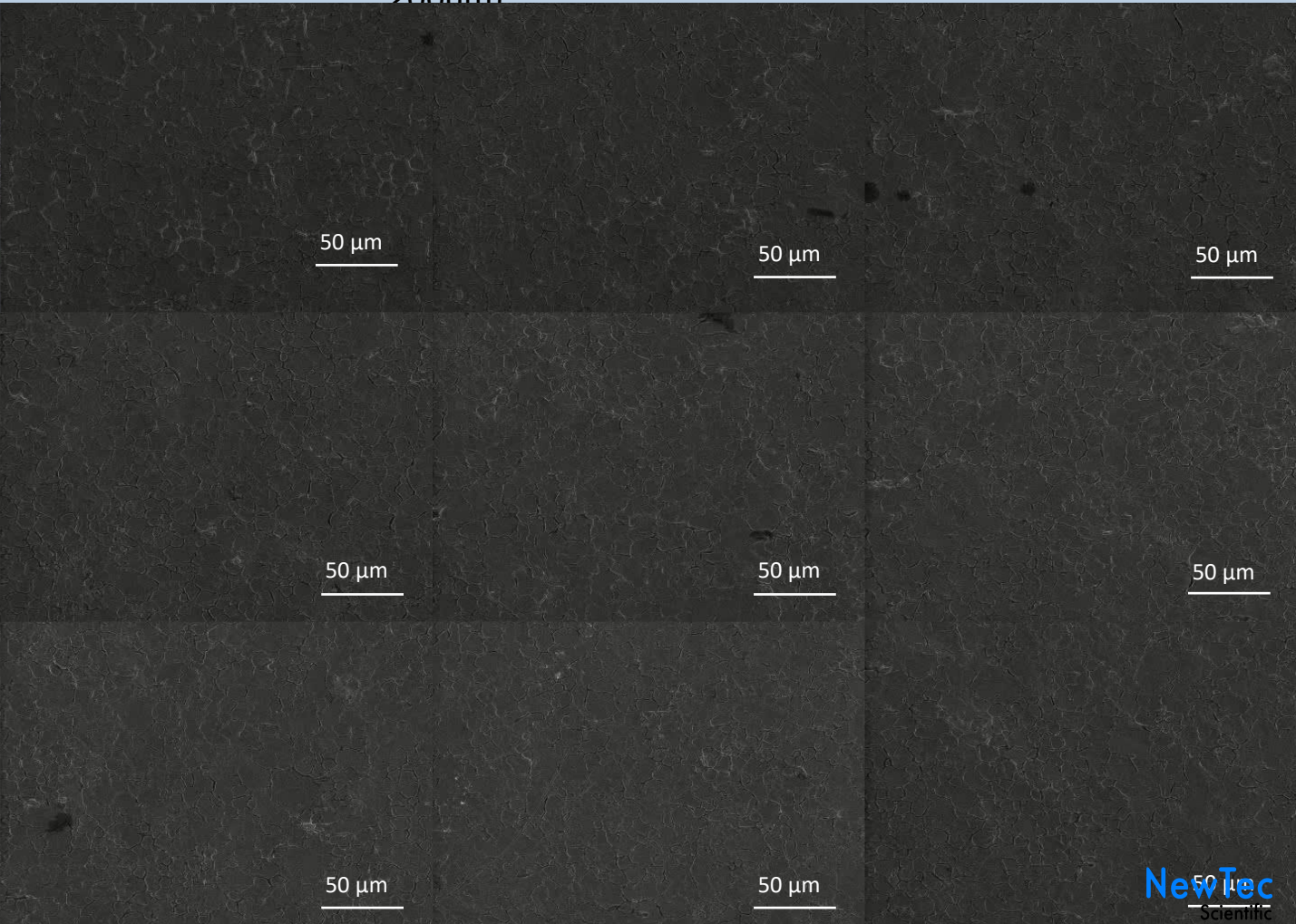
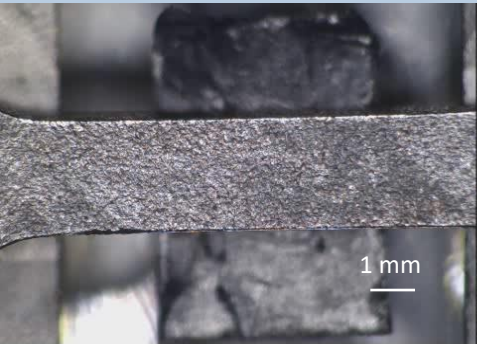


# TEST In-Situ (MEB)

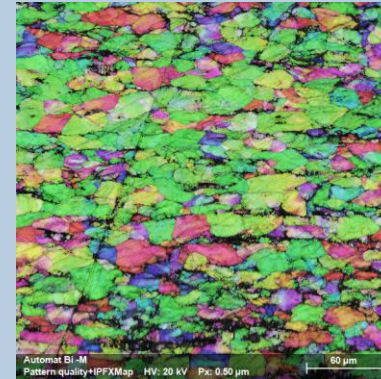
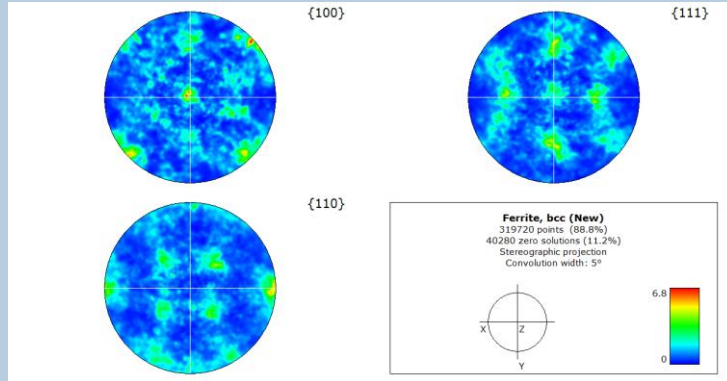
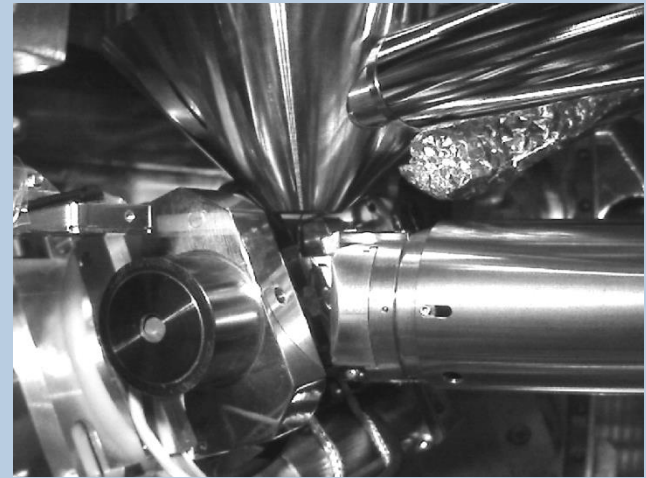
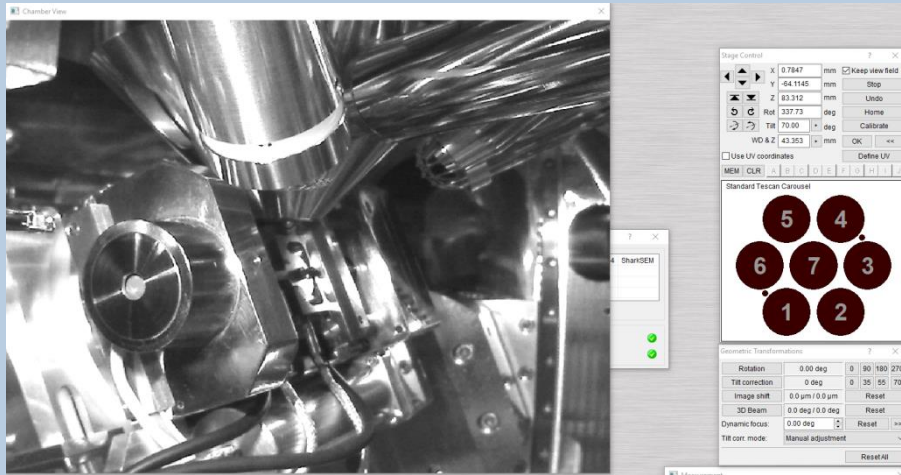
Une intégration très poussée avec le MEB qui permet de surveiller plusieurs positions pendant l'expérience, avec une correction automatique de la dérive.



Logiciel NewTec SoftStrain contrôle le MEB SEM via l'interface API

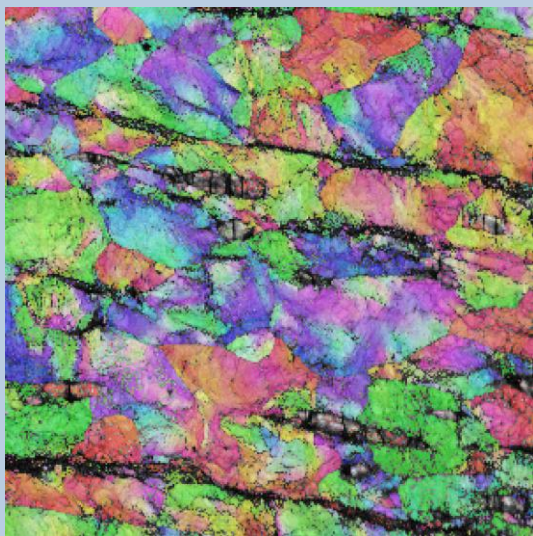


# MT1000 INCLINEE A 70° EBSD A CHAUD

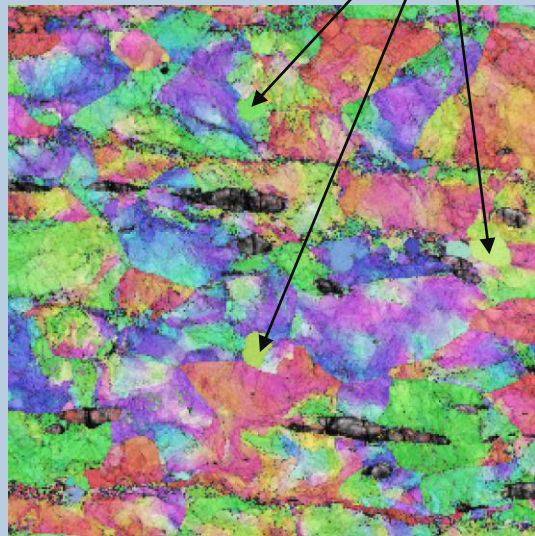


# Recrystallization In-Situ avec EBSD

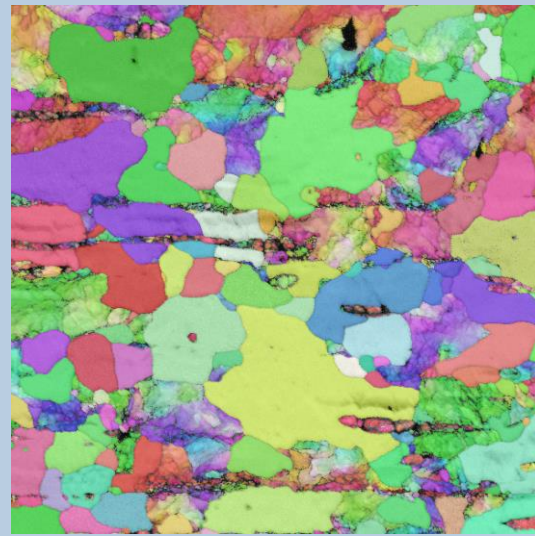
## Contrôle de température dans le temps



As drawn at room temperature  
(heavily deformed grains)



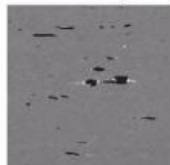
480°C for 60 min  
(formation of subgrains +  
first observation of recrystallization)



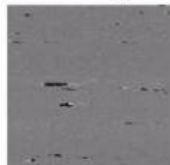
550°C for 15 min  
(massive recrystallization)

Free cutting steel without recrystallization  
In-Situ tensile test

SEM Image 1



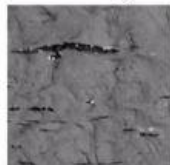
SEM Image 2



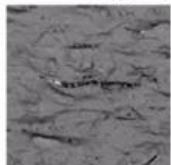
SEM Image 3



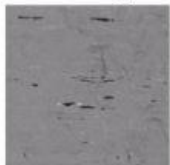
SEM Image 4



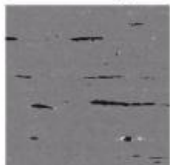
SEM Image 5



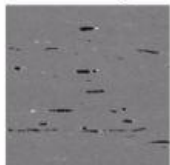
SEM Image 6



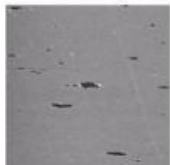
SEM Image 7



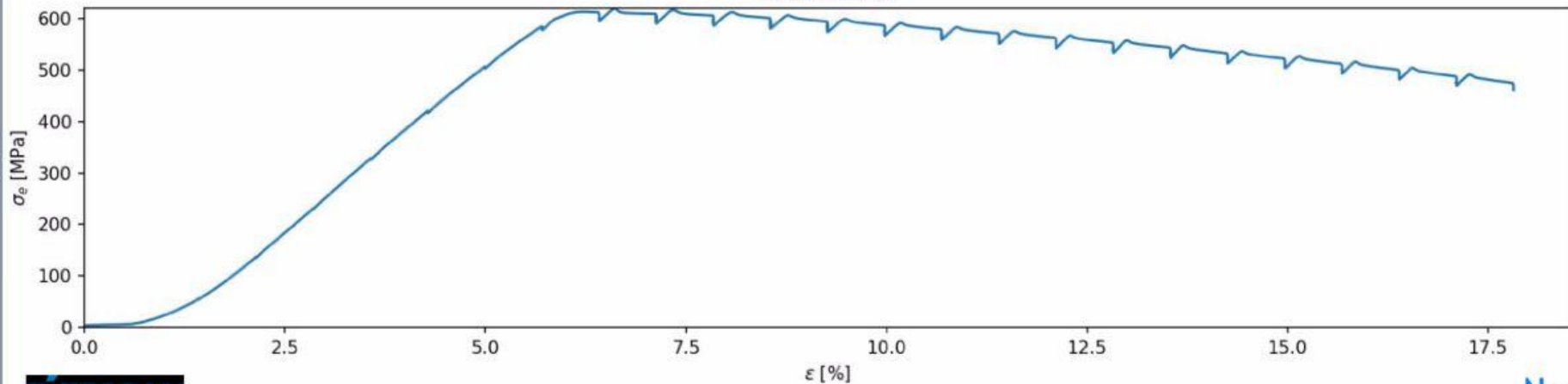
SEM Image 8



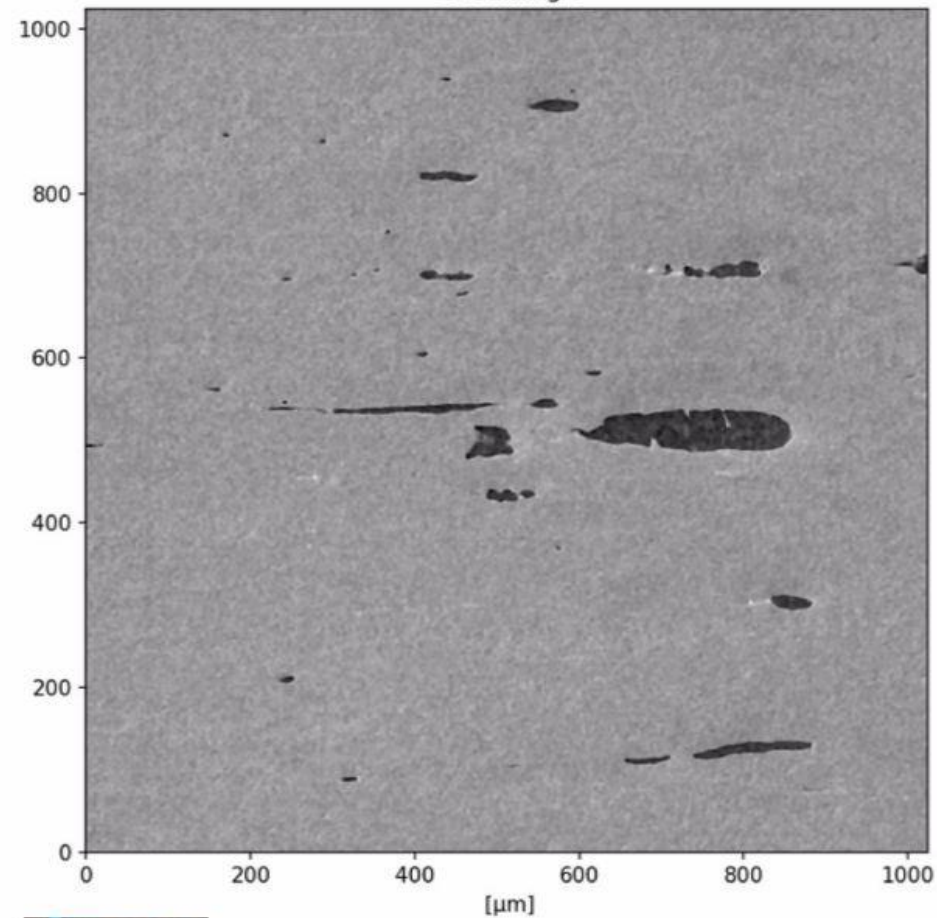
SEM Image 9



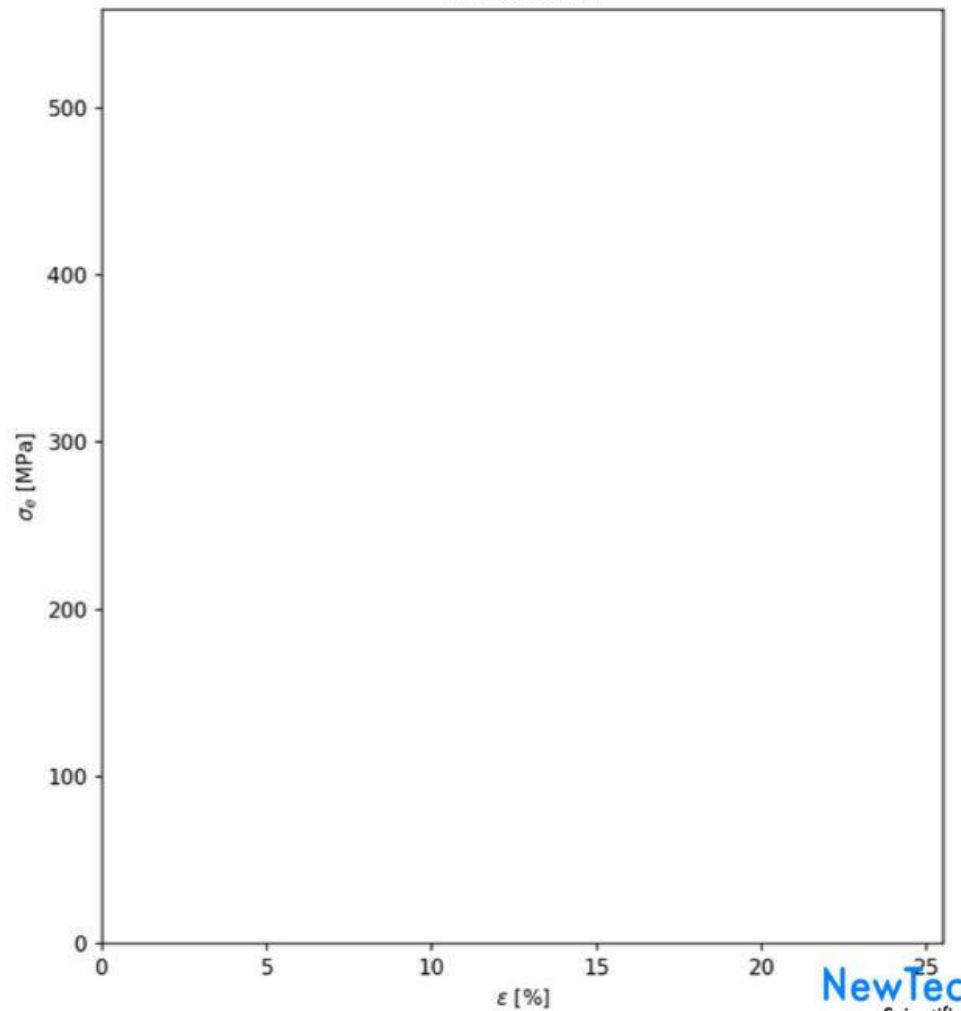
Stress-Strain



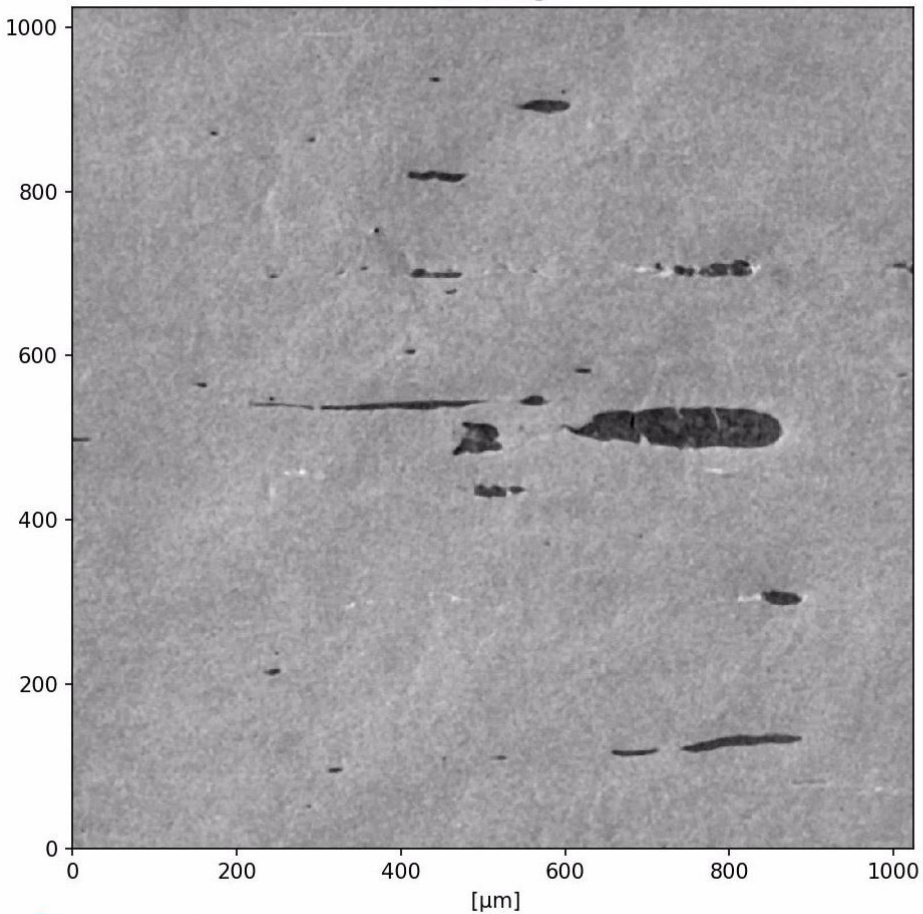
SEM Image



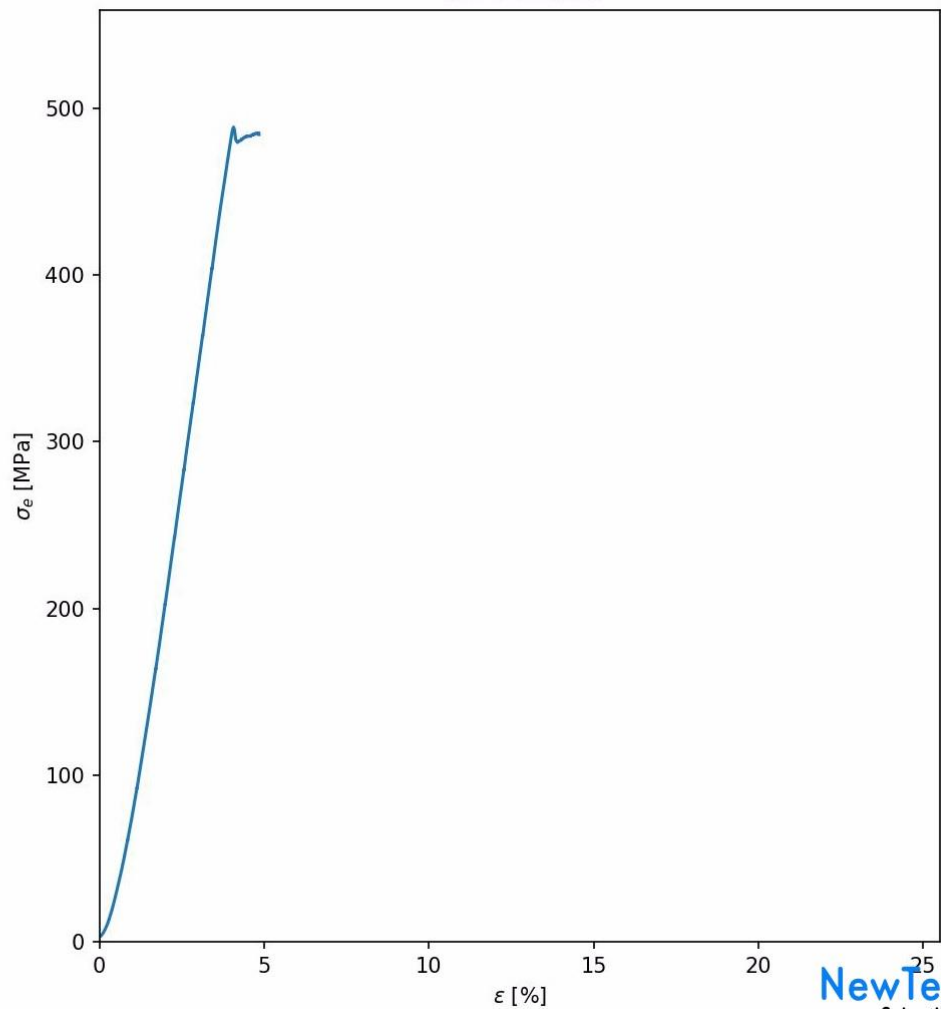
Stress-Strain



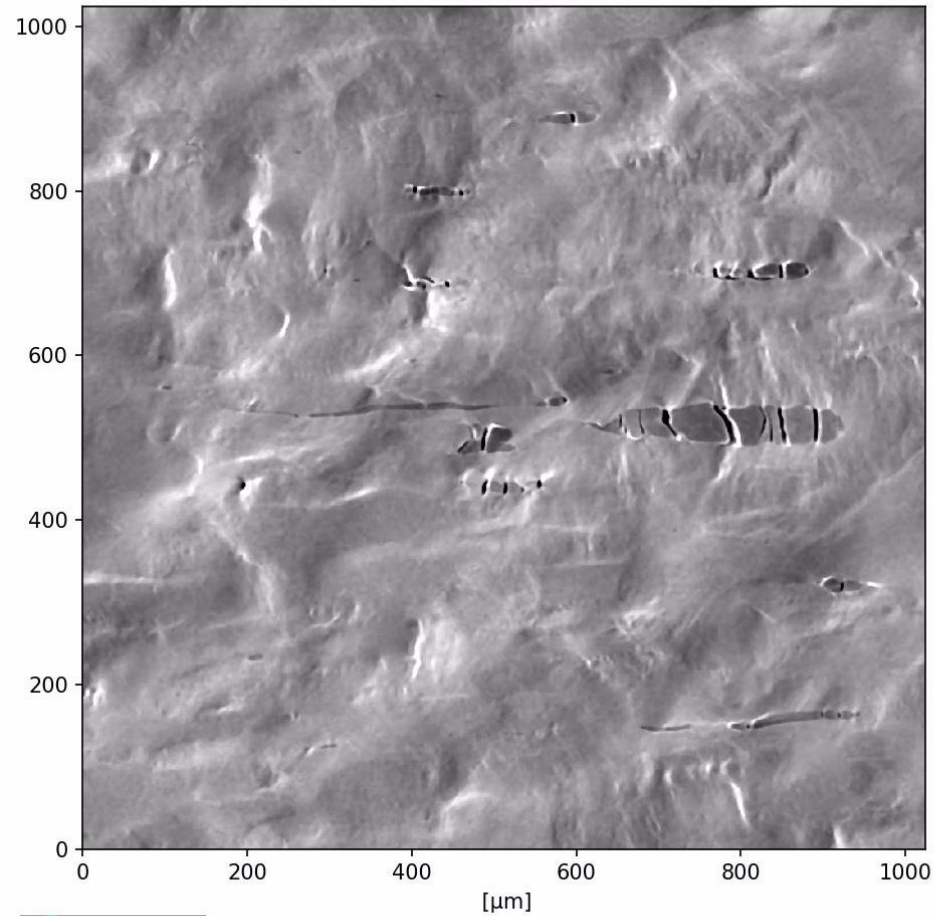
SEM Image



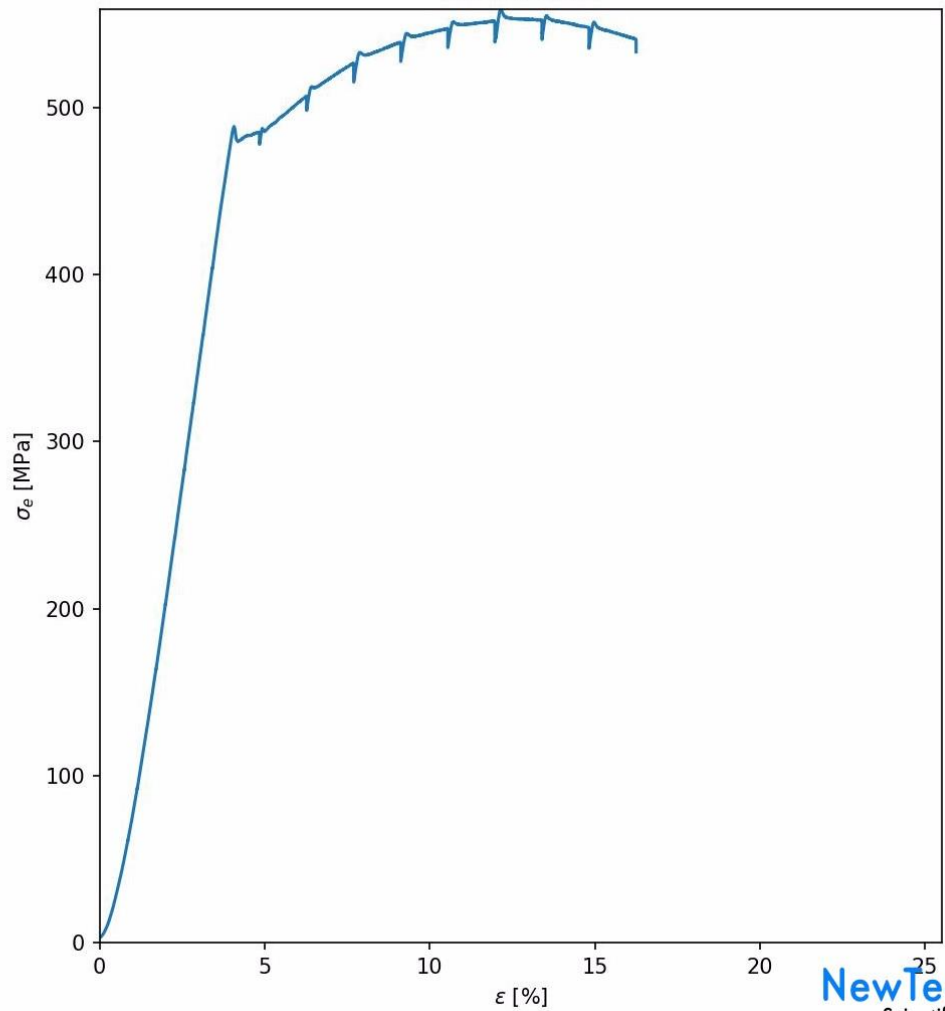
Stress-Strain



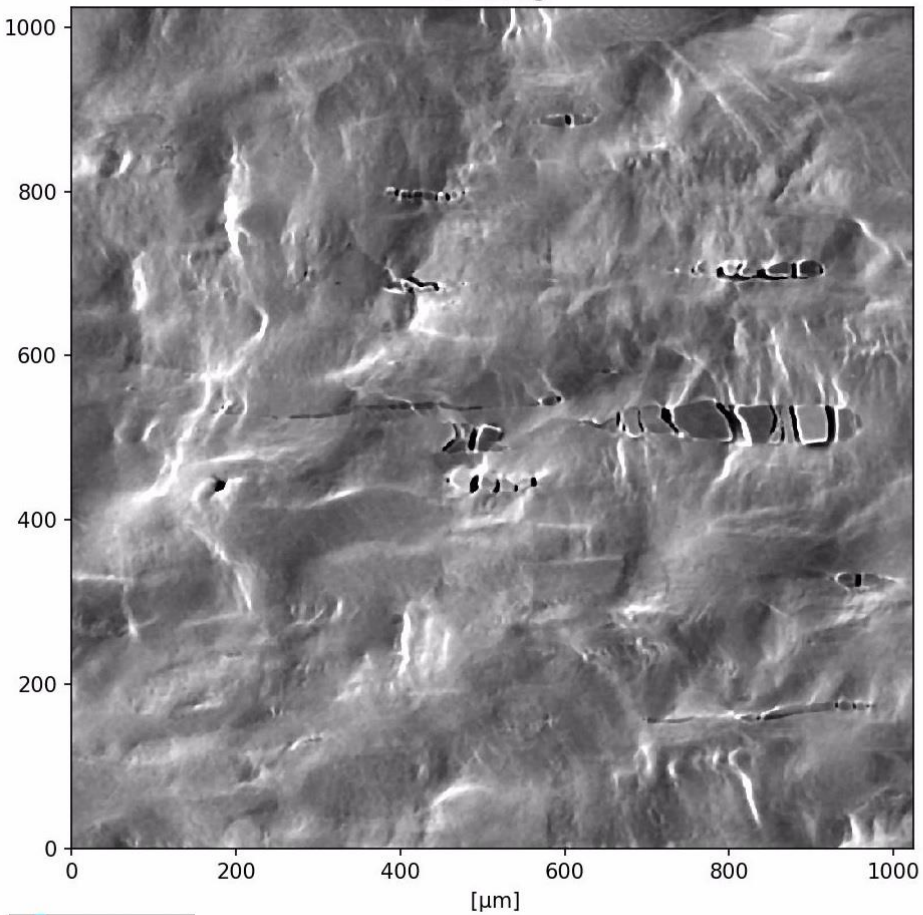
SEM Image



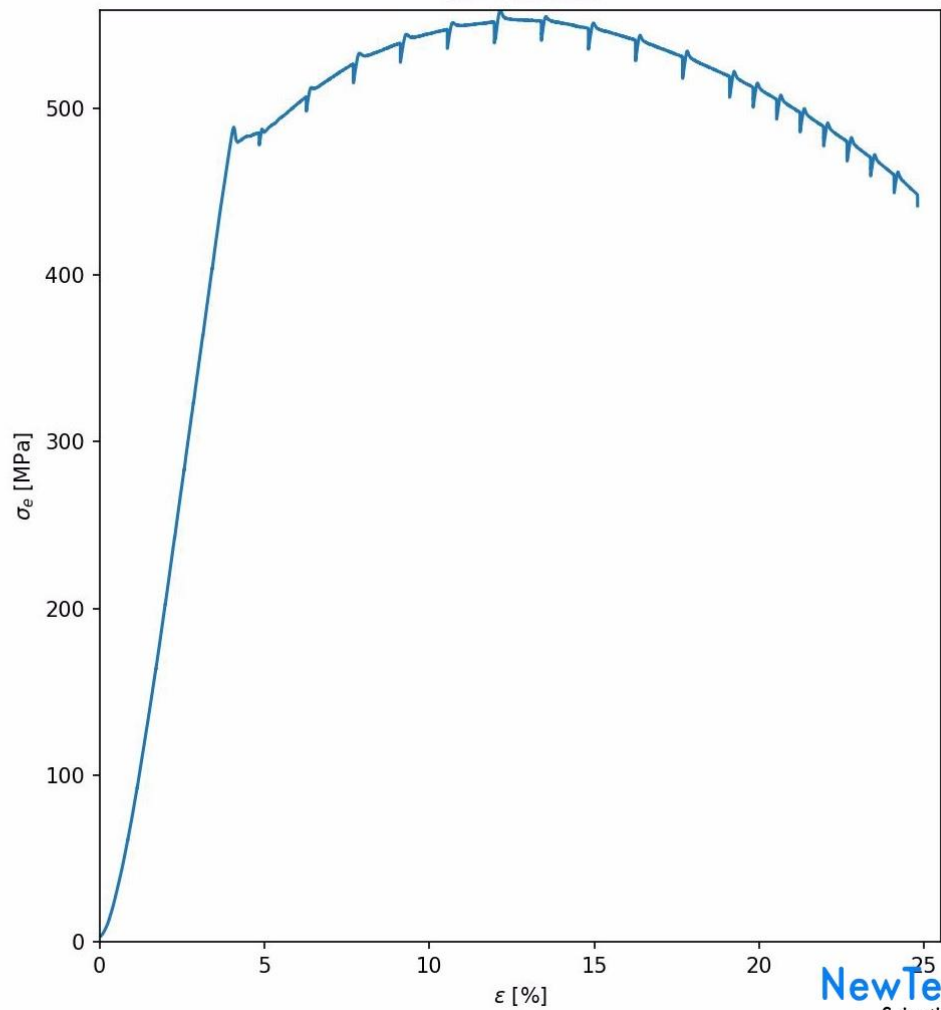
Stress-Strain



SEM Image

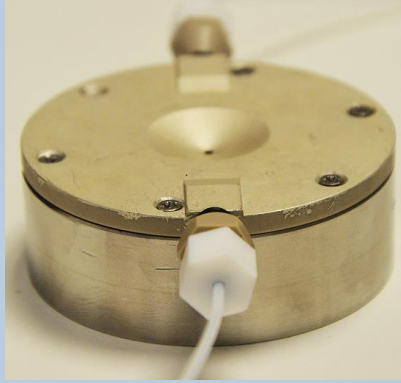


Stress-Strain



# INSTRUMENTATION NEWTEC

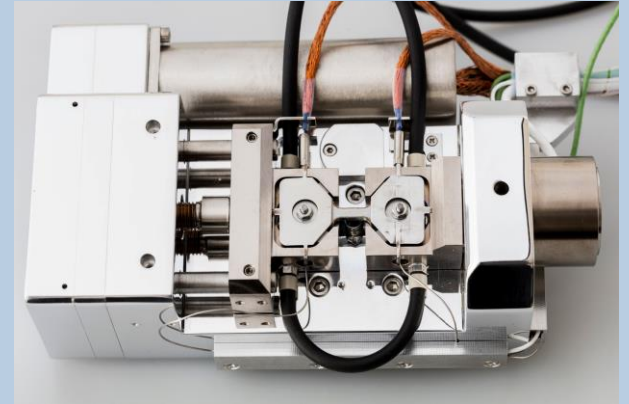
*Interaction solide/liquide in-situ MEB*



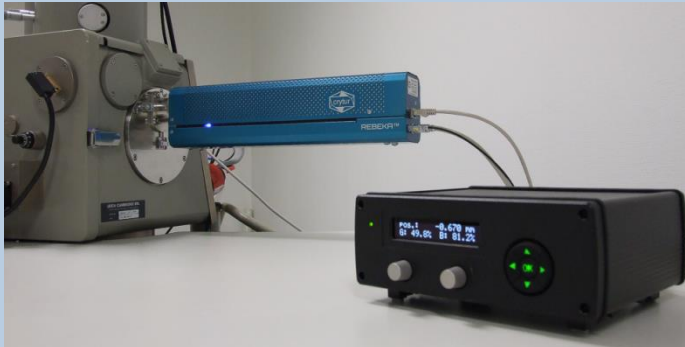
*Four in-situ 1100°C*



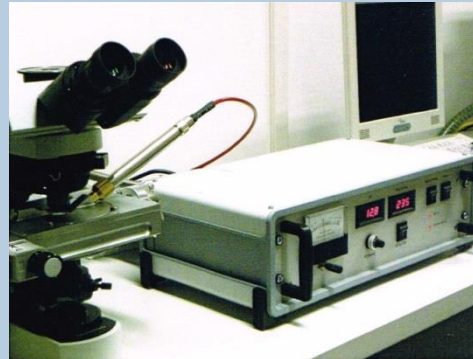
*Tensile stage In-situ– 10kN – 1000°C*



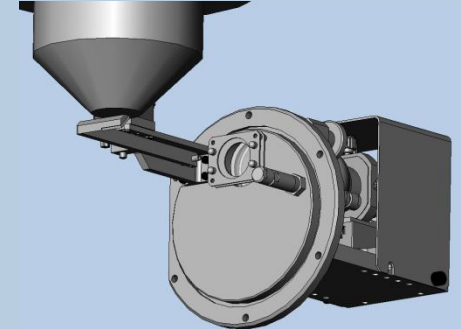
*BSE Retractable – Haute température*



*Cathodoluminescence Optique & MEB*

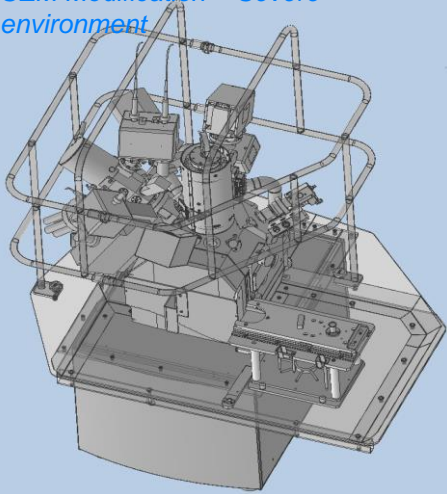


*Microscopie Correlative*

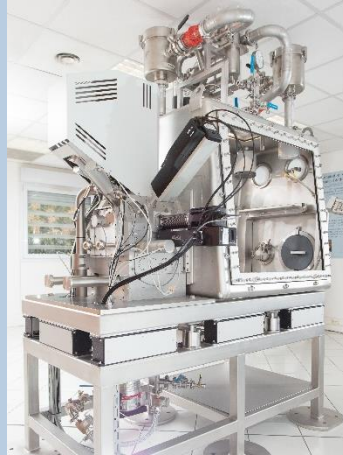


# INSTRUMENTATION NEWTEC

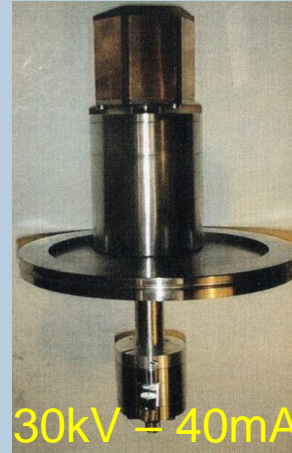
SEM Modification – Severe environment



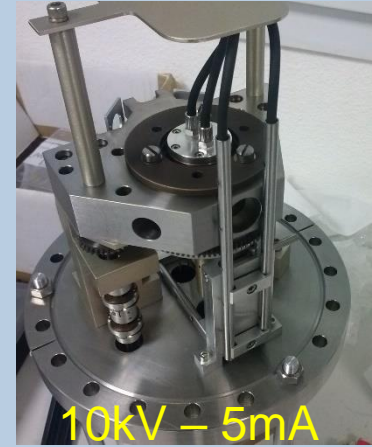
SEM lié à une Boîte à gants



Cibles RX refroidies



30kV – 40mA

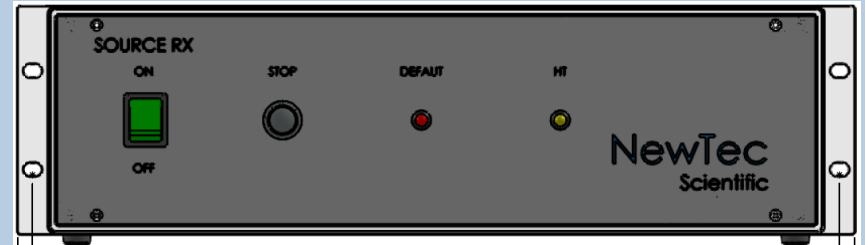


10kV – 5mA

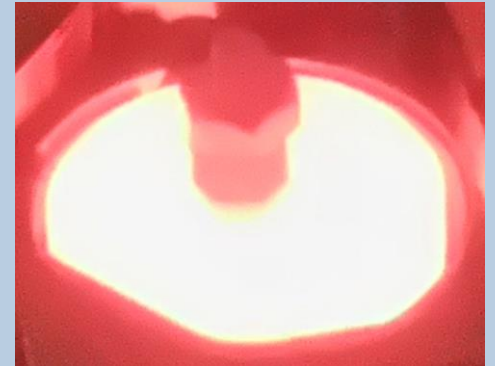
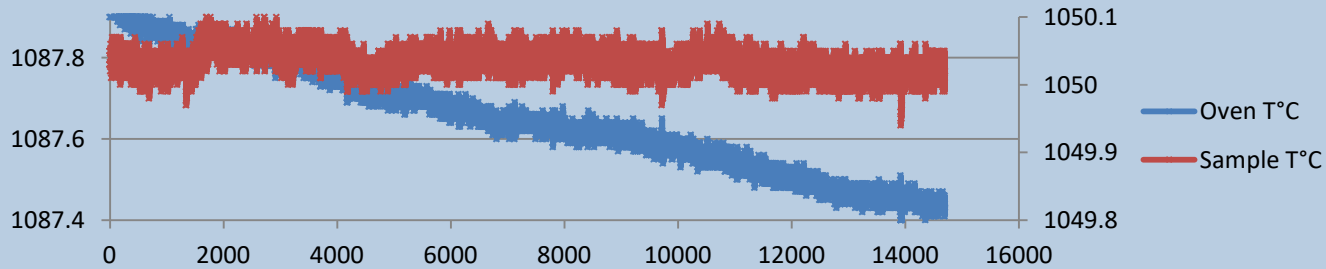
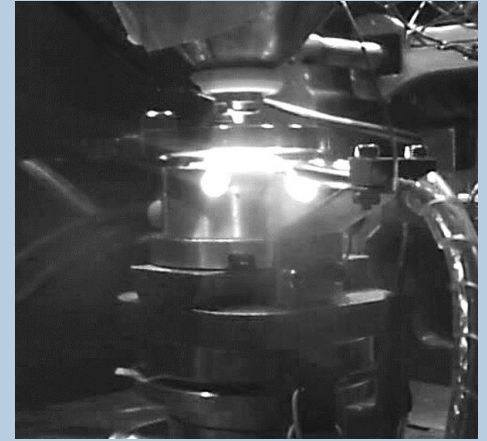
Alimentation Cryo - STEM



Alimentation canon à électrons compensée



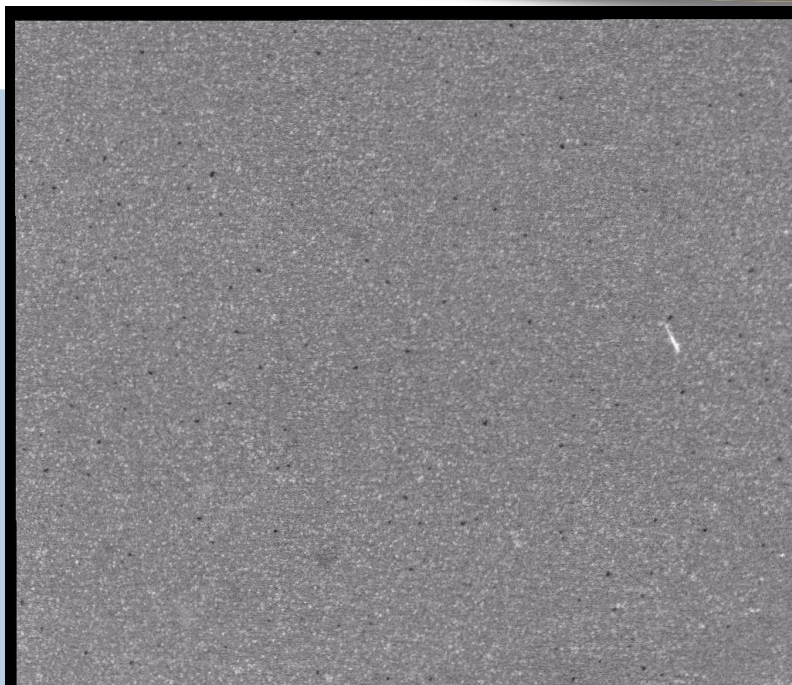
# RESULTATS AVEC FurnaSEM



Partners :

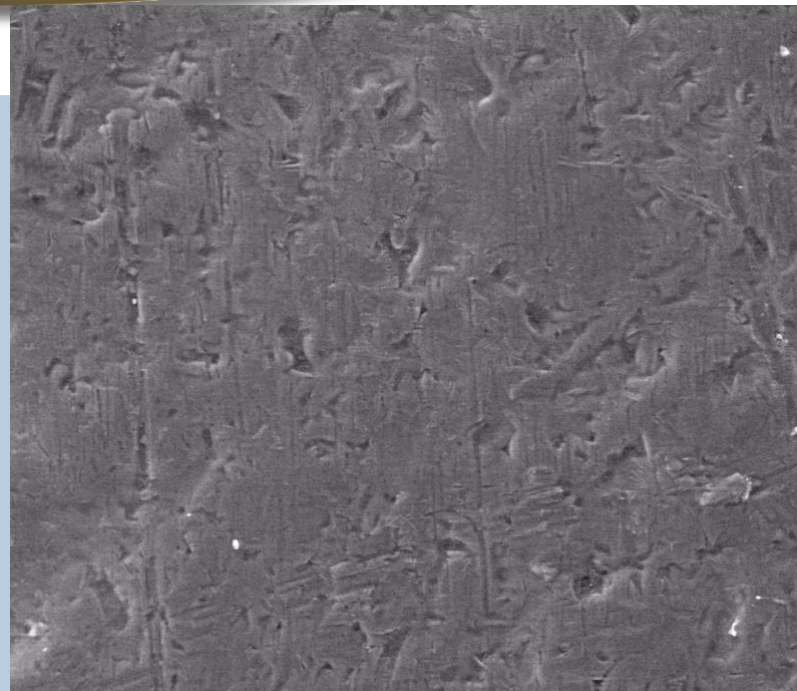


# DEMOUILLAGE D'UNE COUCHE MINCE



mag	5 000 x	temp	93°C	HV	8.00 kV	pressure	100 Pa	11/30/2018	10:59:01 AM	det	GSED	5 μm
												Ag e40p210

Dépôt Ag sous 100Pa d'air



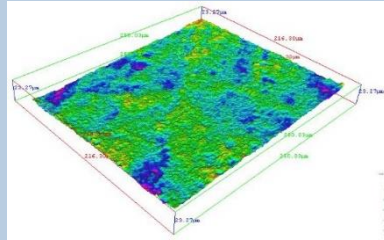
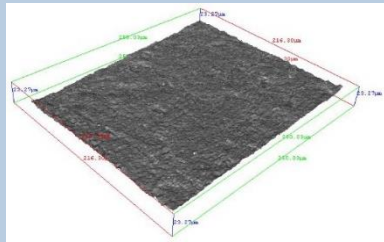
mag	500 x	temp	22°C	HV	15.00 kV	pressure	200 Pa	11/28/2018	8:16:27 AM	tilt	7 °	50 μm
												FurnaSEM-test 005-AY1138 poli-air

Dépôt Al sous 200Pa d'air

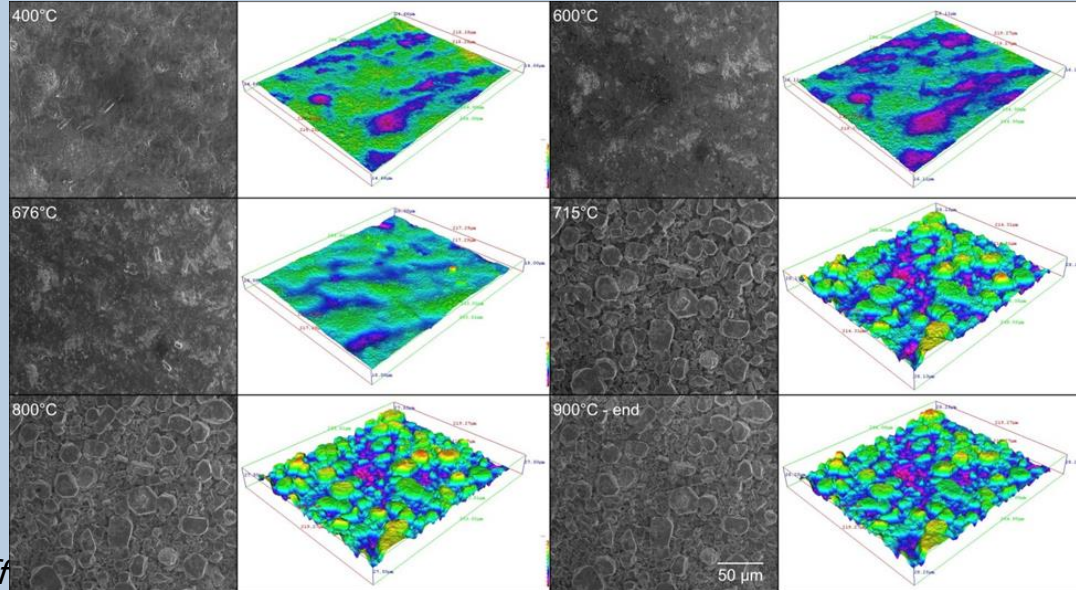
# IMAGERIE 3D



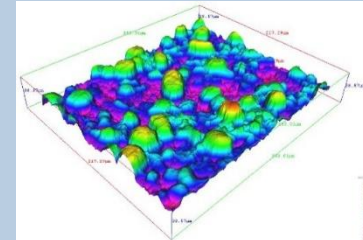
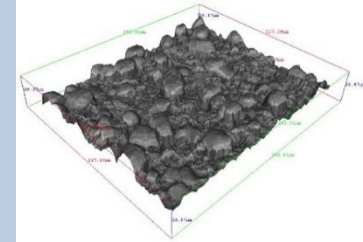
- Enregistrement d'images à plat et inclinées pendant la chauffe
- Reconstruction 3D des surfaces en température



*T ambiante avant chauffe*



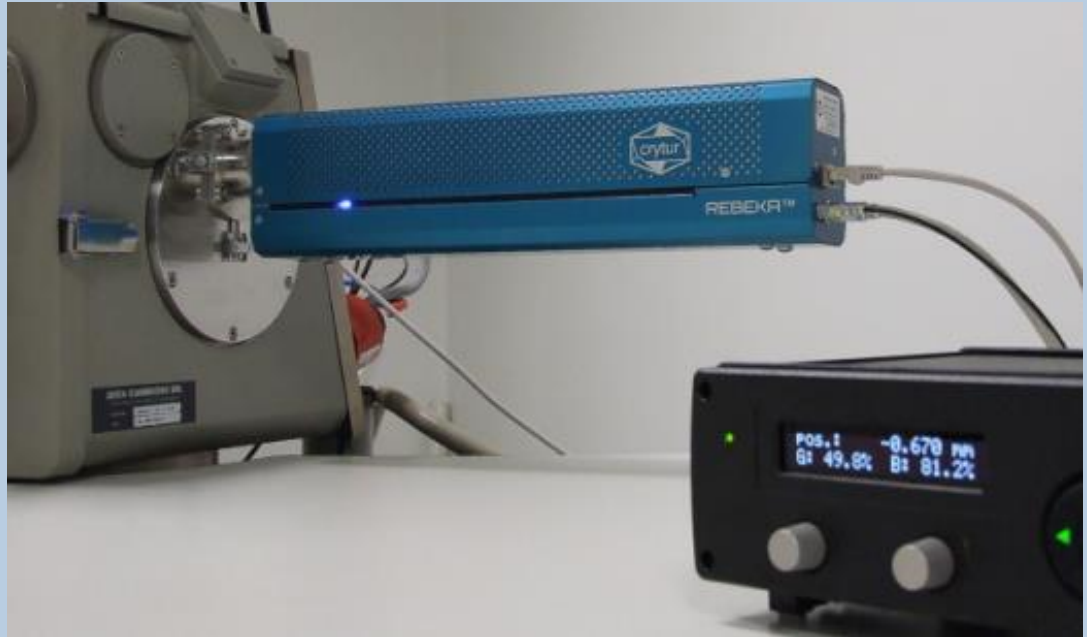
*Pendant la chauffe*



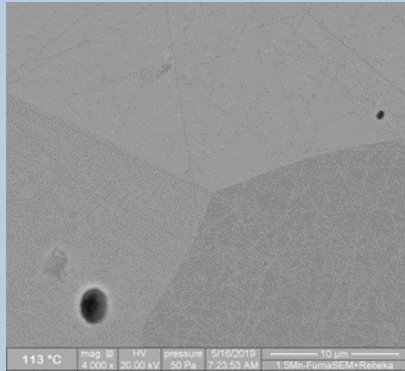
*Après refroidissement*

# BSE DETECTEUR CRYTUR

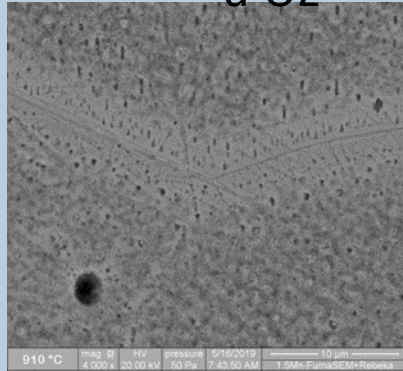
*BSE Retractable - Haute temperature :  
1100°C*



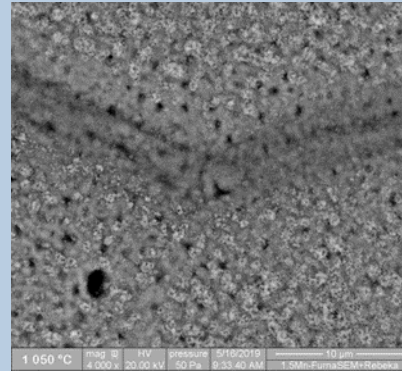
In-situ Low Vac : 50Pa  
d'O<sub>2</sub>



*Echantillon à 113°C*



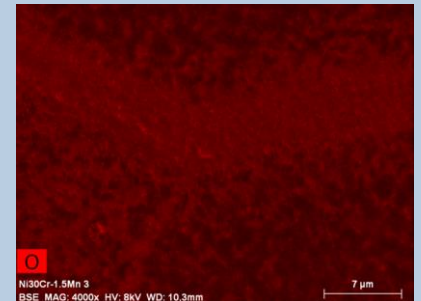
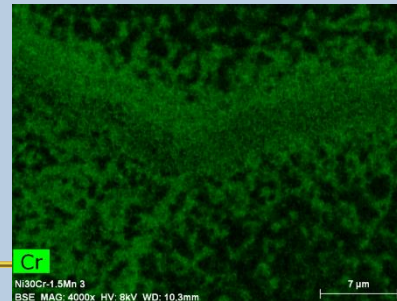
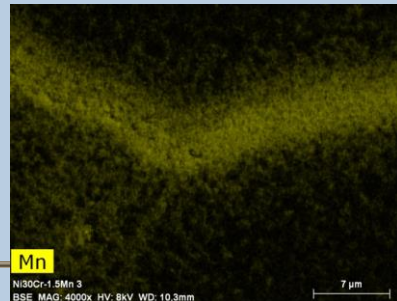
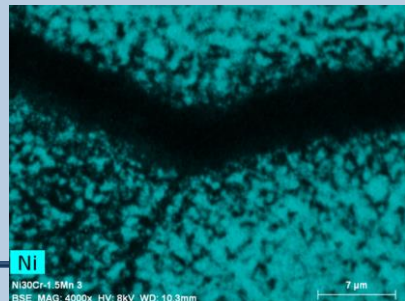
*Echantillon à 910°C*



*Echantillon à 1050°C*



*Camera IR du MEB*

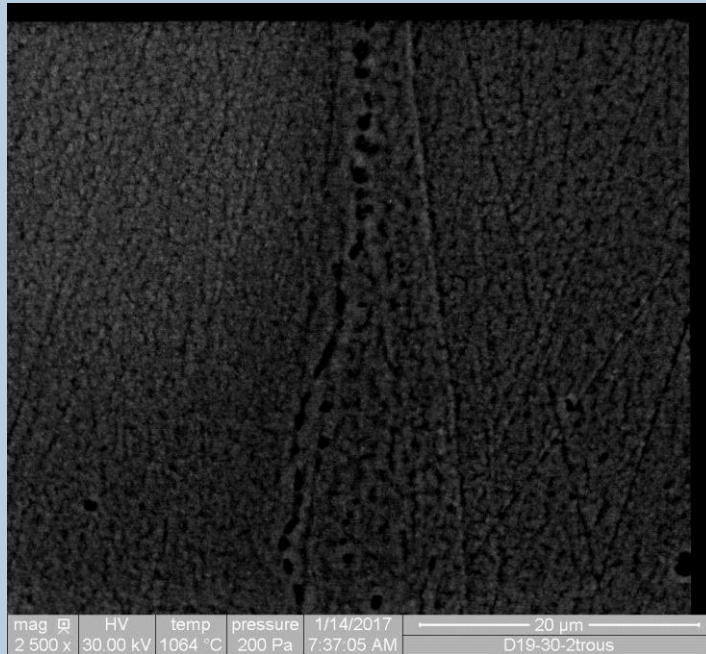


*Vérification EDX post-mortem*

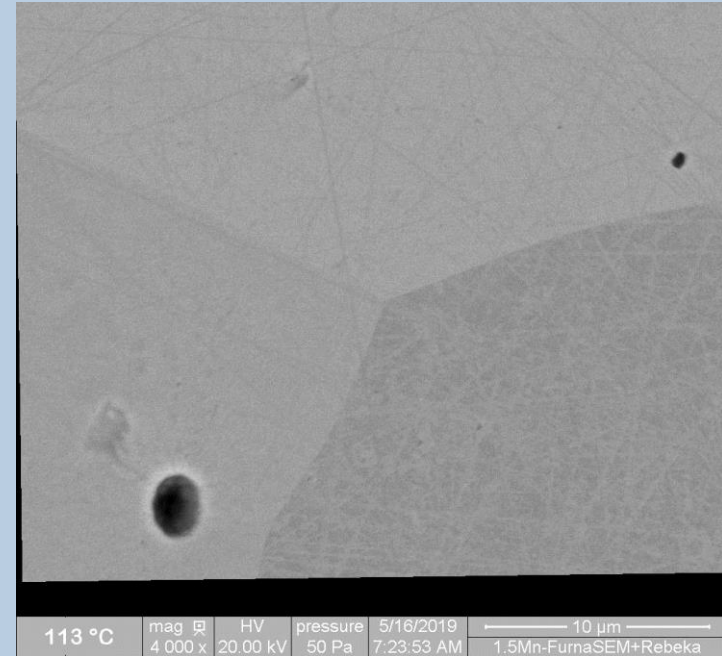
# COMPARAISON SE - BSE A HAUTE TEMPERATURE



- Imagerie BSE haute température → Description de la réactivité chimique à haute température
- Oxydation de l'alliage Ni-30Cr-1,5%Mn à 1050°C sous 50Pa O<sub>2</sub>



Evolution topographique (SE)

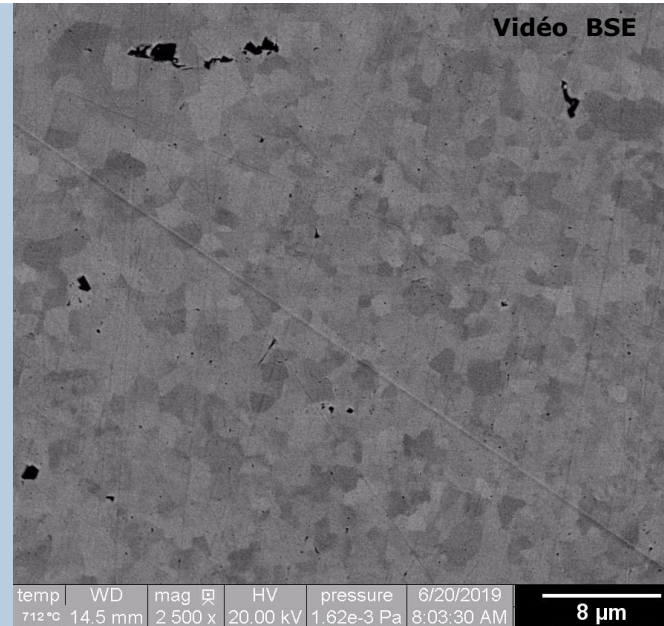
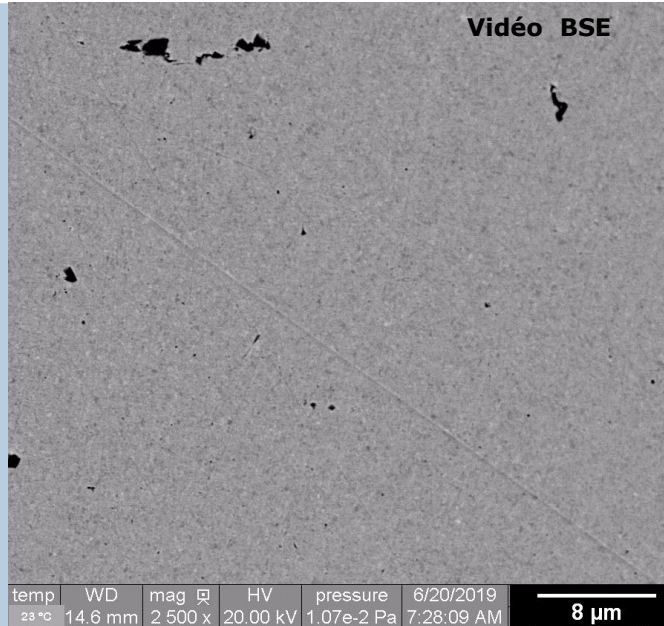


Evolution chimique (BSE)

# BSE HAUTE TEMPERATURE SOUS VIDE POUSSE



- Imagerie BSE sous vide poussé à haute température
- Recristallisation de Pt délaminé



- Grossissement des grains sous température
- Croissance des grains très rapide en quelques secondes, dans une plage de température très courte

# Merci pour votre attention

*Antoine CANDEIAS*

BAT A2 285 rue Gilles Roberval – 30 900 NÎMES – Phone 33 (0)4  
66 62 33 04 Contact : [ste@newtec.fr](mailto:ste@newtec.fr) – Internet :  
<http://www.newtec.fr>

**NewTec**  
Scientific