

FurnaSEM 1300 - Nouvelles perspectives en MEB à haute température



R. Podor¹, J. Mendonça^{1,2}, H.P. Brau¹,
D. Nogues², A. Candeias²

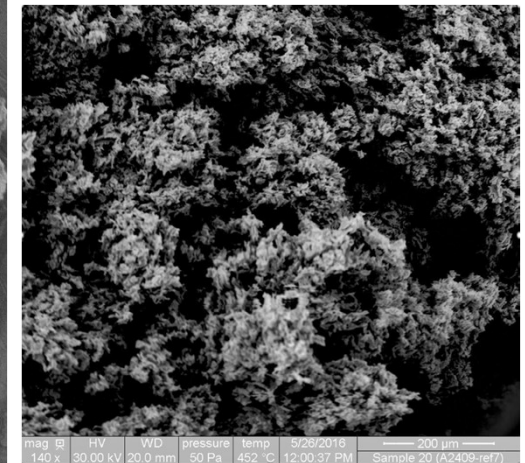
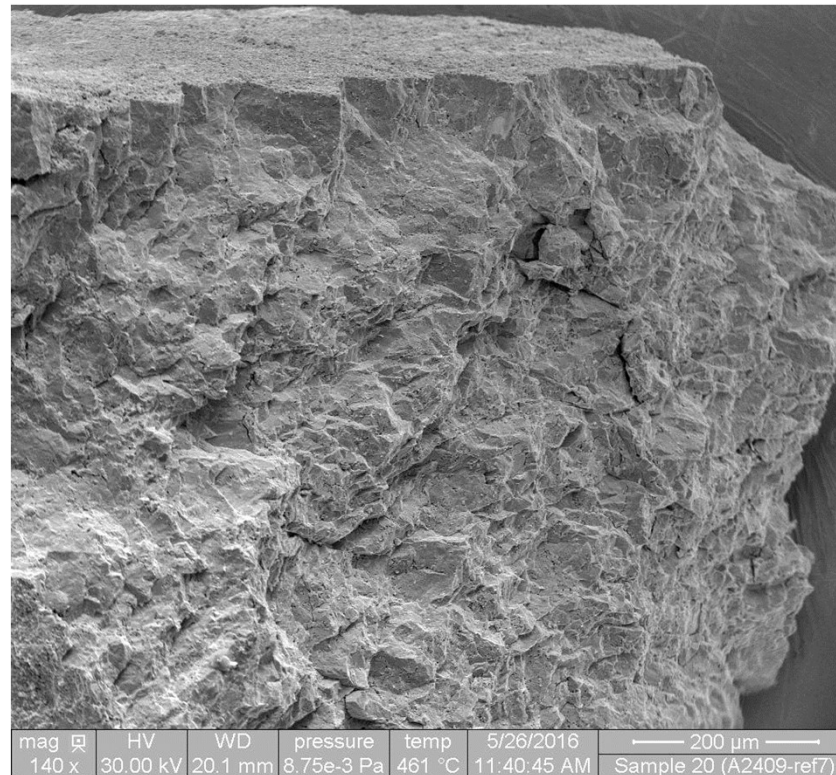
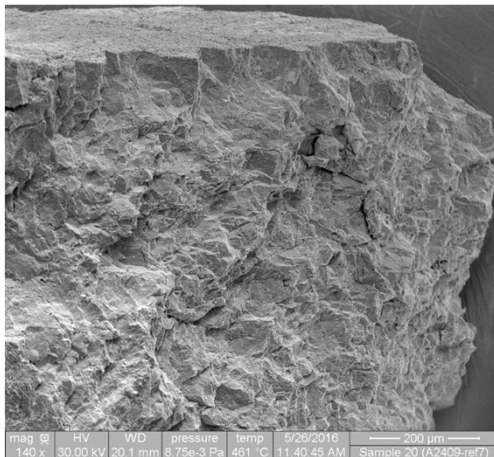
¹**ICSM** UMR 5257 CEA/CNRS/ENSCM/Université Montpellier, Site de Marcoule, France

²**NewTEC Scientific**, Caveirac, France

MEB @ HT : quel intérêt ?



- Nécessité de comprendre le comportement des matériaux à haute température
- Observation continue des transformations



- Outil adapté = four à haute température (**propriétés physiques** des matériaux) + présence de gaz (**propriétés chimiques** des matériaux)

Quels besoins ? Quelles limites ?



Demands des utilisateurs

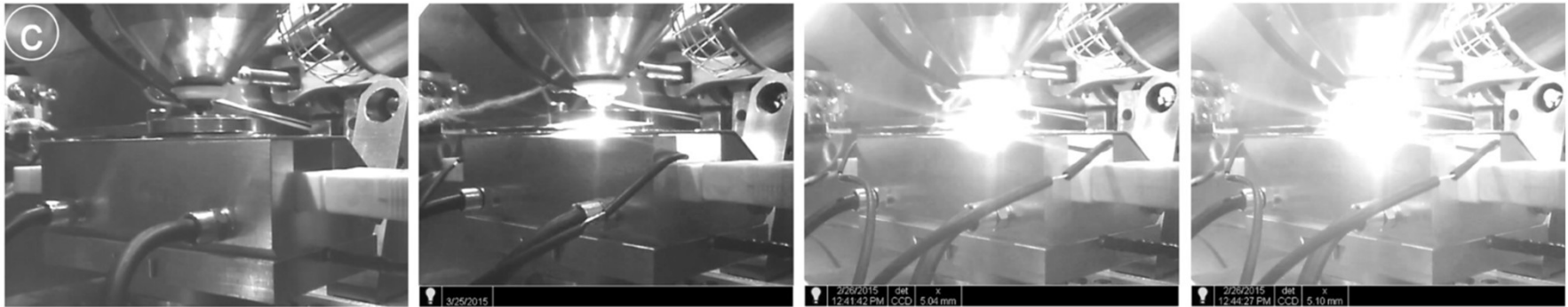
- Contrôle précis de la température échantillon
- Accéder à des vitesses de chauffe et de refroidissement très rapides / lentes
- Acquérir des images rapidement
- Acquérir des images à fort grandissement
- Travailler sous gaz (tous types)
- ...



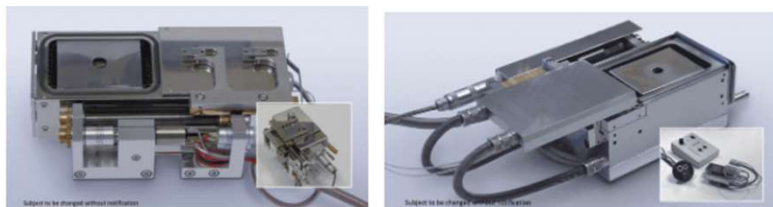
Limites actuelles

- Difficile de mesurer précisément la température échantillon
- Vitesses de chauffe et de refroidissement limitées par la géométrie / inertie des fours
- Travail sous gaz souvent limité (collection des signaux SE avec le détecteur ET)
- Dégazage des fours, sensibilité des éléments à l'oxygène, etc.

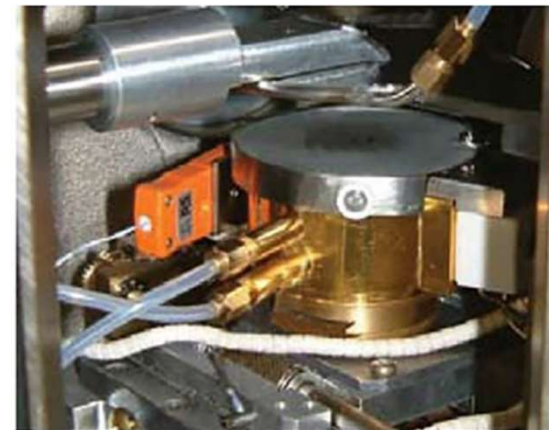
Principaux fours commerciaux



Four FEI 1400

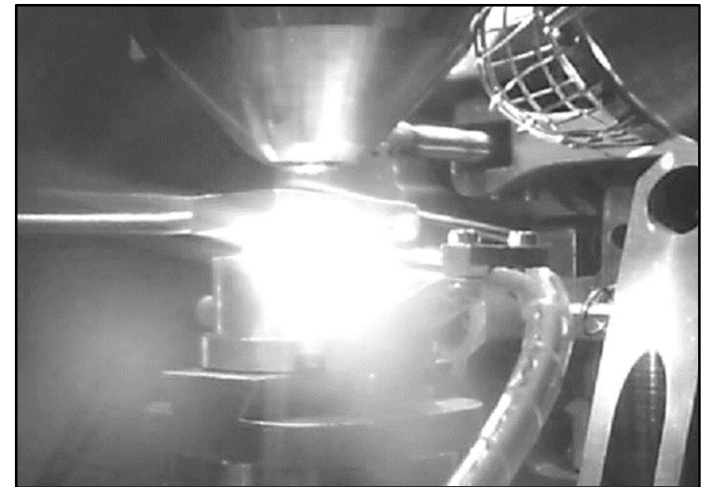
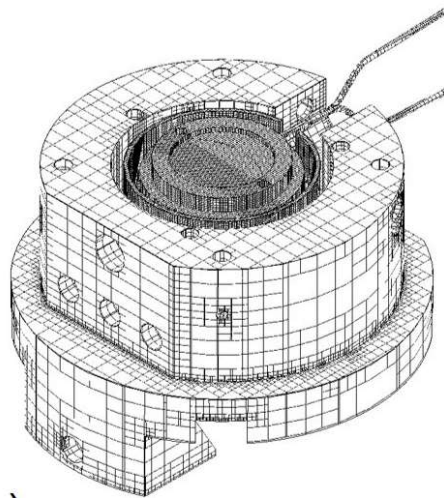


Fours kamrath (800, 1050, 1500°C)



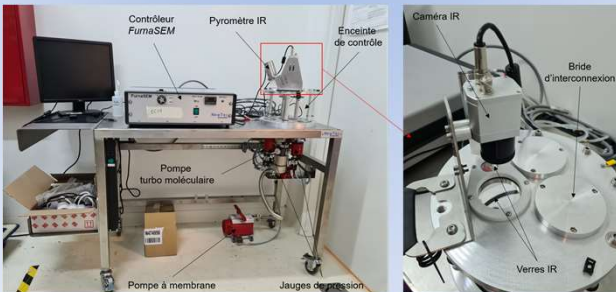
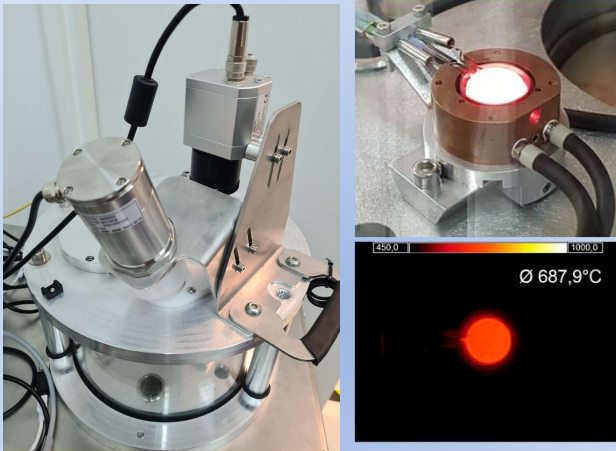
Four Gatan H1500

- Projet Région Occitanie / FEDER + thèse Cifre, en partenariat avec NewTEC Scientific (Caveirac, Gard)
 - Développement d'un micro-four innovant
 - Compréhension du comportement du four + prédiction
 - Validation expérimentale



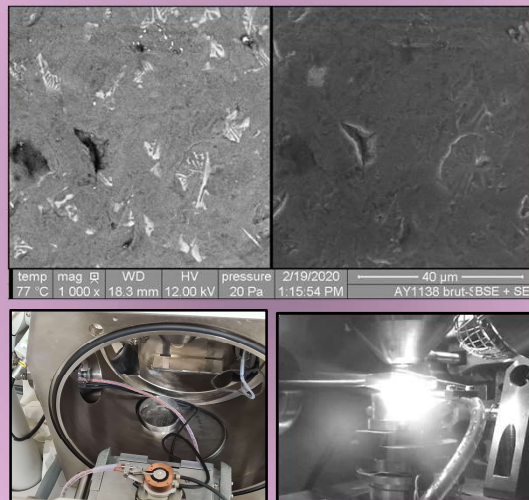
Expérience

Thermo-analyses en conditions contrôlées



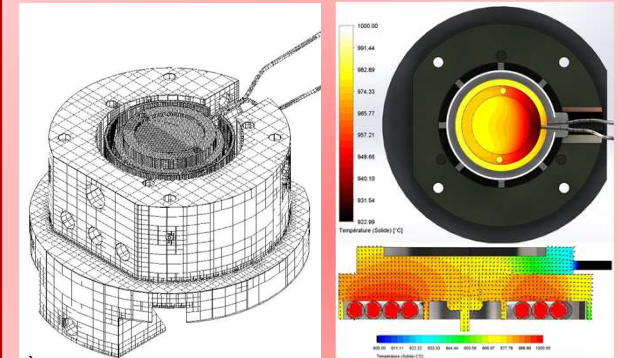
Essais *in operando* MEB

Micro-analyses *in-situ* à haute température



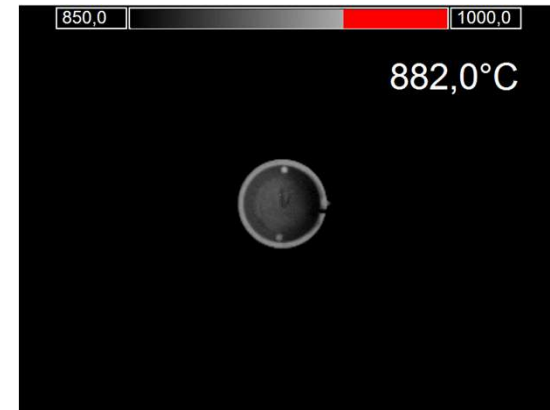
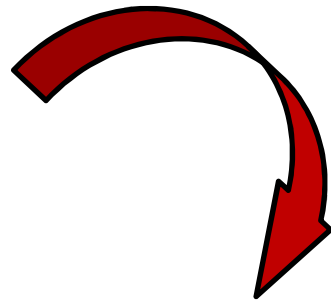
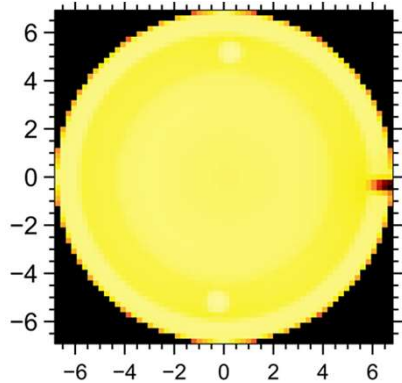
Modélisation

Simulations numériques transferts de chaleur



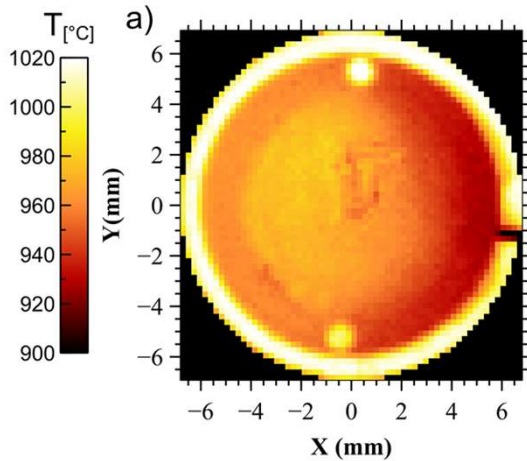
DS SOLIDWORKS
FLOW SIMULATION

Simulation de référence

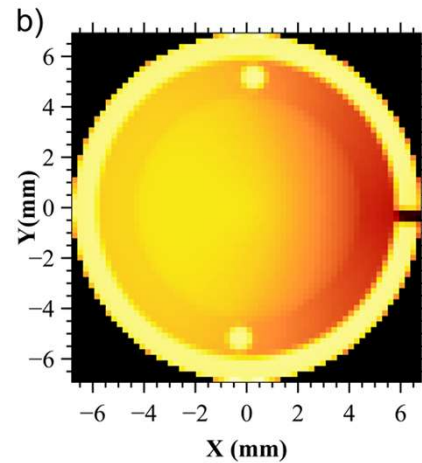


Diagnostic d'une anomalie de température

Expérience

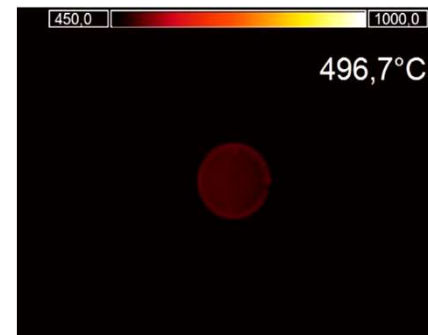


Simulation

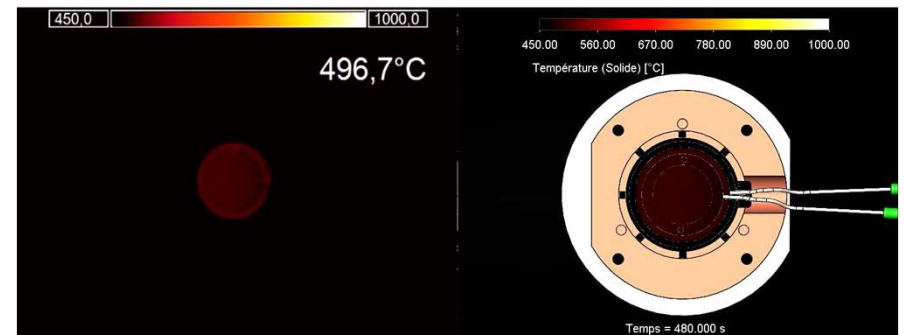


Thermographie à 1000°C

Expérience



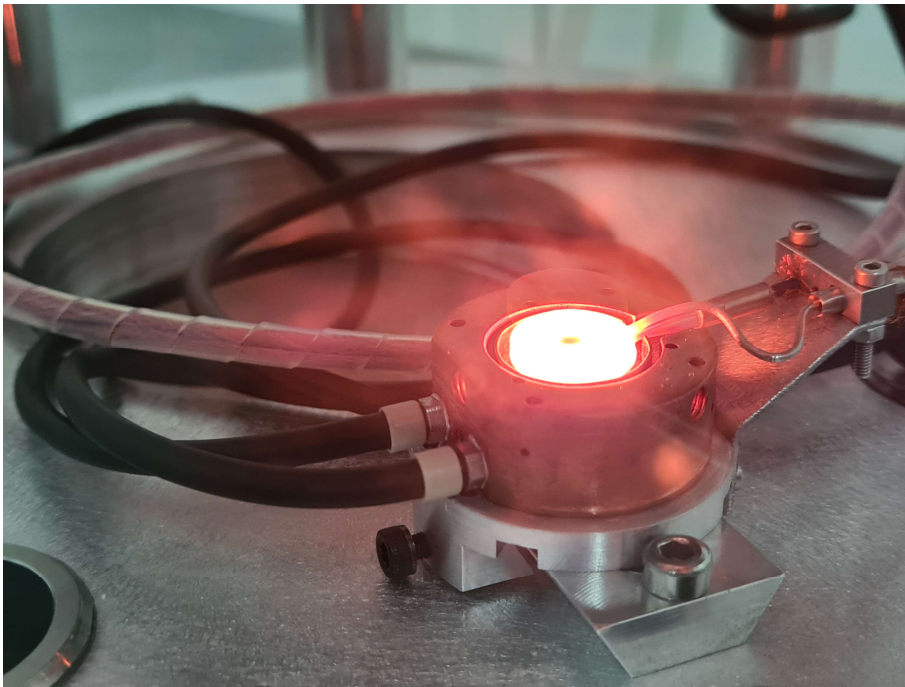
Simulation



Simulation d'une rampe de température de 20°C à 1000°C

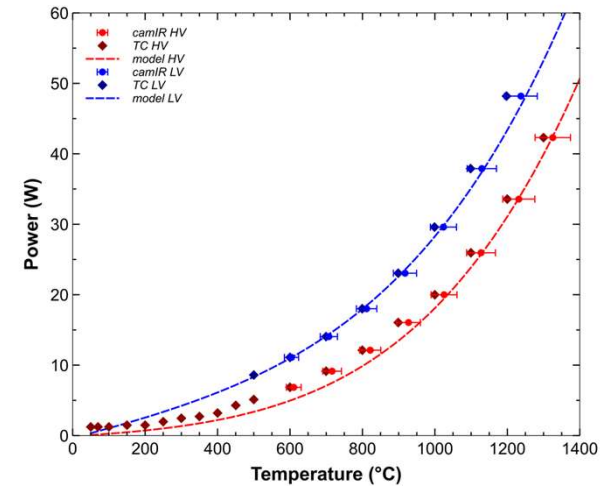
Performances thermiques du prototype

- Travail jusqu'à 1300°C nominal
- Bonne homogénéité de température en surface
- Image électronique réalisée à près de 1340°C



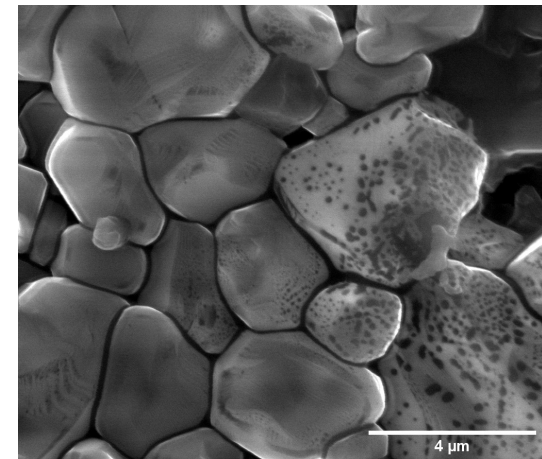
FurnaSEM à 1300°C

Connaissance approfondie du four



Puissance vs température en régime stationnaire

Imagerie à haute température

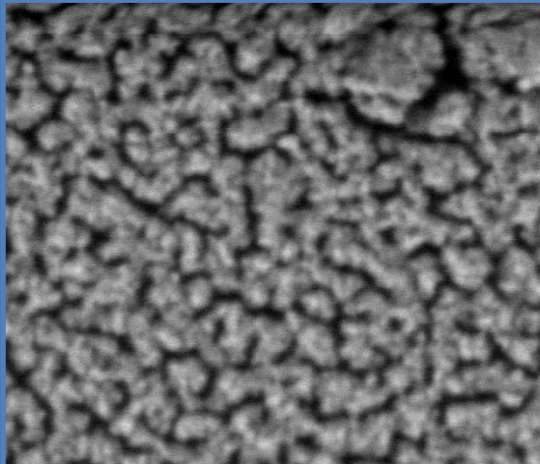


Microstructure d'alumine observée à 1340°C et 100 Pa

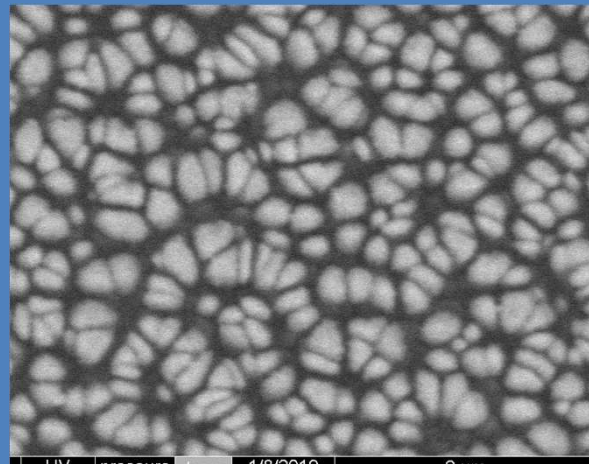
Imagerie



Basse tension

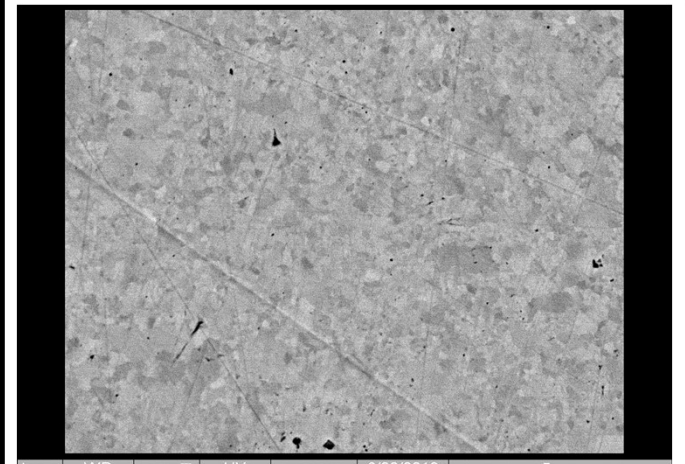


mag 20 000 x WD 11.9 mm HV 3.50 kV pressure 120 Pa temp 26°C 1/10/2019 2:41:50 PM Ag-CGO-cdt2 (3)-350C (FuruaSE) 2 µm



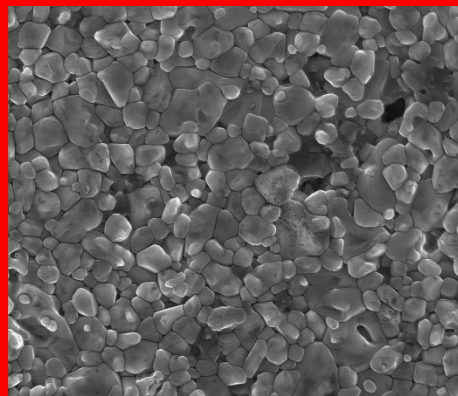
HV 5.00 kV pressure 120 Pa temp 24°C 1/8/2019 7:16:54 AM Ag-CGO-cdt1 (2)-TT 2 µm

Sous vide

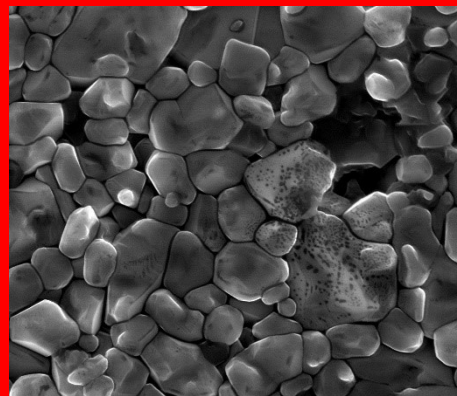


temp 425°C WD 14.5 mm mag 5 000 x HV 20.00 kV pressure 5.70e-3 Pa 6/20/2019 7:33:09 AM Pt lamine-avant TT 5 µm

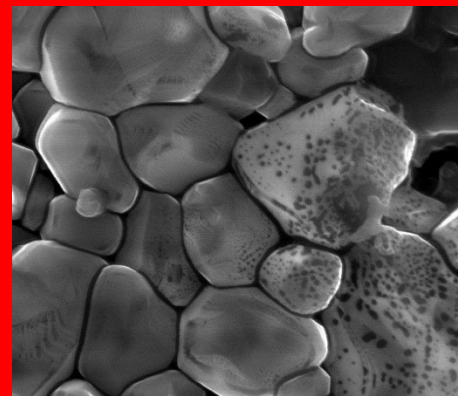
Haute température (1340°C)



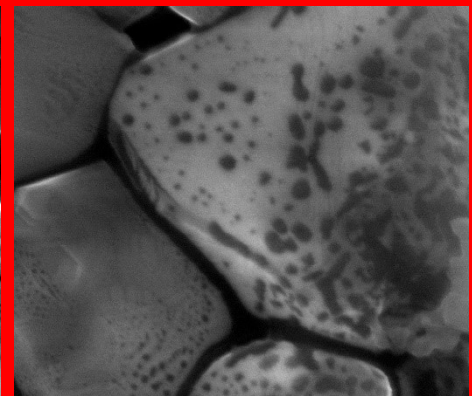
Temp 1338°C mag 2 500 x WD 15.9 mm HV 20.00 kV pressure 100 Pa 6/7/2021 5:25:07 PM FuruaSEM1300-AI2O3 10 µm



Temp 1338°C mag 5 000 x WD 15.9 mm HV 20.00 kV pressure 100 Pa 6/7/2021 5:23:55 PM FuruaSEM1300-AI2O3 5 µm

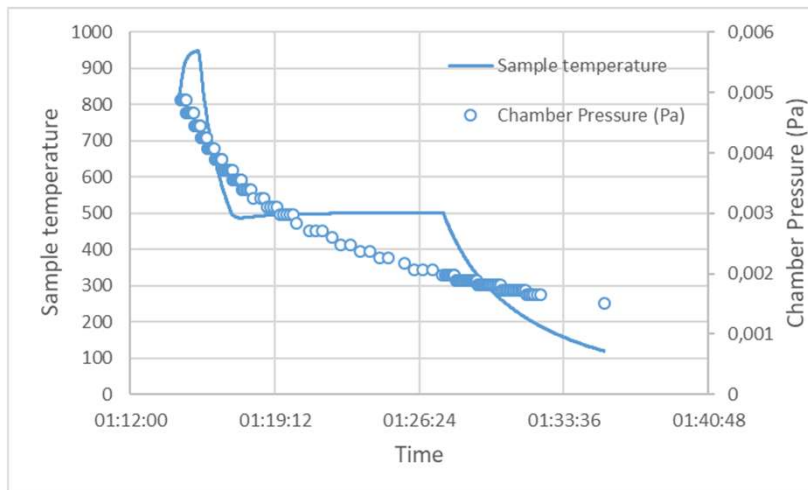


Temp 1338°C mag 10 000 x WD 15.9 mm HV 20.00 kV pressure 100 Pa 6/7/2021 5:23:34 PM FuruaSEM1300-AI2O3 4 µm

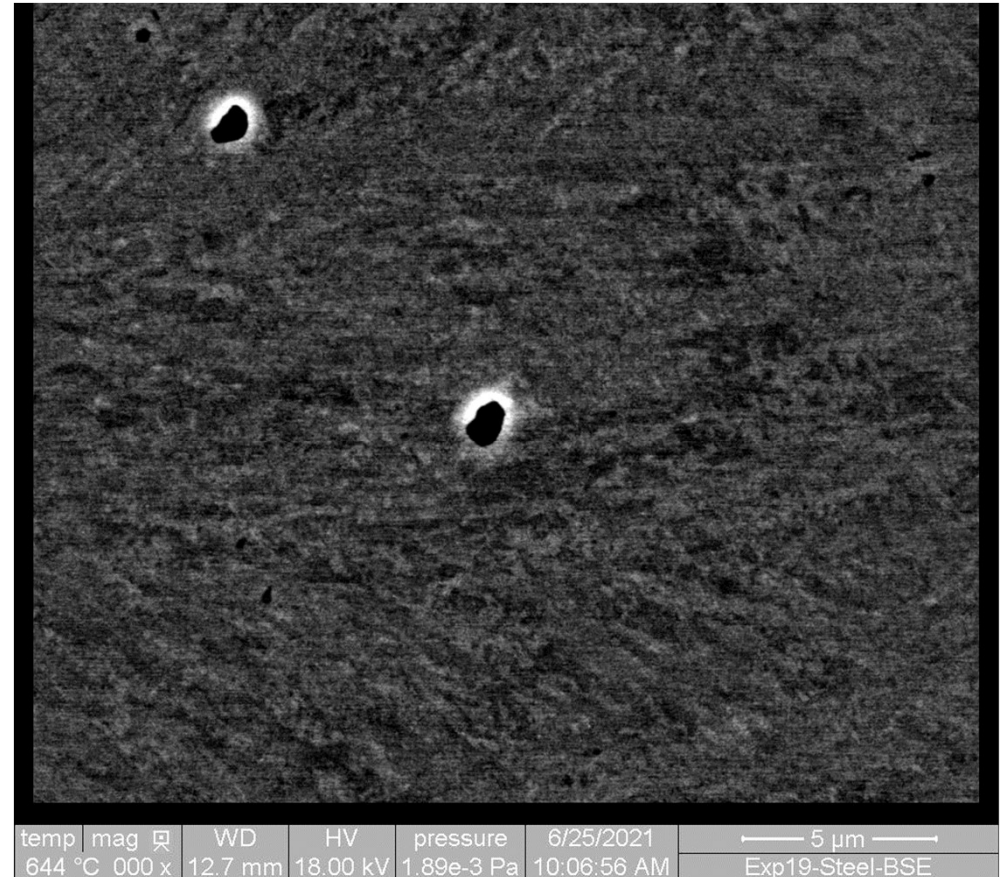


Temp 1338°C mag 25 000 x WD 15.9 mm HV 20.00 kV pressure 100 Pa 6/7/2021 5:22:47 PM FuruaSEM1300-AI2O3 1 µm

Observations sous vide poussé d'un alliage facilement oxydable



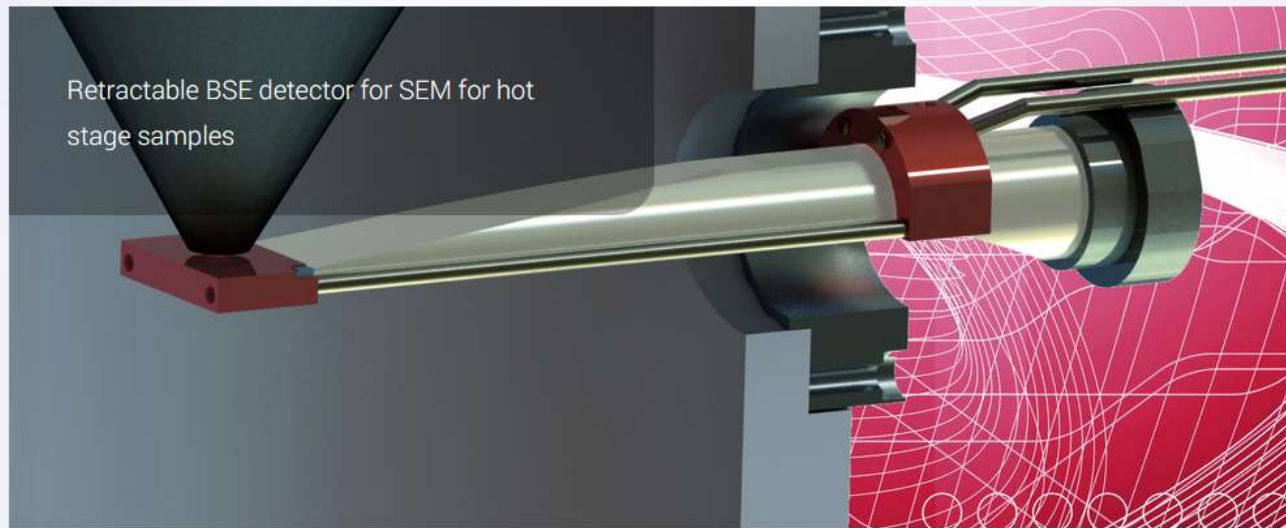
- Maintien de la qualité du vide durant toute l'expérience
- Vitesse de montée en T de 5°C/s
- Vitesse de refroidissement de 5°C/s
- Images bruitées mais exploitables
- Pas d'oxydation de surface



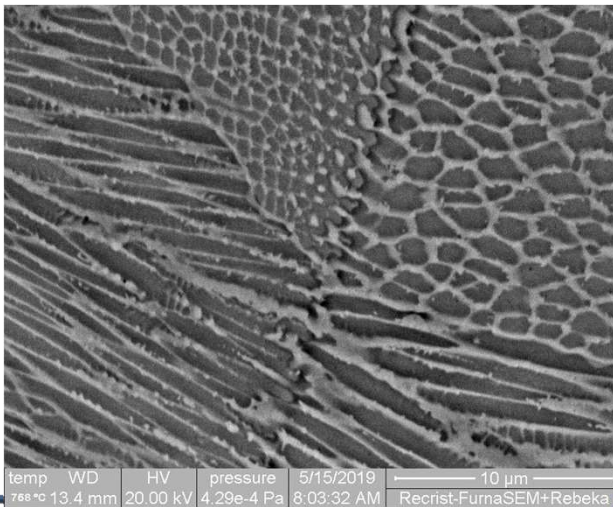
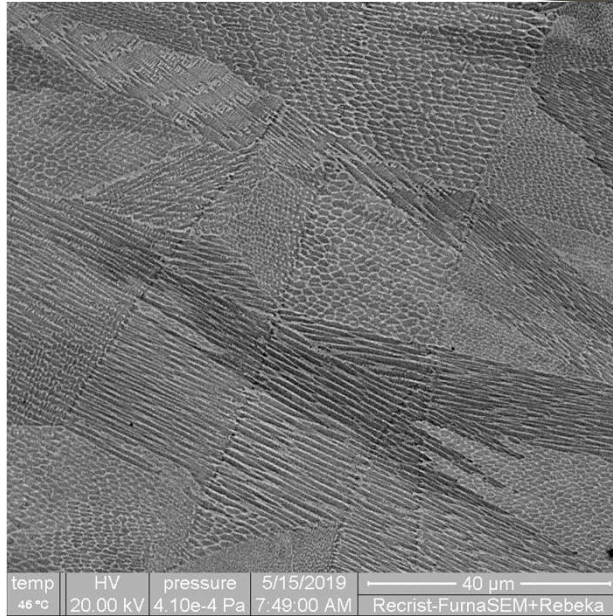
Détecteur Karmen (société Crytur)

- Principe

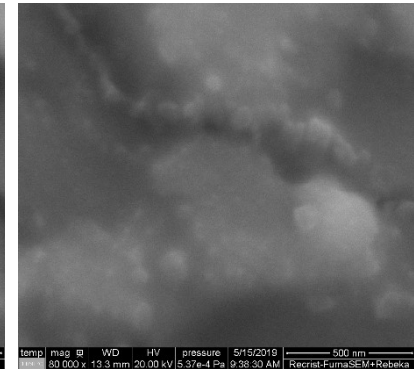
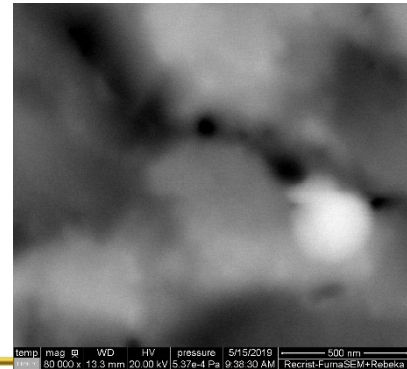
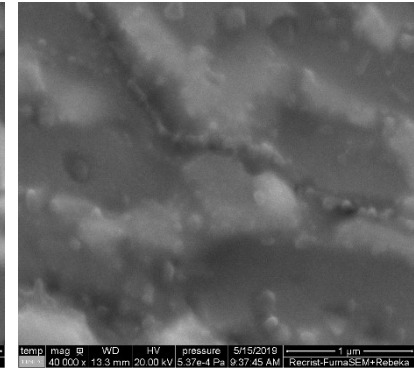
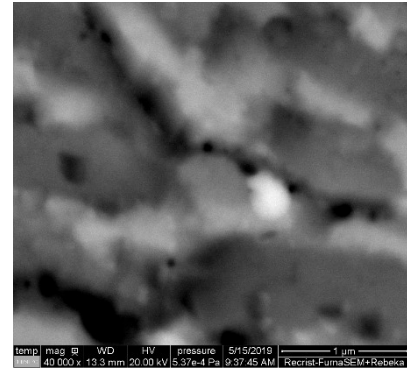
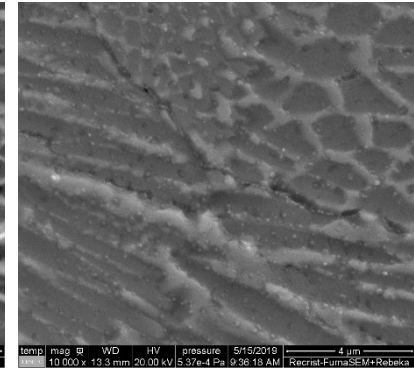
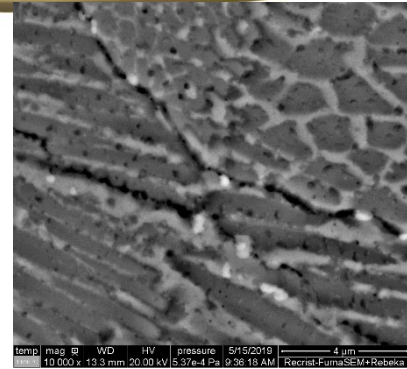
KARMEN™ - retractable BSE detector for hot stage



Precipitation à haute température



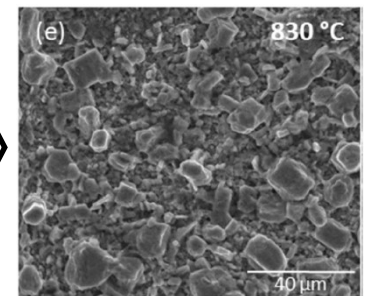
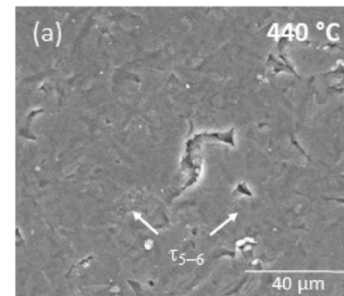
Comparaison des images SE et BSE (T=1050°C)



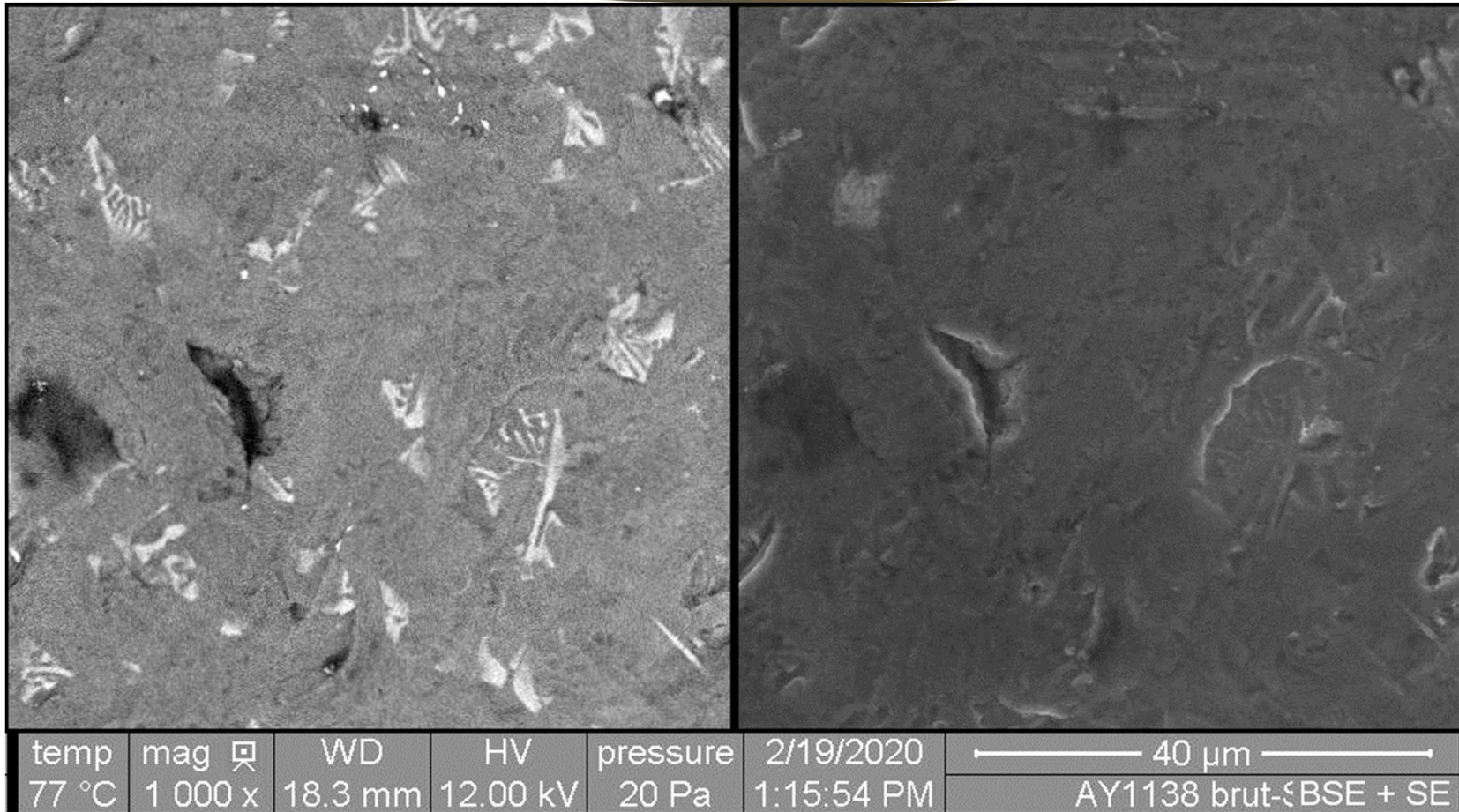
Emboutissage à chaud



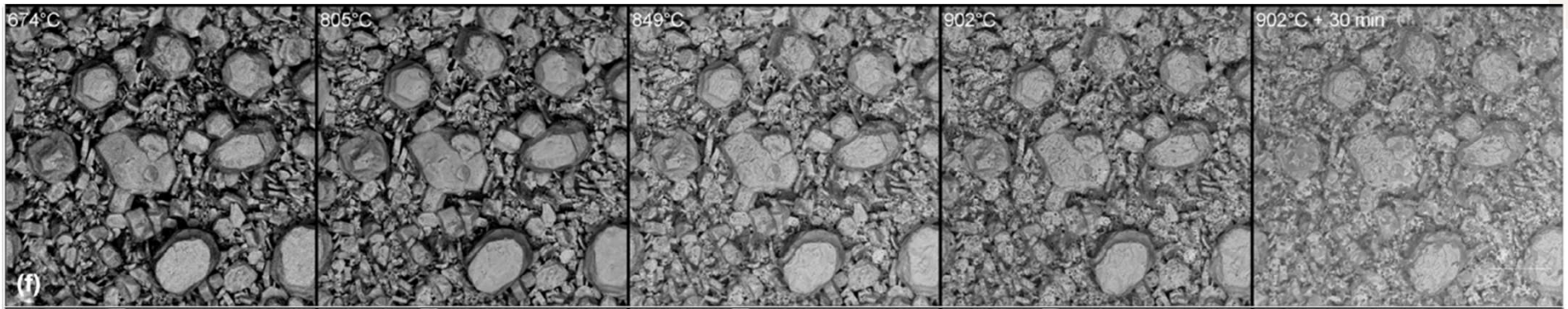
- Mise en forme rapide à chaud de pièces (en acier)
- Utilisation de revêtements « Al-Si » protecteurs contre l'oxydation et la décarburation à chaud
- Ces revêtements changent de composition et se texturent lors du forgeage à chaud



- Description de la **variation de la composition / rugosité** en fonction de la température



- Imageries SE et BSE en parallèle
- Réactivité avec des gaz
- Vitesse d'acquisition rapide (25 images/s – 1024 pxls avec un bon rapport signal/bruit)

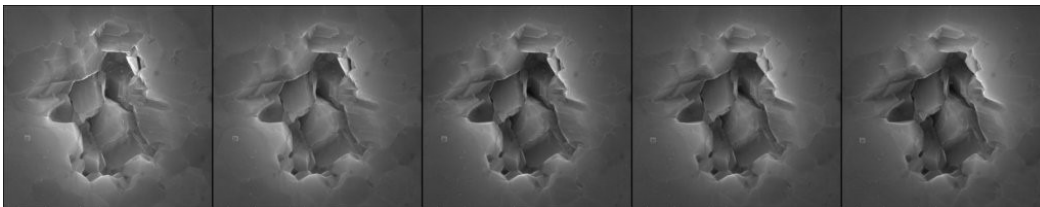
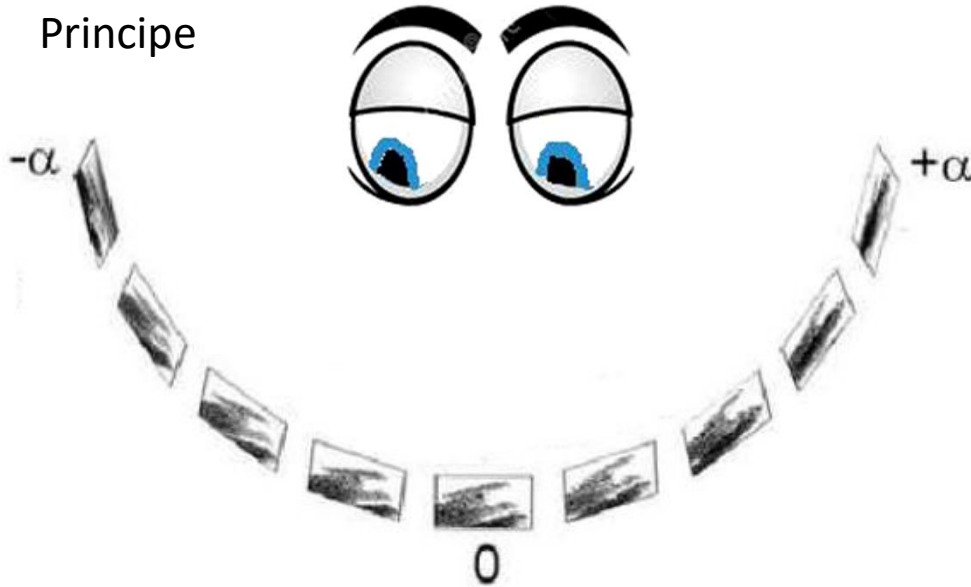


- A partir de $T = 550^{\circ}\text{C}$ → zones sombres qui fluctuent → oxydation partielle de Al
- Entre 550 et 560°C → formation puis dissolution rapide de cristaux aciculaires (encore non reportée) → Cristaux d'Al ?
- Entre 560 et 616°C , formation puis dissolution d'une phase Al-Fe-Si (τ_6)
- Entre 618 et 636°C , formation de nouveaux cristaux en surface (phase τ_5) qui sont...
- ...à l'origine de la déformation importante de la surface du matériau observée à plus haute température.
- Et qui restent stables jusqu'à 900°C .

→ **Description complète et précise des transformations de phases**

Reconstruction d'images 3D à partir d'images tiltées (Alicona Mex)

- Principe



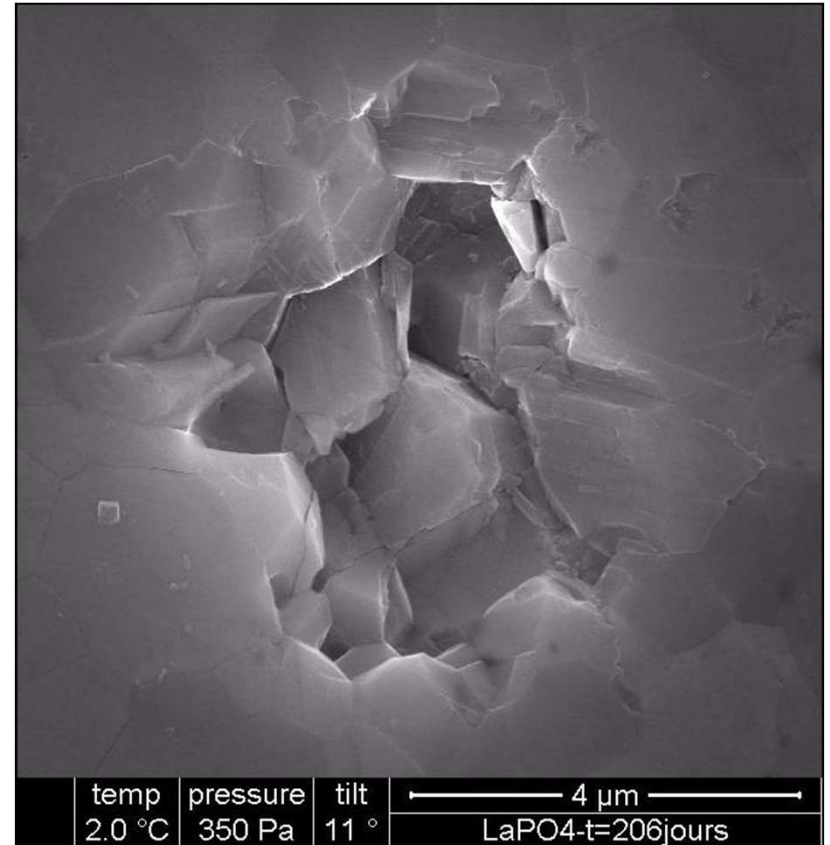
-10°

-5°

0°

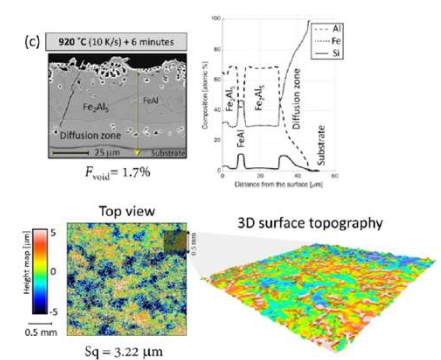
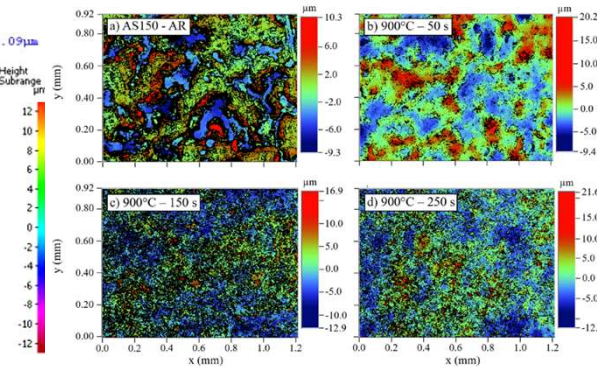
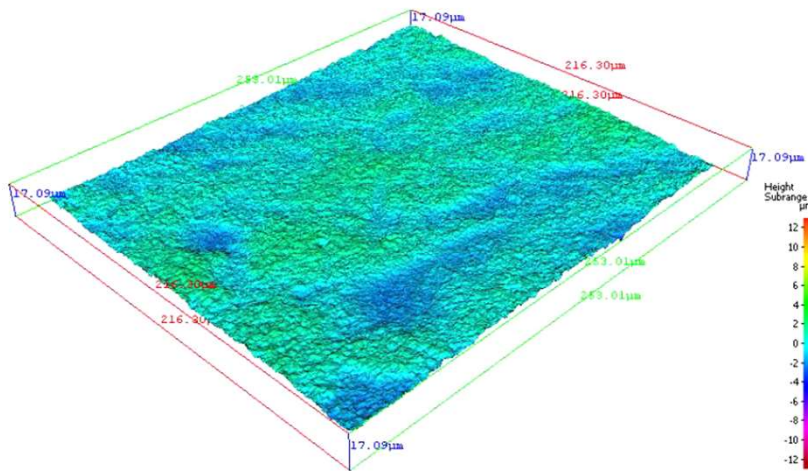
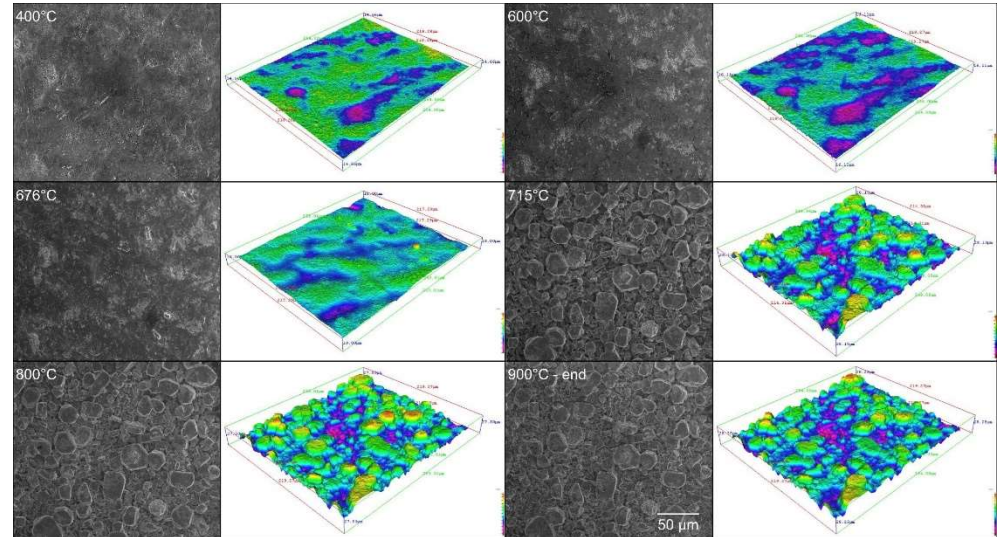
5°

-10°



Enregistrement de séries d'images tiltées

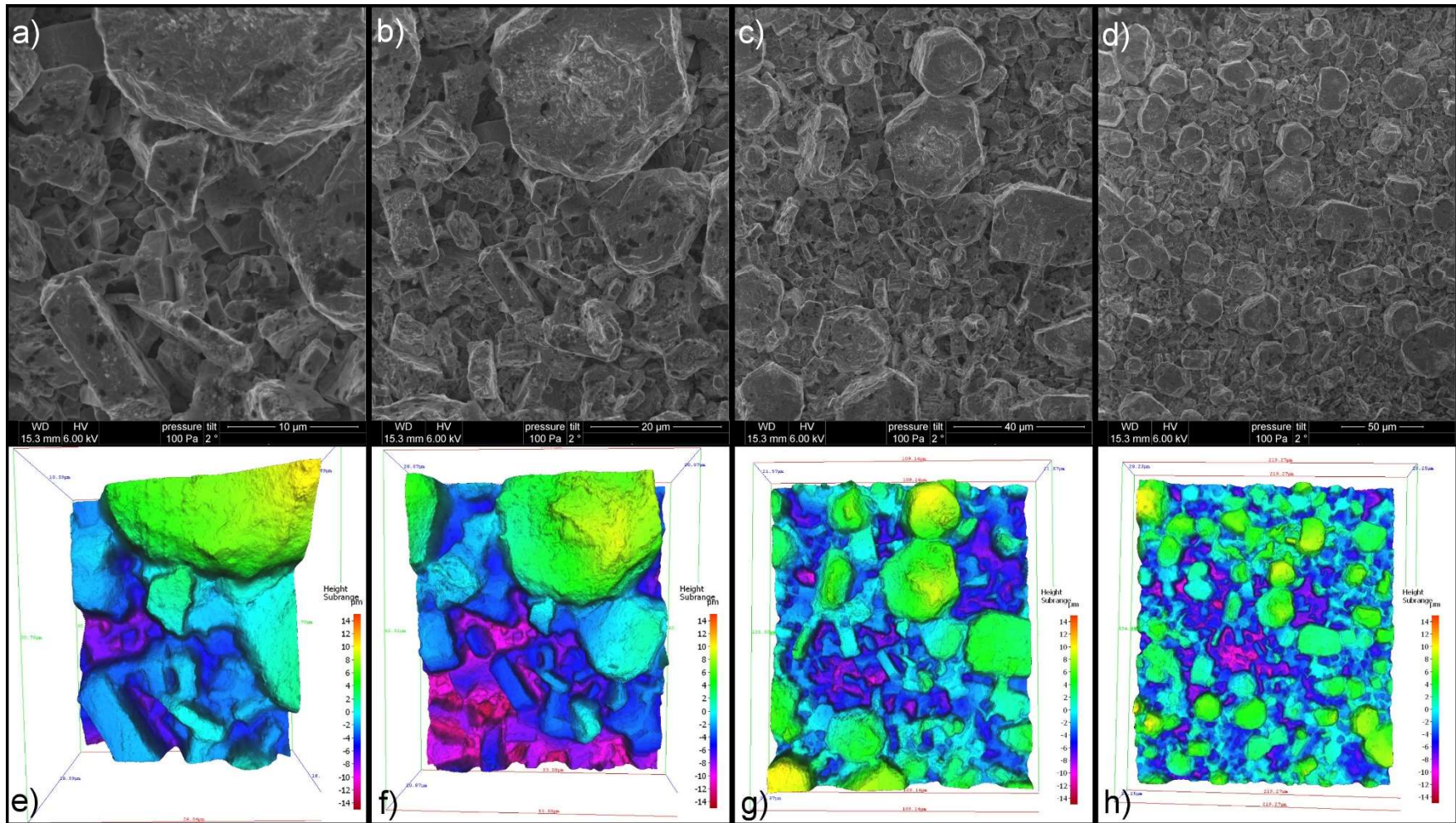
- La géométrie « ouverte » du four FurnasEM permet l'enregistrement d'images tiltées entre -10° et $+10^\circ$
- Description de la variation de la rugosité en fonction de la température



<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127100>

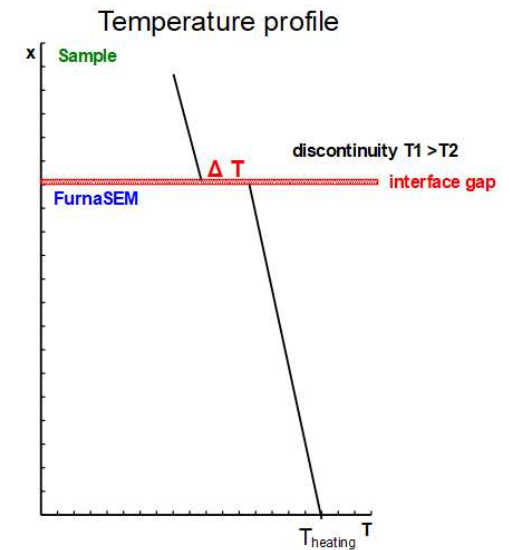
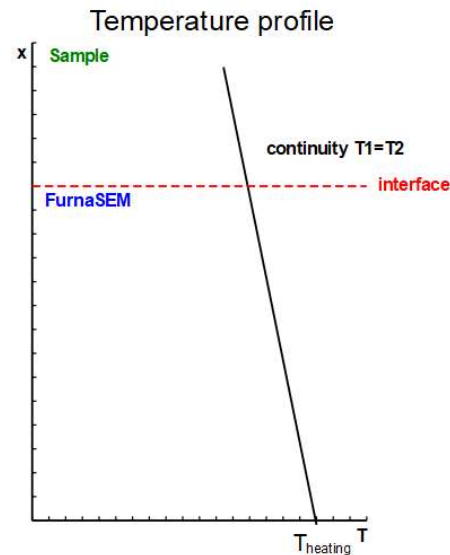
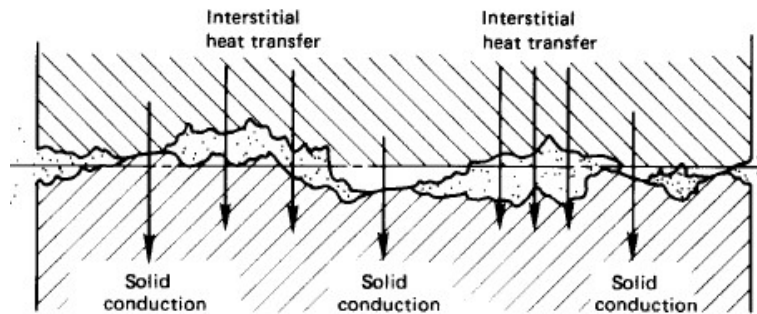
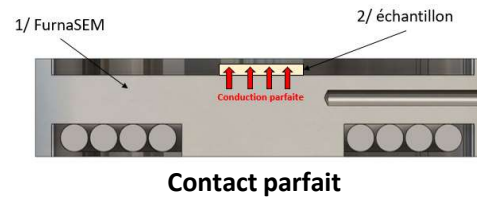
<http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.4074584>

→ Reconstruction d'images 3D à différents grossissements



Excellente connaissance de la thermique du four mais ... le transfert thermique réel n'est pas idéal

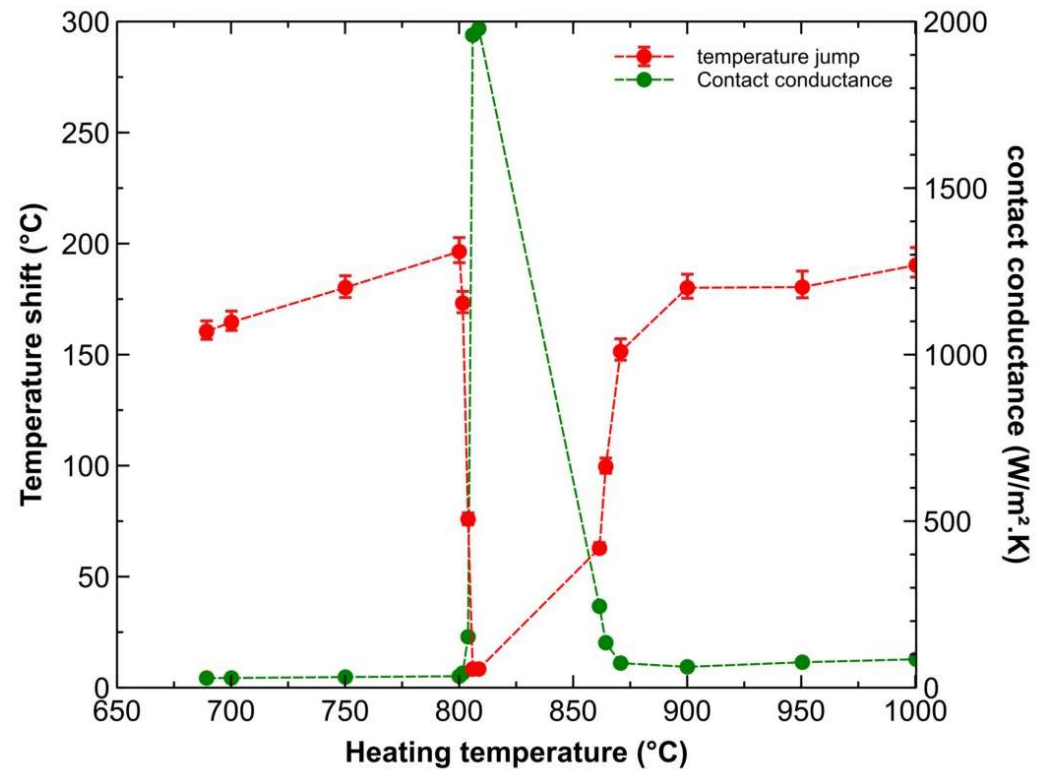
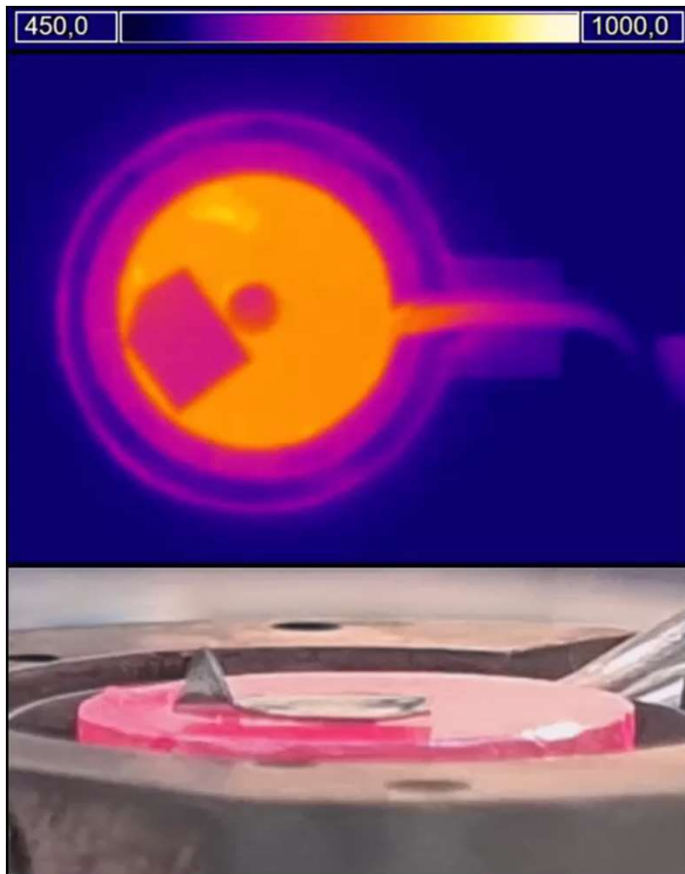
- L'uniformité en température n'est pas un problème tant que $Bi < 0,1$ mais...
- ...un saut de température peut apparaître à l'interface four/échantillon
- Les surfaces réelles sont rugueuses, il y a constriction des lignes de conduction thermique à travers l'interface



Limites actuelles



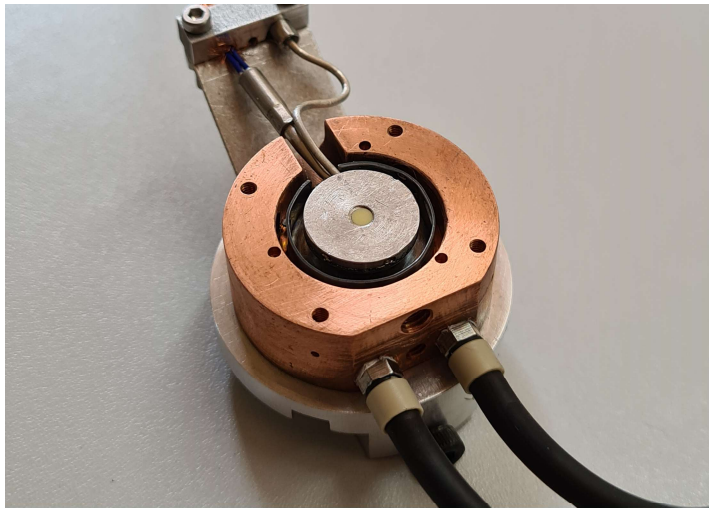
Le transfert thermique réel n'est pas idéal



... mais des solutions sont possibles pour améliorer le contact thermique.

Un nouveau microfourn disponible

- $T = 1300^{\circ}\text{C} \rightarrow 1450^{\circ}\text{C}$ puis 1600°C
- Rampes thermiques rapides
- Tous types d'atmosphères



Etude de transformations de phases

- Sous vide poussé
- Phénomènes « rapides »

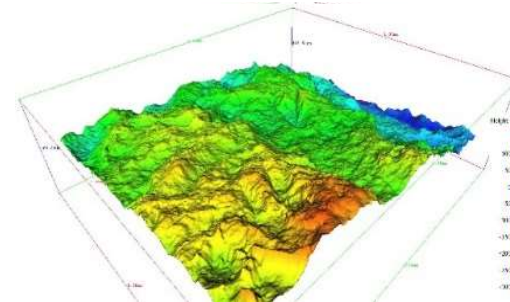
Collection des BSE @ HT

- $T = 1000^{\circ}\text{C}$ max actuellement
- Fonctionne sous gaz
- Sert de bouclier thermique



Imagerie 3D @ HT

- Mode SE
- Fonctionne sous gaz
- Limité aux processus « lents »



**Merci pour
votre
attention !**

