

Essais micromécaniques dans un MEB-FIB

Eva Héripéré, IR CNRS

Laboratoire MSSMat (LMPS),

CentraleSupélec, (ENS-Paris-Saclay), CNRS, Université Paris-Saclay, Gif-Sur-Yvette

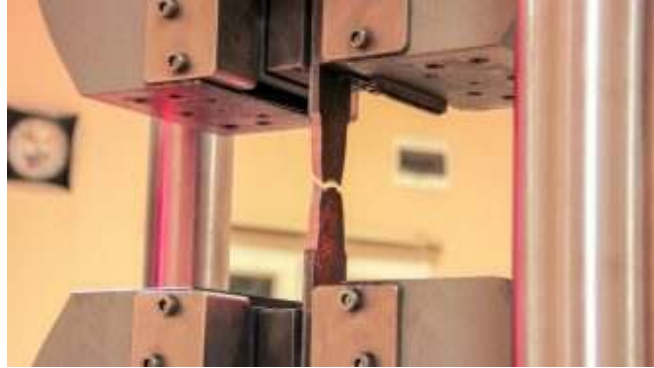
Laboratoire PIMM
ENSAM, CNAM, CNRS, Paris.

GN-MEBA, Paris, le 5/12/2023

Dans un laboratoire de mécanique ...



Tournage



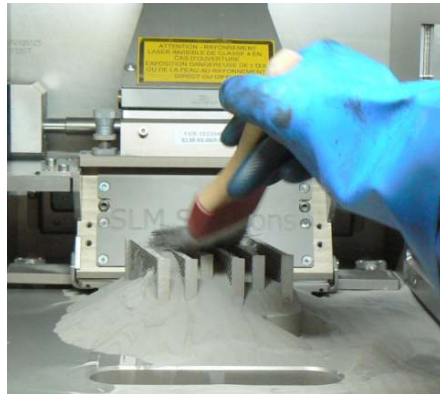
Traction



Compression



Fraisage



Fabrication
Additive



Flexion
3 points –
4 points

De l'usinage/fabrication à la sollicitation

Le MEB-FIB de MATMECA

L'HELIOS Nanolab 660

De l'usinage
à la sollicitation ?

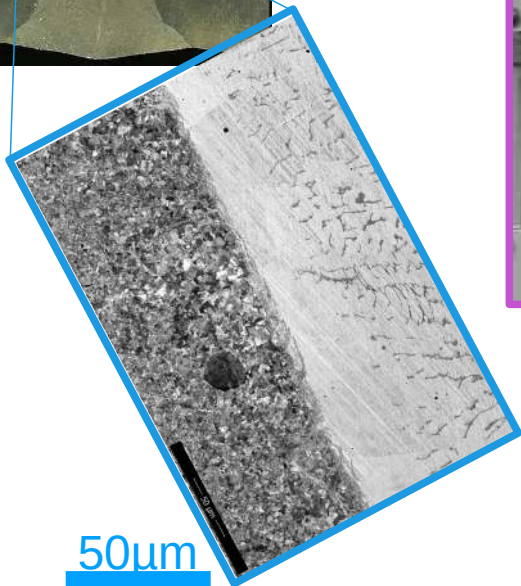


Photo F. Armand



MATMECA - ANR-10-EQPX-37

www.matmeca.cnrs.fr



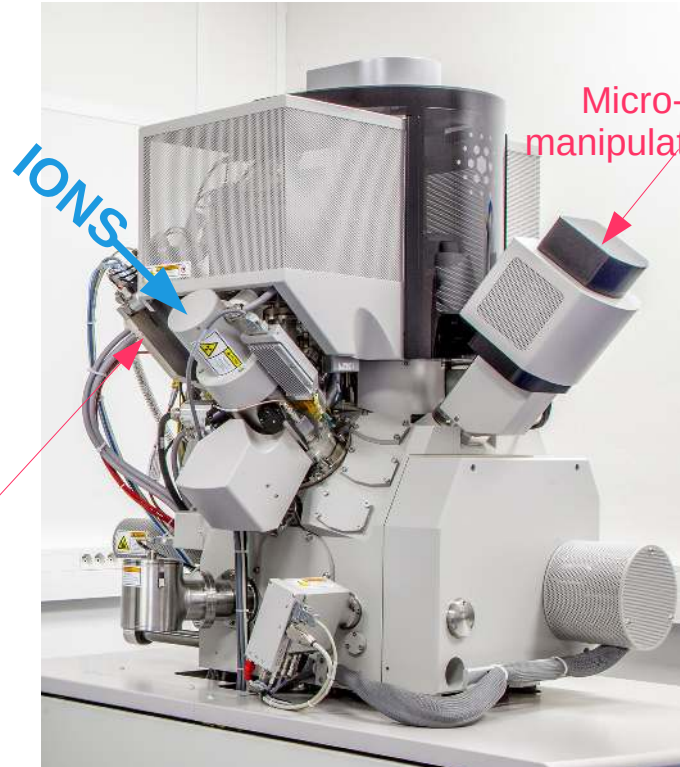
Le MEB-FIB : un micro-laboratoire de mécanique

De l'usinage

à la sollicitation

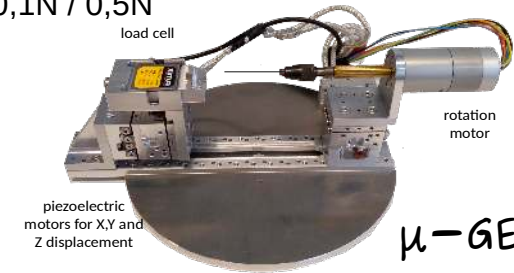
La micro-fraiseuse
(colonne ionique)

Poste à souder
(injecteur de gaz)



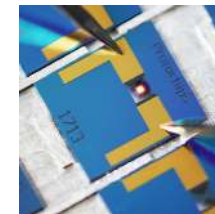
Photographie F. Armand

0,1N / 0,5N
load cell



mécanique

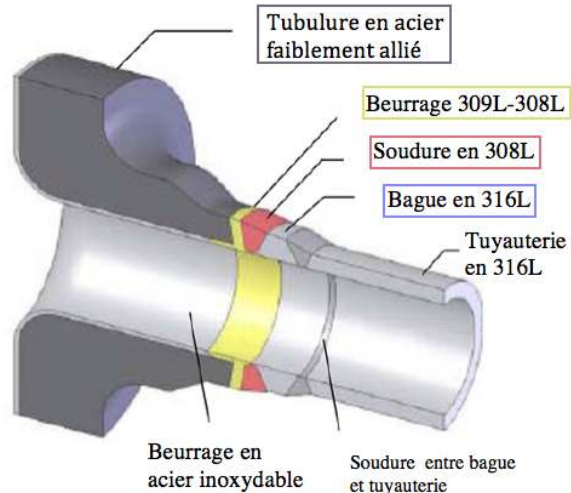
μ -GEFE



Protochips

thermique

Un exposé autour de 3 exemples

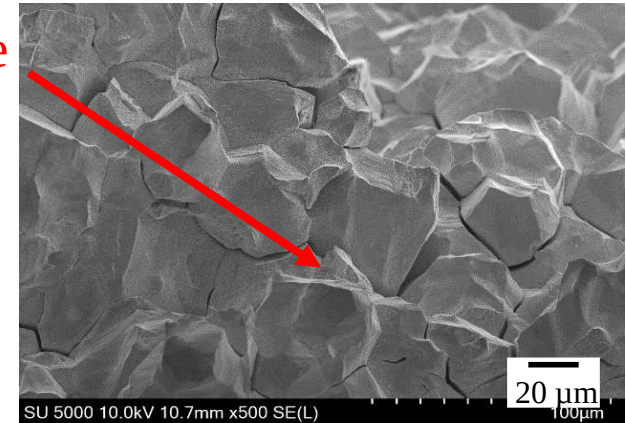


Rupture fragile de liaisons bi-métalliques
Thèse G. Ben Salem, 2019



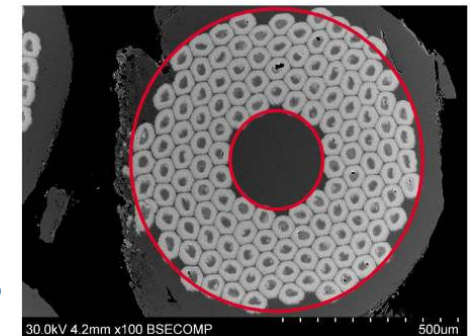
Fragile

EGaIn

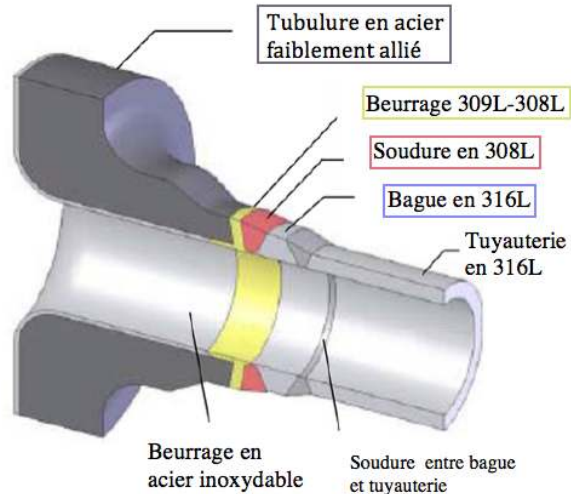


Fragilisation d'alliages Cu-Zn par le Ga-In
Thèse M. Ezequiel, 2023

Etude des déformations du supraconducteur Nb₃Sn pendant son traitement thermique
Thèse M. Abdel Hafiz, 2023



Un exposé autour de 3 exemples

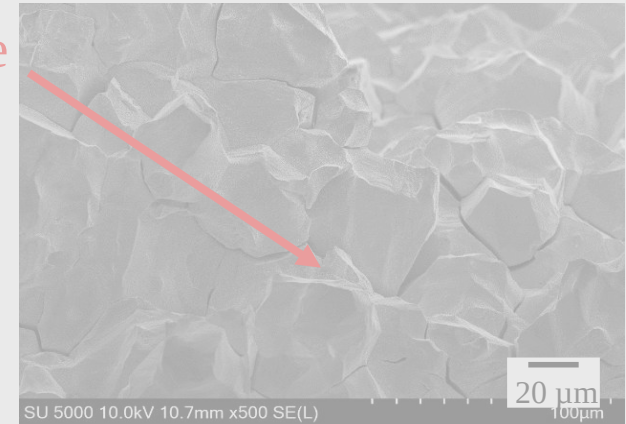


Rupture fragile de liaisons bi-métalliques
Thèse G. Ben Salem, 2019



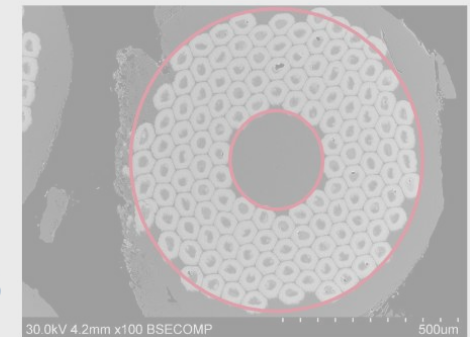
Fragile

EGaIn

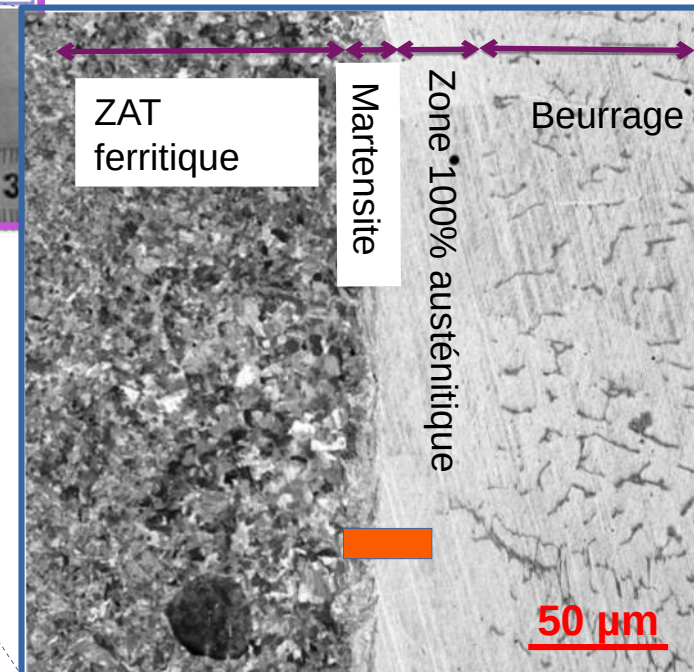
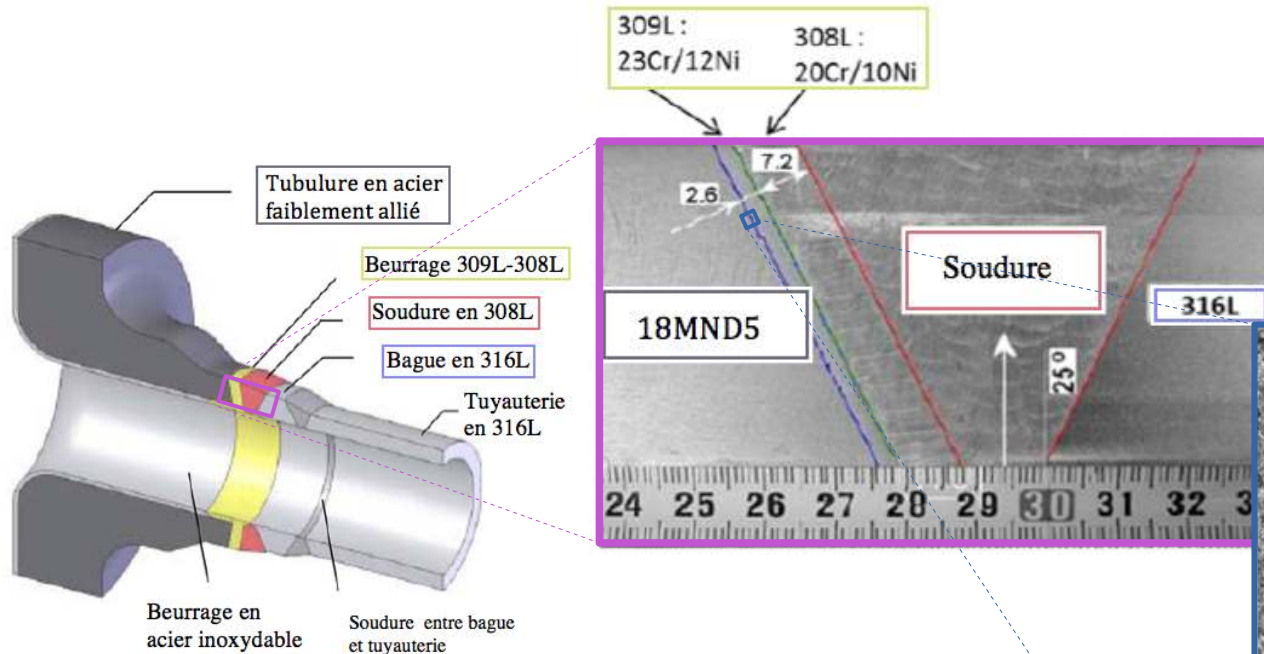


Fragilisation d'alliages Cu-Zn par le Ga-In
Thèse M. Ezequiel, 2023

Etude des déformations du supraconducteur Nb_3Sn pendant son traitement thermique
Thèse M. Abdel Hafiz, 2023



Exemple #1 : Comportement d'une interface

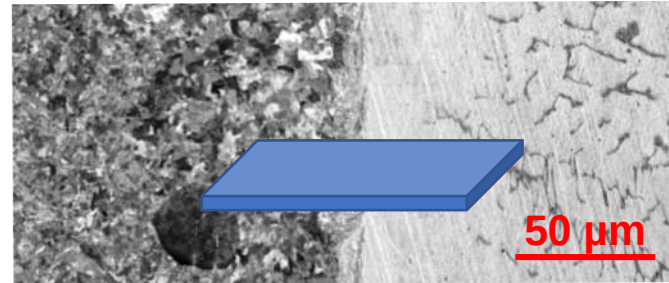


Rupture fragile de liaisons bi-métalliques
Thèse Ghassen Ben Salem,
soutenue le 19/06/2019

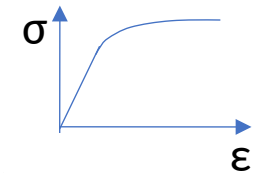
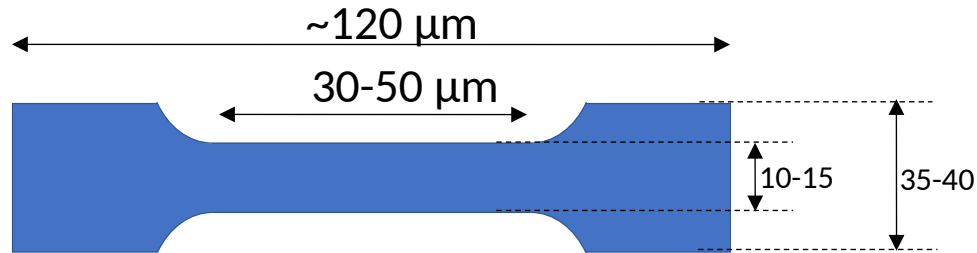


La méthodologie

1. Extraction de la zone d'intérêt



2. Usinage d'un échantillon de traction



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

Le micro-laboratoire de mécanique

La micro-fraiseuse
(colonne ionique)

Poste à souder
(injecteur de gaz)

Les
Microscopistes
Mécanicien.ne.s

ELECTRONS

Micro-
manipulateur

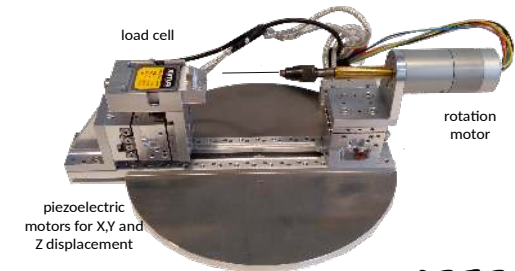
IONS



Photographie C. Oriot

La mini-presse

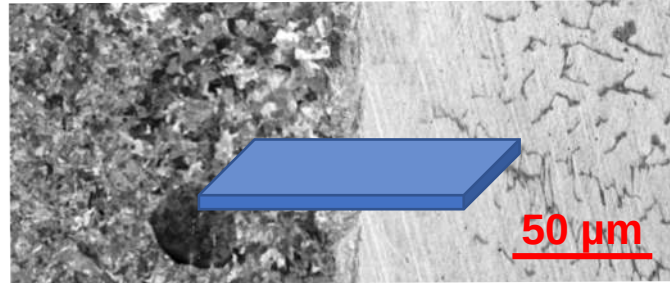
0,1N / 0,5N



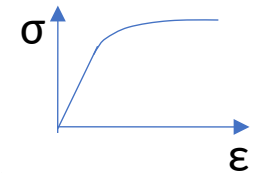
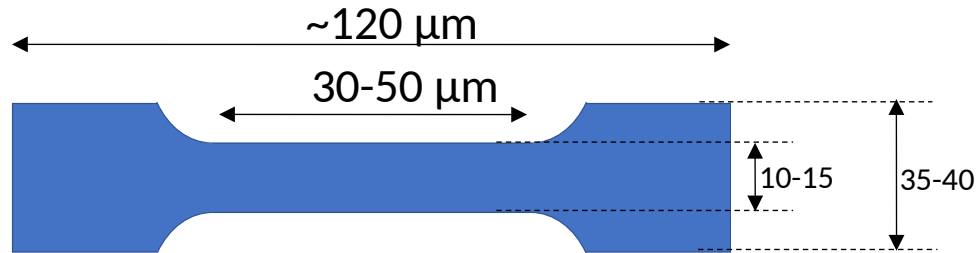
μ -GEFE

La méthodologie

1. Extraction de la zone d'intérêt



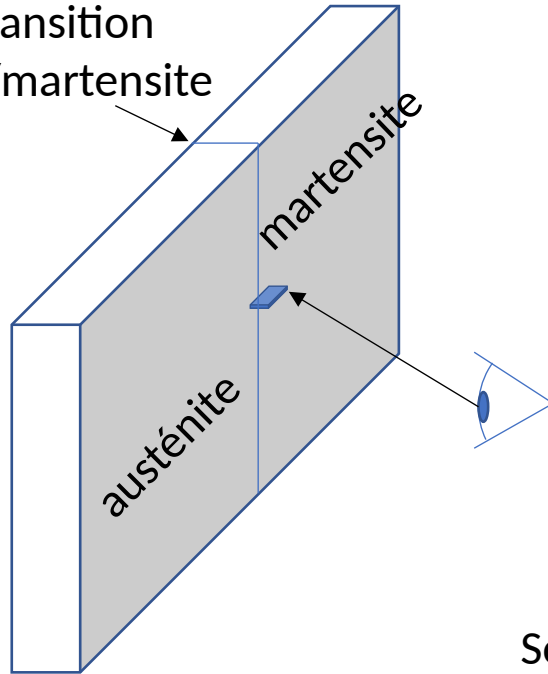
2. Usinage d'un échantillon de traction



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

Extraction bloc à usiner

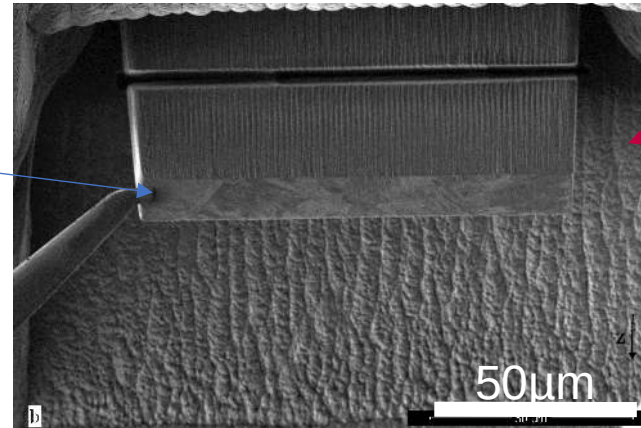
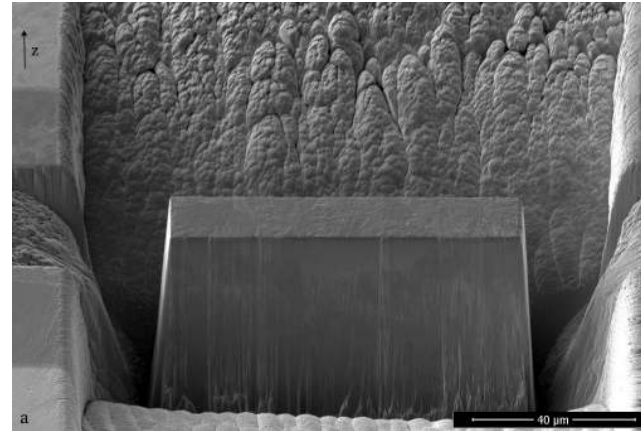
Zone de transition
austénite/martensite



Faisceau d'ions : 30 kV, 65 nA

Profondeur 150 μm

➔ ~16 heures

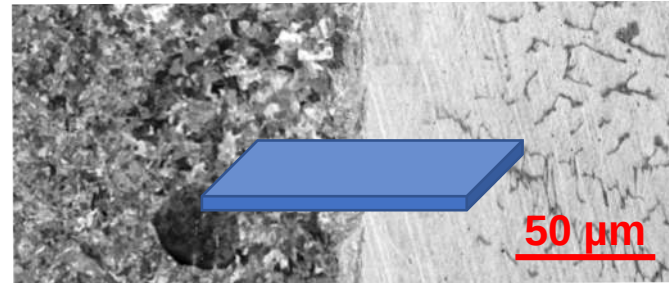


Jour 1

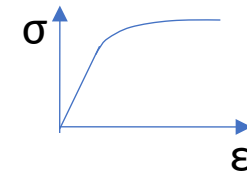
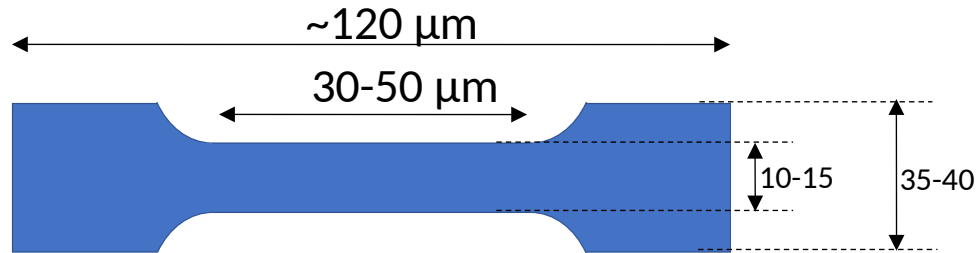
Imagerie e- :
2kV-0,2nA

La méthodologie

1. Extraction de la zone d'intérêt

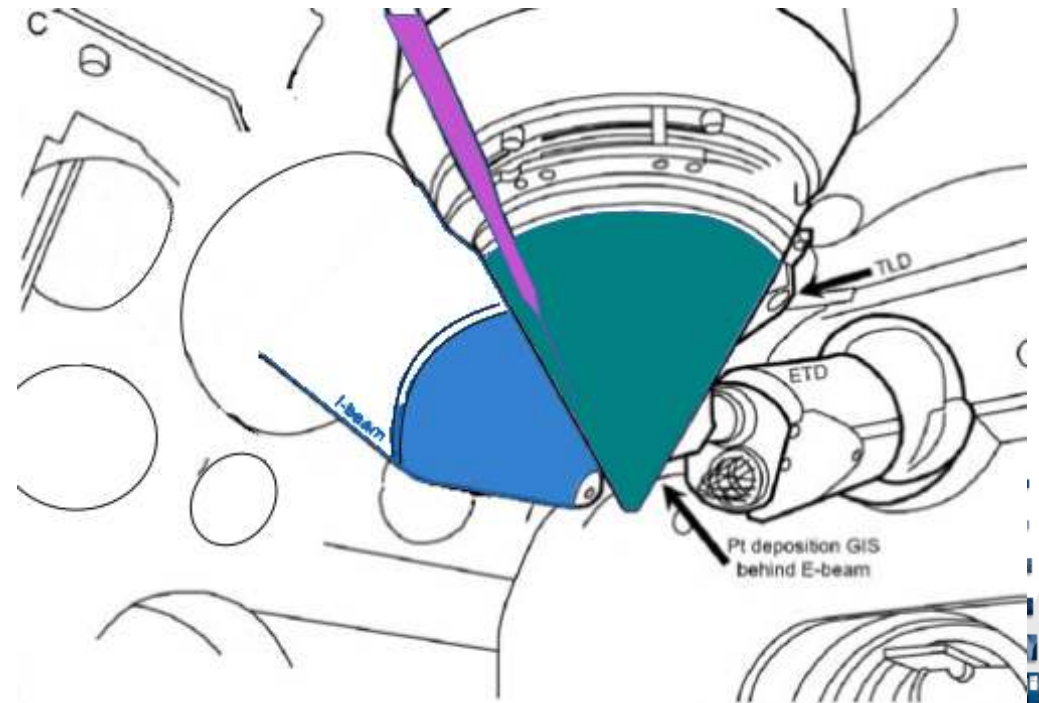
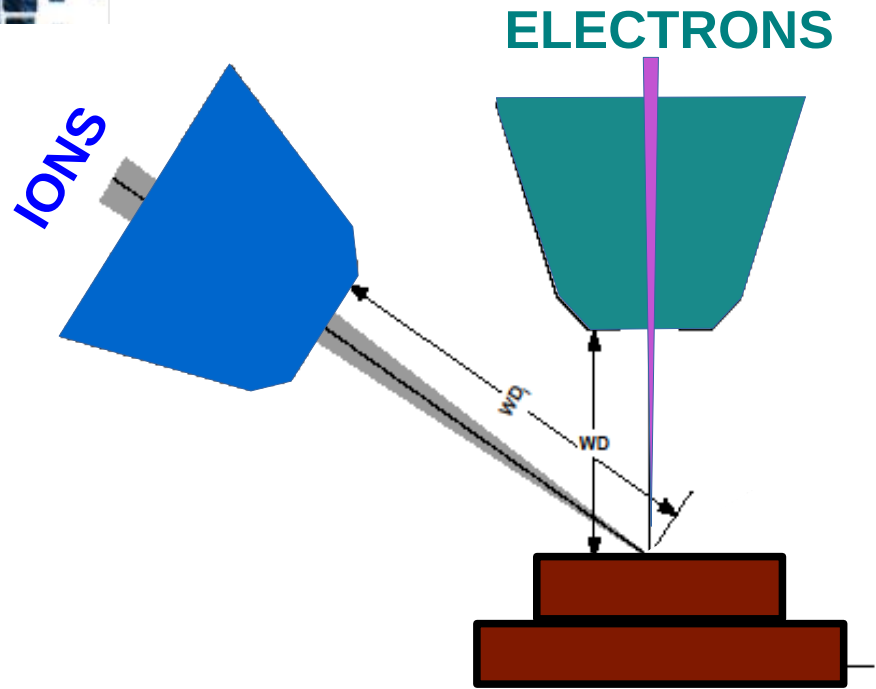


2. Usinage d'un échantillon de traction



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

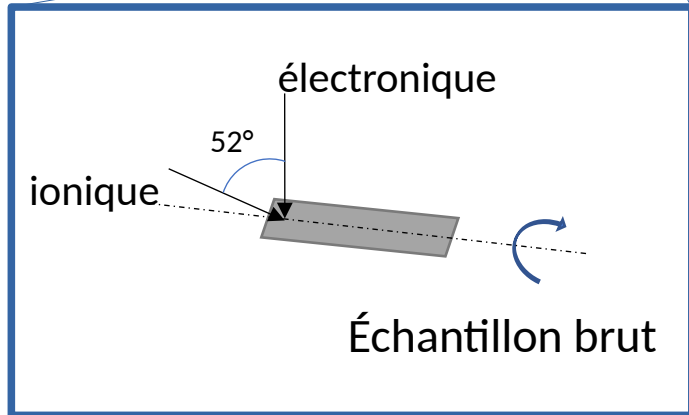
Vue intérieure FIB



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.

Moteur de rotation

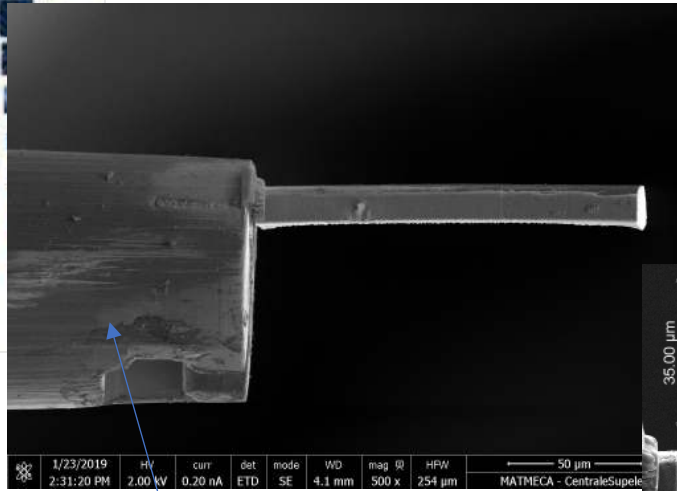


→ Un axe de rotation supplémentaire pour faciliter l'usinage

Usinage de l'échantillon

Étape 1 : soudure

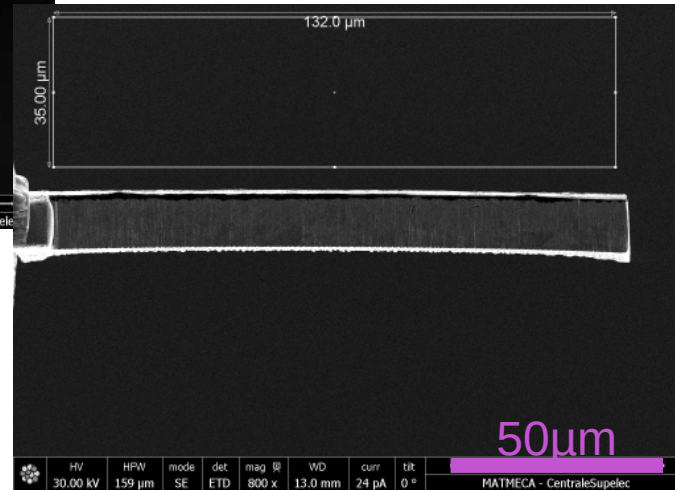
Jour 2



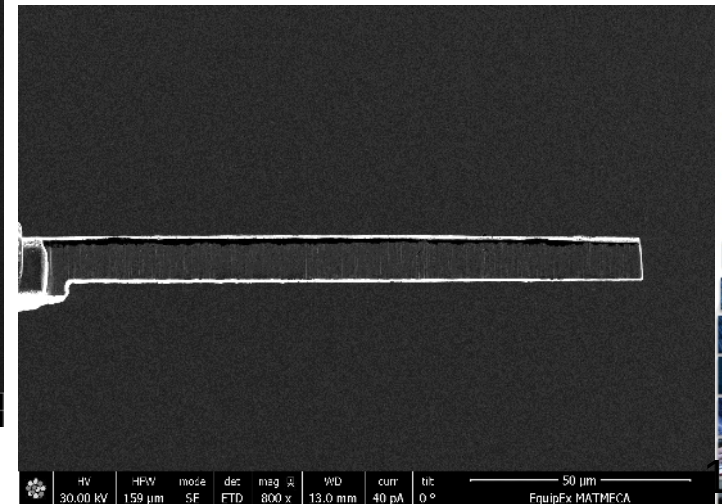
Aiguille du
moteur rotation

Étape 2 : redressage des faces

30 kV 800 pA
~ 40 minutes

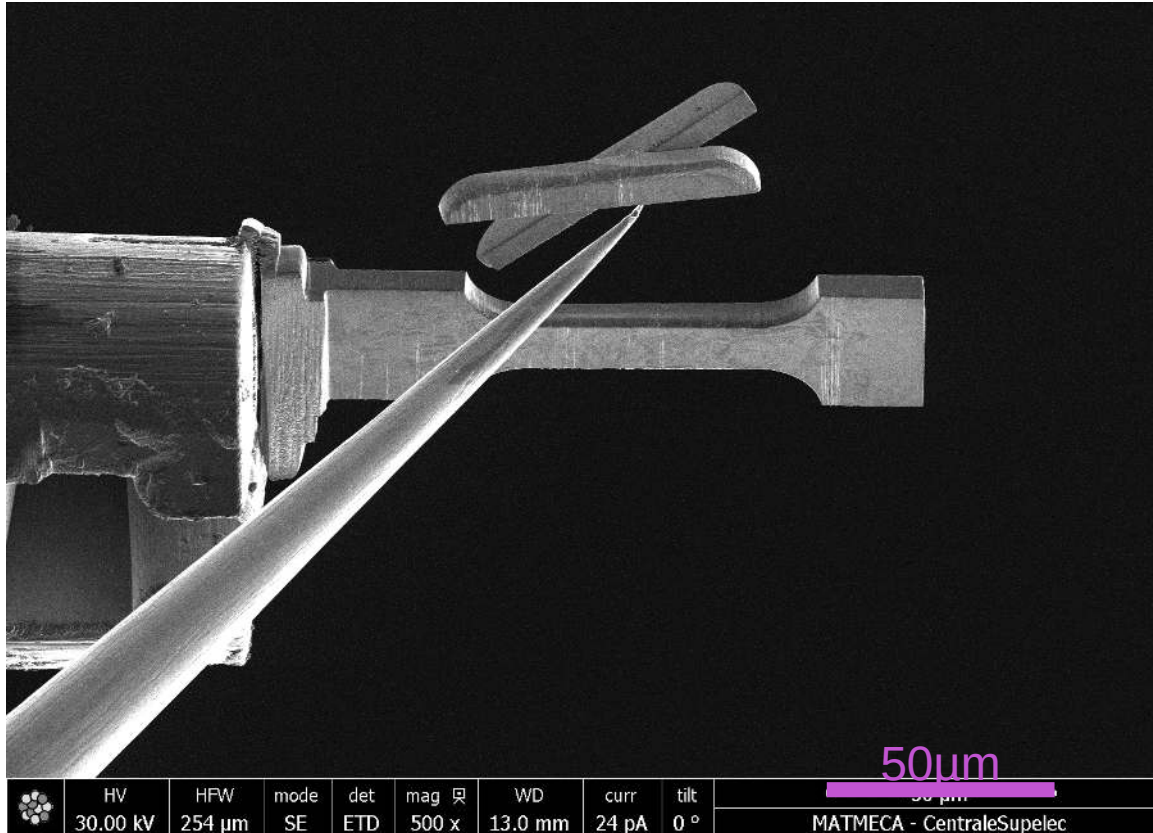


Étape 3 : affinage
Ionique 30kV 24 pA



Usinage de l'échantillon

Jour 3

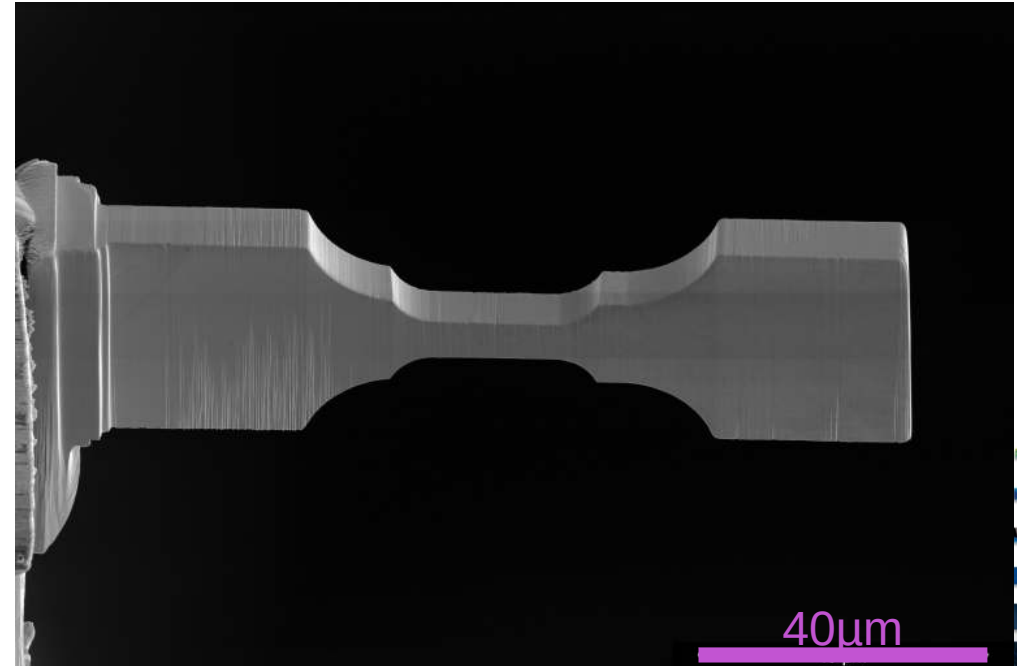
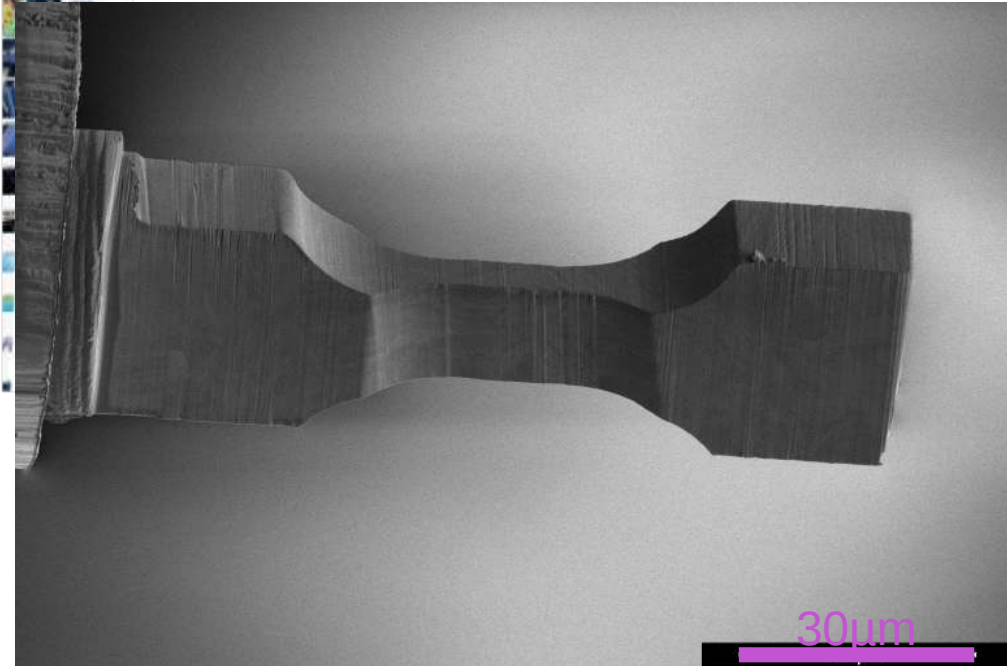


Géométrie de l'éprouvette de traction

On enlève les chutes d'usinage

Condition du faisceau ionique :
30 kV 10 nA
Profondeur 5 μm
~ 1 heure

Usinage de l'échantillon

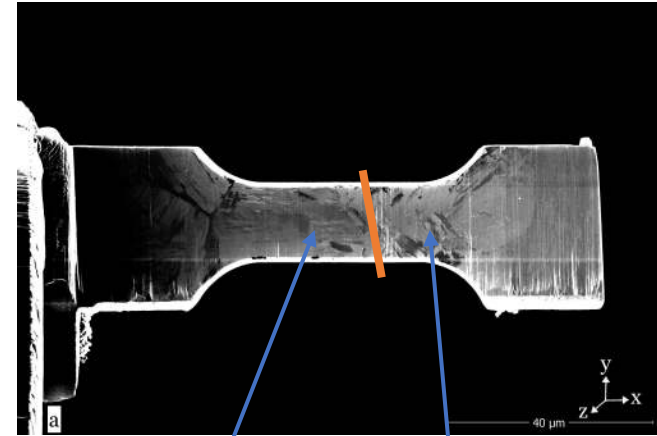
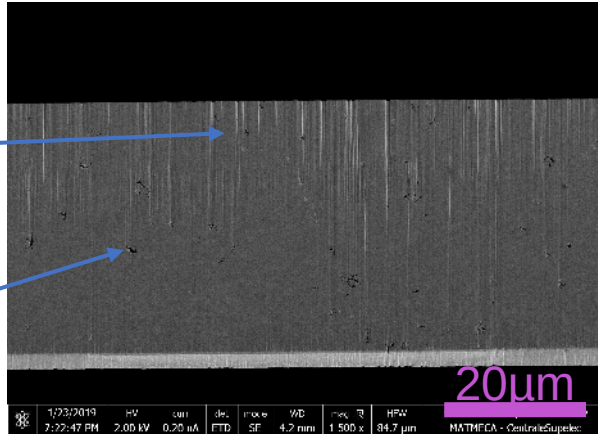


Différentes géométries possibles pour affiner la section sur le volume que l'on souhaite caractériser.

Usinage de l'échantillon : les défauts

effet rideau

porosité



martensite

austénite

- ➔ Difficulté d'obtention de l'échantillon
 - Porosité → Effet rideau
 - Parallélisme des faces
 - Positionnement

Jour 3

Caractérisation de l'échantillon

EBSD en surface → Possibilité de le réaliser sur les 4 faces

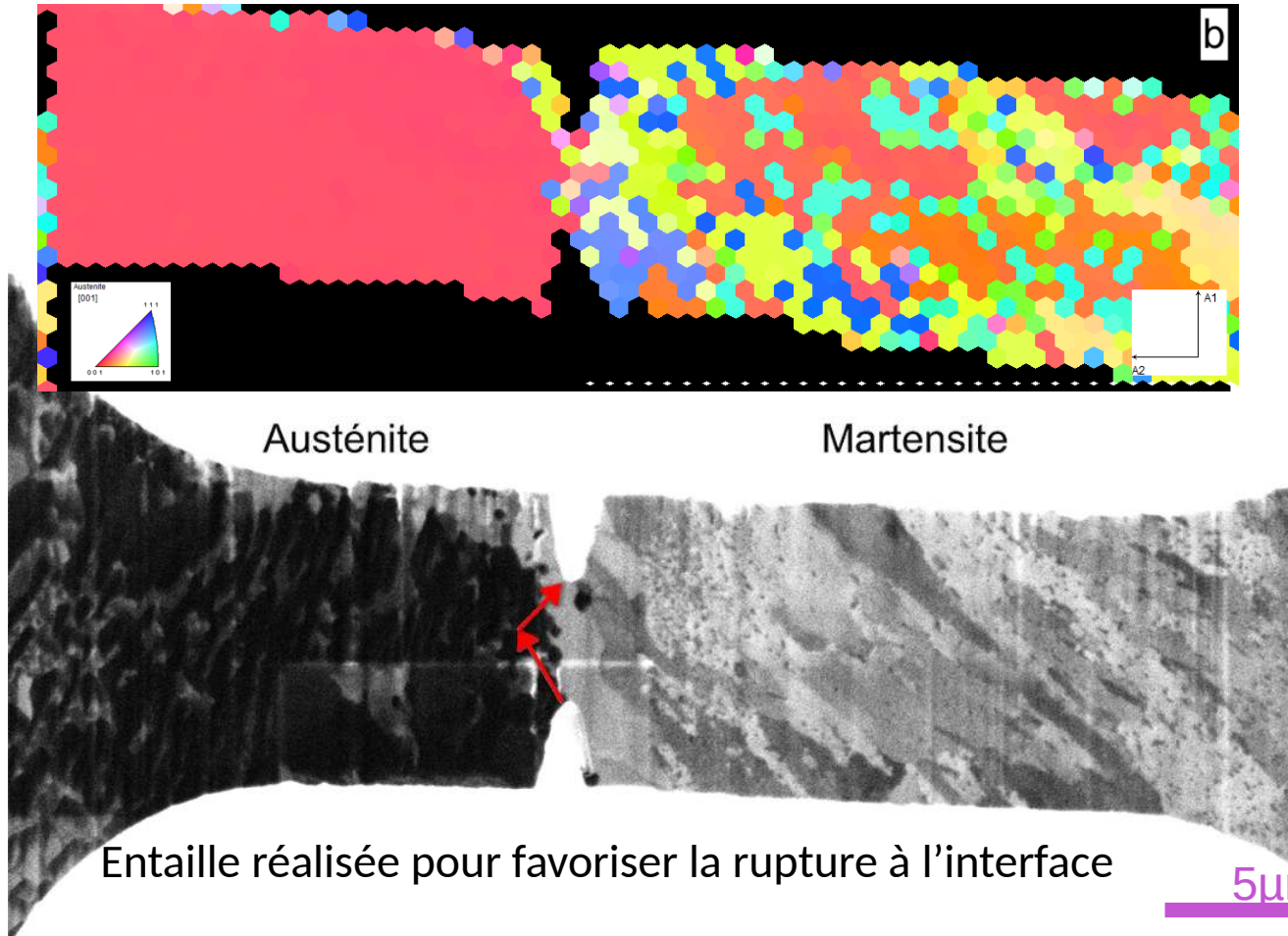


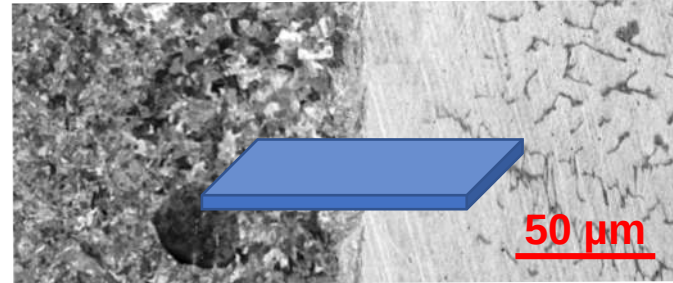
Image SE
Faisceau
d'ions
30kV, 80pA

Entaille réalisée pour favoriser la rupture à l'interface

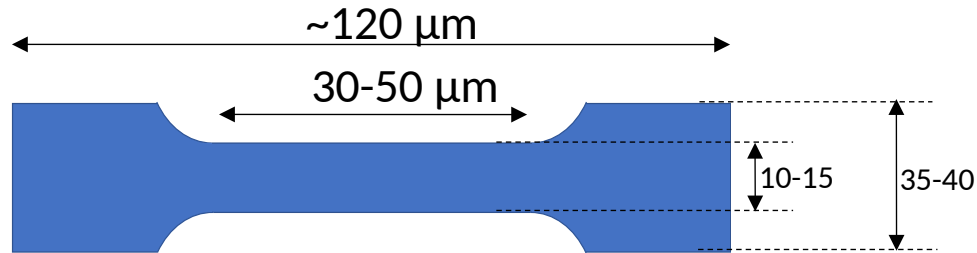
5μm

La méthodologie

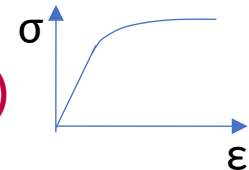
1. Extraction de la zone d'intérêt



2. Usinage d'un échantillon de traction



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



Sollicitation mécanique



Prototype réalisé par :

Conception : E. Perrin

Instrumentation : F. Douit

Sur une Idée de E. Héripé

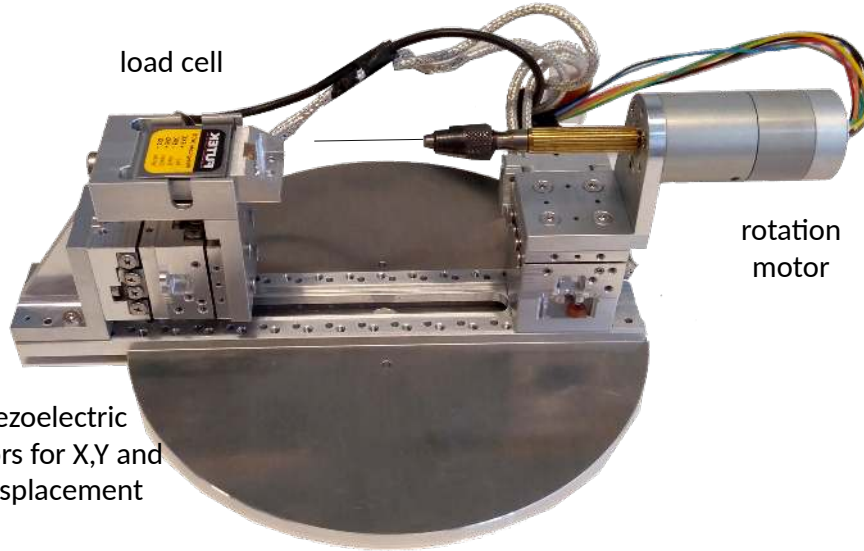
Et l'impulsion de Ghassen Ben Salem
(2014-2015) & Ph. Bompard

0,1N / 0,5N

load cell

rotation
motor

piezoelectric
motors for X,Y and
Z displacement



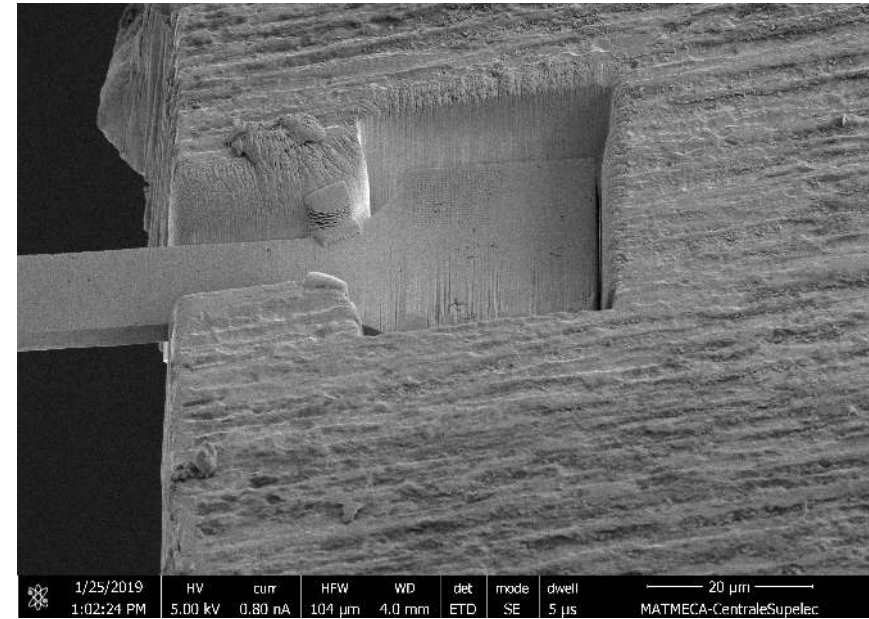
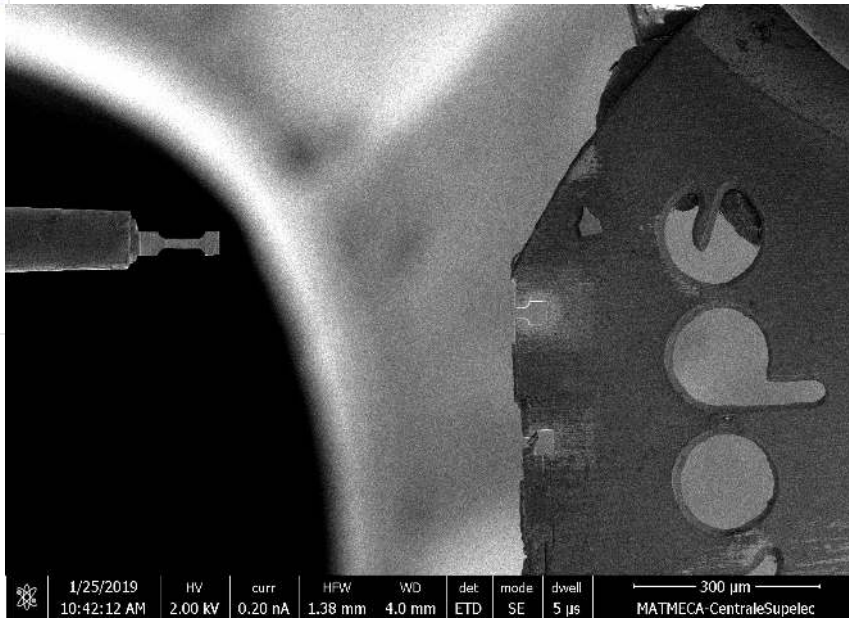
μ -GEFE

Sollicitation mécanique

Mise en place dans le mors fixe

Soudure

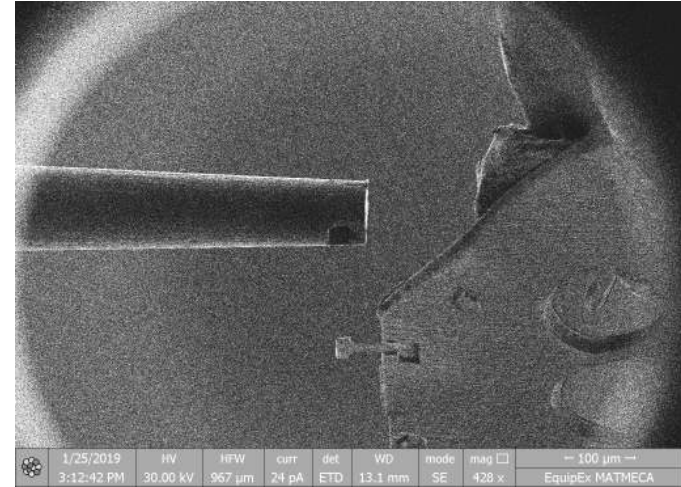
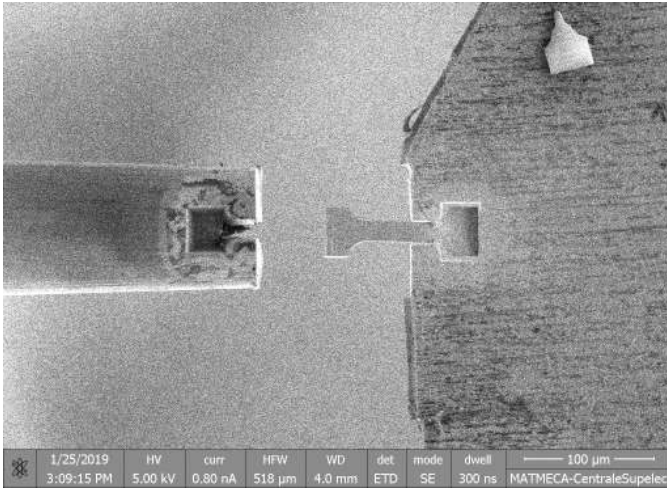
Jour 4



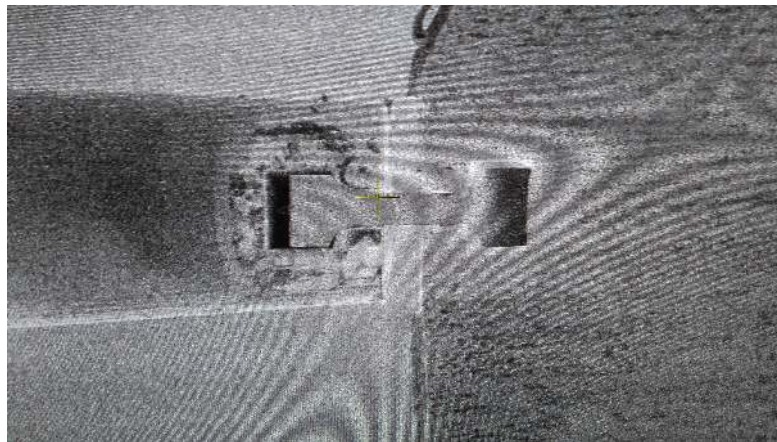
Mise en place de l'échantillon sur le mors
Soudage de l'échantillon sur le mors
Séparation de l'échantillon et de l'aiguille

Sollicitation mécanique

Mise en place dans le mors mobile (aiguille)



Jour 5

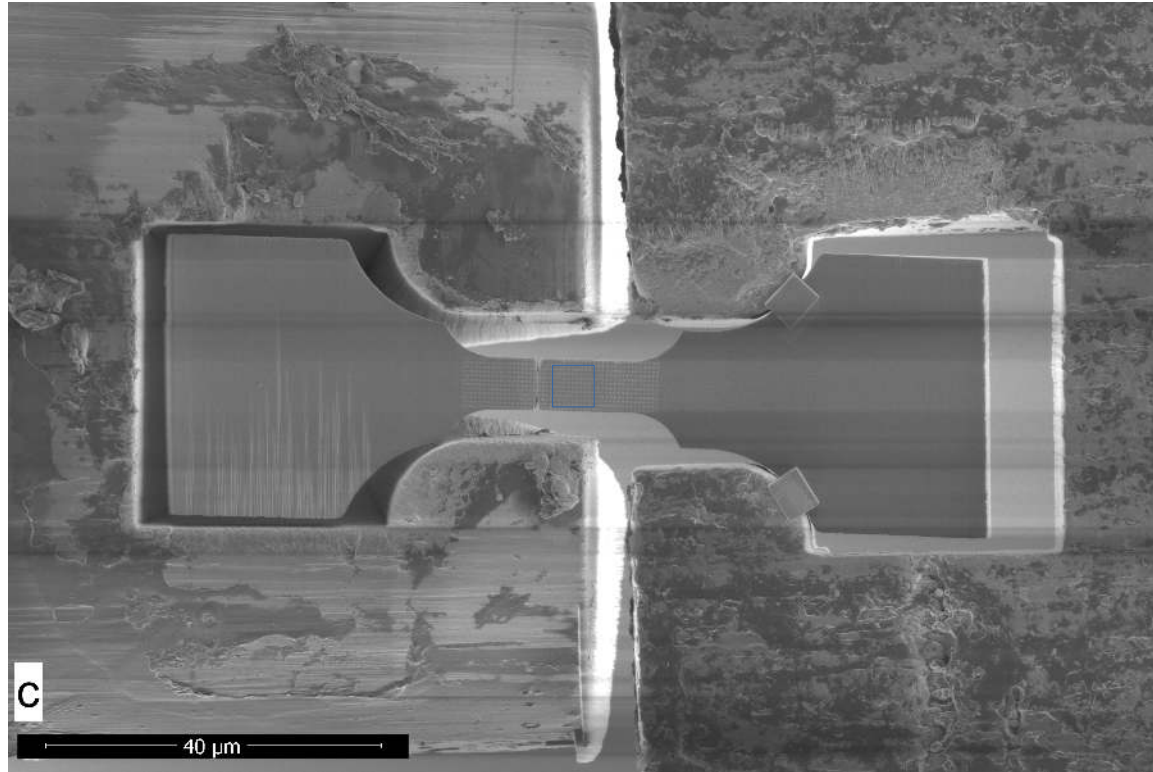


Double clic pour positionner l'échantillon au centre de l'image

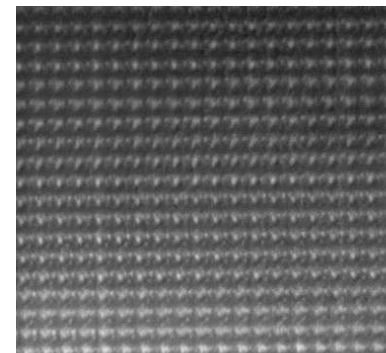
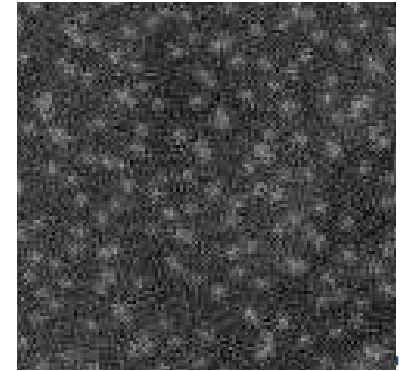
→ Perte de l'échantillon...

Sollicitation mécanique

Marquage de surface pour suivi
par Corrélation d'Images Num.



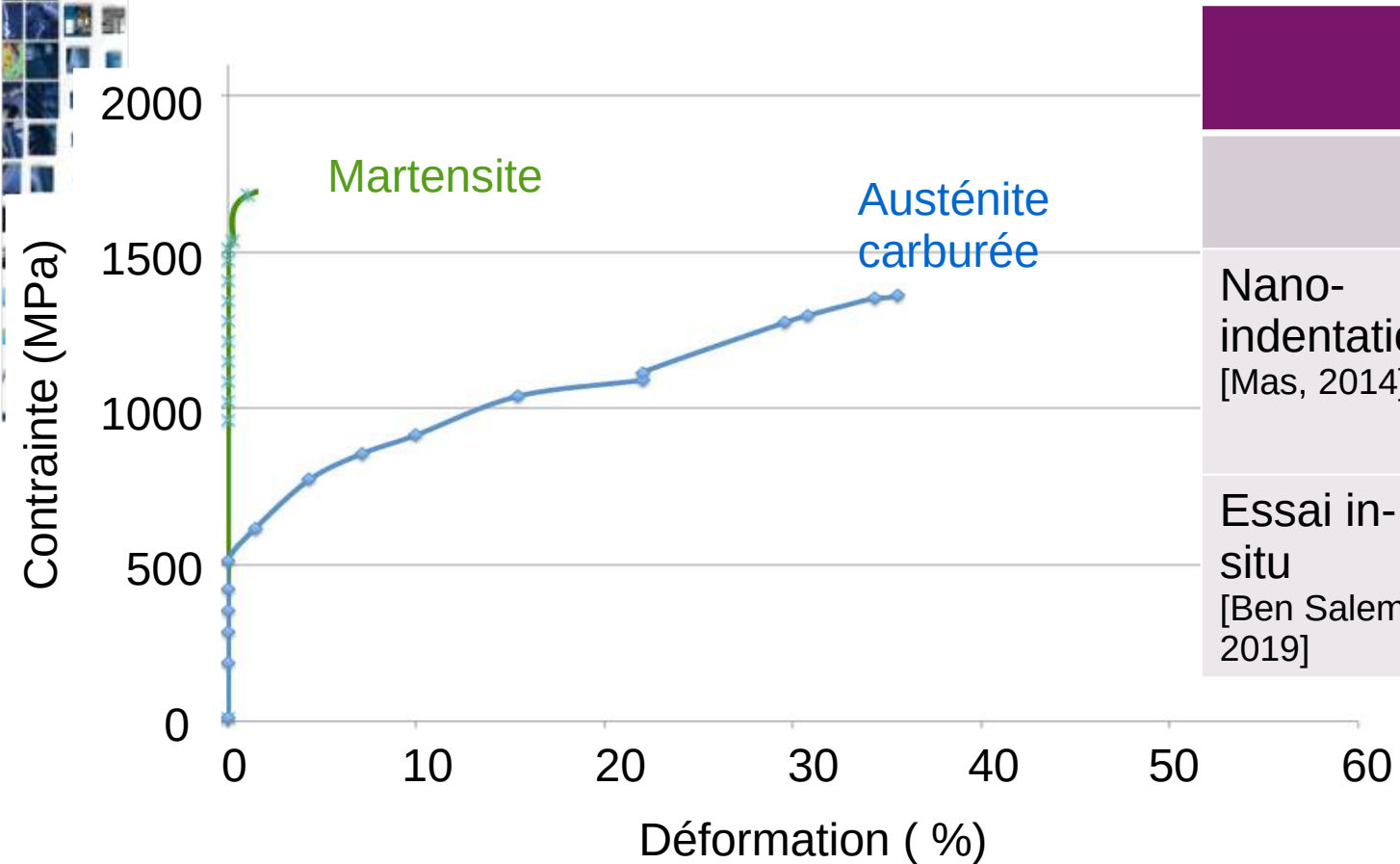
Marquage
par dépôt
électronique
de Pt



Ou par
gravage
ionique

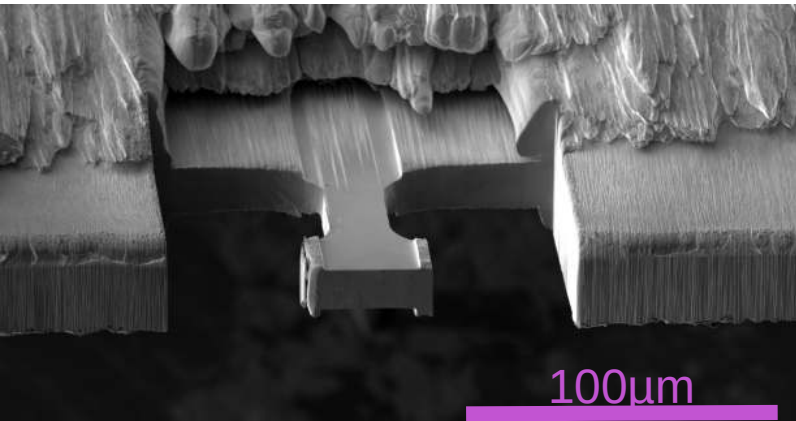
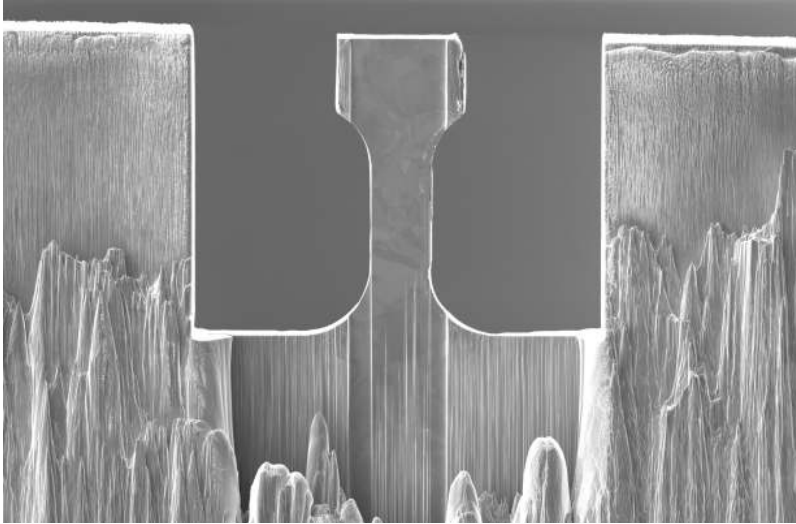
SE - 2 kV - 0,2 nA

Comportement mécanique



	Martensite		Austénite carburée	
	σ_y (MPa)	n	σ_y (MPa)	n
Nano-indentation [Mas, 2014]	1680	0	964-1021	0,11-0,13
Essai in-situ [Ben Salem, 2019]	1683 ± 100	0	617 ± 100	0,25

N'y a-t-il pas plus simple ??



Avantages :

- Possibilité d'usiner en plusieurs fois (optimisation du temps machine)



- Minimisation des risques de pertes d'échantillon

N'y a-t-il pas plus simple ??

Inconvénients :

- Une poussière qui se dépose sur l'échantillon (lors des entrées / sorties)
- L'alignement avec les mors
- Possibilité de faire l'EBSD uniquement sur 1 à 2 faces (et non 4)
- Nécessité de réaliser l'échantillon en bordure d'un échantillon découpé sous forme de lamelle
- Encore plus d'effet rideau

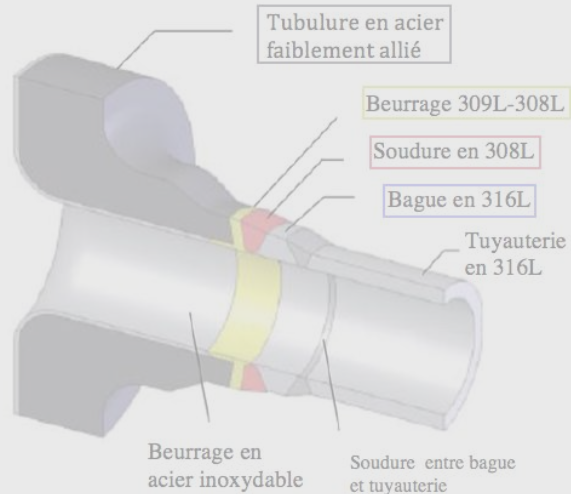
Avantages :

- Possibilité d'usiner en plusieurs fois (optimisation du temps machine)

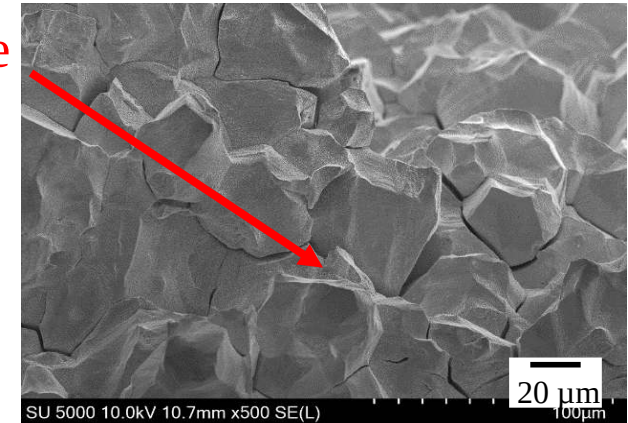


- Minimisation des risques de pertes d'échantillon

Un exposé autour de 3 exemples

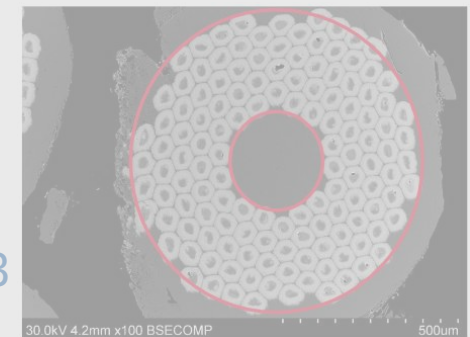


Rupture fragile de liaisons bi-métalliques
Thèse G. Ben Salem, 2019



Fragilisation d'alliages Cu-Zn par le Ga-In
Thèse Marco Ezequiel, 2023

Etude des déformations du supraconducteur Nb_3Sn pendant son traitement thermique
Thèse M. Abdel Hafiz, 2023



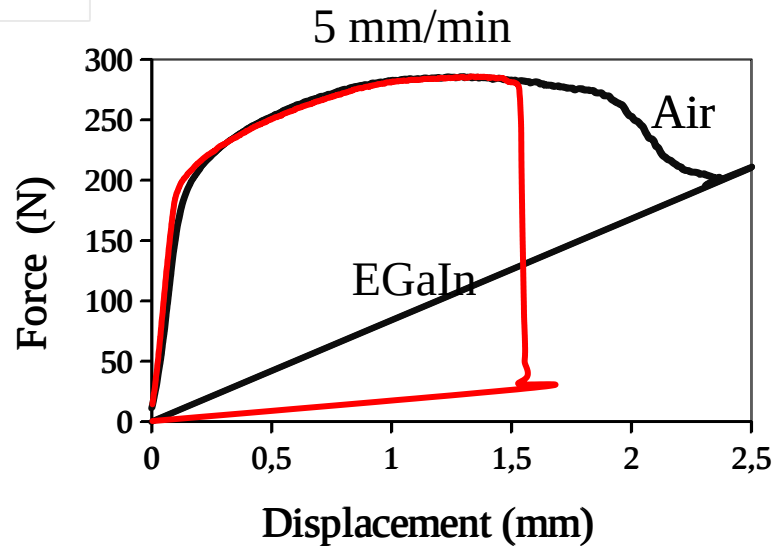
Exemple #2 : Fragilisation par un métal liquide

Thèse Marco Ezequiel,
28/02/2023



Mécanismes de fragilisation d'alliages Cu-Zn par l'eutectique Ga-In

Post-doctorant au LSPM



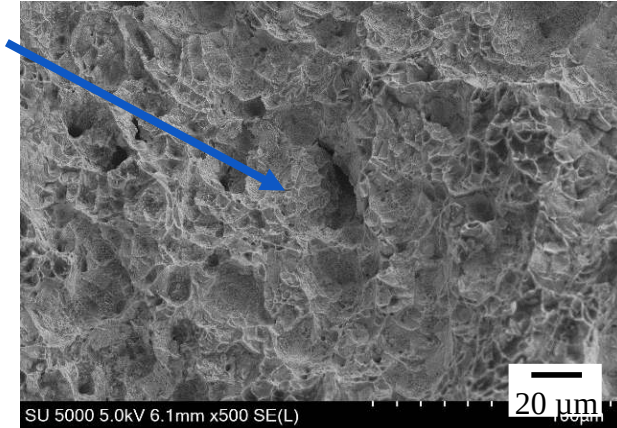
Cu-30%Zn

Air



2 mm

Ductile

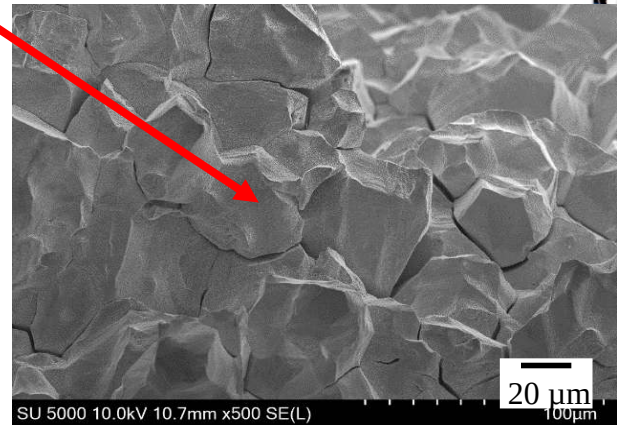


EGaIn

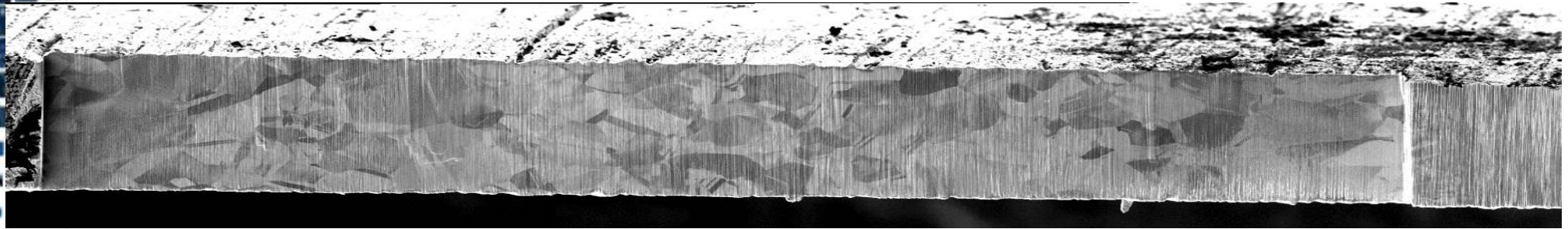


2 mm

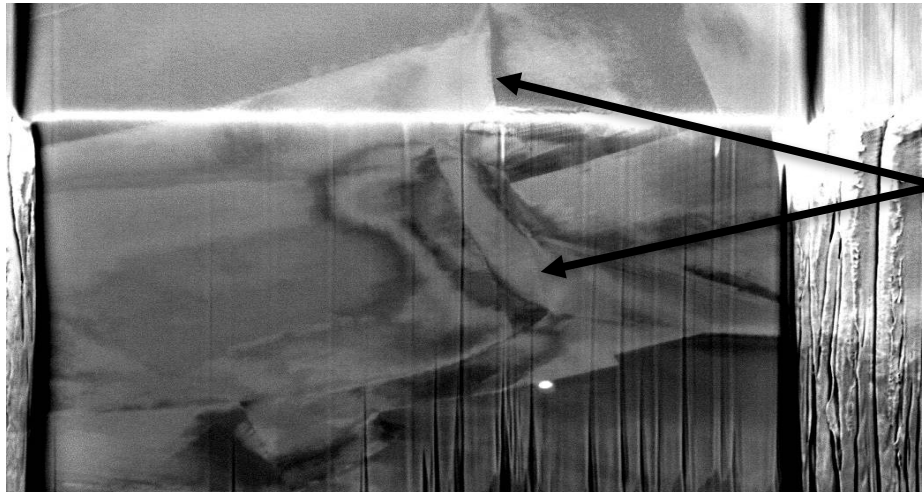
Fragile



Choisir la bonne zone

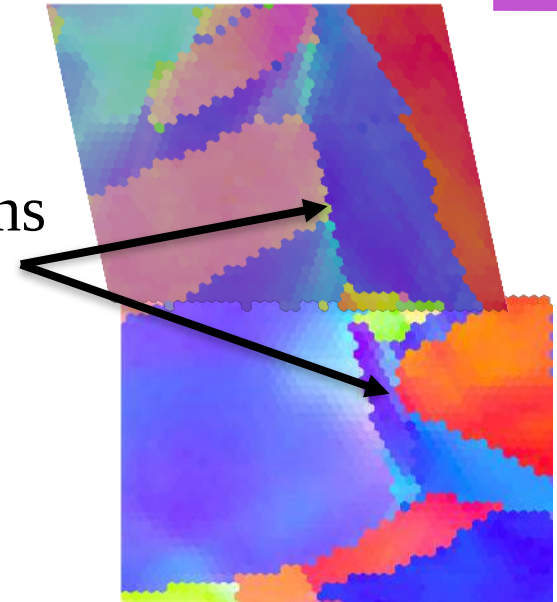
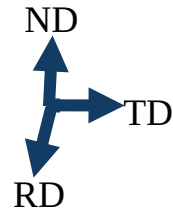


50 μ m

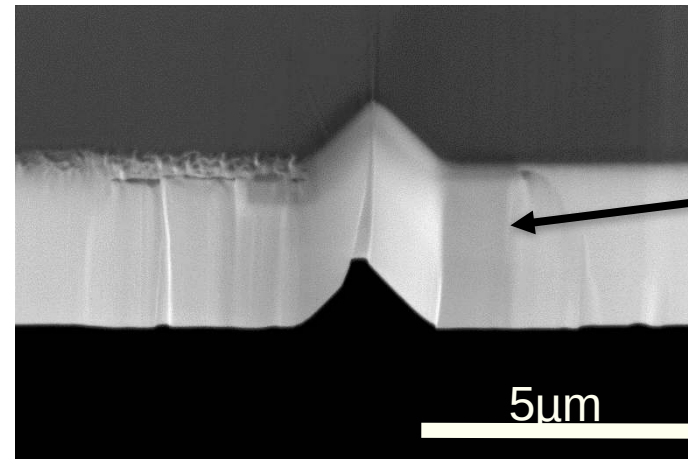
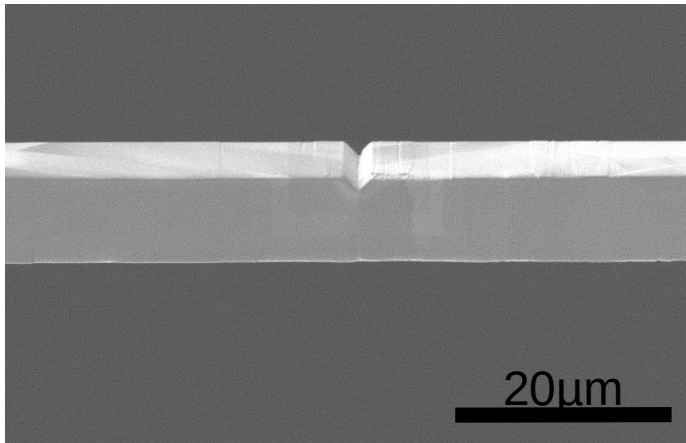
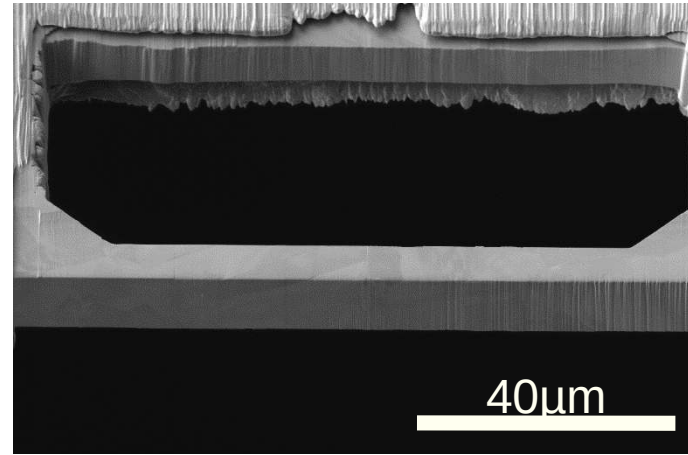
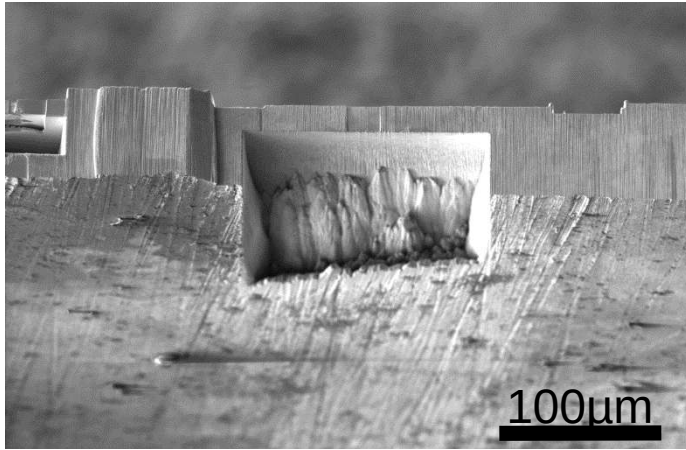


10 μ m

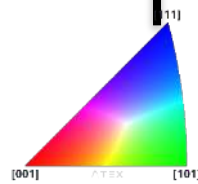
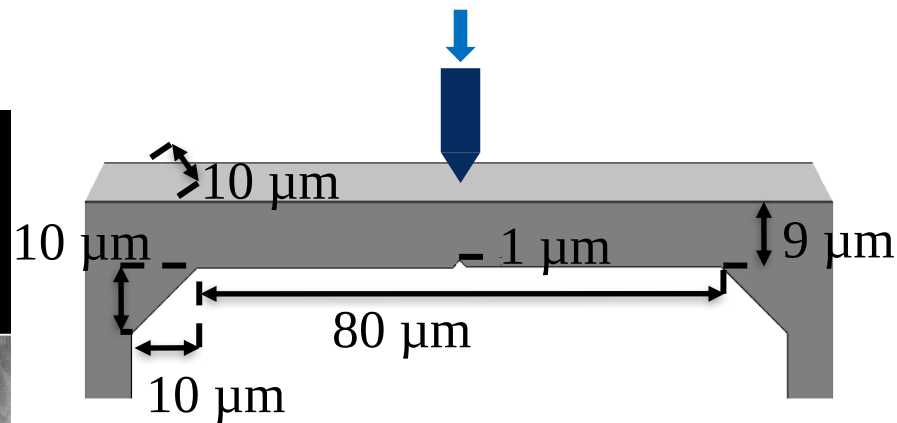
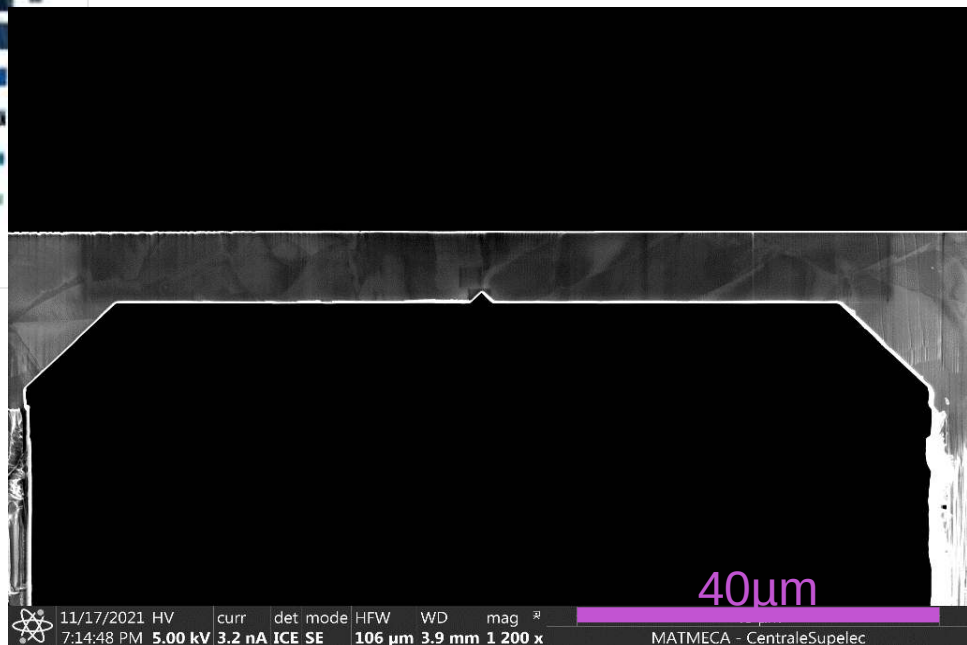
Joint de grains



Réalisation de l'échantillon de flexion

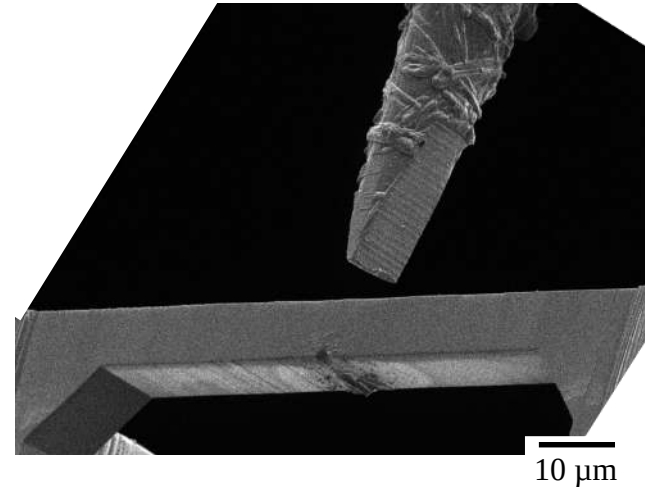
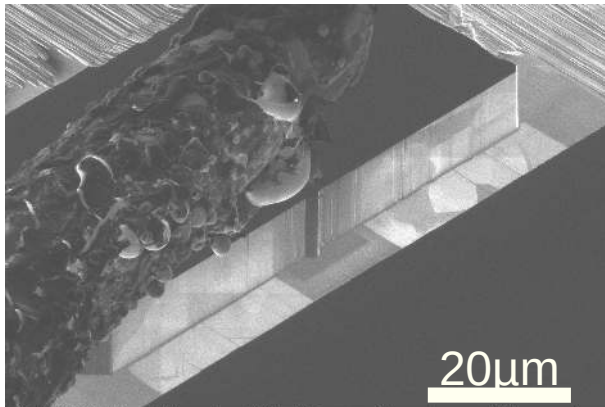
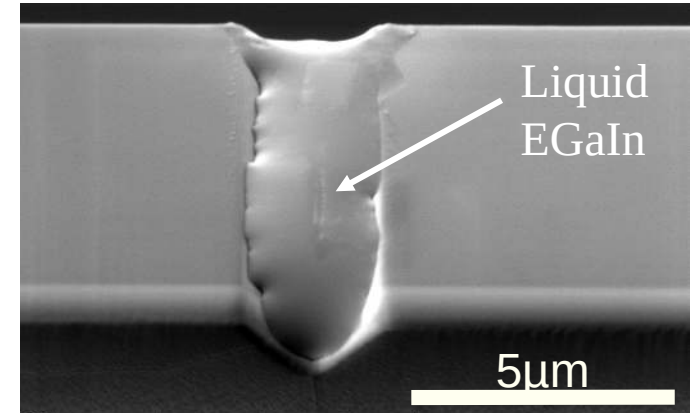
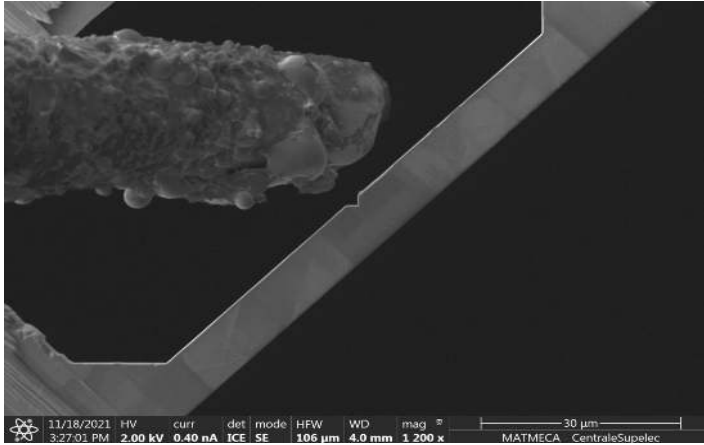


Caractérisation de l'échantillon



EBSD sur les deux faces accessibles

Dépôt du métal liquide et prépar. de l'essai

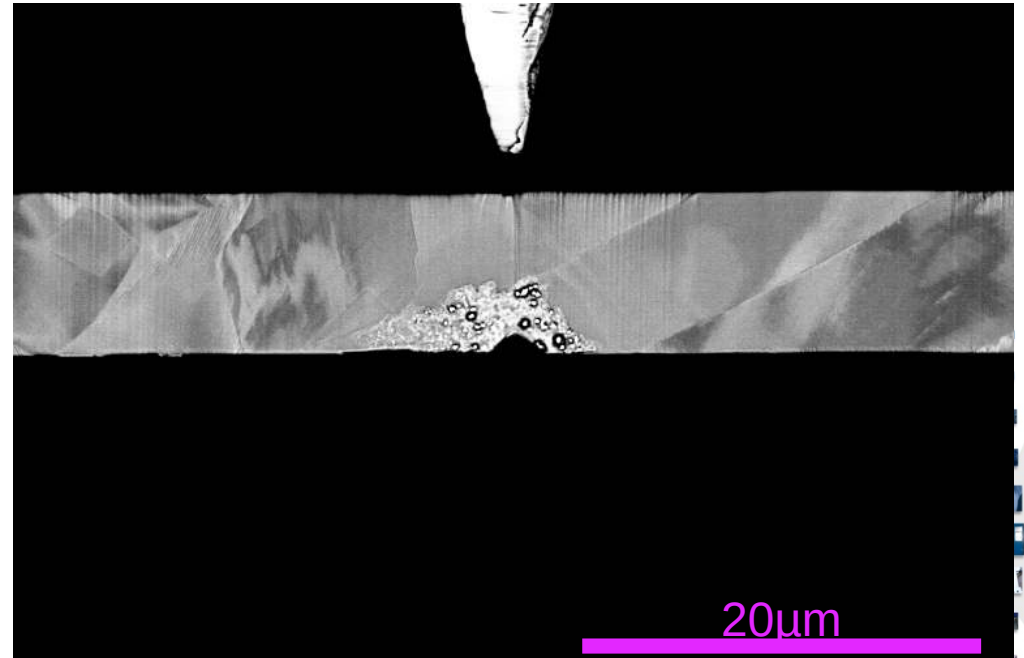
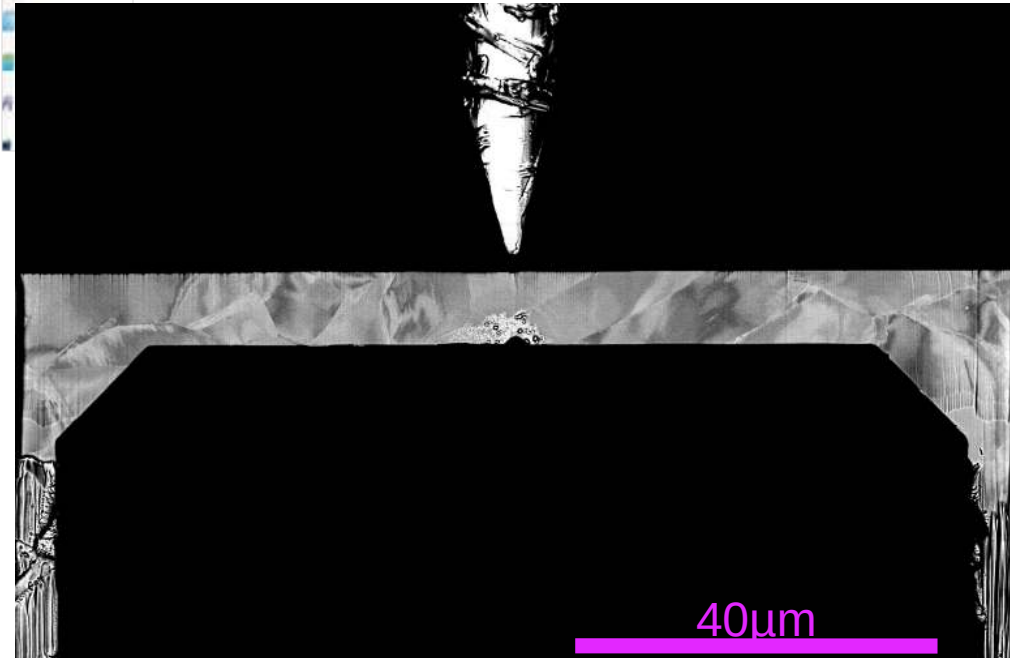
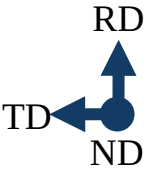


Réalisation de l'essai

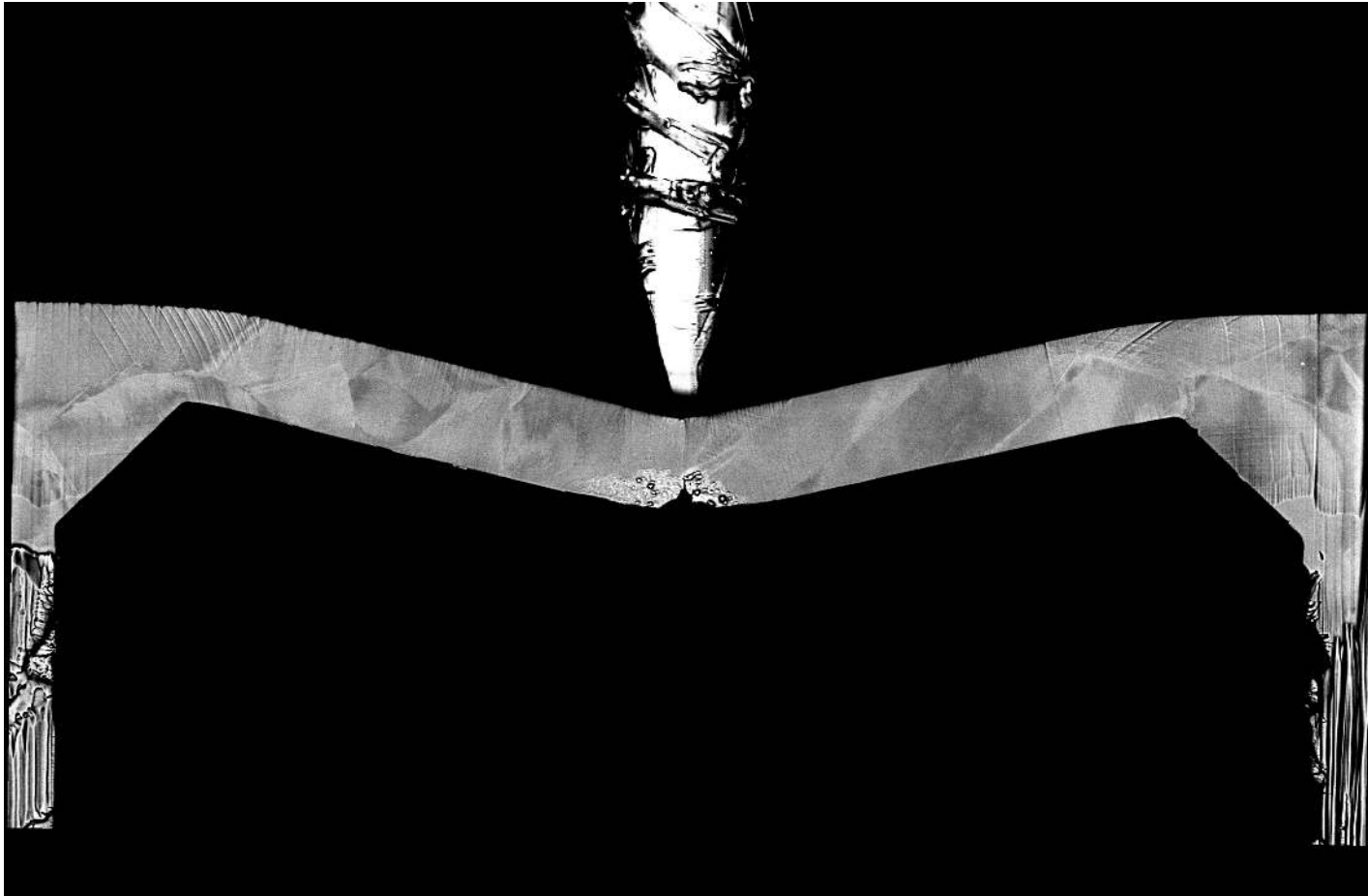
L'essai est réalisé pas à pas (avec arrêts réguliers pour imagerie)

Temps entre pas ≈ 3 min

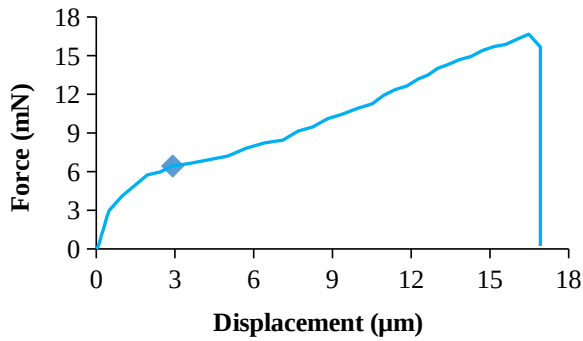
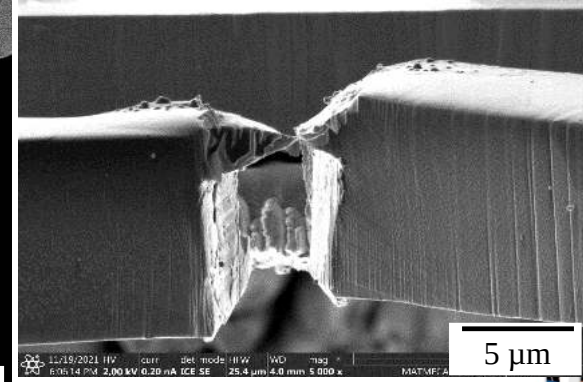
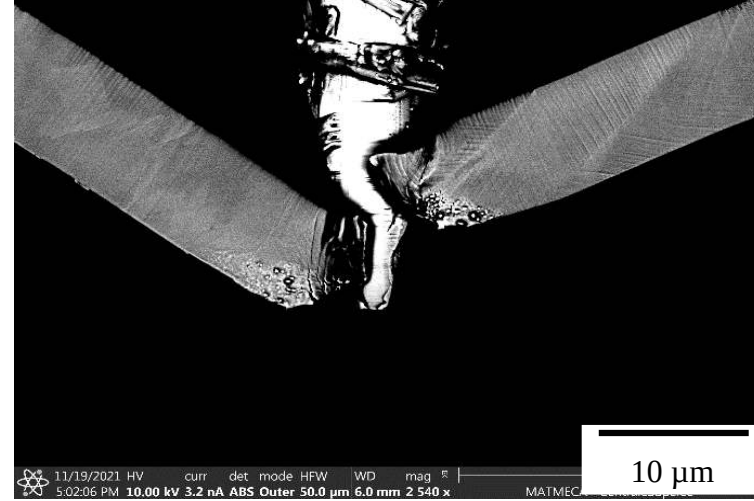
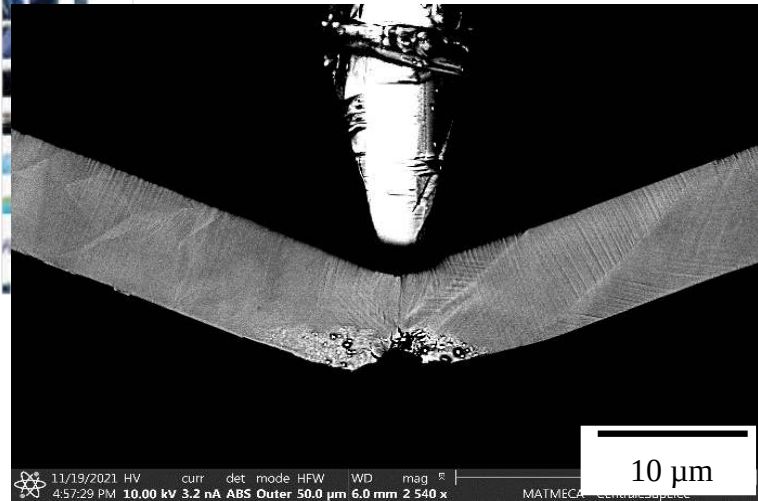
Durée totale de l'essai : 143 min



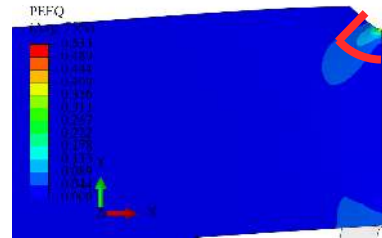
Réalisation de l'essai



Résultats et difficultés expérimentales



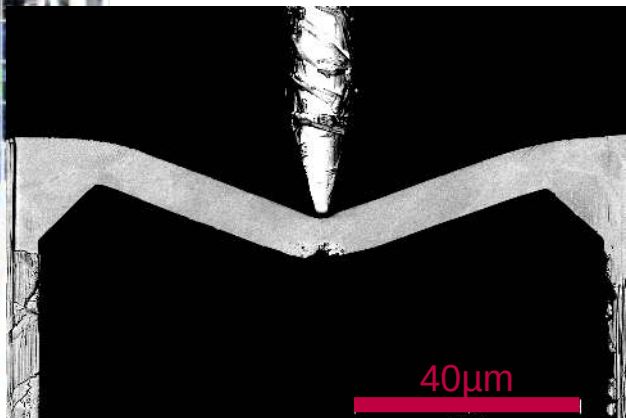
Déformation plastique équivalente



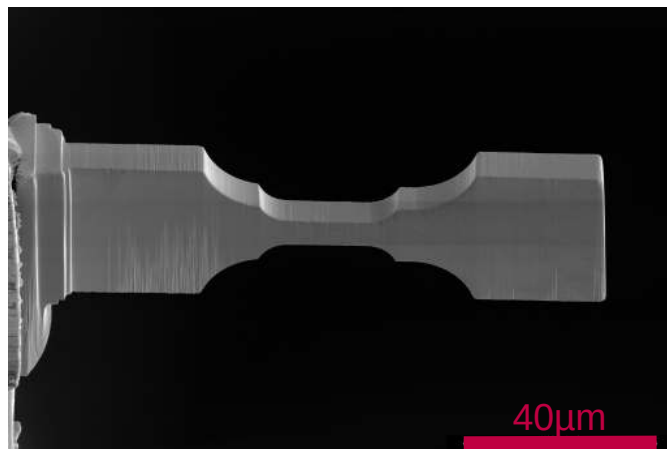
Ténacité

$$K_{IC} = 1.57 \pm 0.08 \text{ MPa m}^{1/2}$$

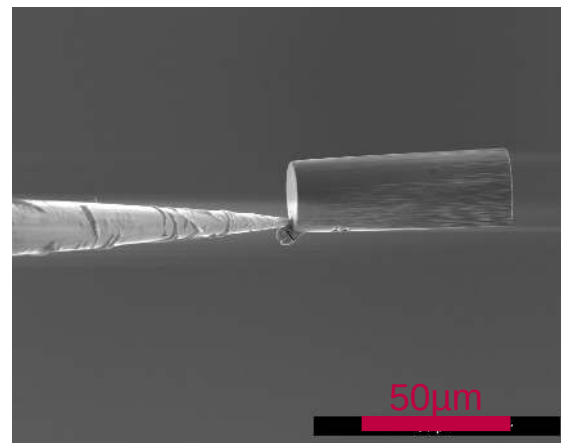
Dans un micro-laboratoire de mécanique ...



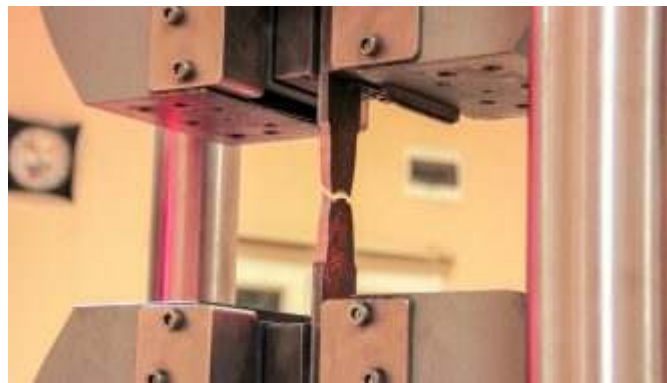
Flexion 3 points – 4 points



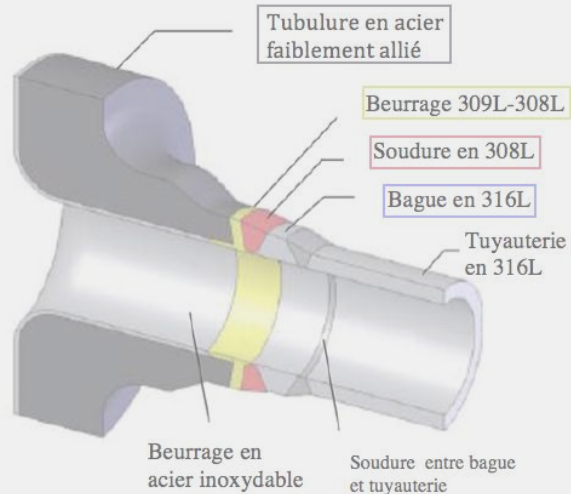
Traction



Compression

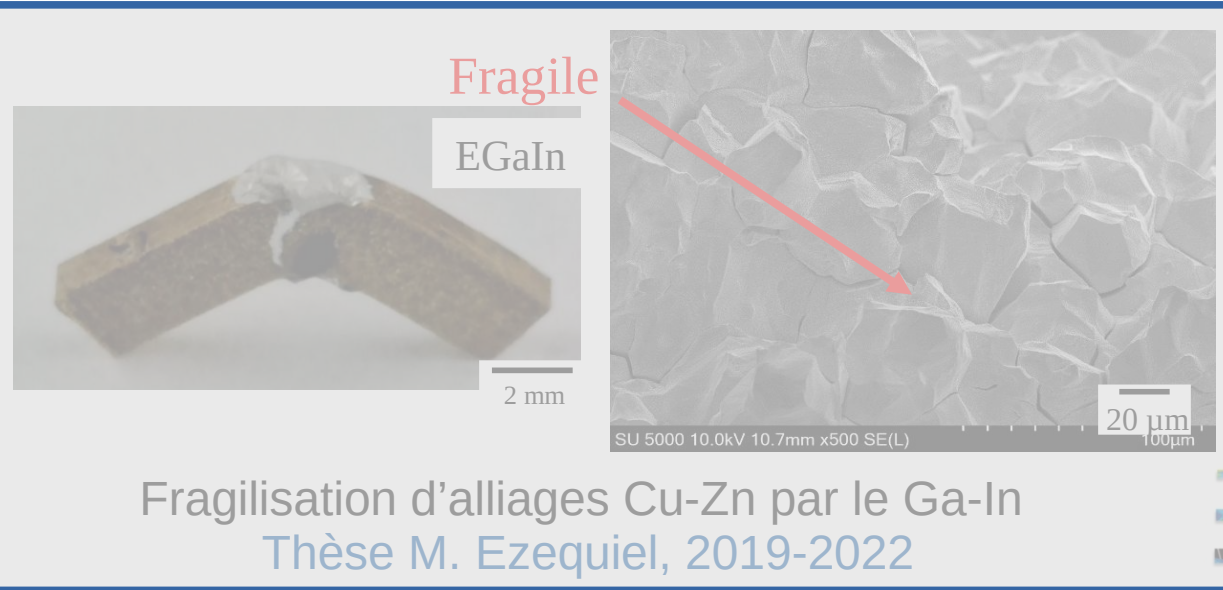


Un exposé autour de 3 exemples



Rupture fragile de liaisons bi-métalliques

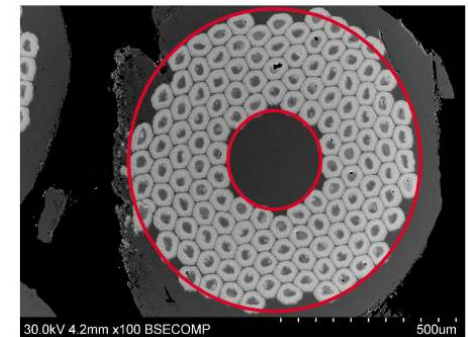
Thèse G. Ben Salem, 2016-2019



Fragilisation d'alliages Cu-Zn par le Ga-In
Thèse M. Ezequiel, 2019-2022

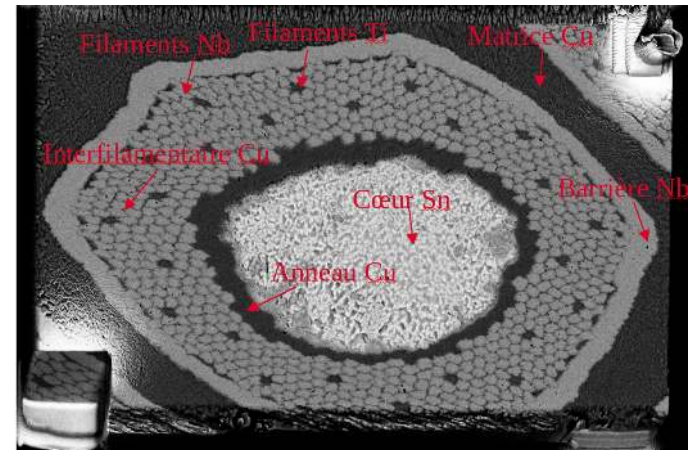
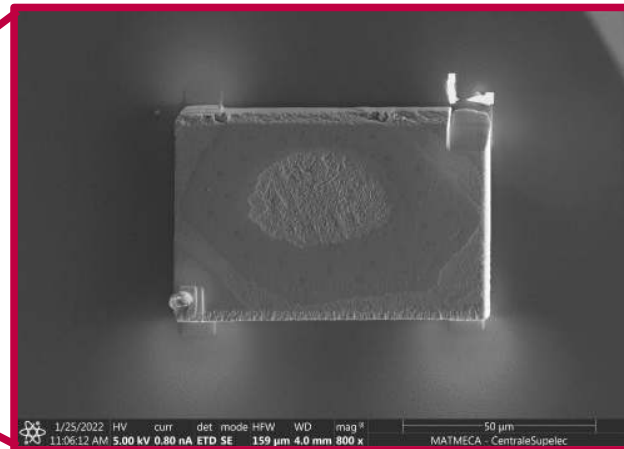
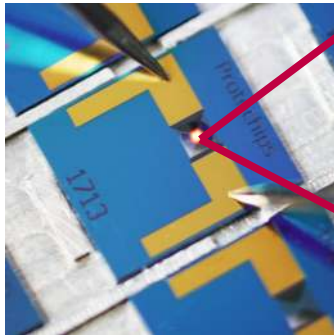
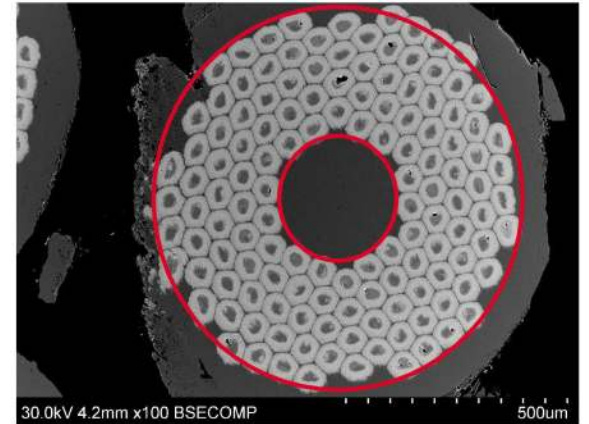
Etude des déformations du supraconducteur Nb₃Sn pendant son traitement thermique

Thèse M. Abdel Hafiz, 2020-2023

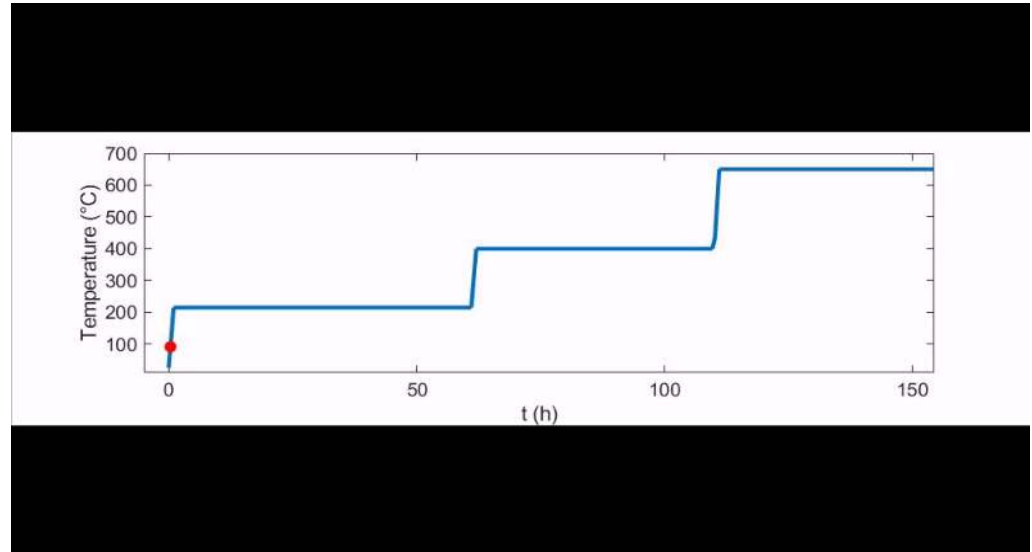
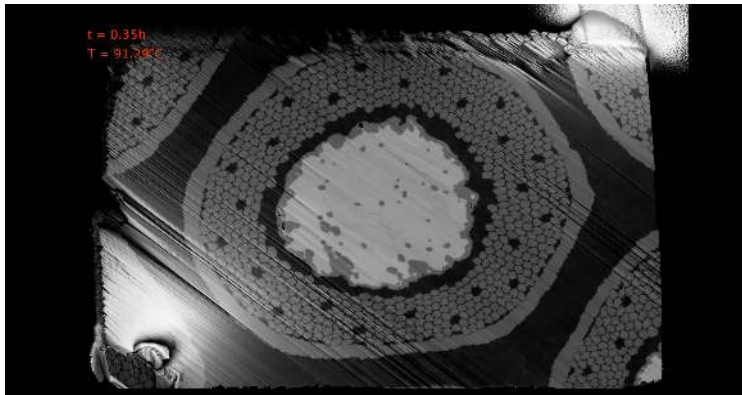
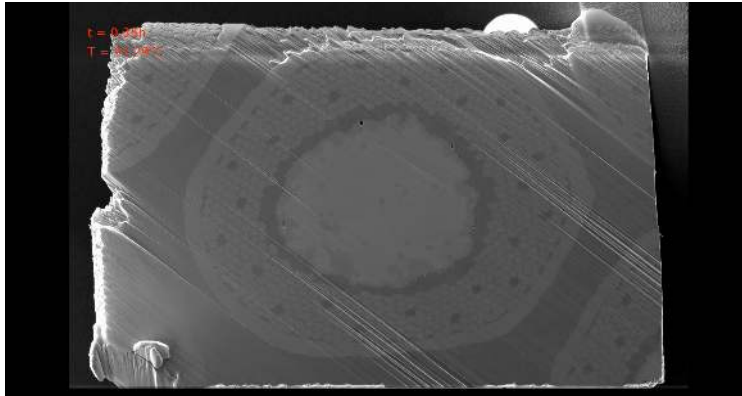


Exemple #3 : Etude thermique

Etude des déformations du supraconducteur Nb_3Sn pendant son traitement thermique
Thèse Mahmoud Abdel Hafiz,
Soutenance 18/12, matin, ENS-Paris-Saclay



Sollicitation thermique de Nb3Sn



Merci

À tous ceux qui ont contribué à ces travaux

Eva Hériprié

eva.heripre@cnrs.fr

Ph. Bompard, Th. Auger, I. Proriol, J. Neggers

E. Perrin, F. Douit, Y. Younes, G. Legal, M. Bonnet

Ghassen Ben Salem, Marco Ezequiel, Mahmoud Abdel Hafiz

Jean-Yves Monchain



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

