

# *Le MEB-FIB : un micro-laboratoire de mécanique*

**Eva Hériprié**

eva.heripre@centralesupelec.fr

Ghassen Ben Salem, Pierre Arnaud,

J. Duval, F. Douit, E. Perrin, Y. Younes, G. Le Gal,  
Ph. Bompard, V. Aubin, S. Fouvry

Laboratoire MSSMat, CentraleSupélec, CNRS, Université Paris-Saclay

# L'Equipex MATMECA

Equipex  
MATMECA  
ANR-10-EQPX-37

## L'équipex MATMECA (MATériaux : Modélisation, Elaboration et CAractérisation)



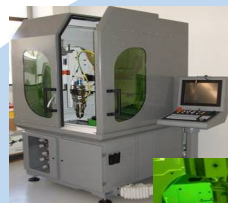
Réponse aux problématiques d'**élaboration** et de **caractérisation** des matériaux destinés aux secteurs de l'énergie, des transports, de l'espace, des nanotechnologies et des biomatériaux

université  
PARIS-SACLAY

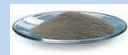
# ÉLABORATION



LMS



SPS



Poudres  
métalliques



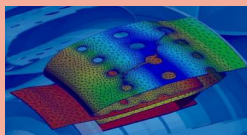
ONERA

Tour d'atomisation

Fabrication  
additive



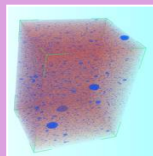
Éprouvettes  
et pièces



**CALCULS HAUTES  
PERFORMANCES**

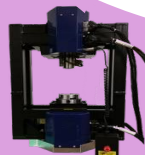


MET TITAN<sup>3</sup> G2 avec  
EDX, EELS et 2 porte-  
échantillons in-situ



LMT

Tomographe  
RX NSI avec  
presse in-situ



30 µm

MSSMAT

MEB-FIB HELIOS  
660 avec EDS,  
EBSD et 2 presses  
in-situ



LMS

MEB-E QUANTA 600 avec  
EDS, EBSD, 4 presses in-situ

**CARACTÉRISATION**  
microstructurale et  
micro-mécanique 3D  
du mm à l'Å



Equipex  
MATMECA  
ANR-10-EQPX-37

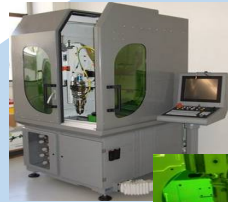
2010-2020



# ÉLABORATION



LMS



SPS



Poudres  
métalliques



Tour d'atomisation

ONERA



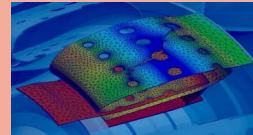
Equipex  
MATMECA  
ANR-10-EQPX-37

2010-2020

Fabrication  
additive



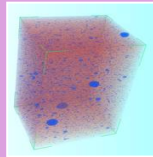
Éprouvettes  
et pièces



**CALCULS HAUTES  
PERFORMANCES**

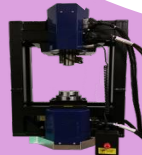


MET TITAN<sup>3</sup> G2 avec  
EDX, EELS et 2 porte-  
échantillons in-situ



LMT

Tomographe  
RX NSI avec  
presse in-situ



30µm

MSSMAT

MEB-FIB HELIOS  
660 avec EDS,  
EBSD et 2 presses  
in-situ



LMS

MEB-E QUANTA 600 avec  
EDS, EBSD, 4 presses in-situ

# CARACTÉRISATION

microstructurale et  
micro-mécanique 3D  
du mm à l'Å



# EquipEx MATMECA

université  
PARIS-SACLAY

## Plateforme Caractérisation Micromécanique in-situ

Plus d'information : [www.matmeca.cnrs.fr](http://www.matmeca.cnrs.fr) / [eva.heripre@centralesupelec.fr](mailto:eva.heripre@centralesupelec.fr)



CentraleSupélec

TITAN3 G2 + EDX, EELS  
+ Porte-objet Traction Gatan  
+ Porte-objet thermique/électrique Protochips



CentraleSupélec

HELIOS 660 + EDS, EBSD  
+ Traction 20N -> 0,1N (2 presses)  
+ Essais thermiques/électriques Protochips

école  
normale  
supérieure  
paris-saclay

Tomographe RX NSI  
+ Platine Traction/Torsion

### Les partenaires :

- LMT, ENS-ParisSaclay
- MSSMat, CentraleSupélec
- ONERA
- LMS, Polytechnique
- CdM, MinesParisTech



QUANTA 600 + EDS, EBSD  
+ 4 presses in-situ

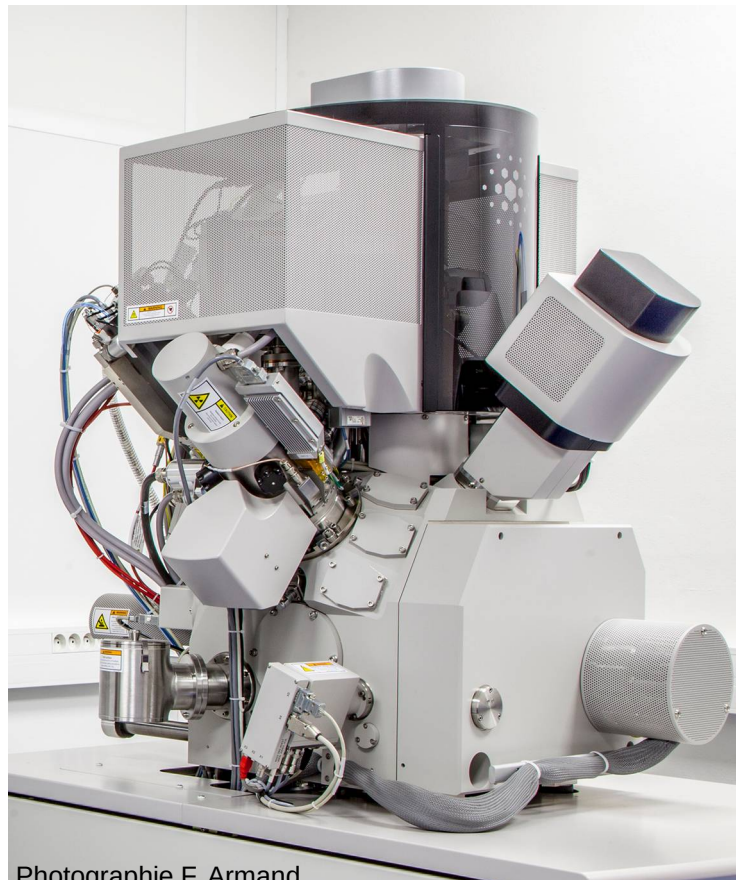
# Notre micro-laboratoire de mécanique



Equipex  
MATMECA  
ANR-10-EQPX-37

## L'HELIOS Nanolab 660

Bâtiment Eiffel  
CentraleSupélec,  
Université Paris-Saclay



Photographie F. Armand



MATMECA - ANR-10-EQPX-37

ONERA

THE FRENCH AEROSPACE LAB

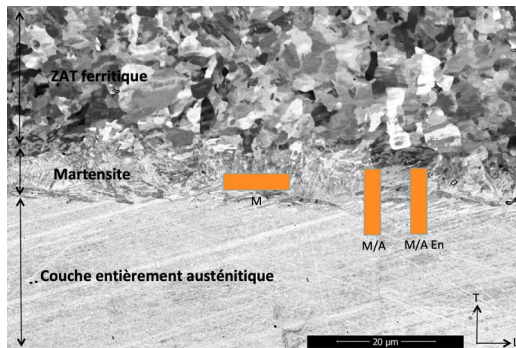


CENTRE DES MATERIAUX  
PIERRE-MARIE FOURT

# Contexte, pourquoi ?

Pourquoi un essai mécanique dans un MEB FIB ?

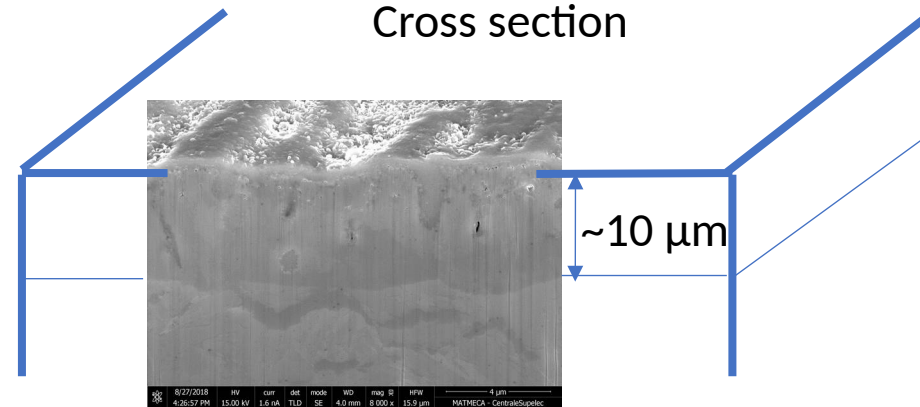
Vue de dessus



Taille de la zone d'intérêt

- Joint de soudure

Cross section



- Revêtement fin par déposition  
couche de nitruration (ou autre, DLC, ...)

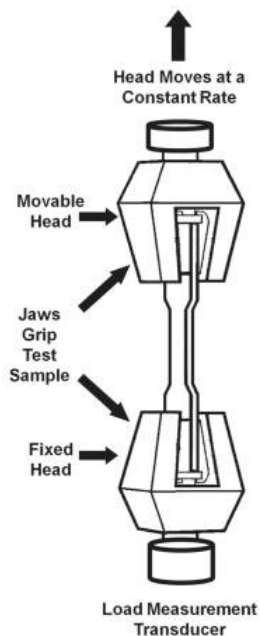
Thèse G. Ben Salem, 2016-2019

Post-Doc P. Arnaud, 2019-2020

Objectif : connaître les propriétés mécaniques de phases / interfaces présentes en petits volumes

# Traction : Essai de référence

## Essai de traction

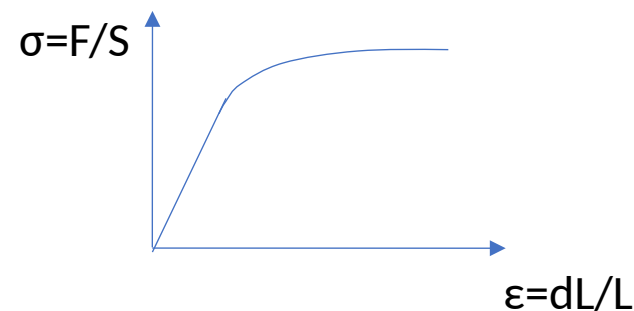


### Procédure macroscopique

- Usinage d'un échantillon de traction



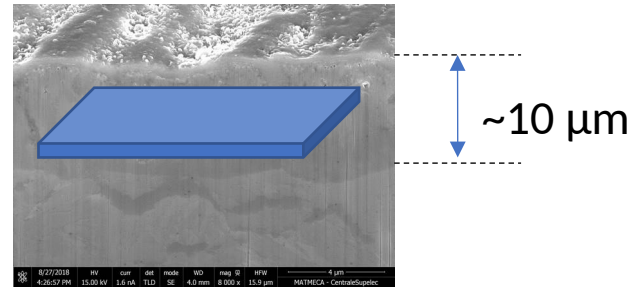
- Sollicitation avec mesure force/déplacement



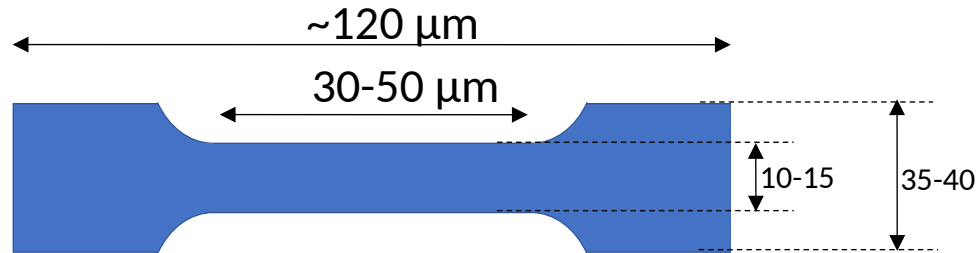
# Cahier des charges

Challenge : taille de l'échantillon cm  $\rightarrow$   $\mu\text{m}$

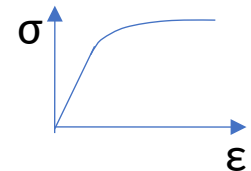
1. Extraction de la zone d'intérêt



2. Usinage d'un échantillon de traction



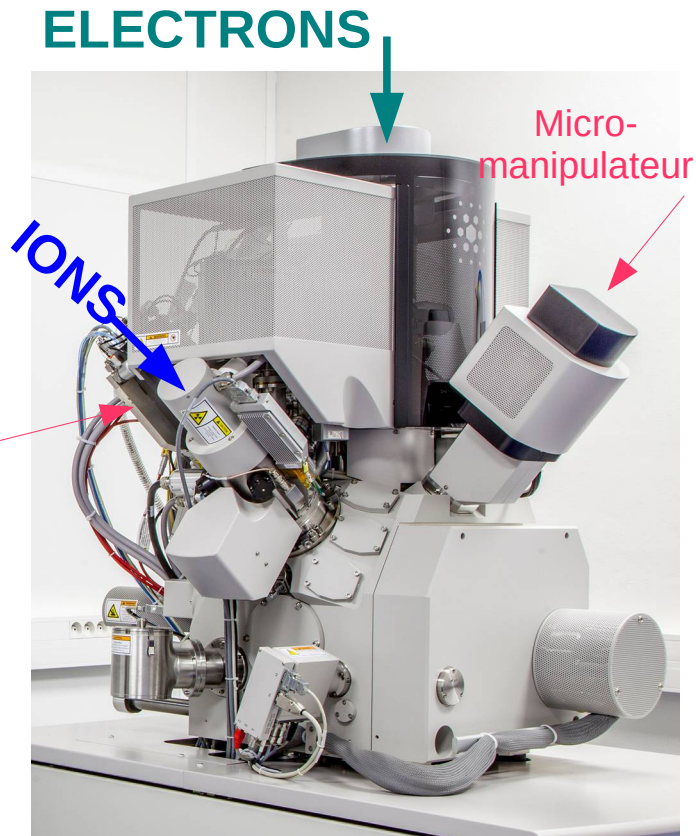
3. Essai et mesure des différentes grandeurs (contraintes, déformations ...)



# Visite du micro-laboratoire

**La micro-fraiseuse**  
(colonne ionique)

**Poste à souder**  
(injecteur de gaz)



Photographie F. Armand

**Imagerie**  
+  
**Corrélation d'Images**  
**Numériques**  
=  
**La mesure de**  
**déformations**

# Visite du micro-laboratoire

**La micro-fraiseuse**  
(colonne ionique)

**Poste à souder**  
(injecteur de gaz)

**Les  
mécanicien.ne.s**

**ELECTRONS**

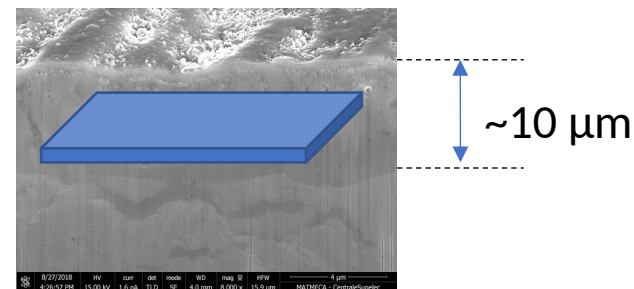
**Micro-  
manipulateur**

**La mesure de  
déformations**

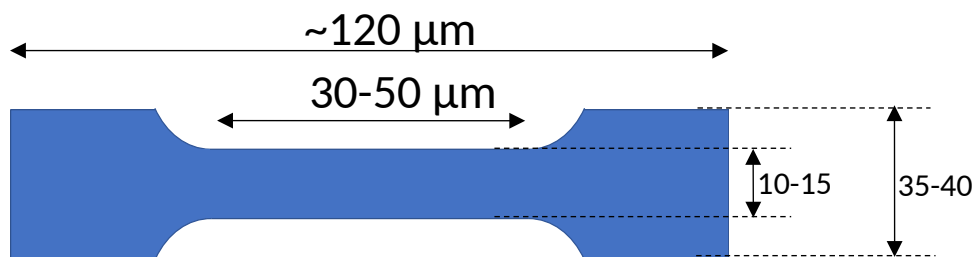


# C'est parti !

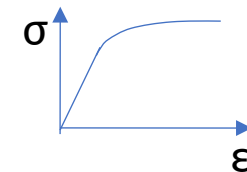
## 1. Extraction de la zone d'intérêt



## 2. Usinage d'un échantillon de traction

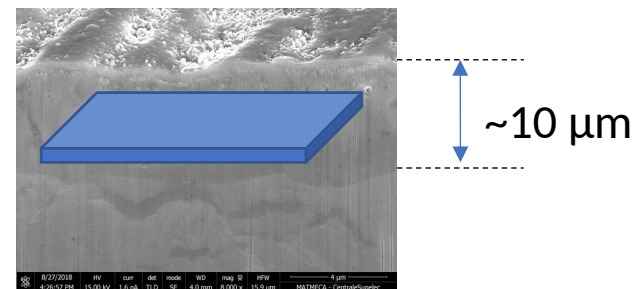


## 3. Essai et mesure des différentes grandeurs (contraintes, déformations ...)

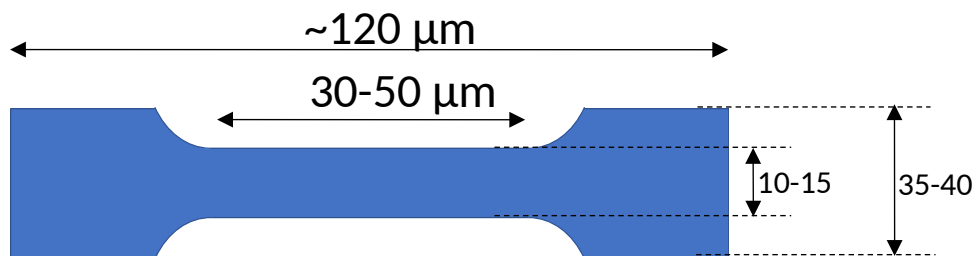


# C'est parti !

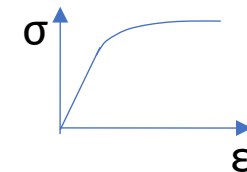
## 1. Extraction de la zone d'intérêt



## 2. Usinage d'un échantillon de traction

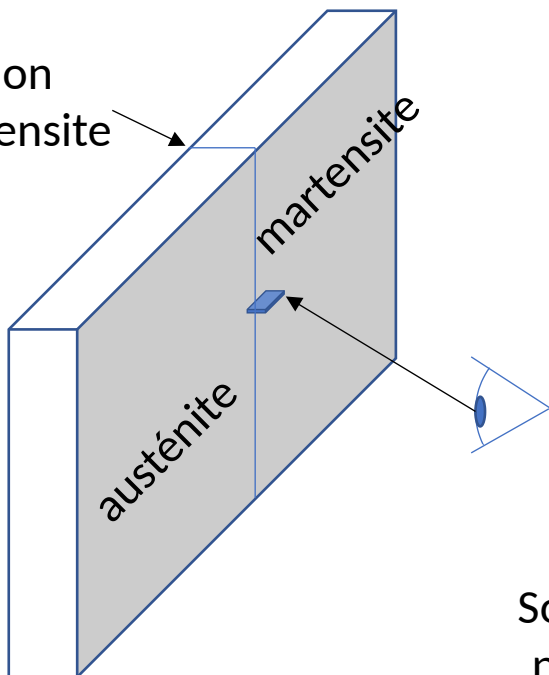


## 3. Essai et mesure des différentes grandeurs (contraintes, déformations ...)

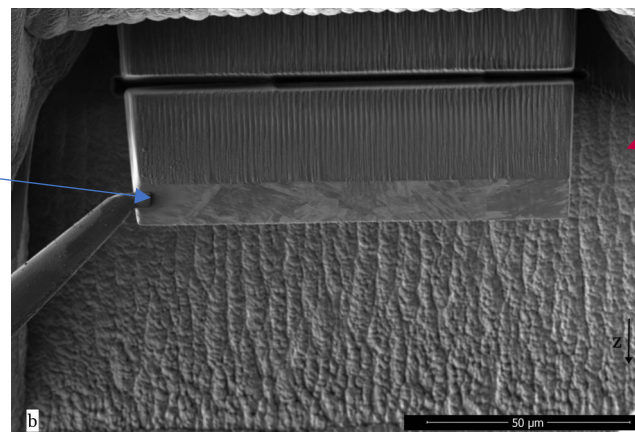
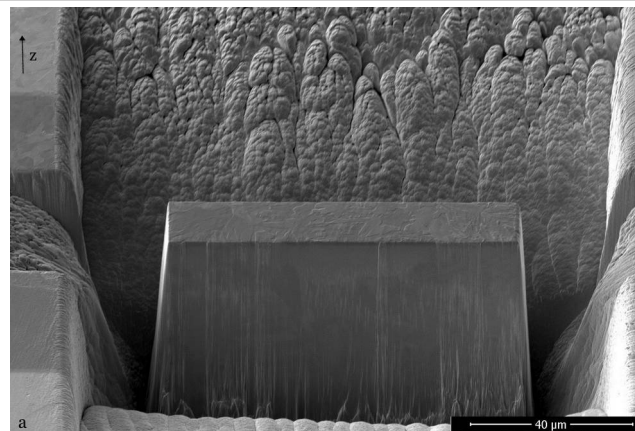


# Extraction bloc à usiner

Zone de transition  
austénite/martensite



Soudure  
platine



Jour 1

Imagerie e- :  
2kV-0,2nA

48 min

Faisceau d'ions : 30 kV, 65 nA

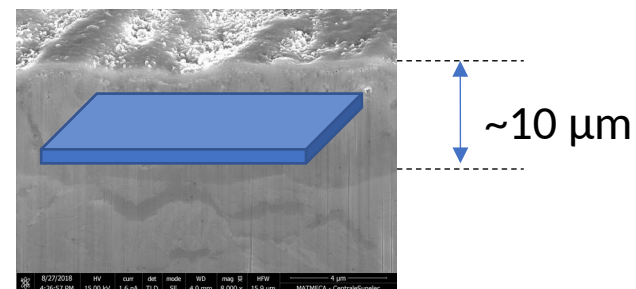
Profondeur 150 µm

➔ ~16 heures

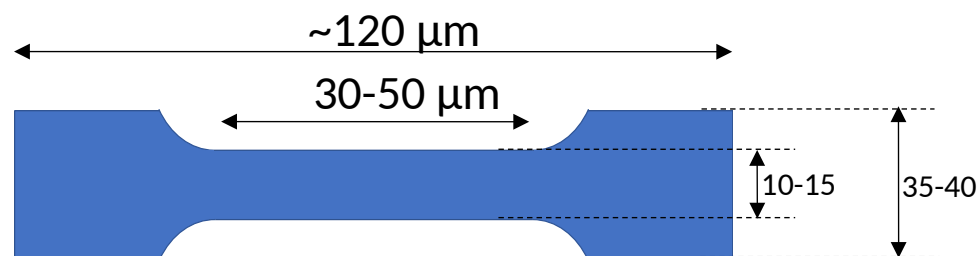
50µm

# C'est parti !

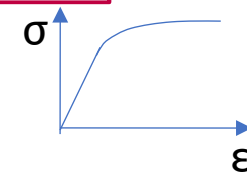
## 1. Extraction de la zone d'intérêt



## 2. Usinage d'un échantillon de traction

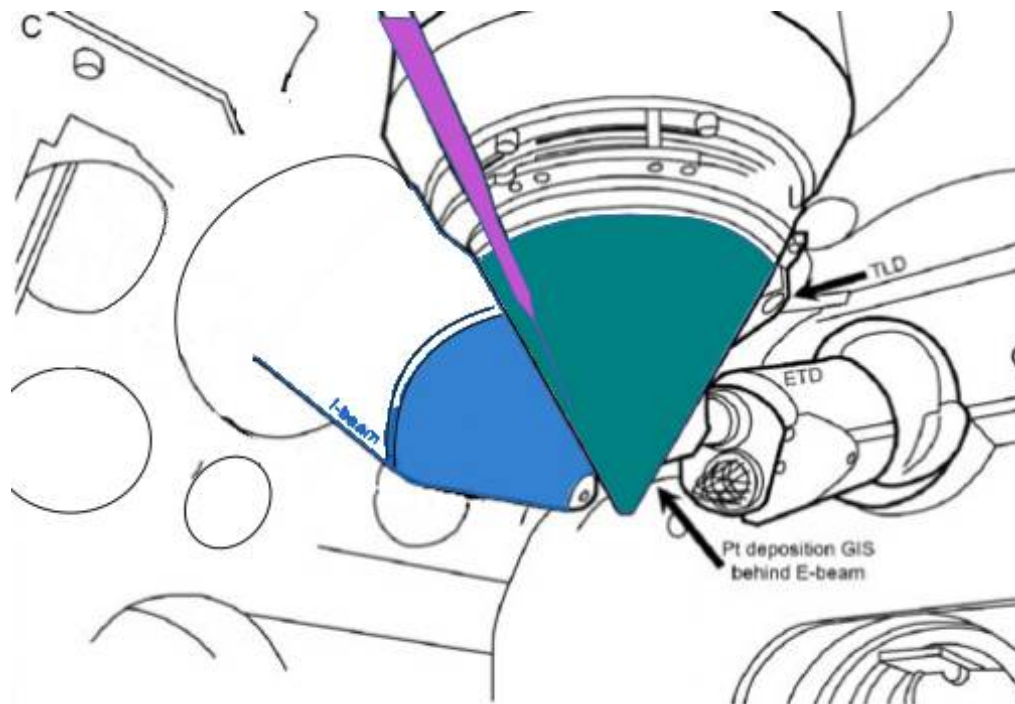
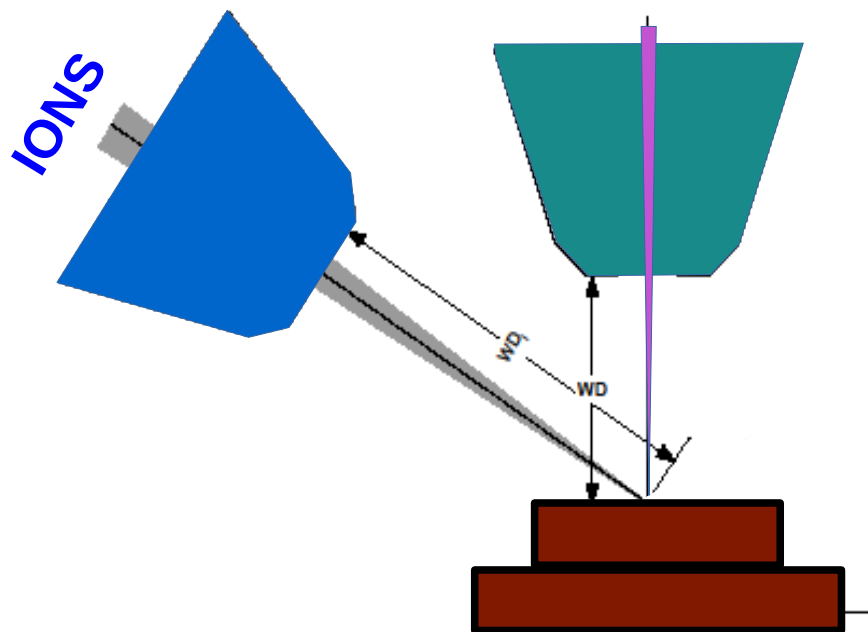


## 3. Essai et mesure des différentes grandeurs (contraintes, déformations ...)



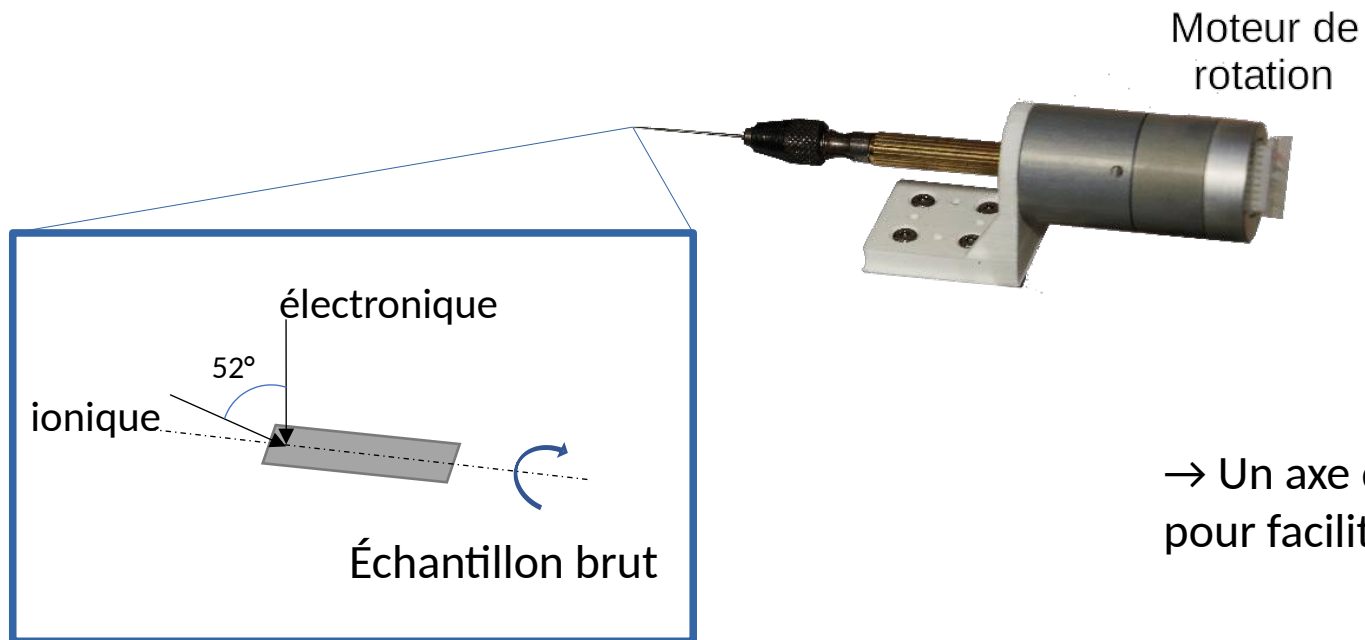
# Vue intérieure FIB

ELECTRONS



# Usinage de l'échantillon

Afin de bien manipuler l'échantillon dans le but de « l'usiner », une aiguille montée sur un moteur de rotation est installée dans le MEB FIB.

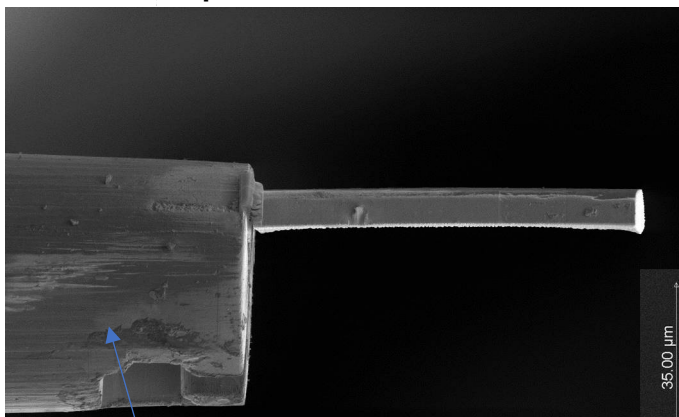


→ Un axe de rotation supplémentaire pour faciliter l'usinage

# Usinage de l'échantillon

## Étape 1 : soudure

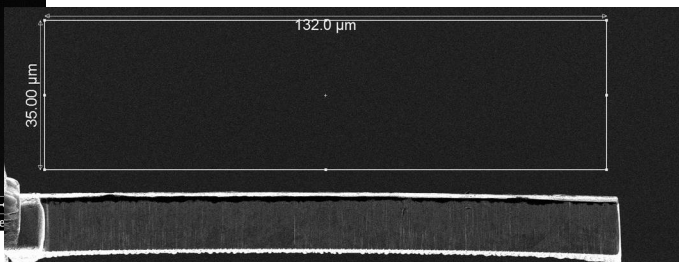
Jour 2



Aiguille du  
moteur rotation

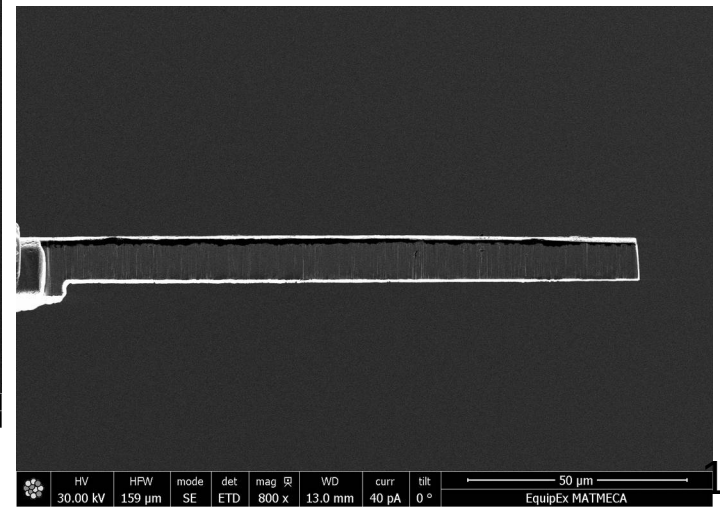
## Étape 2 : redressage des faces

30 kV 800 pA  
~ 40 minutes



## Étape 3 : affinage

Ionique 30kV 24 pA



1/23/2019	HV	curr	det	mode	WD	mag	HPW	50 µm
2:31:20 PM	2.00 kV	0.20 nA	ETD	SE	4.1 mm	500 x	254 µm	MATMECA - CentraleSupélec

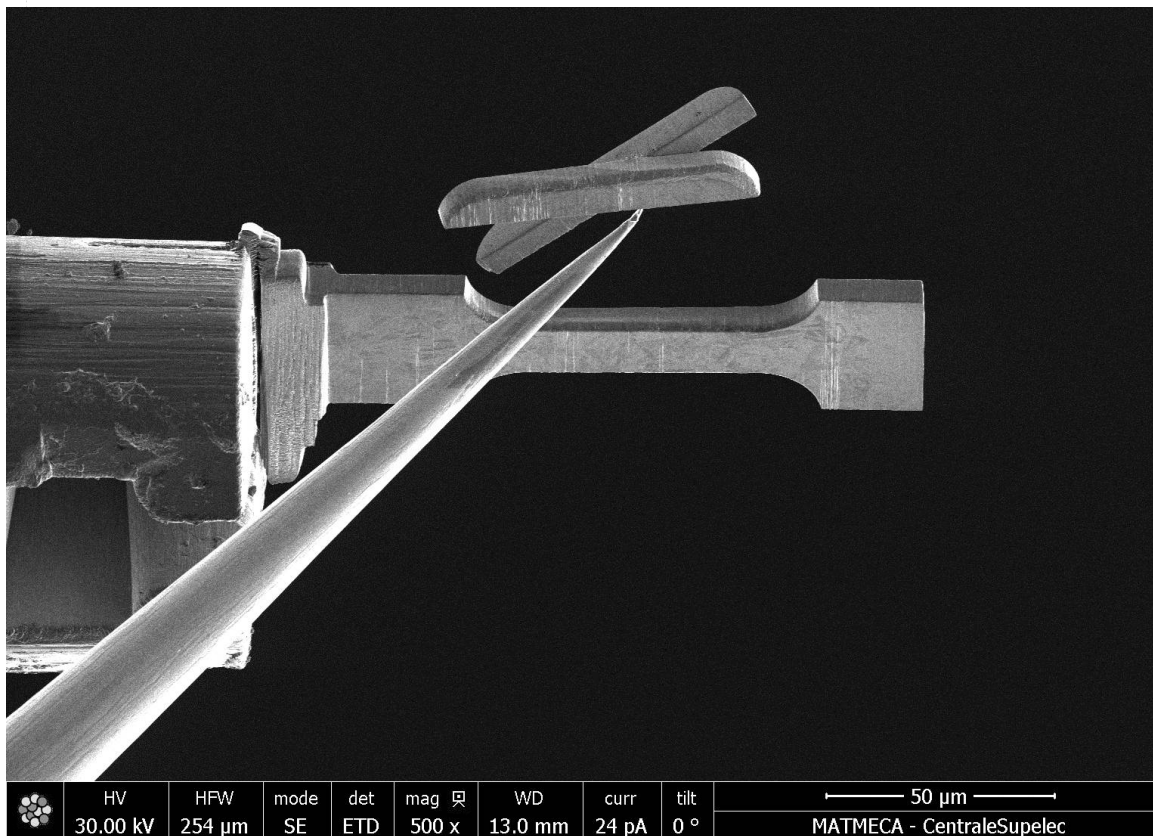
HV	HPW	mode	det	mag	WD	curr	tilt	50 µm
30.00 kV	159 µm	SE	ETD	800 x	13.0 mm	24 pA	0 °	MATMECA - CentraleSupélec

HV	HPW	mode	det	mag	WD	curr	tilt	50 µm
30.00 kV	159 µm	SE	ETD	800 x	13.0 mm	40 pA	0 °	EquipEx MATMECA

# Usinage de l'échantillon

Equipex  
MATMECA  
ANR-10-EQPX-37

Jour 3

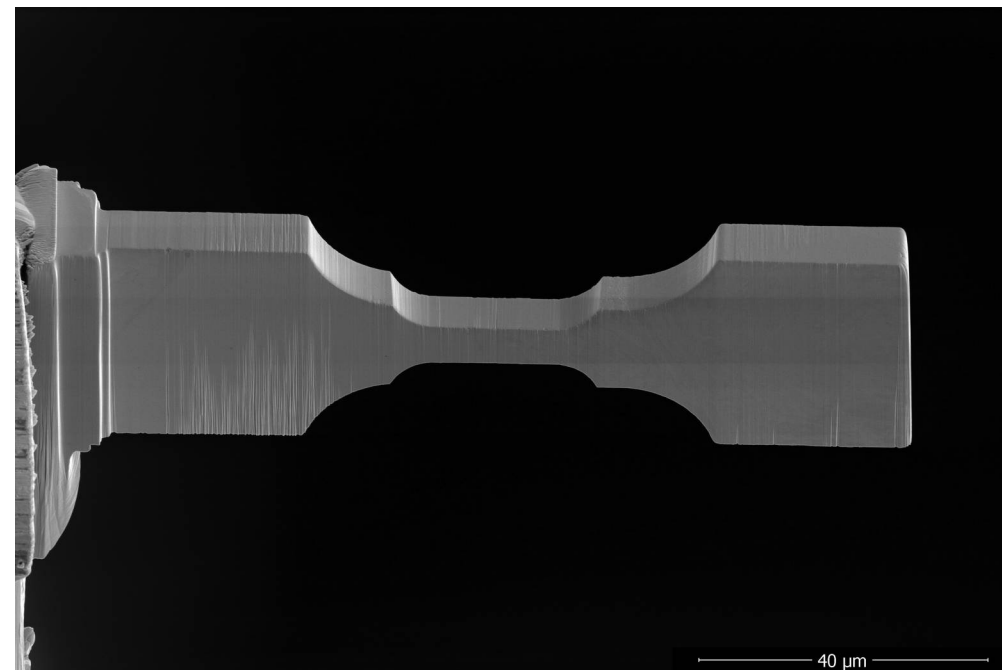
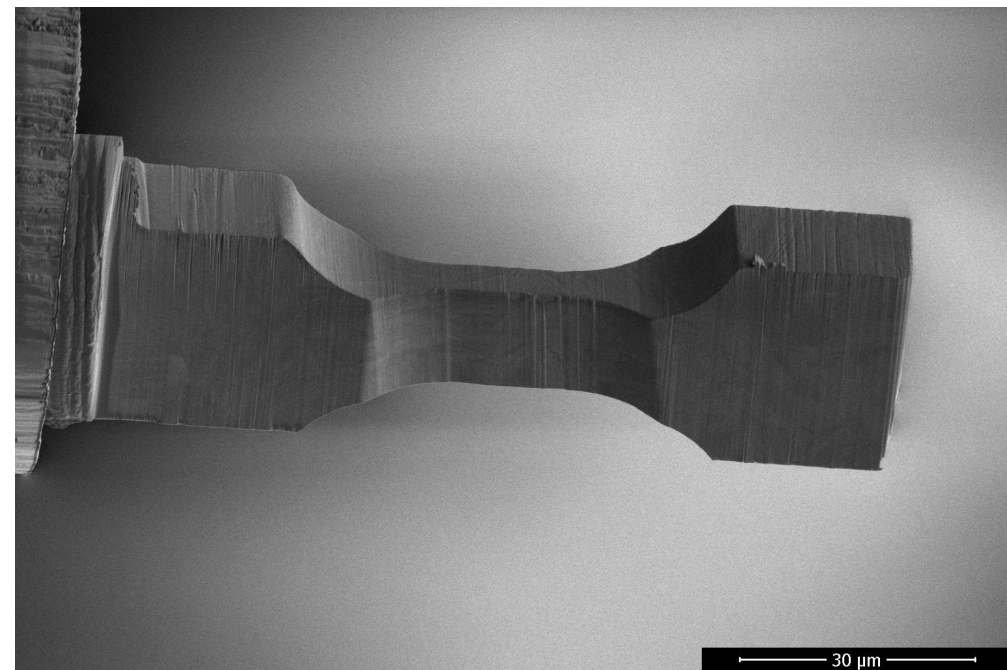


Géométrie de  
l'éprouvette de  
traction

On enlève les chutes  
d'usinage

Condition du  
faisceau ionique :  
30 kV 10 nA  
Profondeur 5  $\mu$ m  
~ 1 heures

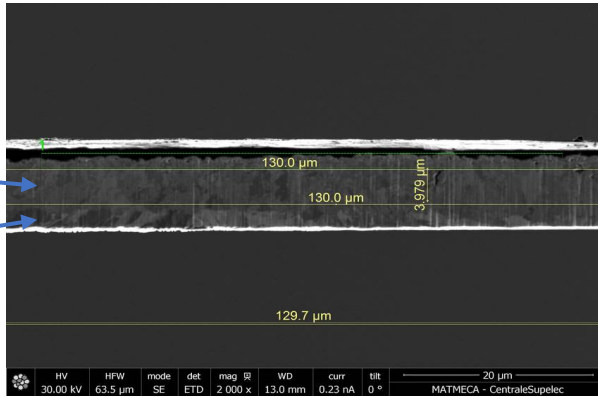
# Usinage de l'échantillon



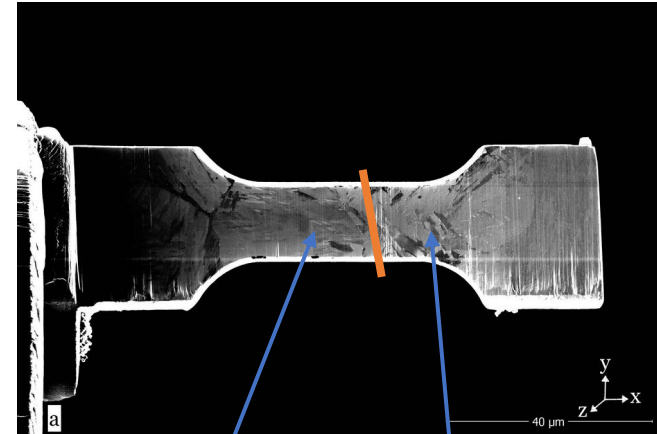
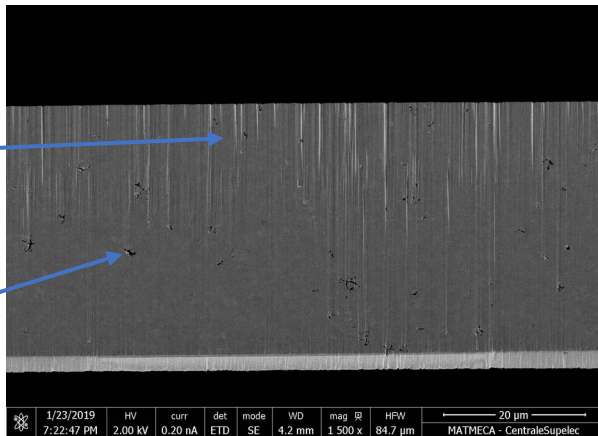
# Usinage de l'échantillon

Jour 3

nitrure  
acier



effet rideau  
porosité



martensite

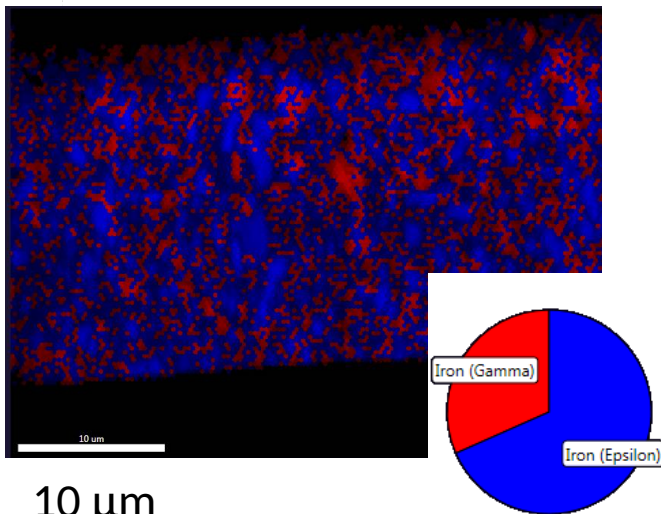
austénite

- ➔ Difficulté d'obtention de l'échantillon
- Porosité
- Effet rideau
- Localisation

# Caractérisation de l'échantillon

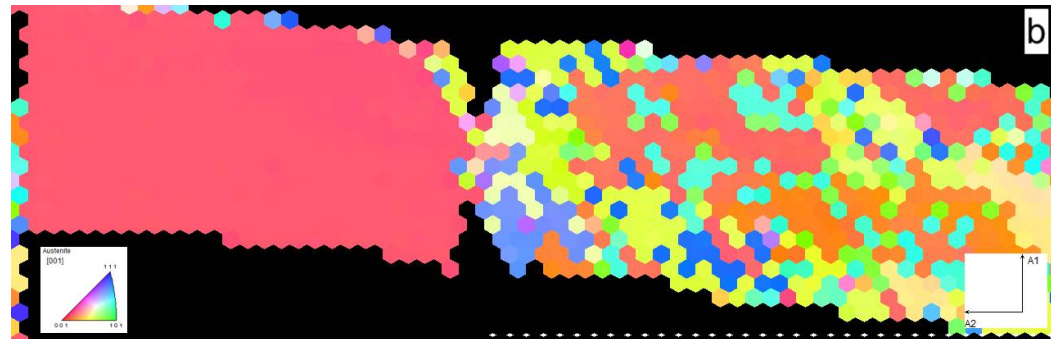
## EBSD en surface

Jour 4



Couche nitrurée

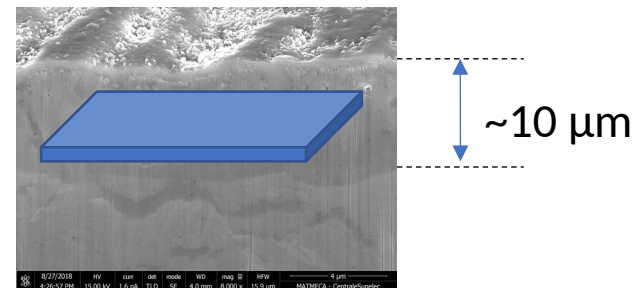
Proportion des phases présentes :  
mixtes gamma'/epsilon  
100% gamma' attendu ...



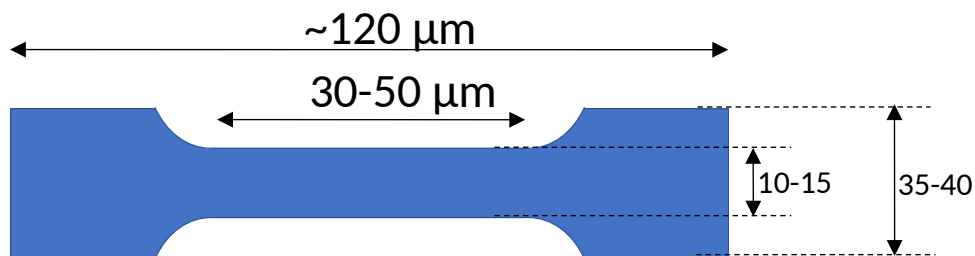
Entaille réalisée pour favoriser la  
rupture à l'interface

# C'est parti !

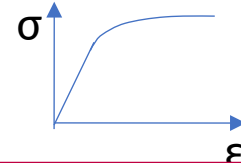
## 1. Extraction de la zone d'intérêt



## 2. Usinage d'un échantillon de traction



## 3. Essai et mesure des différentes grandeurs (contraintes, déformations ...)



# Visite du micro-laboratoire

**La micro-fraiseuse**  
(colonne ionique)

**Poste à souder**  
(injecteur de gaz)

**Les  
mécanicien.ne.s**

Photographie C. Oriot

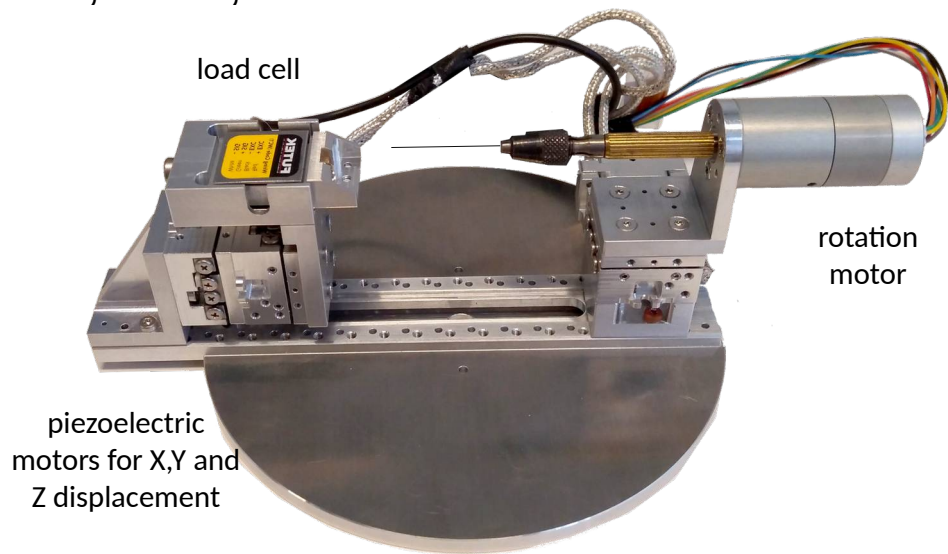


**La mesure de  
déformations**

**La presse ???**

# Sollicitation mécanique

0,1N / 0,5N



$\mu$ -GEFE

Prototype réalisé par :

Conception : E. Perrin

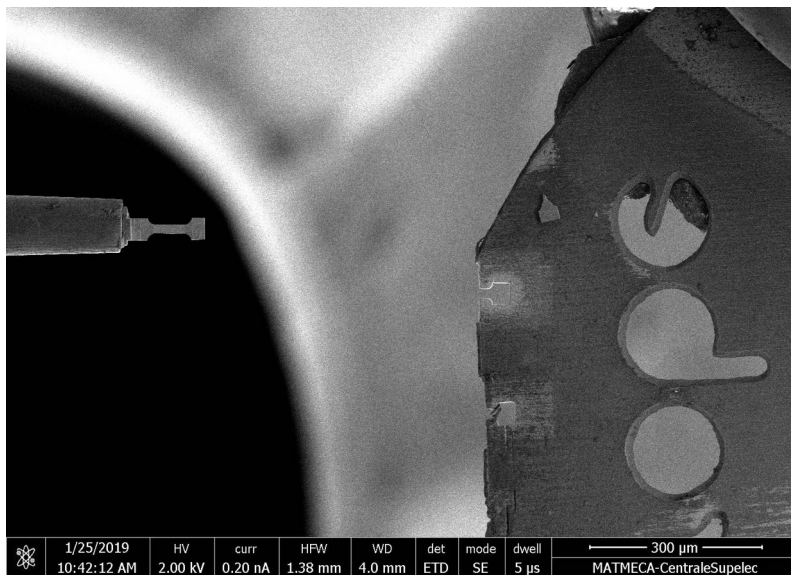
Instrumentation : F. Douit

Sur une Idée de E. Héripré

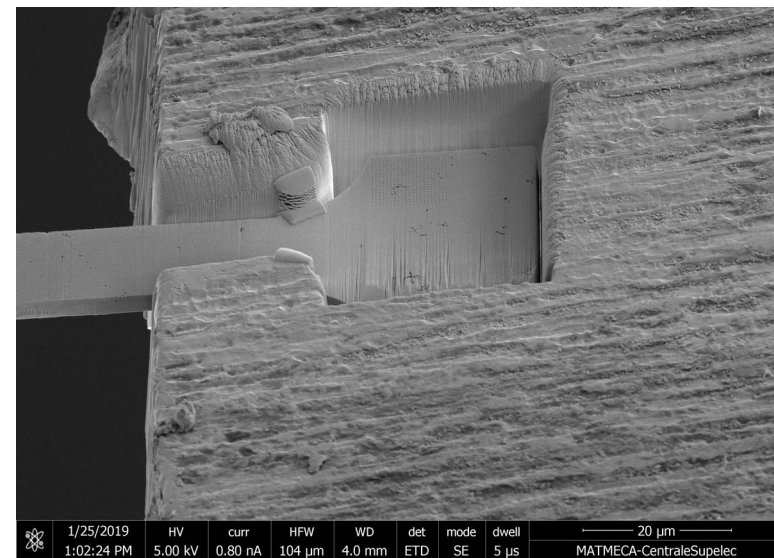
Et l'impulsion de Ghassen Ben Salem  
(2014-2015) & Ph. Bompard

# Sollicitation mécanique

Mise en place dans le mors fixe



Soudure

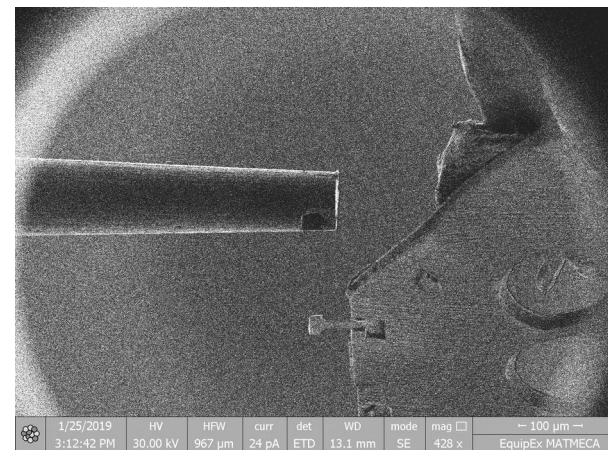
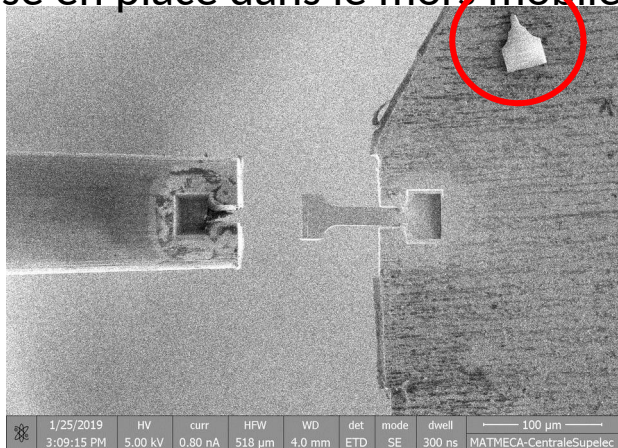


Jour 4

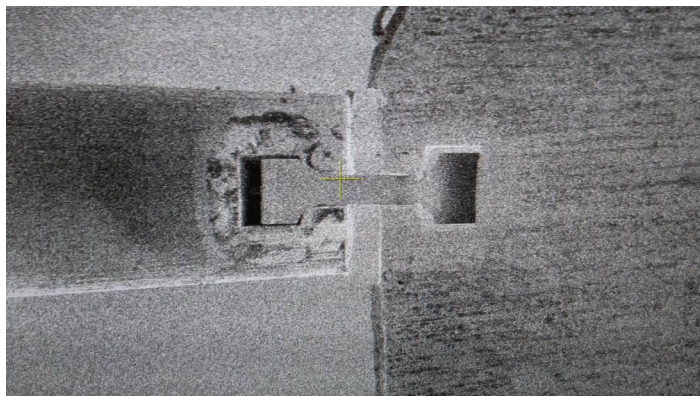
Mise en place de l'échantillon sur le mors  
Soudage de l'échantillon sur le mors  
Séparation de l'échantillon et de l'aiguille

# Sollicitation mécanique

Mise en place dans le mors mobile (aiguille)



Jour 5



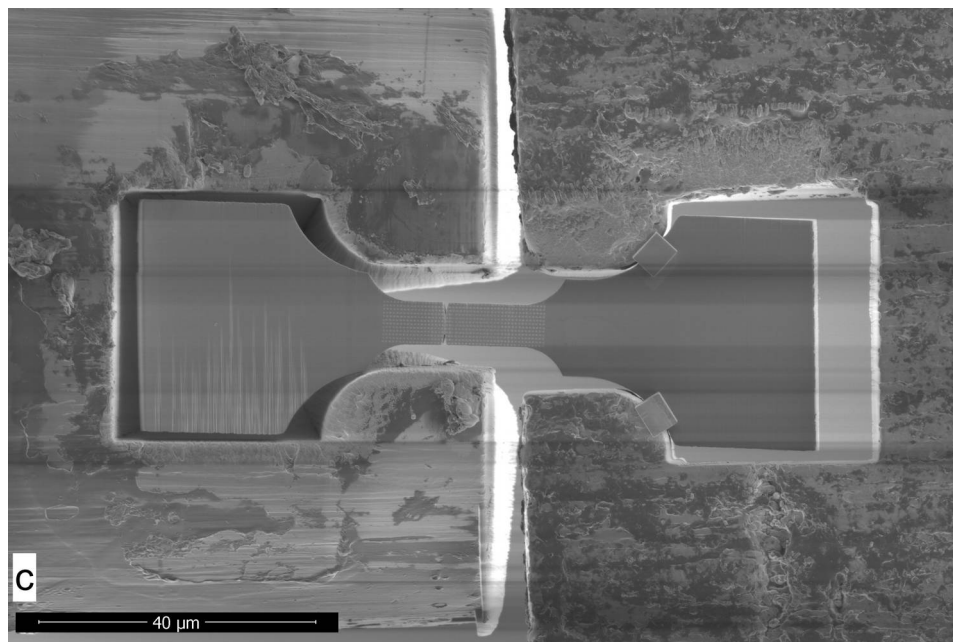
Double clic pour positionner  
l'échantillon au centre de l'image

→ Perte de l'échantillon...

# Sollicitation mécanique

Lancement de l'Essai

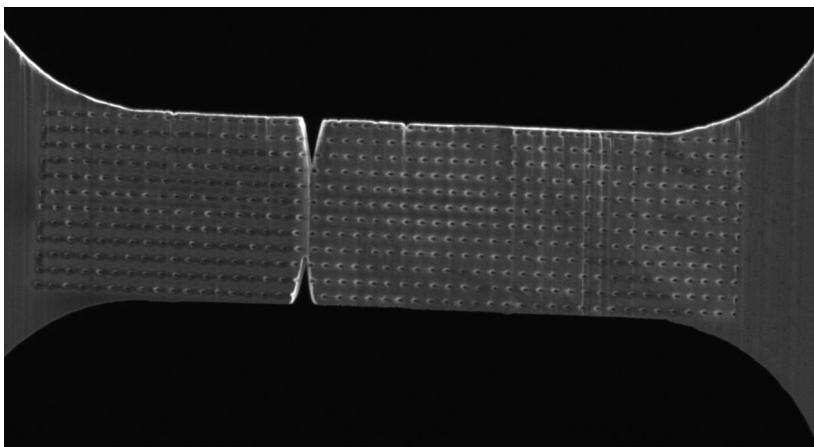
Etude de l'interface  
martensite et austénite par  
un échantillon entaillé



2 kV 0,2 nA

# Marquage de surface

Jour 5



2 kV 0,2 nA

Texturation par faisceau ionique

Condition faisceau ionique :

30 kV 0,25 nA

pas 0,5  $\mu\text{m}$  profondeur 0,01  $\mu\text{m}$

→ ~2 minutes

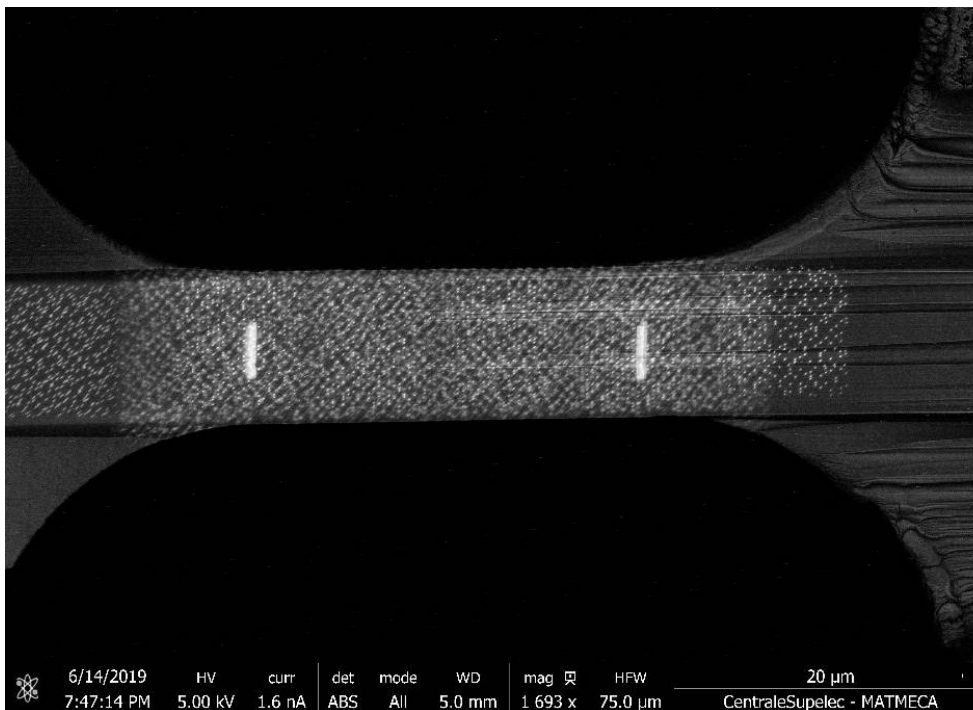
Corrélation d'images numériques / Suivi de marqueurs → on suit le déplacement relatif d'un marqueur par rapport à un autre

$$\varepsilon = dL/L$$

Le champs de points nous permet de calculer un champ de déformation

# Marquage de surface

- Autre type de marquage → Mouchetis par EBID

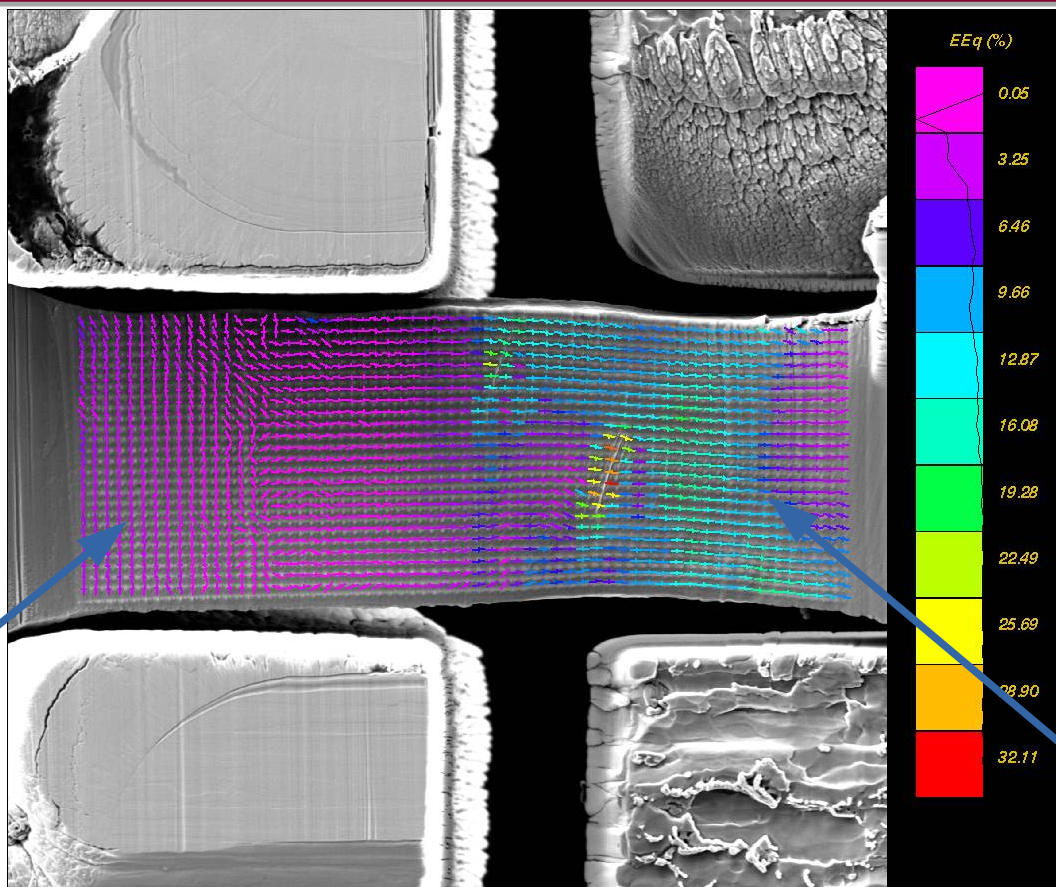


Paramètres EBID :  
5 kV - 0,8 nA

Paramètres imagerie :  
BSE – 15kV – 1,6nA – 5μs/pt

# Mesures de champs ciném.

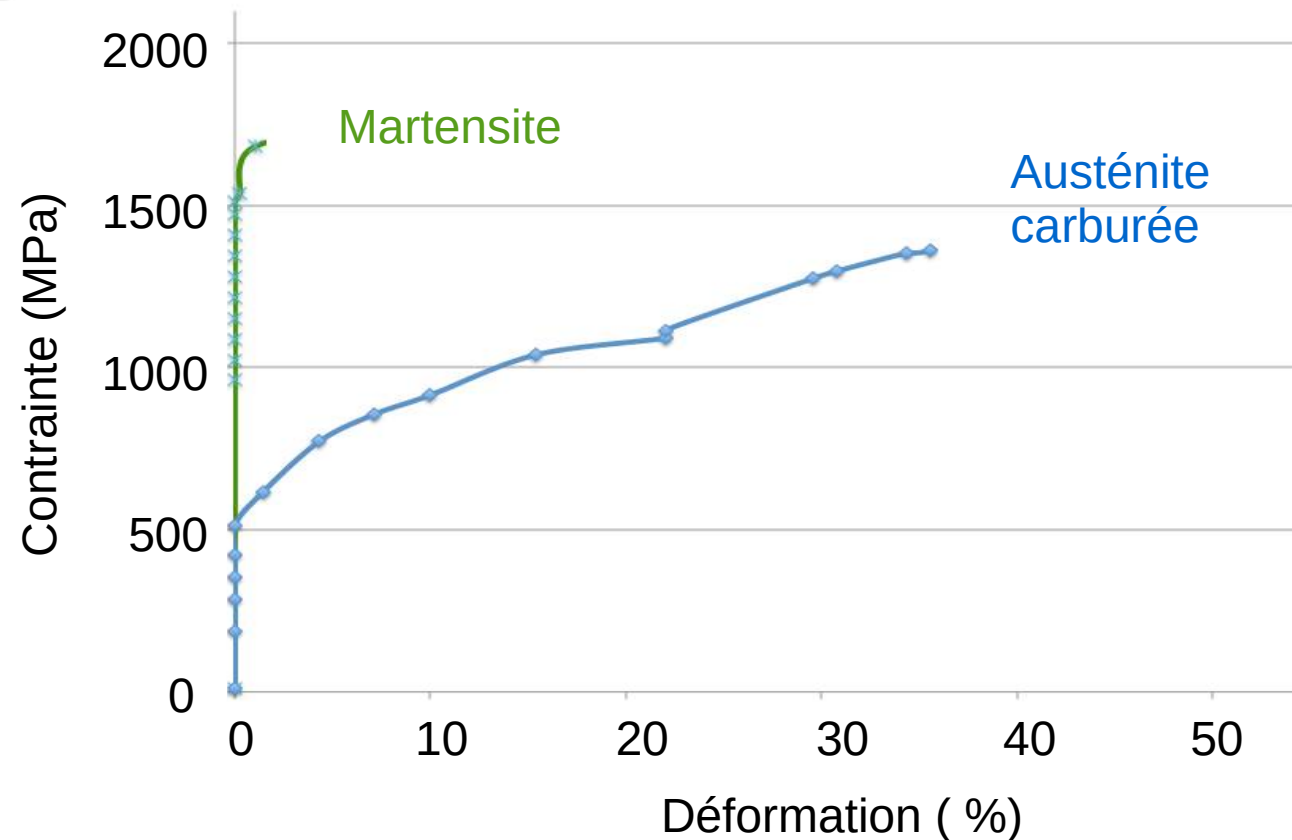
Jour 5



Martensite

Austénite

# Comportement mécanique



	Martensite		Austénite carburée	
	$\sigma_y$ (MPa)	n	$\sigma_y$ (MPa)	n
Nano-indentation [Mas, 2014]	1680	0	964-1021	0,11-0,13
Essai in-situ	1683 ± 100	0	617 ± 100	0,25

bU

# Quelques mots de conclusion

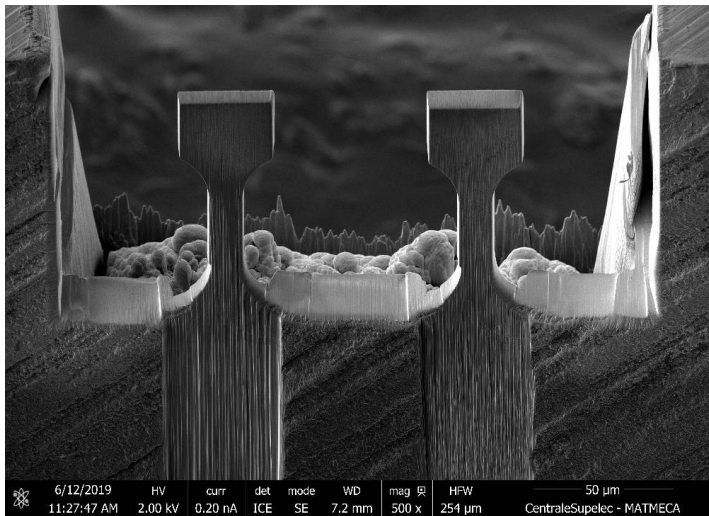
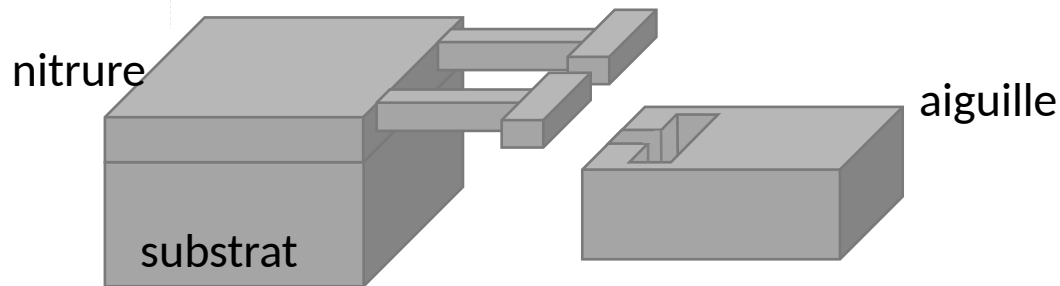
L'essai de traction in-situ MEB sur microéchantillon est faisable

- Possibilité d'étudier des zones d'intérêt très locales avec de la corrélation d'images et de l'analyse chimique et cristallographique
- Obtention des propriétés mécaniques
- Possibilité d'avoir la microstructure 3D post-mortem
- Possibilité d'avoir l'état de contrainte local initial → cf Présentation du SEMPA

MAIS :

- Long (5-6 jours d'usinage + caractérisation et 1/2 - 1 journée d'essai)
- Essai non parfait (nécessité de CIN + couplage avec EF pour l'identification propre des propriétés mécaniques )
- Introduction de contraintes de surface avec l'usinage FIB ou changement de phases
- Perte de l'échantillon possible à tout moment

# Une alternative plus « safe »



## Avantages :

- Préparation de plusieurs échantillons dans la même période de temps (5 jours)
- La possibilité de perte d'échantillon est réduite

## Inconvénients :

- Moins de flexibilité pour l'usage
- Nécessité d'avoir la zone d'intérêt en bord d'échantillon

# Pour plus de détails

*Mechanical Behavior Characterization of a Stainless Steel Dissimilar Metal Weld Interface : In-situ Micro-Tensile Testing on Carburized Martensite and Austenite,*  
**Ben Salem et al., Experimental Mechanics, 2020**

*Micromechanical tensile test investigation to identify elastic and toughness properties of thin nitride compound layers,*  
**Arnaud et al., Surf Coat Tech, 2021**