

ECOLE D'ETE GN-MEBA

Microscopie Electronique à Balayage et Microanalyses

LES ESSAIS IN SITU DANS LE MEB Rémi CHIRON RFP (CNRS)

Organisation :



Supports techniques :



Autres supports :



LES ESSAIS IN SITU DANS LE MEB

Les objectifs

- Observer l'évolution ou la transformation d'un matériau
- Enregistrer
- Caractériser

Les matériaux

- Métalliques
- Céramiques
- Géologiques
- Biologiques

Les essais

- Mécaniques : traction, compression, flexion, indentation, ..., associés ou non à T et/ou P
- En fonction des variables thermodynamiques T (chauffage, refroidissement) et P (MEB PC)

I. Les essais mécaniques in situ

Les objectifs :

- Observer l'évolution des mécanismes qui apparaissent lors de la déformation plastique d'un matériau
- Caractériser la microstructure des matériaux étudiés et les mécanismes locaux associés
- Améliorer la compréhension des propriétés mécaniques des matériaux grâce à l'étude de leur comportement à une échelle locale représentative (échelle du grain)

Les outils :

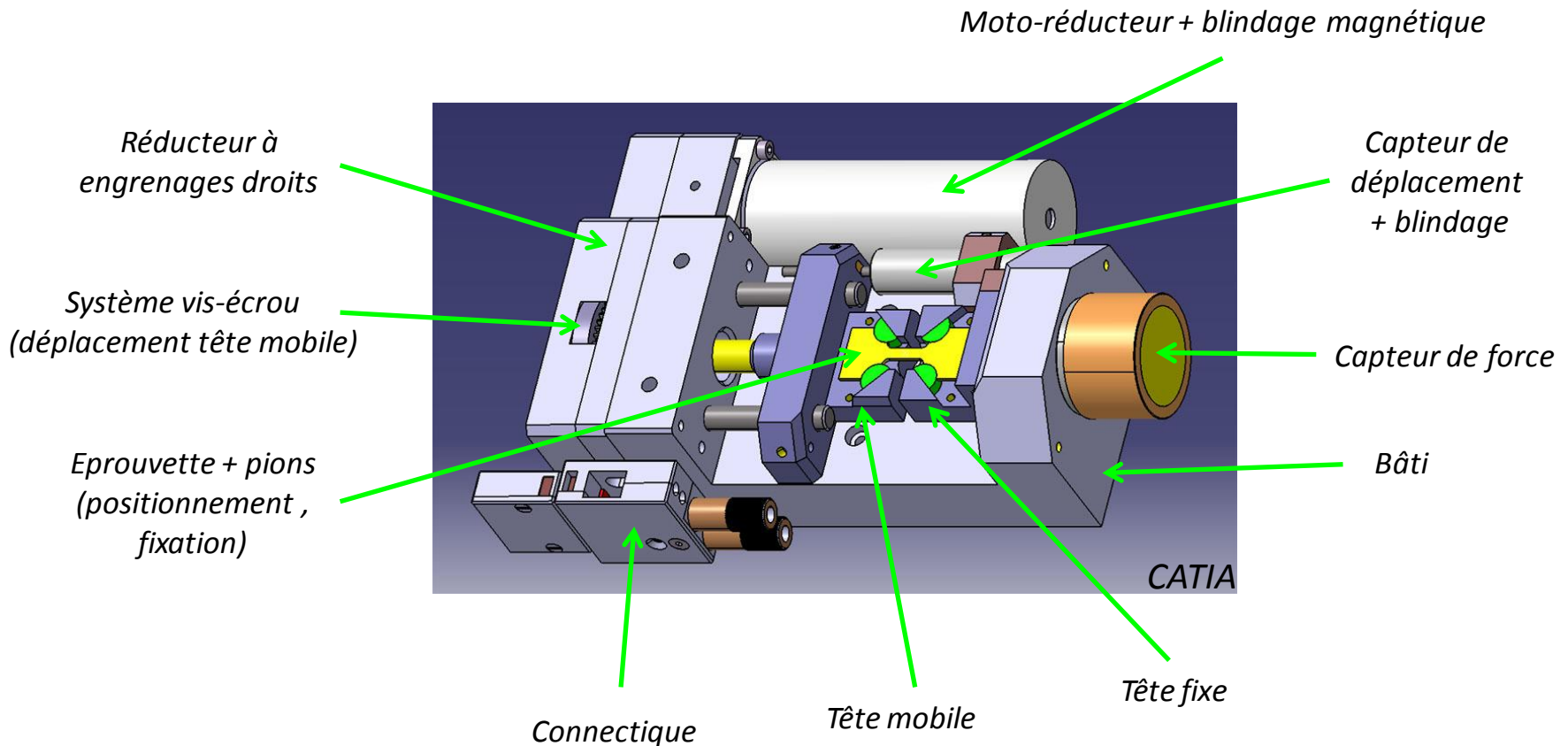
- Un microscope électronique à balayage (MEB)
- Une machine d'essai mécanique placée dans la chambre du MEB
- Des moyens de caractérisation morphologique et cristallographique
- Des moyens de mesure des déformations locales (microextensométrie, corrélation d'images) pour l'obtention du champ local de déformation

Le cahier des charges d'une machine d'essai pour MEB

- Utilisation de matériaux amagnétiques, souvent à hautes caractéristiques mécaniques
- Utilisation de blindages magnétiques pour les éléments produisant des champs alternatifs
- Poids maximum admissible sur la platine du MEB, notamment en cas d'inclinaison
- Caractéristiques de la machine en fonction des caractéristiques mécaniques et des dimensions des matériaux à étudier
- Passages électriques étanches (commande machine et acquisition des signaux capteurs)
- Boîtier électronique de contrôle de la machine et d'acquisition des signaux des capteurs
- Logiciel de pilotage et d'acquisition

1. Description d'une machine de traction in situ :

- Développement de laboratoire (LSPM-CNRS, UP13, 1992-2012)
- Machine complète (module, donc utilisable dans différents systèmes de caractérisation)
- Adaptée aux essais à chaud (800 °C) et à l'EBSD (inclinable de 0° à 70°)
- Poids : 1,3 kg → assez faible pour une majorité de platines, même inclinées à 70°
- Haute capacité de charge (10 kN) : étude de matériaux à hautes caractéristiques mécaniques



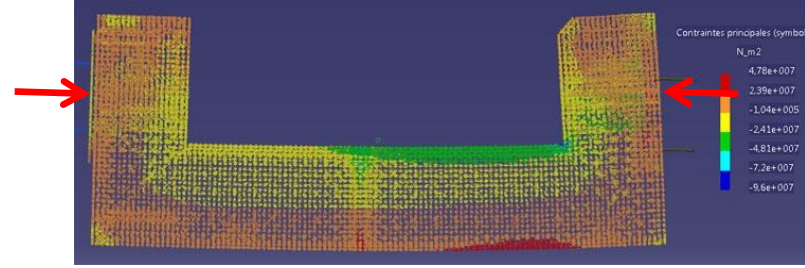
Phase de développement

- Matériaux
 - ✓ Bâti : alliage d'aluminium 7075 T6 (Al, Zn, Cu; RP0,2 : 470 MPa Min), usinage conventionnel
 - ✓ Têtes de traction, engrenages : CuBe2 traité HT (RP0,2 : 1000 MPa Min), usinage conventionnel
 - ✓ Blindage magnétique : mumétal NiFe15Mo5, haute perméabilité magnétique
 - ✓ Capteur de force : CuBe2 traité (absence d'hystérésis)
- Système de déplacement de la traverse mobile
 - ✓ Moteur CC 10W + réducteur planétaire + codeur
 - ✓ 2^{ème} réducteur à engrenages + système vis-écrou
- Acquisition des signaux
 - ✓ Mesure de déplacement par capteur inductif LVDT
 - ✓ Capteur de force : développement maison, à jauges résistives
- Boîtier électronique de contrôle et d'acquisition
 - ✓ Contrôle du déplacement de la traverse mobile
 - ✓ Cartes numériques d'acquisition des signaux des capteurs
- Logiciel de contrôle et d'acquisition
 - ✓ Développement « maison », sous Labview

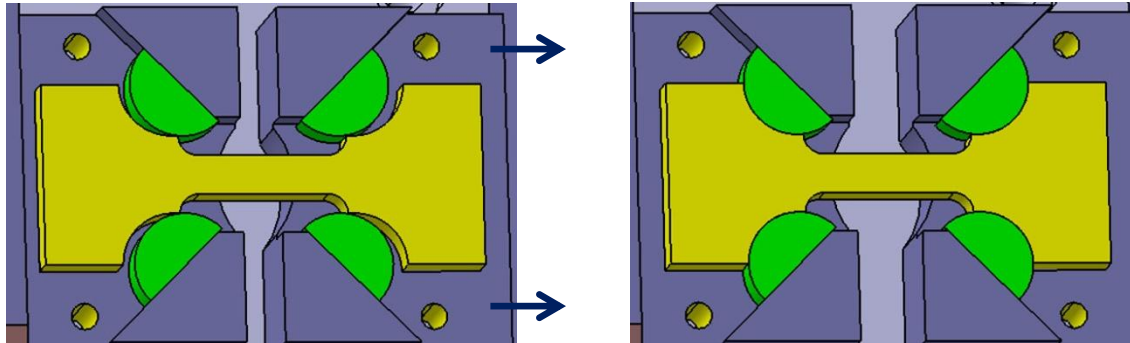
Les éléments de la machine

- Le bâti : forme en U

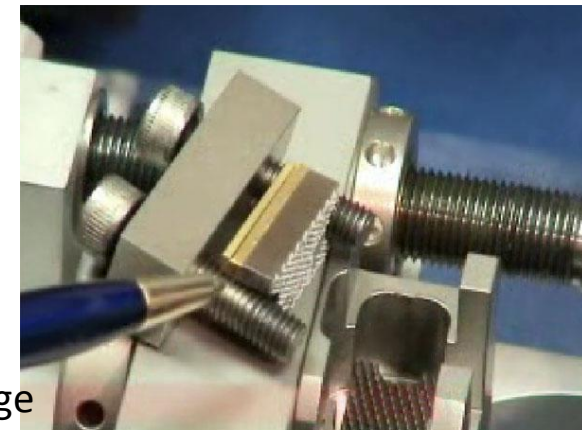
Calcul de dimensionnement (éléments finis) pour $F = 10 \text{ kN}$



- L'éprouvette et son système de fixation :



- Mise en place de l'éprouvette
 - automatique, alignement dans l'axe
 - arrêt par détection de force
 - absence de contrainte de serrage
 - dimensions géométriques précises

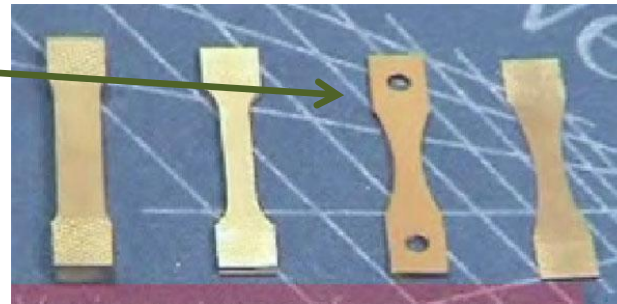


Autres systèmes de fixation, utilisés dans d'autres machines :

- ✓ 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

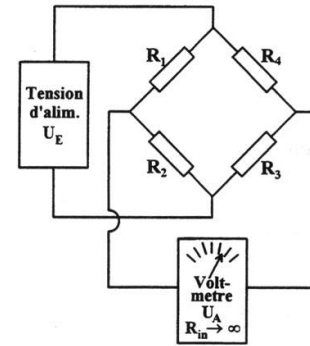
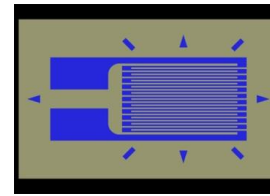
- ✓ Fixation par piges cylindriques
- ✓ Fixation par collage, utilisé notamment dans certaines micromachines (MEMS)

Différentes formes d'éprouvettes



- Le capteur de force

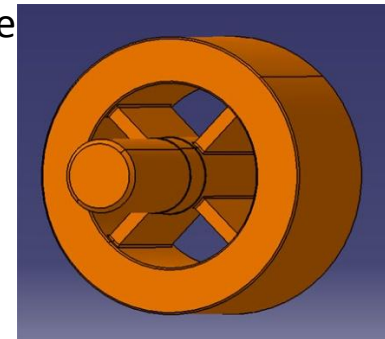
✓ A jauges résistives : linéarité, stabilité thermique (dans certaines machines, à jauges piézorésistives, matériau semi-conducteur : sensibilité en déformation mais aussi à T)



✓ Montage : en général 4 jauges collées sur un corps d'épreuve et montées en pont de Wheatstone

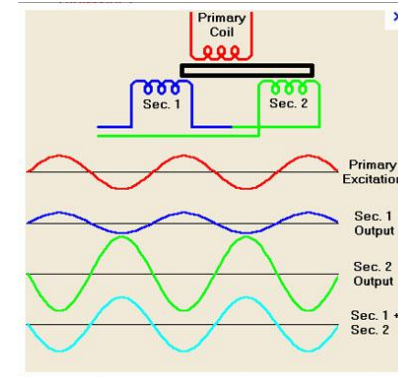
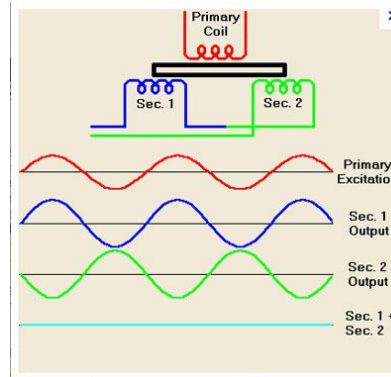
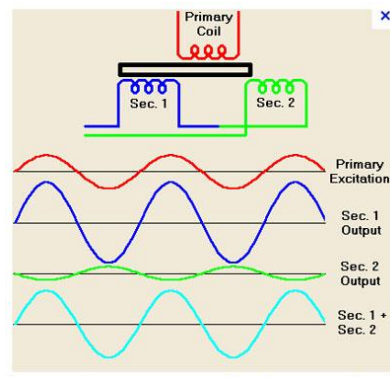
✓ Choix du matériau du corps d'épreuve → CuBe2 (le meilleur), certains aciers ou alliages d'aluminium
 Domaine d'utilisation : $\epsilon \leq 10^{-3}$; hystérésis pour certains matériaux et/ou montage

✓ Type de capteur à jauges résistives développé au LSPM-CNRS : matériau CuBe2, étalonnage charge-décharge 0-10kN (linéarité, R2 = 0,99998)



- Le capteur de déplacement

✓ Capteur inductif (LVDT, « Linear Variable Differential Transformer»)



✓ Capteur résistif (plus rarement)

- Le système de transmission de la force

A prendre en compte dans le calcul des différents éléments :

- ✓ Force maximale de traction (10 kN dans le cas présent)
- ✓ Diamètre et pas de vis du système vis-écrou
- ✓ Module des engrenages (périodicité des dents) du réducteur final
- ✓ Rapports de réduction des réducteurs
- ✓ Pertes par frottement dans les différents éléments (vis-écrou, engrenages)
- ✓ Couples admissibles aux différents niveaux du système

Paramètres obtenus :

- ✓ Moteur CC (P=10W, couple 12 mN.m) associé à un réducteur planétaire (R1 = 200:1, couple de sortie maximum 1,8 N.m) et à un codeur
- ✓ Rapport de réduction global : R=3000:1
- ✓ Couple maximum sur le dernier engrenage : 25 N.m (écrou du système vis-écrou)
- ✓ Système vis-écrou de déplacement de traverse : M8, pas 1 mm
- ✓ Vitesse de traverse maximale : $33 \mu\text{m.s}^{-1}$ (6000 rpm moteur)

- Le câblage et la connectique

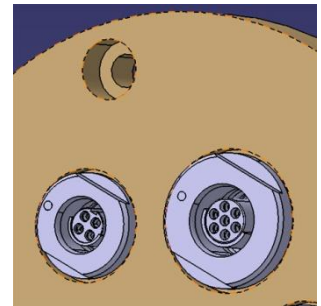
- ✓ Câbles blindés
- ✓ Connecteurs série hermétique sur un port d'entrée de la chambre

- Coffret électronique de mesure multivoies multifonctions

- ✓ Configuration numérique des cartes (gain et zéro des capteurs)
- ✓ Chaîne d'amplification analogique
- ✓ Liaison USB vers PC (réglage à distance, sauvegarde, acquisition)

- Logiciel de contrôle et d'acquisition : développé sous Labview

- ✓ Vitesse de traverse constante, force ou contrainte constante, température, ...

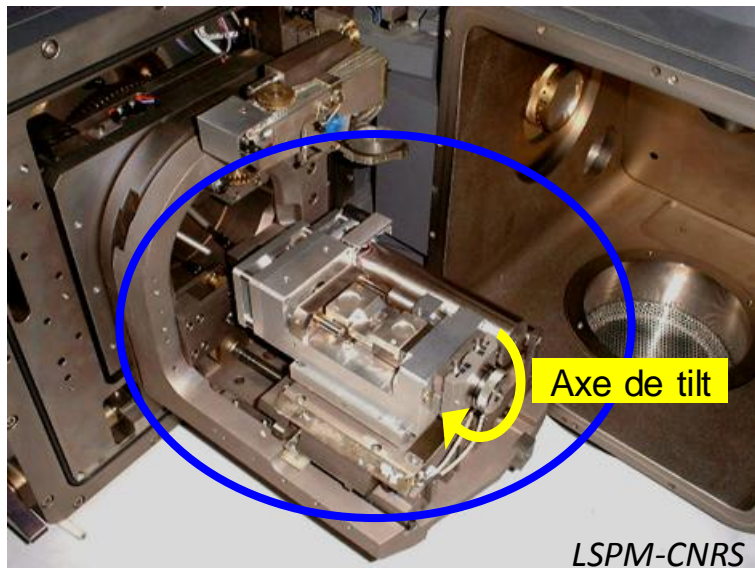


Quelques machines d'essais mécaniques in situ

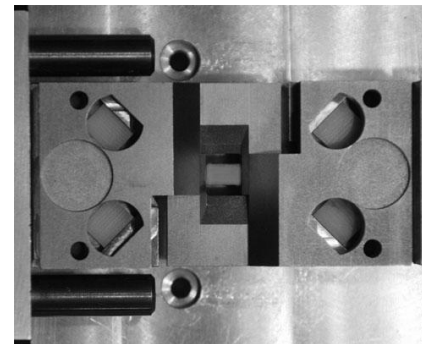
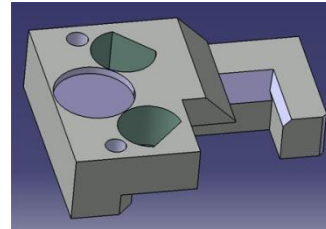
1 - développements de laboratoire

- Machine de traction, compression, flexion 4 points, développée au LSPM-CNRS 1992-2012)
Capacités nominales : traction (10 kN, 800 °C), compression (7,5 kN, 600 °C), flexion (3 kN)

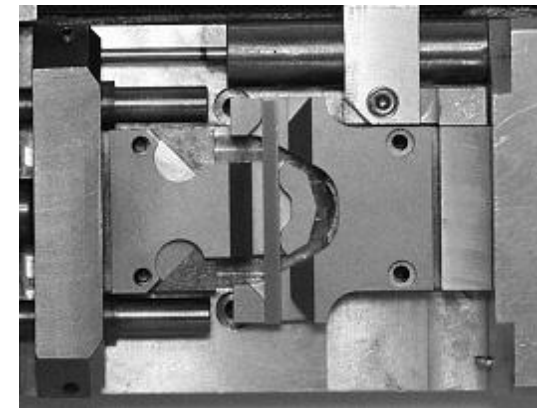
Machine installée sur platine MEB



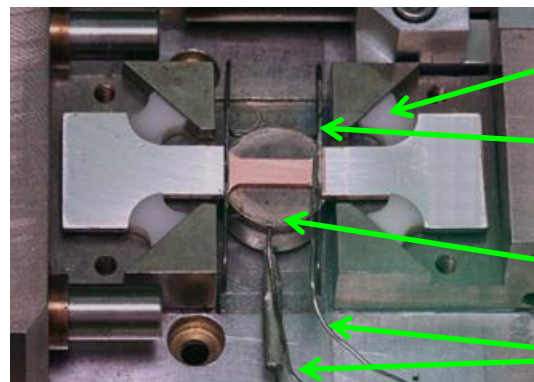
Accessoire compression



Accessoire flexion



Essai en température



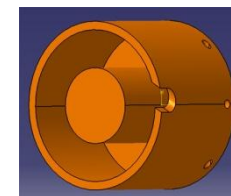
Pion en zircone
(ZrO₂/MgO)

Épingle en W

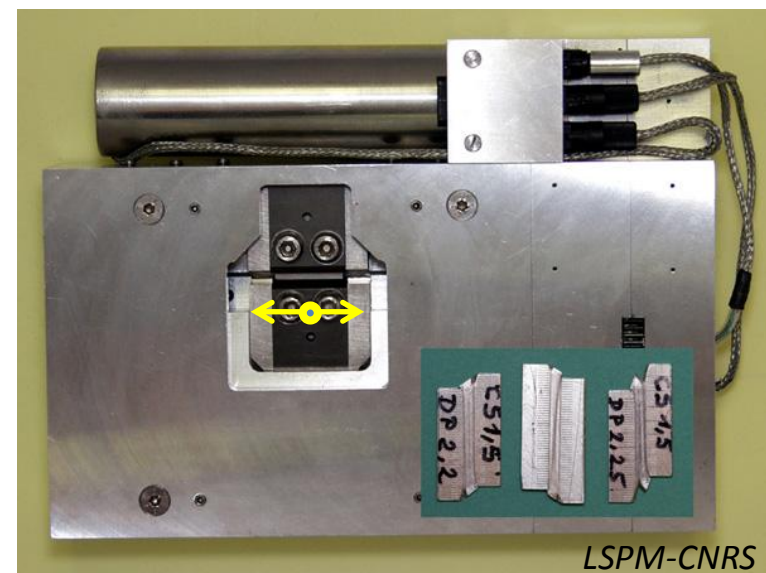
Four 50W

Thermocouples

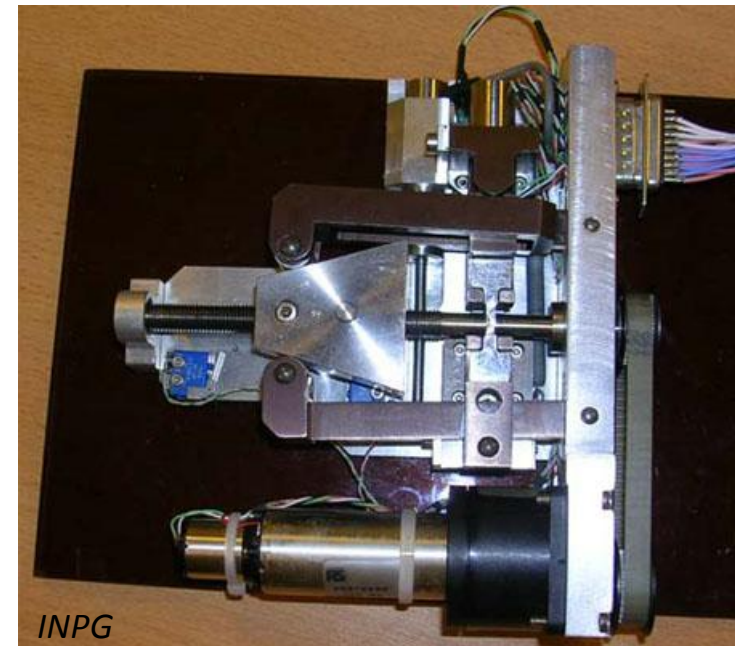
Four : élément chauffant
Thermocoax bobiné et brasé à
haute température dans un
cylindre en superalliage base Ni



- Machine de cisaillement développée au LSPM-CNRS (2000-2012)
 - ✓ Charge nominale : 5 kN, cisaillement alterné
 - ✓ Eprouvette serrée par des mors en carbure (WC/Co) pourvus d'une fine denture
 - ✓ Dimensions maximales (mm) : 20x10x1
 - ✓ Bâti rigide (car \exists couples générés par l'essai)
 - ✓ Poids 3 kg \rightarrow attention à la platine



- Machine de traction développée à l'INPG (R. Molins)

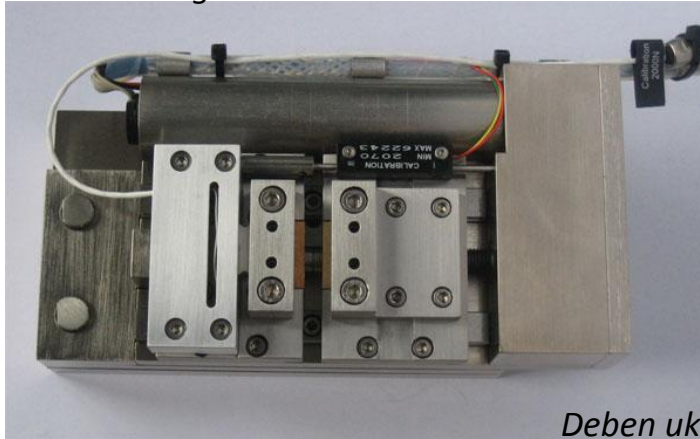


Quelques machines d'essais mécaniques in situ

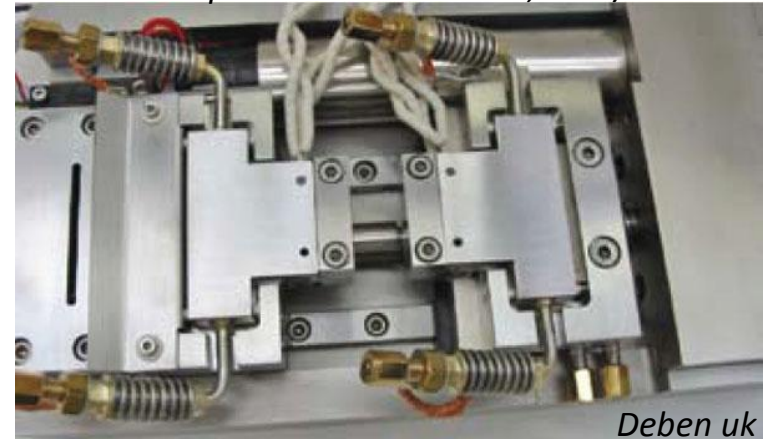
2 - produits commerciaux

- Machine de traction à déplacement symétrique des têtes , éprouvette hors axe , serrage par brides

Charge nominale : 2 kN

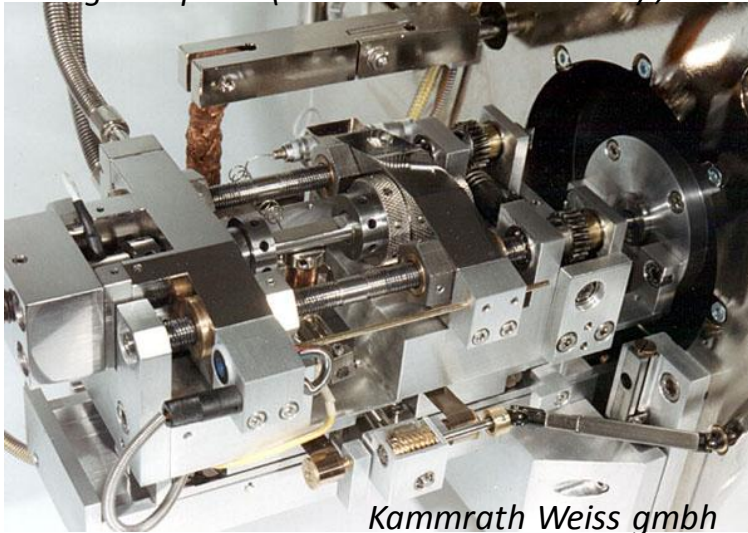


Caractéristiques nominales : 5 kN, -150/600 °C

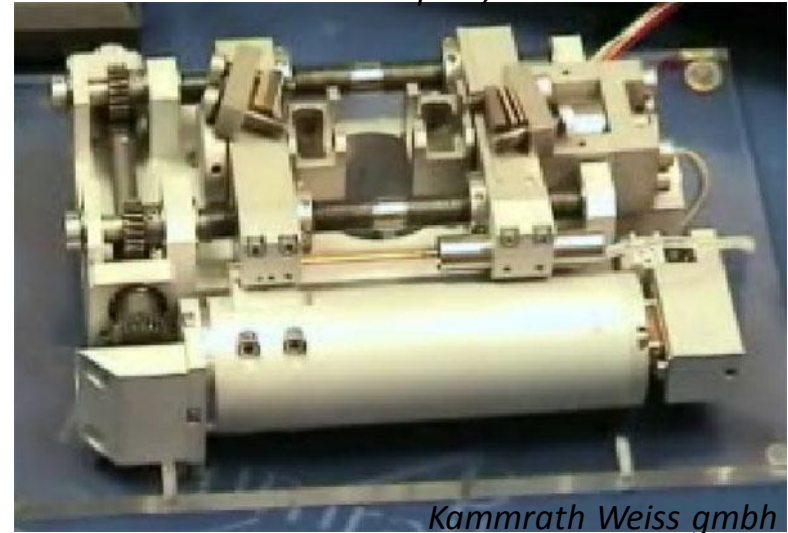


- Machine de traction à déplacement symétrique des têtes de traction, serrage par brides

Montage sur porte (motorisation extérieure) ; 10 kN

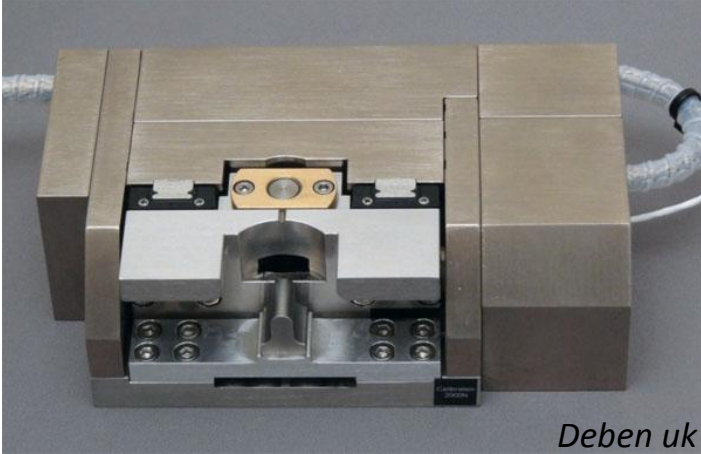


Module complet ; 10 kN



Machine de flexion 3 points, verticale

Charge nominale : 2 kN



Deben uk

4 points, horizontale

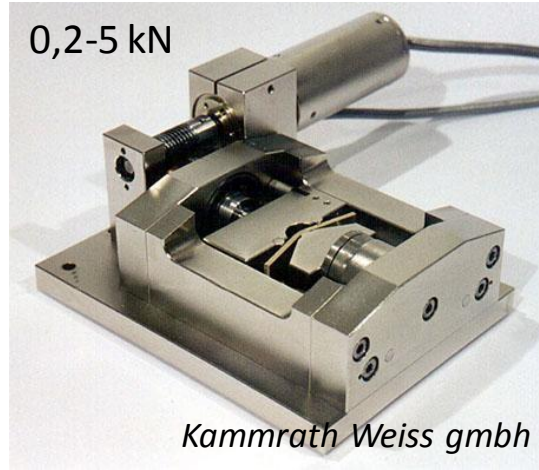
Accessoire monté sur machine de traction



Deben uk

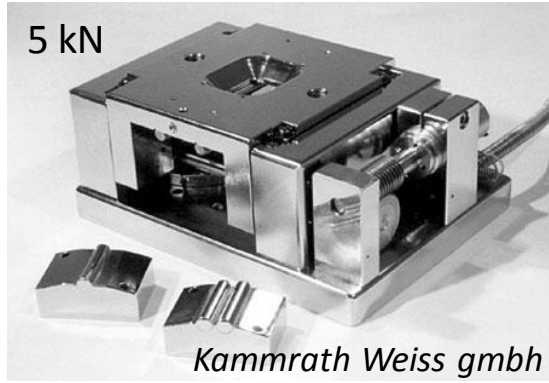
Machine de flexion 3 ou 4 points, verticale ou horizontale

0,2-5 kN



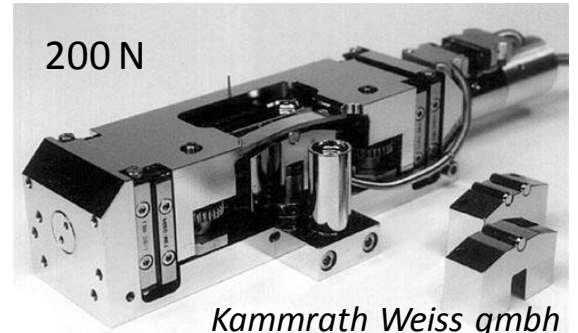
Kammrath Weiss gmbh

5 kN

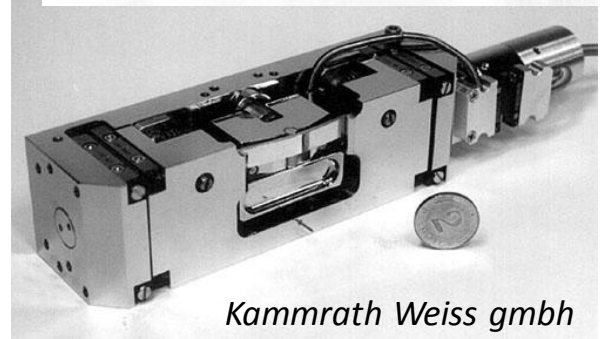


Kammrath Weiss gmbh

200 N



Kammrath Weiss gmbh

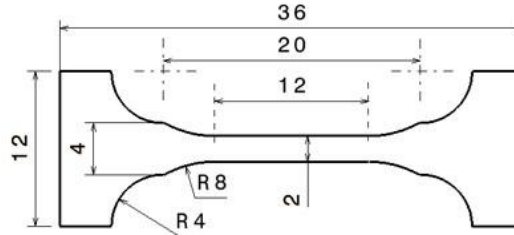


Kammrath Weiss gmbh

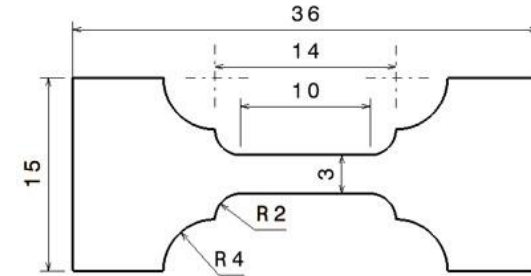
Eprouvettes, règles, normes, etc.

- Essai de traction → normes 6892-1 et 527-2, difficiles à respecter pour les essais in situ au MEB

Éprouvette « pseudo-normalisée »



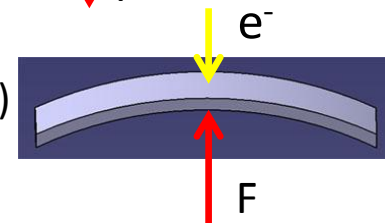
Éprouvette « standard »



- Essai de compression → rapport d'élancement éprouvette ≥ 2 (4x2x2, 6x3x3, ...) → section ↗ en cours d'essai → force ↗, même à $\sigma = Cte$ → attention limites machine
- Essai de flexion → rapport d'élancement $h/e \geq 2,5$ et rapport $L/h \approx 6$ (ex : 36x6x2,5)

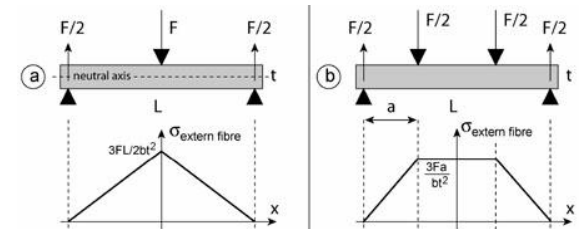
Direction de la sollicitation / faisceau :

- ✓ Perpendiculaire au faisceau d'électrons → observation de la tranche de l'éprouvette, zones en compression et en traction → caractérisation dans le volume
- ✓ Parallèle au faisceau d'électrons : seule la surface en traction est observée → caractérisation de phénomènes de surface (couches minces, d'oxyde, ...)



3 ou 4 points ?

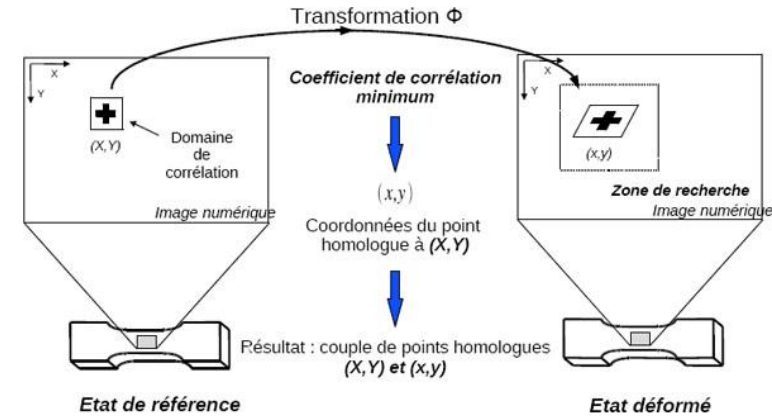
- ✓ 3 points : effort tranchant constant (valeur absolue) moment fléchissant maxi au centre
- ✓ 4 points : effort tranchant nul moment fléchissant constant au centre flexion pure (en 1^{ère} approximation), à privilégier



Les outils de caractérisation de la microstructure

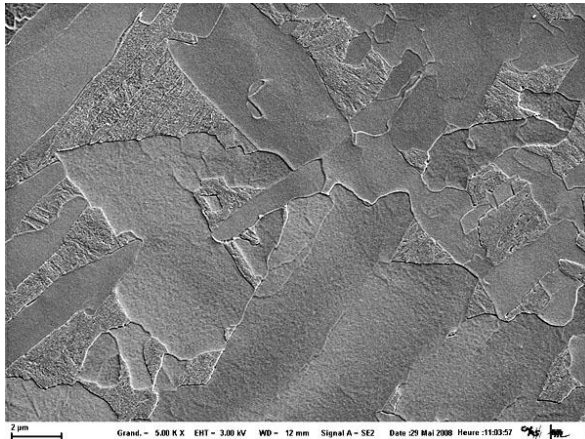
- Le MEB, pourquoi faire
 - ✓ Suivre qualitativement l'évolution des mécanismes apparaissant lors de la déformation
 - ✓ Mais surtout, si possible, quantifier la déformation, à l'échelle locale, grâce à la mesure des microstructures morphologique et cristallographique
- Les moyens
 - ✓ Mesure des champs de déformation
→ microextensométrie et corrélation d'images

Problème : retrouver dans l'image d'un état déformé les coordonnées d'un point (x,y) , homologue du point (X,Y) dans l'image de l'état de référence

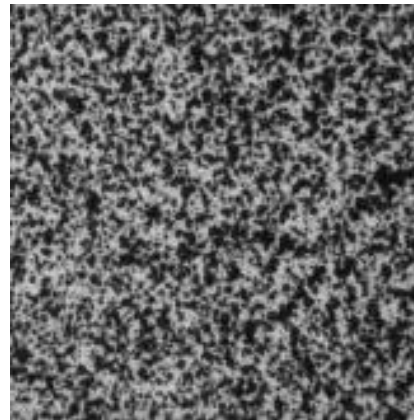


Nécessité d'avoir un marquage sur la surface

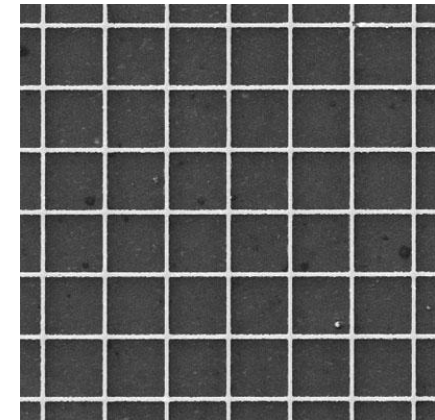
Marquage naturel



Mouchetis



Microgrille (ici pas 5 μm)



Au MEB, la microgrille (réalisée par les techniques de lithographie électronique) est le plus souvent utilisée

✓ Mesure de la microstructure cristallographique → technique EBSD

Problème : L'éprouvette de traction (ou de compression ou de flexion) doit être inclinée à 70°

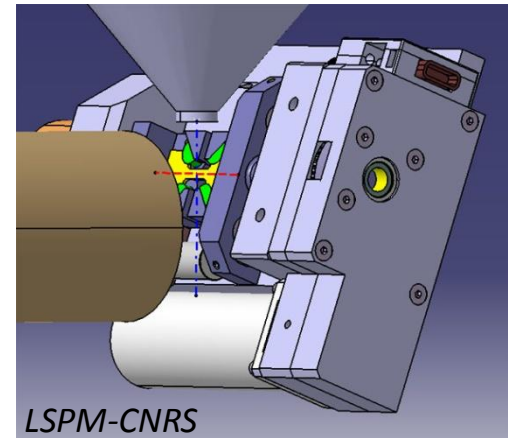
Solution 1 : Machine d'essai inclinée à 70° →

Conditions: encombrement et poids faibles

Avantages : imagerie à inclinaison nulle, EBSD à 70°

surface éprouvette // plan XY platine (en général)

Solution développée au LSPM-CNRS



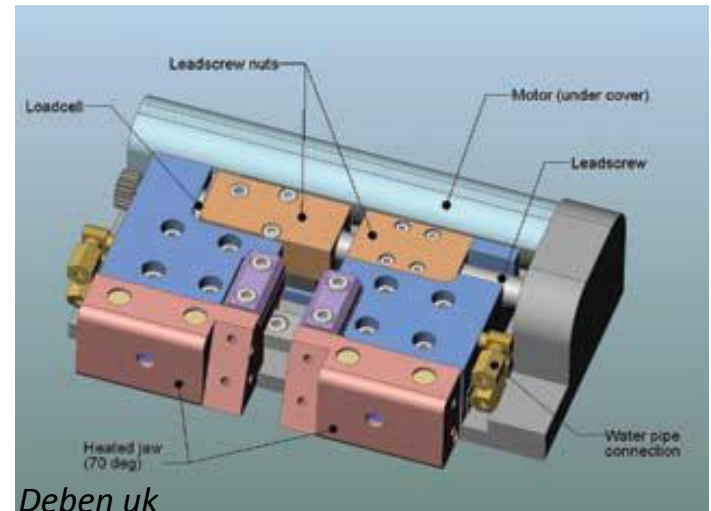
Solution 2 : Machine à plat, éprouvette pré-inclinée à 70°

Problèmes : - imagerie à 70° d'inclinaison (distorsions de l'image ?)

- un déplacement platine hors plan de l'éprouvette

→ nécessité de compenser en Z

Solution adoptée sur les machines commerciales dédiées à l'EBS

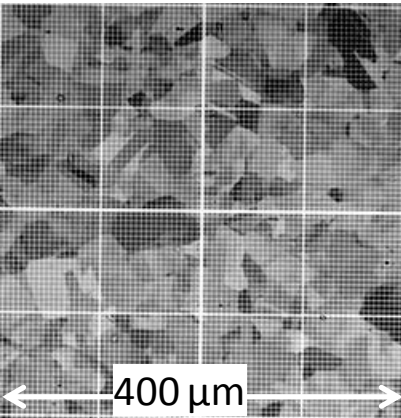


Quelques résultats d'essais mécaniques in situ

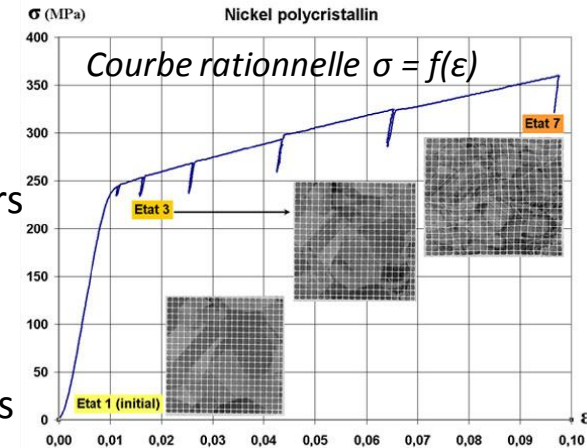
- Etude en traction in situ d'un polycristal de nickel recristallisé

[R. Chiron (LSPM-CNRS), M. Bornert (LMS-X)]

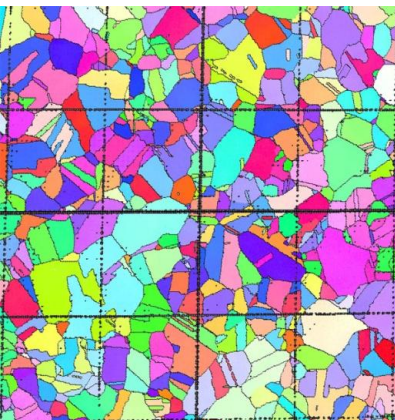
Etat initial, BSE



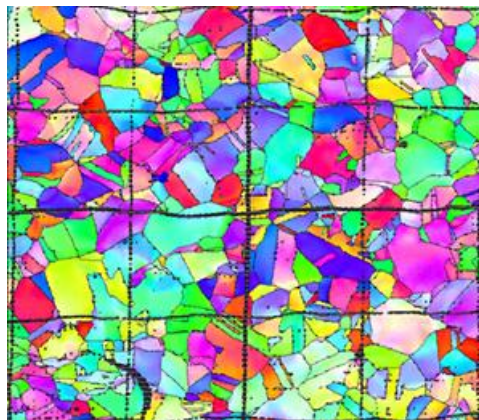
- ✓ Microgrille au pas de 5 μm
- ✓ Microextensométrie par corrélation d'images
base de mesure = 10 μm (calcul avec les 4 premiers voisins d'un point) → champs de déformation E_{ij}
- ✓ Acquisition d'images en mode SE ou BSE avec un réglage optimum des niveaux de gris, en haute résolution (4096x4096), temps mini par pixel 50 μs



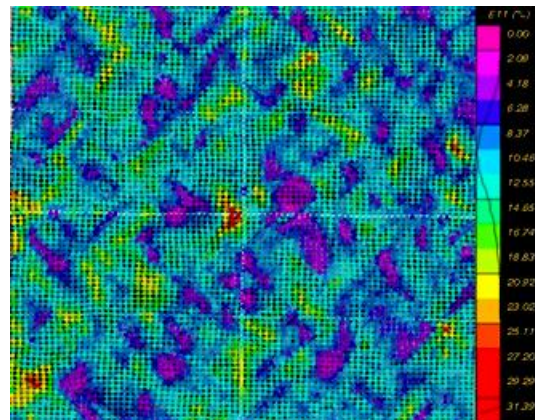
Etat initial, EBSD



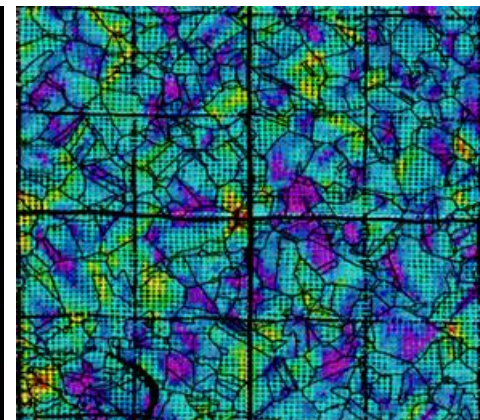
Etat déformé 10 % macroscopique



Déformation E_{xx} (axe traction)



joints de grains superposés



- ✓ Mise en évidence de l'hétérogénéité des déformations : désorientations intragranulaires (EBSD), cartographie des déformations E_{xx} montrant l'émergence de bandes de localisation à $\pm 45^\circ$ évoquant un comportement isotrope régi par la scission maximum (critère de Schmid)

- ✓ Autres résultats de l'étude : $E_{xx} = 0,104$ $E_{yy} = -0,044$ $R(\alpha) = 0,733$ (anisotropie)
($\epsilon_p = 0,097$ déformation réelle macroscopique selon l'axe de traction)

- Etude en compression d'un alliage de titane LCB
 [F. Prima, INSA Rennes, et R. Chiron, LSPM-CNRS ; F. Prima, thèse, INSAR, 2000]

Problématique : certains matériaux présentent en traction une rupture dès l'entrée en plasticité

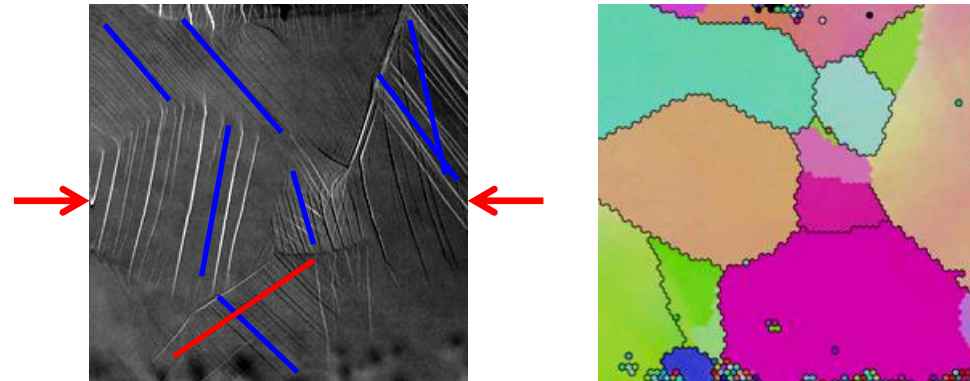
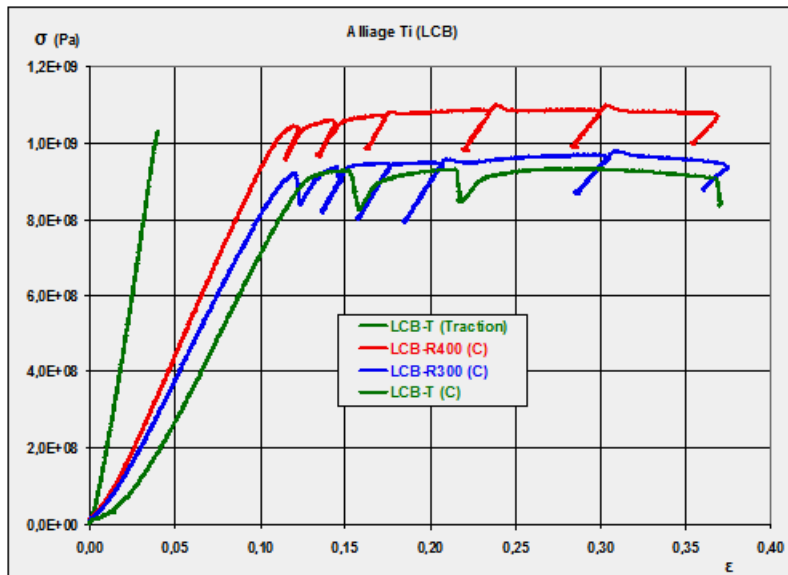
Solution : étudier le comportement plastique du matériau lors d'un essai de compression

Exemple : étude d'un alliage de titane LCB (Low Cost Beta titanium, phase c.c., Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5Al)

→ rupture en traction dès le début de la plasticité

→ jusqu'à 25 % de déformation plastique en compression

NB : ϵ mesurée avec capteur de déplacement → inclut la plasticité du matériau et les déformations élastiques entre les points d'ancrage du capteur



Déformation par glissements cristallographiques, systèmes $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$

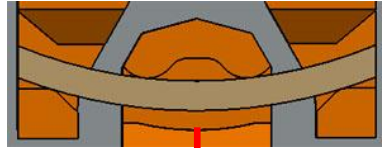
- Etude en flexion in situ d'un alliage de titane TA6V partiellement oxydé

[B. Bacroix, R. Chiron, LSPM-CNRS]

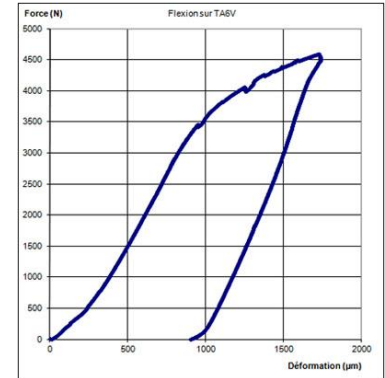
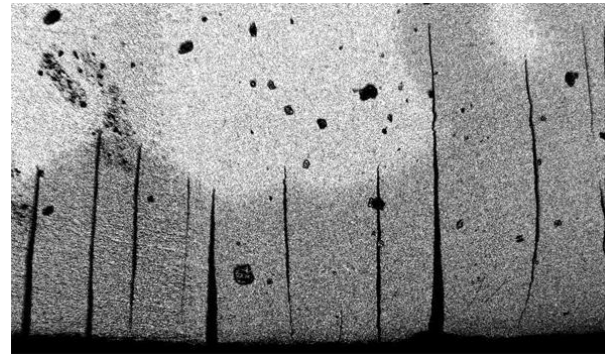
Mise en évidence d'une corrélation entre zone oxydée et fissuration

Eprouvette observée sur la tranche, Zone oxydée en traction

Configuration de l'essai



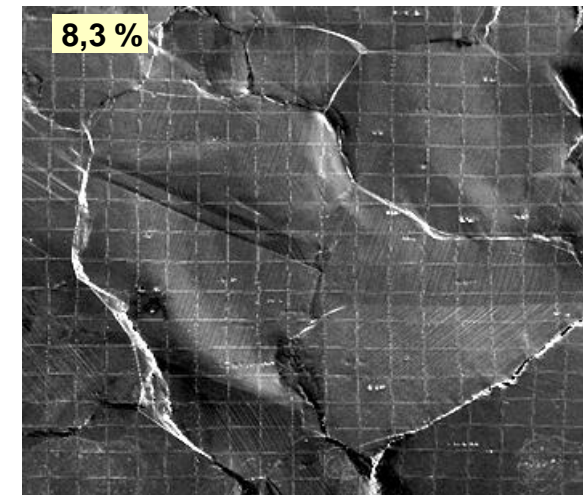
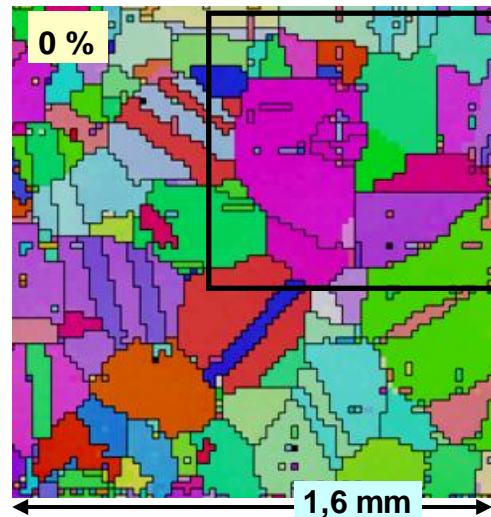
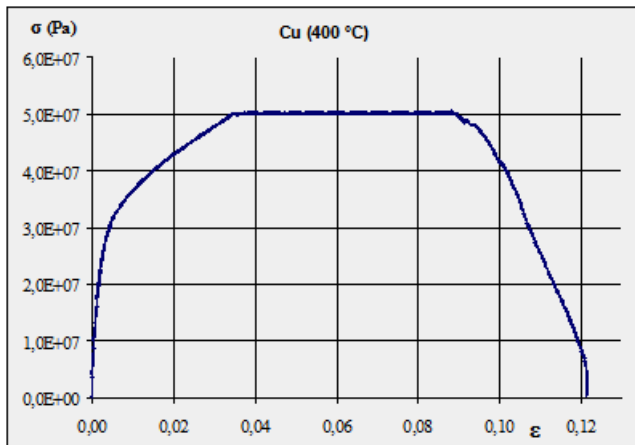
↓ Sens de déplacement de la traverse mobile



- Etude d'un polycristal de cuivre sollicité en traction et fluage à 400 °C

[R. Chiron, LSPM-CNRS et M. Vesper, T.U. Braunschweig, Germany ; M. Vesper, thèse Dr.Ing., 2002]

Mise en évidence de la déformation intergranulaire par GBS (glissement aux joints de grains) et de son accommodation par l'activation de glissements cristallographiques



II. Les essais en température

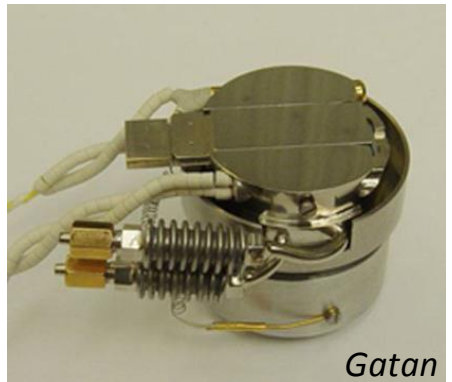
- Les platines de chauffage et/ou de refroidissement (commerciales)
 - ✓ Platine cryogénique
 - ✓ Platine de refroidissement/chauffage à effet Peltier : -25/+50 °C (-50/100 °C)
 - ✓ Platine de refroidissement/chauffage à circulation d'azote et élément chauffant : -185/400°C
 - ✓ Platine chauffante pour température moyenne : 800°C
 - ✓ Platine chauffante pour température moyenne et EBSD : 800°C
 - ✓ Platine chauffante pour haute et très haute température : 1000 à 1500 °C

-185/400 °C

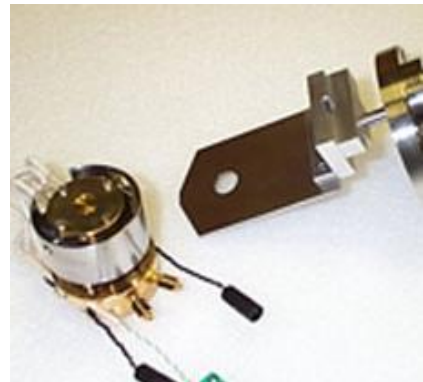
500 °C

750 °C

750 °C / EBSD



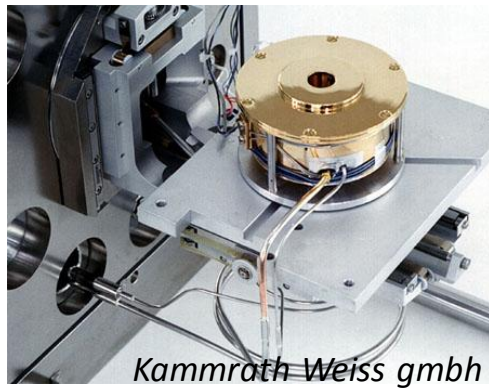
Gatan



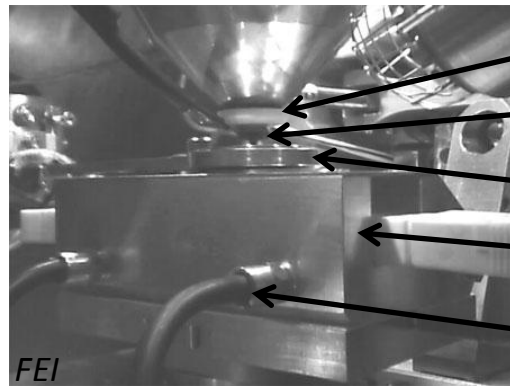
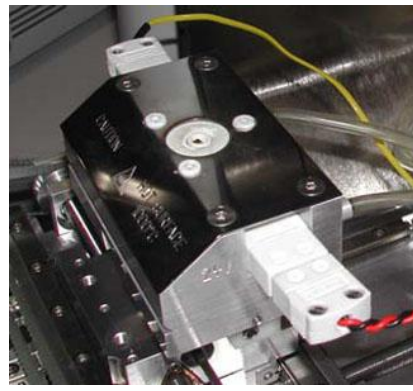
Platine cryo 5 K

Four 1500 °C,

en position dans la chambre



Kammrath Weiss gmbh

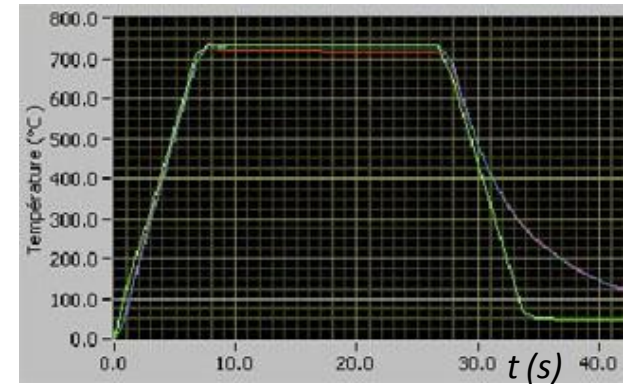
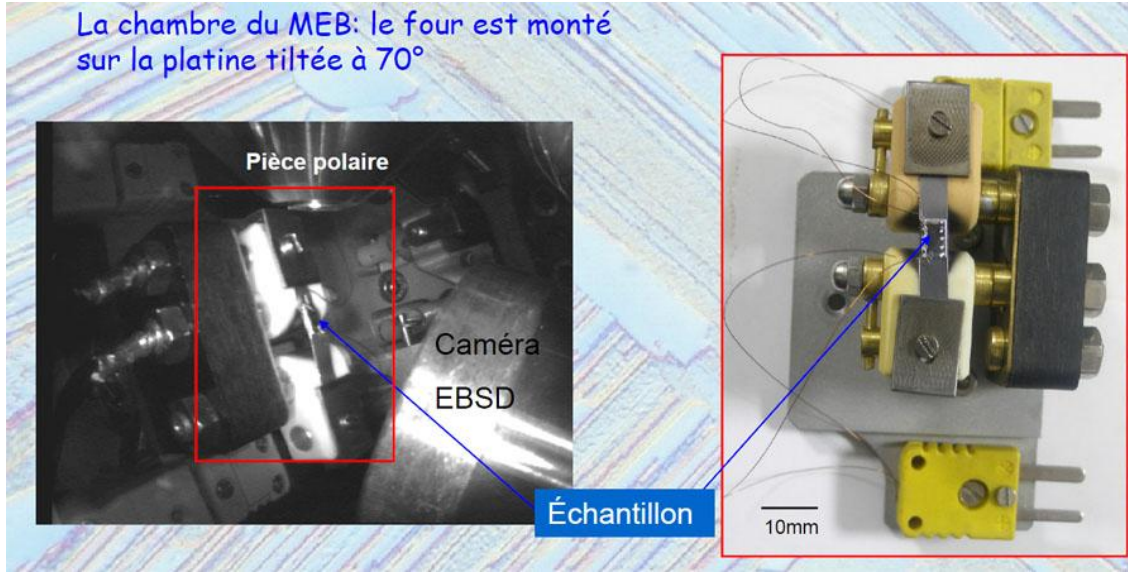


- ← Cône HT
- ← Détecteur GSED
- ← Bouclier thermique
- ← Four
- ← Refroidissement

FEI

- Solutions de laboratoire

✓ Four 1200 °C développé au CEMEF [GN-MEBA, MEB et essais in situ, Nancy 2010]

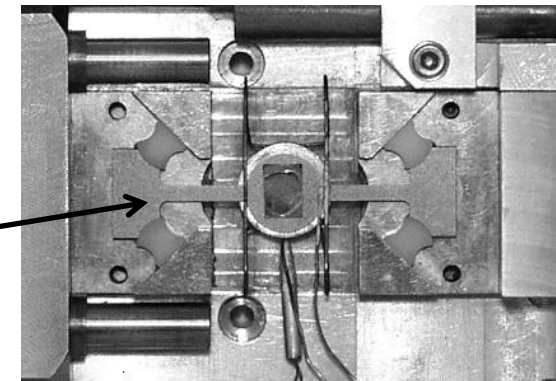
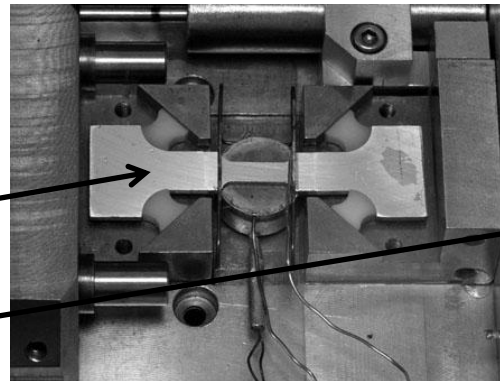


Vitesse de montée et descente en température : jusqu'à 100 °C.s⁻¹

✓ Four 800 °C développé au LSPM-CNRS (embase four : machine de traction)

Configuration essai de traction à chaud

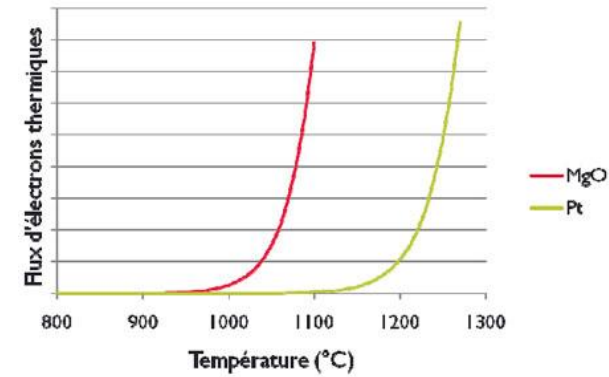
Configuration essai à chaud



Vitesse de montée et descente en température : 5 à 10 °C.s⁻¹

- Problèmes posés par les essais en température

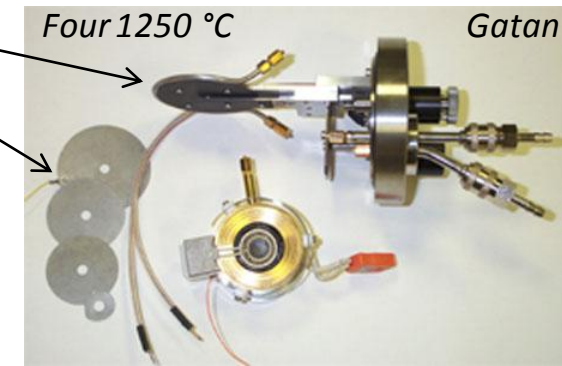
- ✓ A froid : circuit de refroidissement à l'azote
→ passages étanches isolés thermiquement
- ✓ A haute température (> 500 °C) :
 - émission électronique (Richardson-Dushman)
significative à partir de 1000 °C (oxydes)
1100 °C (métaux)
 - rayonnement : puissance rayonnée suit une loi en T^4 , significative à partir de 500-600 °C, variable selon l'émissivité des matériaux
 - incidence sur détecteurs standards : fond continu, dégradation du rapport signal/bruit



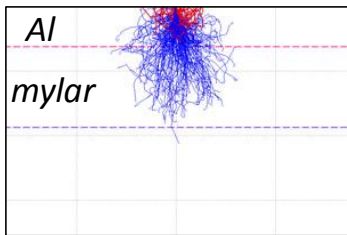
- ✓ Solutions

- polarisation du four et/ou du bouclier thermique (émission électronique)
- écrans et bouclier thermiques (rayonnement)
- utilisation de matériaux à faible émissivité thermique (Au, Ag) sur four et échantillon (hors zone utile)
- protection détecteur BSE std par film mylar aluminisé (mylar 1000 nm/Al 500 nm) → utilisation BSE std possible pour des températures d'essai jusqu'à 800 °C
- utilisation de détecteurs spécifiques au-dessus de 800 °C

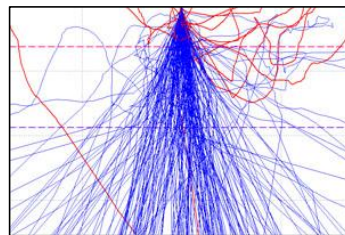
Solutions LSPM



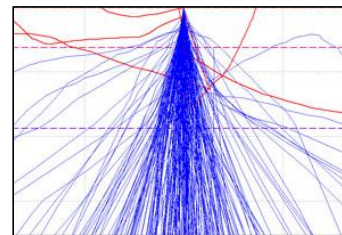
10 kV



20 kV



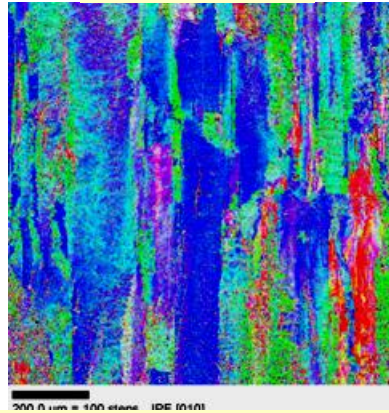
30 kV



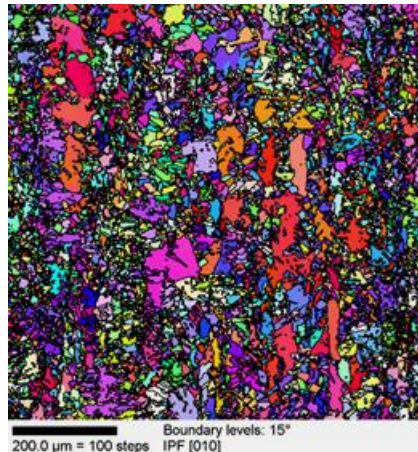
Quelques résultats expérimentaux d'essais en température

- Cinétique de la recristallisation d'un polycristal de cuivre LAF (90%)
[Ph. Gerber, J. Tarasiuk, R. Chiron et al., SFμ 2001] [Ph. Gerber, thèse, 2002]

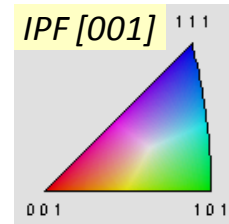
Etat initial



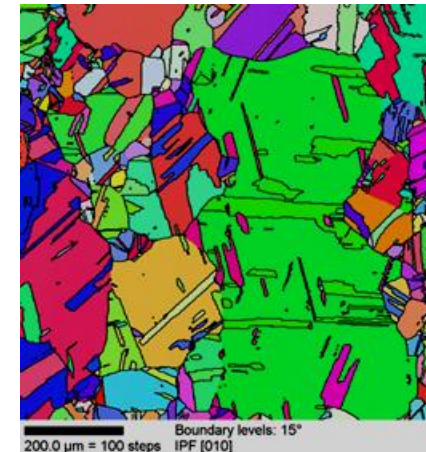
Amas lamellaires et zones de petits grains très déformés



430 °C, premiers germes dans les zones à petits grains



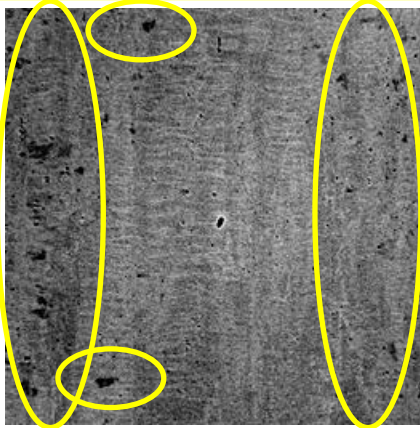
Les acquisitions EBSD ($v = 43$ pps) ont été réalisées à basse température (≤ 200 °C) pour stopper la recristallisation pendant les phases d'acquisition



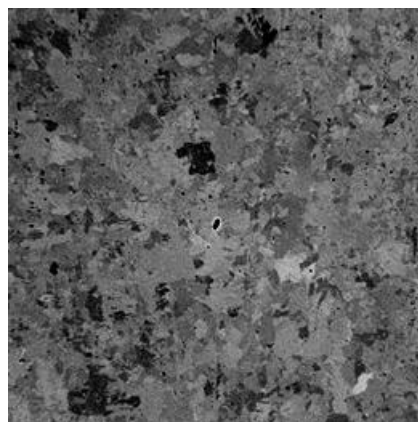
470 °C, fin de la recristallisation primaire

510 °C, grossissement des grains recristallisés

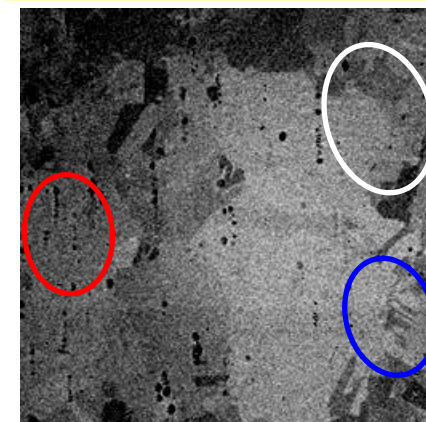
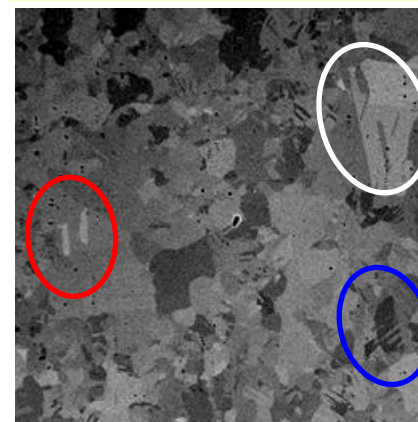
520 °C, fin de la recristallisation secondaire, disparition de macles



Recristallisation primaire



Recristallisation secondaire

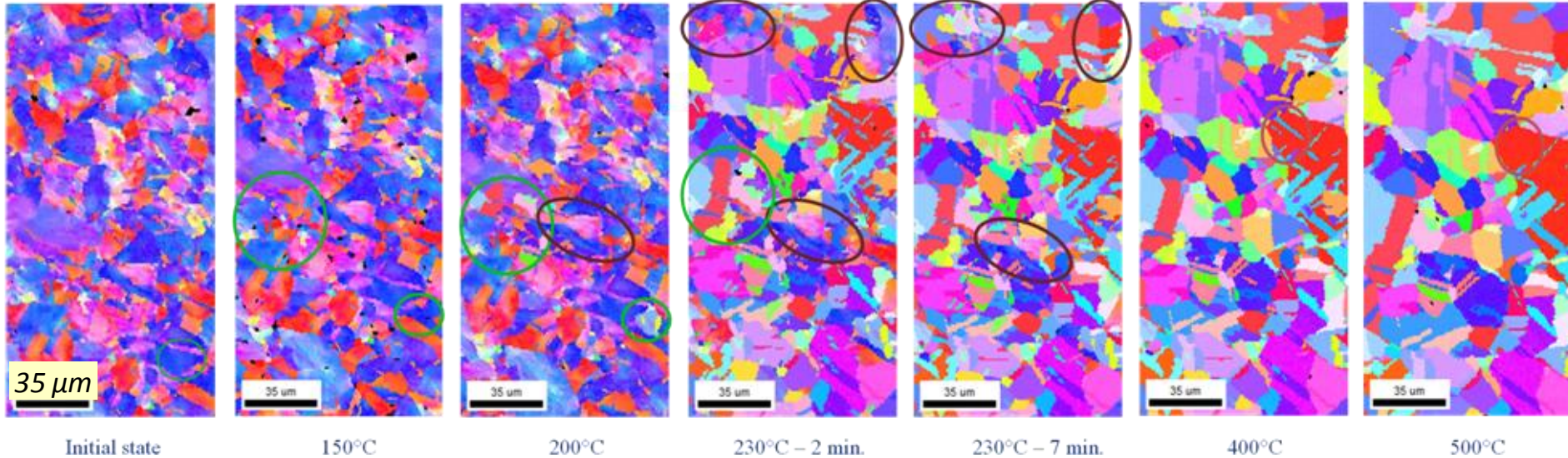
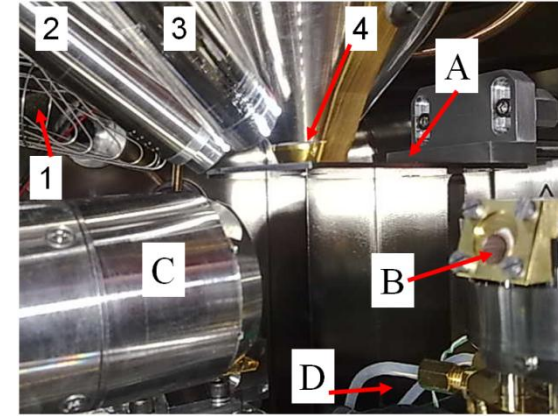


- Etude par EBSD de l'évolution de la microstructure d'un fil de cuivre à l'aide d'une platine chauffante pré-inclinée à 70°

[F. Brisset¹, T. Baudin¹, V. Richard², D. Monville², colloque S μ -GN-MEBA, Strasbourg, 2011]

- ✓ Matériau : fil de cuivre industriel ϕ 6,3 mm tréfilé à froid à partir d'un fil ϕ 8 mm tréfilé à chaud
- ✓ Matériels : platine chauffante pré-inclinée à 70°, EBSD OIM™, MEB ZEISS Supra 55VP
- ✓ Conduite de l'expérience:
 - rampe de montée en T : 16 °C/mn
 - maintien en T à 230 °C
 - chauffage stoppé pour chaque acquisition EBSD
- ✓ Observations :
 - premiers germes de recristallisation dès 150 °C
 - maintien en T à 230 °C : mise en évidence de l'activation thermique du processus
 - entre 400 et 500 °C : disparition de macles, fin du processus de recristallisation primaire, grossissement des grains

Four 750 °C dédié EBSD



Initial state

150°C

200°C

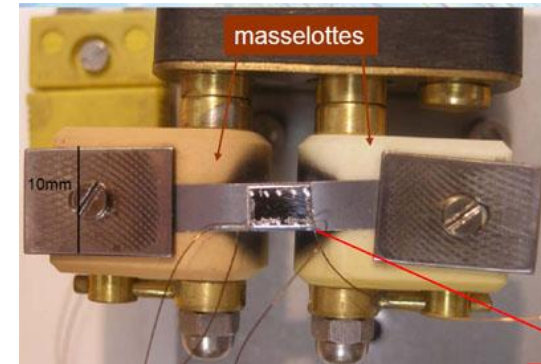
230°C – 2 min.

230°C – 7 min.

400°C

500°C

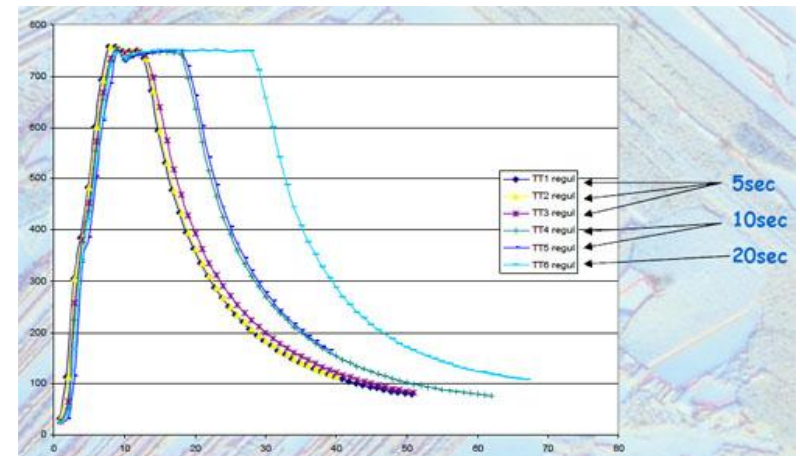
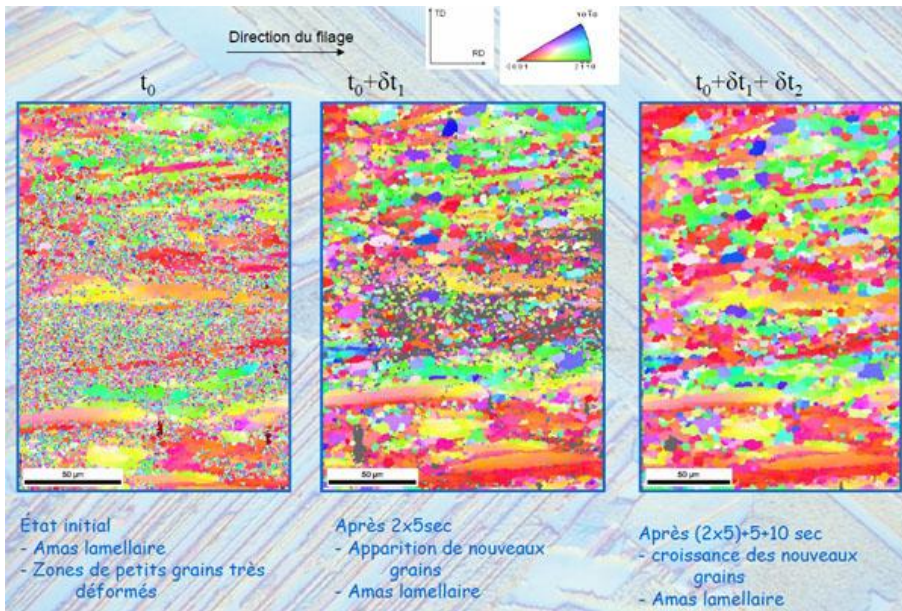
- Étude des mécanismes de recristallisation par couplage EBSD/Platine chauffante in situ [S. Jacomet, N. Bozzolo et al., CEMEF, GN-MEBA Nancy 2010]



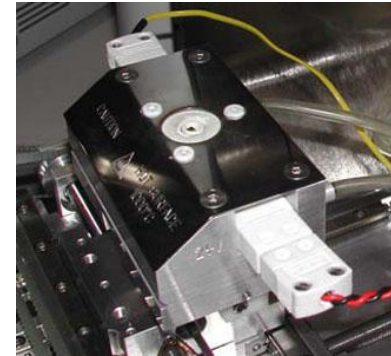
- ✓ Four développé en interne, peut être incliné à 70° pour l'EBS, permet des montées et des descentes rapides en température (100 °C.S⁻¹)
- ✓ Matériau : alliage de Zr Zy4, barre trempée β obtenue par filage à 685 °C
- ✓ Conduite de l'expérience : 6 TT successifs ; montée et descente en T et acquisition EBSD entre chaque traitement
- ✓ Résultats :

→ après 2x5 sec de traitement à 750 °C : recristallisation rapide et totale dans les zones fortement déformées et amas lamellaires ailleurs

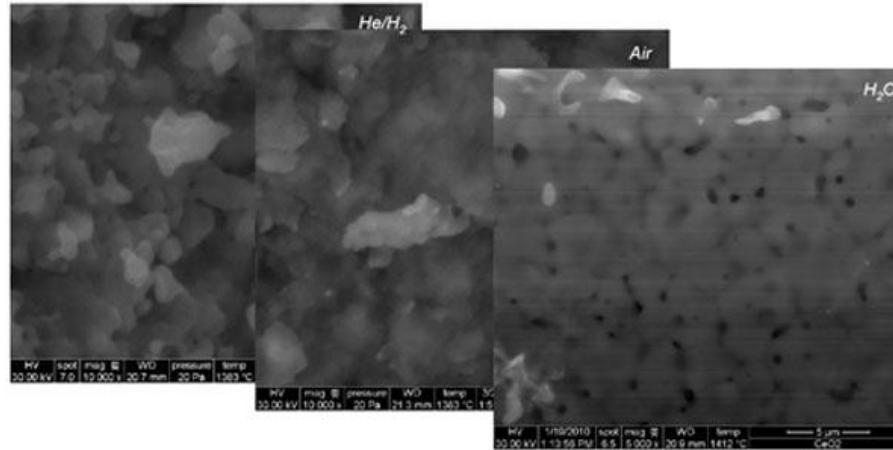
→ après 2x5+5+10 sec de TT à 750 °C : poursuite de la recristallisation primaire dans les zones moins déformées, réorganisation lente dans les zones peu déformées (amas lamellaires)



- Suivi in situ du frittage d'une céramique par MEBE à 1400°C
 [J. Ravaux et al., Institut de chimie séparative de Marcoule, GN-MEBA Nancy 2010]



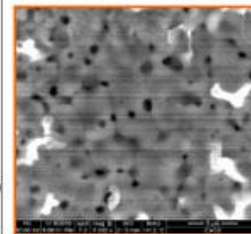
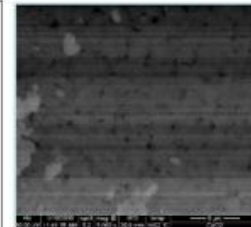
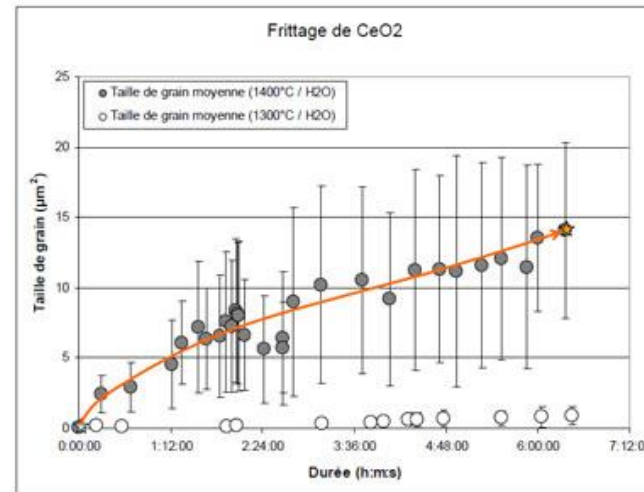
- ✓ Appareillages : MEB environnemental, four haute température (1500 °C) et détecteur GSED pour mode environnemental et HT
- ✓ Matériau : céramique CeO₂
- ✓ Choix du gaz pour l'imagerie haute température à 1400 °C → H₂O



- ✓ Conduite de l'expérience :
 - maintien à 1400 °C, 6h
 - acquisition d'images en cours de TT
 - traitement des images
 - extraction des tailles de grains
 - obtention de données cinétiques

- ✓ Objectifs atteints
 - imagerie « exploitable » à 1400 °C
 - maintien isotherme sur des temps longs
 - visualisation directe du frittage

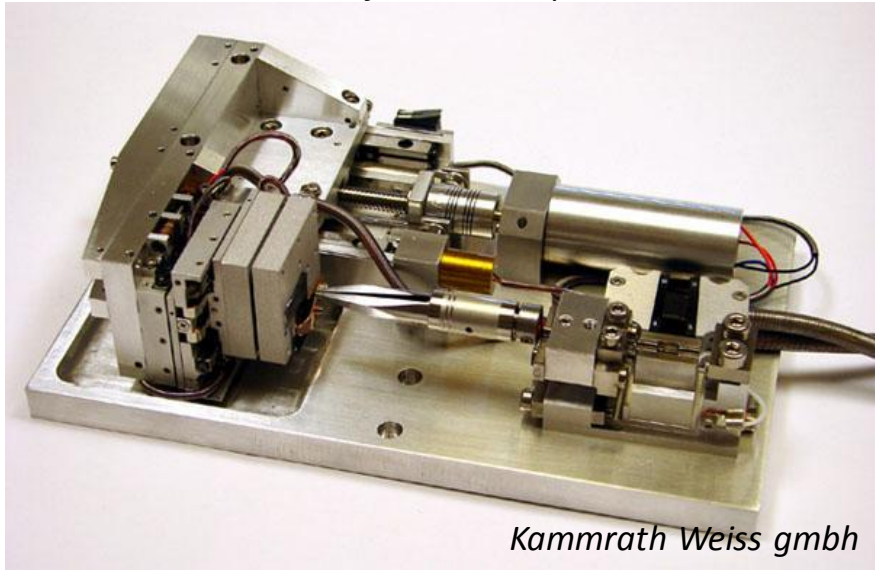
- ✓ Mais des améliorations restent à apporter
 - limiter l'apparition de phases parasites
 - améliorer le contrôle de la température et de la conduction thermique



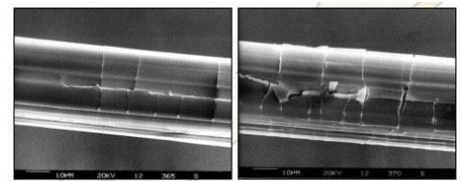
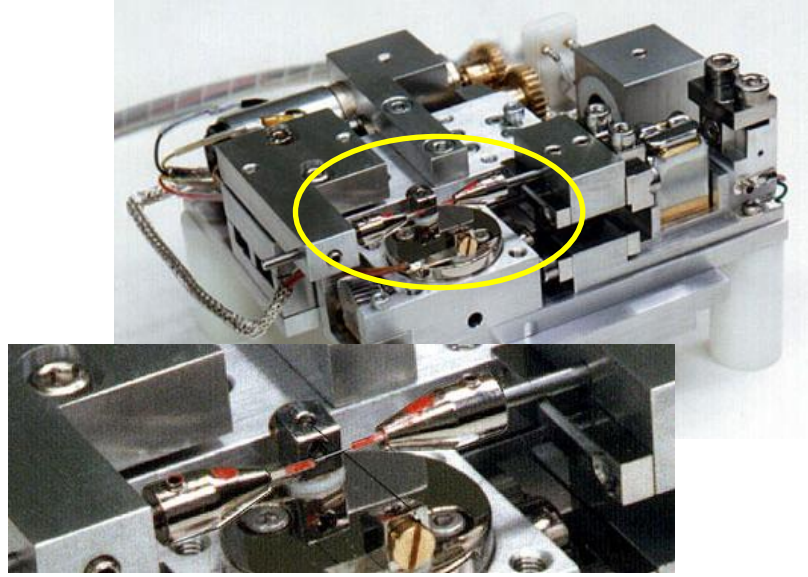
III. Machines d'essais mécaniques spéciales, micro machines et autres MEMS

- Machine de traction pour essais sur mini ou micro échantillons (filaments, cheveux, whiskers, ...)

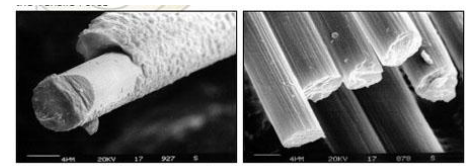
Essais sur fils, whiskers, capillaires, après croissance sur surface métallique ou autre



Essais sur fibres micrométriques, cheveux, ...



Pic.3: Crack Growth on a T300 Carbon Fiber Precursor During Slow Increase of the Tensile Force



Pic.4: Fracture Surfaces on Mono Fibers

• A miniaturized contactless pure-bending device for in-situ SEM failure analysis
 [J.P.M. Hoefnagels et al., Eindhoven University of Technology, The Netherlands, 2011]

- ✓ Objectifs: → essais alternés de flexion pure sur films minces, de grande amplitude
 → suivi de fissures, phénomènes de délamination, ...
- ✓ Matériaux : films minces, composés lamellaires, papier, feuilles métalliques, écrans souples
- ✓ Concept : éprouvette fixée par des pinces aux 2 extrémités,
 flexion assurée par la rotation des pinces autour d'un axe commun
 → aucun contact pour appliquer l'effort
 → mécanique compliquée, le maintien de la longueur L
 de l'éprouvette implique un mouvement de compensation Δb

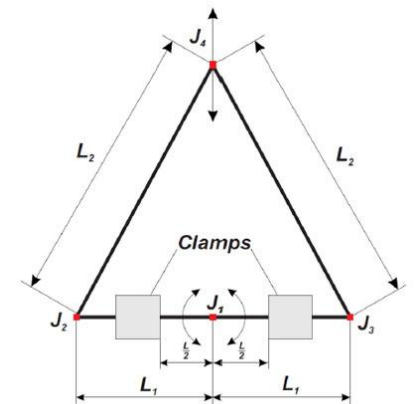
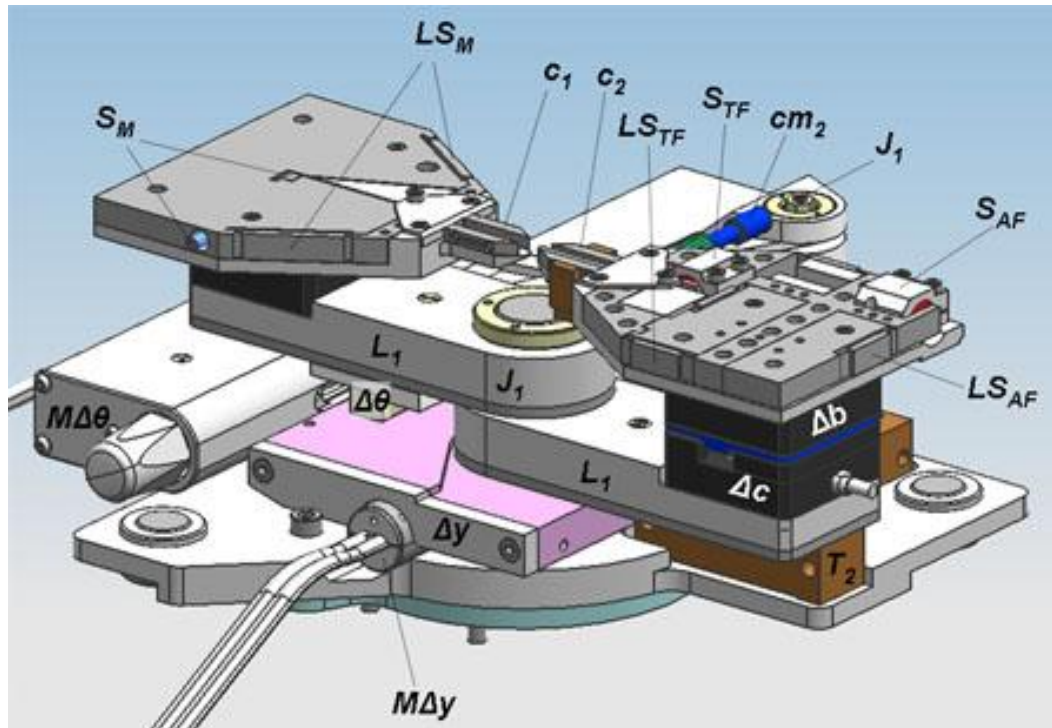
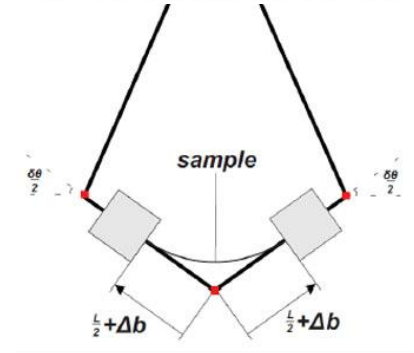


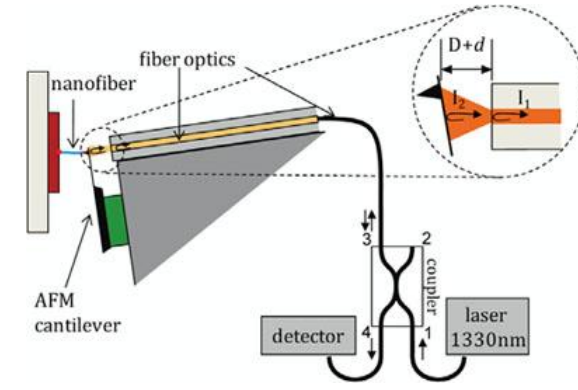
Figure 4. Rotation mechanism of the setup.



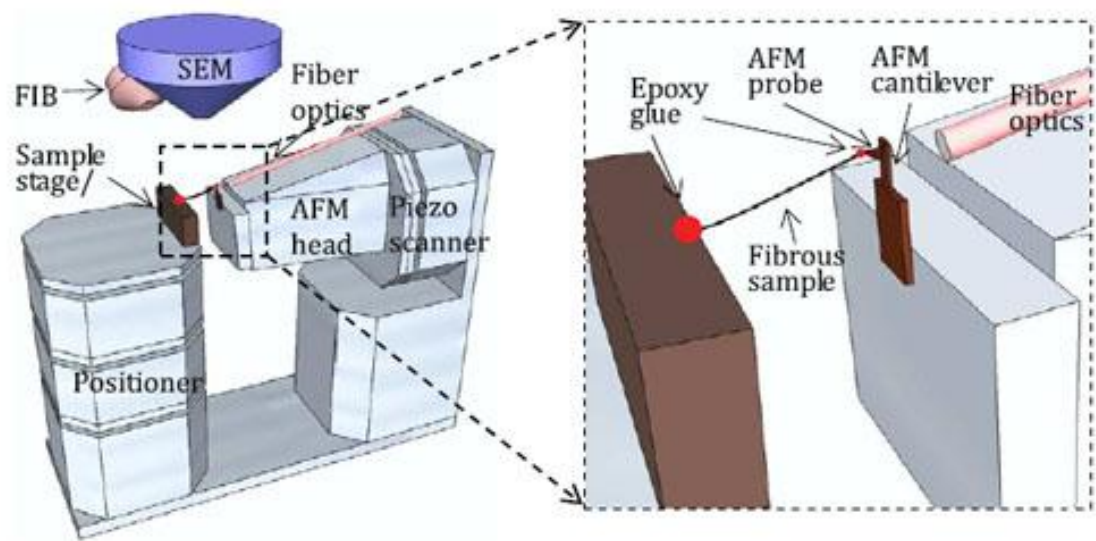
• *In situ* tensile testing of nanofibers by combining atomic force microscopy and scanning electron microscopy [F. Hang et al., Queen Mary University of London, UK]

- ✓ Essais de traction sur nanofibres
(ϕ : qq 10 à 100 nm, force : qq 100 pN)
- ✓ Configuration MEB-AFM
- Déplacements échantillon par positionneurs piézoélectriques (5 mm)
- Déplacement cantilever AFM 40 μ m, résolution subnanométrique
- Mesure de force par système interférométrique

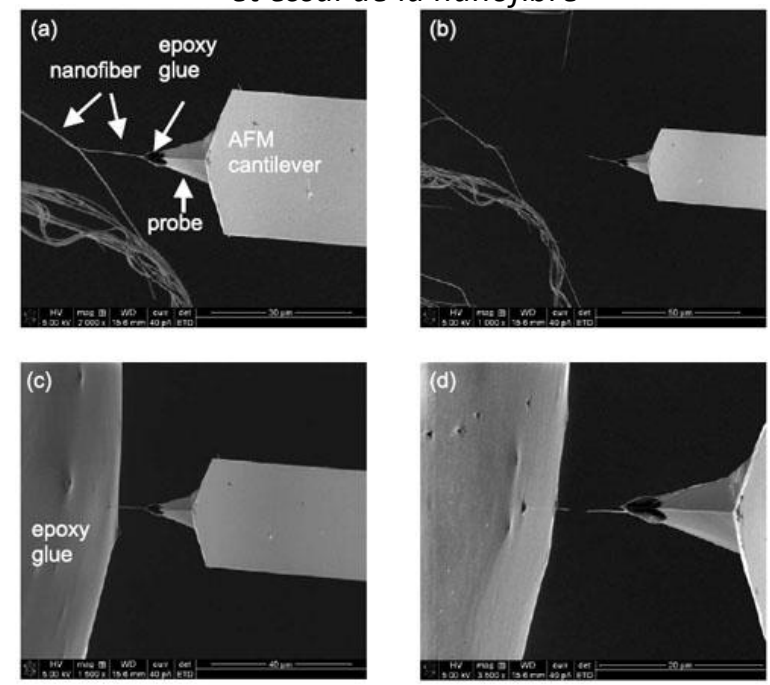
Système de mesure interférométrique



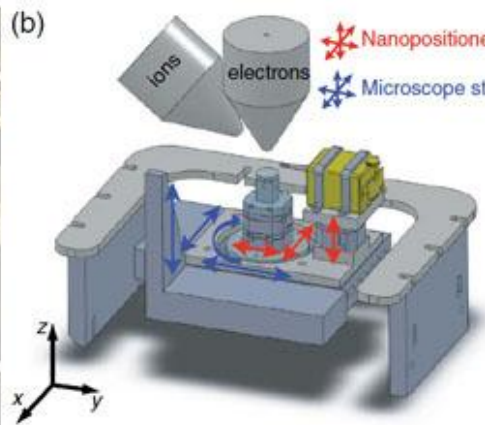
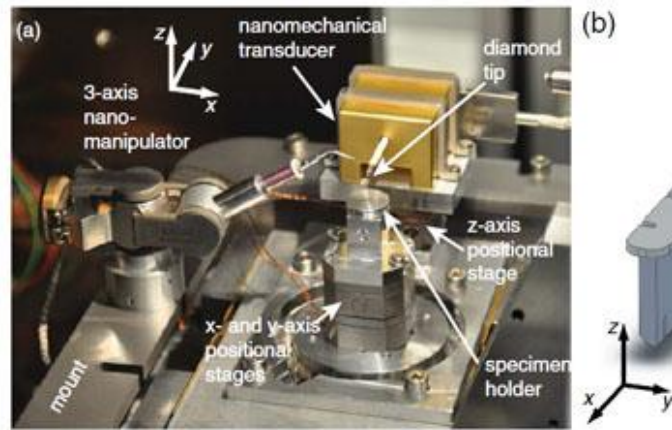
Configuration du dispositif



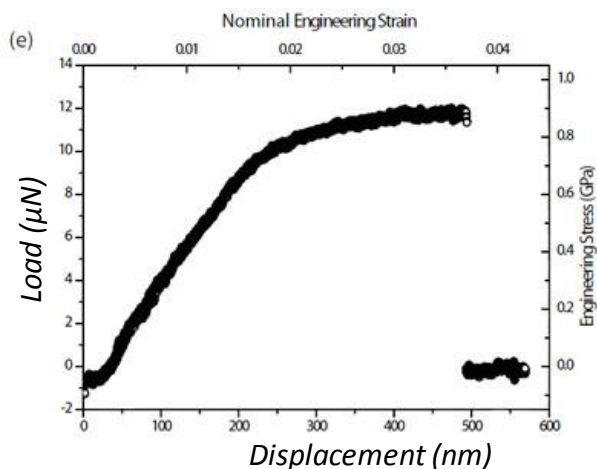
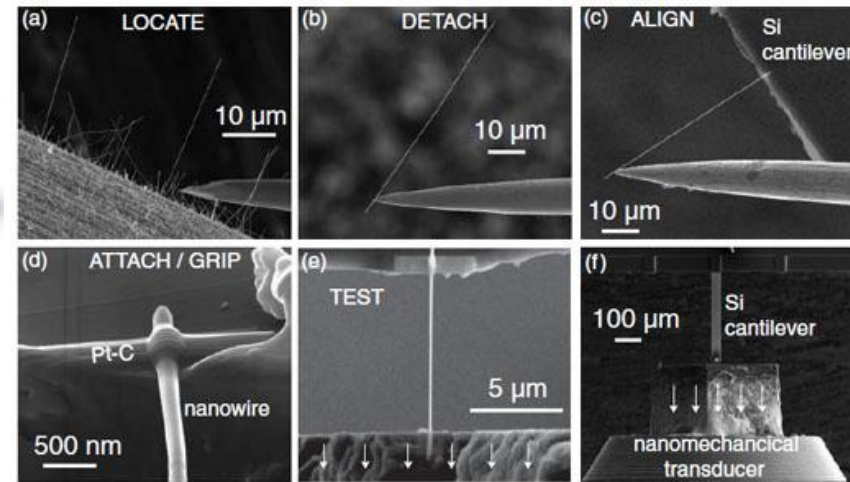
Séquence de prélèvement, fixation et essai de la nanofibre



- *In situ nanomechanical testing in focused ion beam and scanning electron microscopes*
 [D. S. Gianola et al., Dpt of Materials Science and Engineering, University of Pennsylvania, USA, 2011]
 - ✓ Système pour essais in situ sur nano échantillons (filaments, whiskers, nanotubes de carbone, ...)
 - ✓ Adapté aux essais dans un microscope “dual beam” (ions et électrons)
 - ✓ Mesures de force et de déplacement par transducteur capacitif
 - ✓ Manipulation, transfert et alignement de l'échantillon grâce à un manipulateur et au FIB
 - ✓ Fixation de l'échantillon par EBID (electron beam induced deposition)
 - ✓ Mesure des déformations locales par la technique de corrélation d'images MEB



Séquence de mise en place et de fixation d'un échantillon

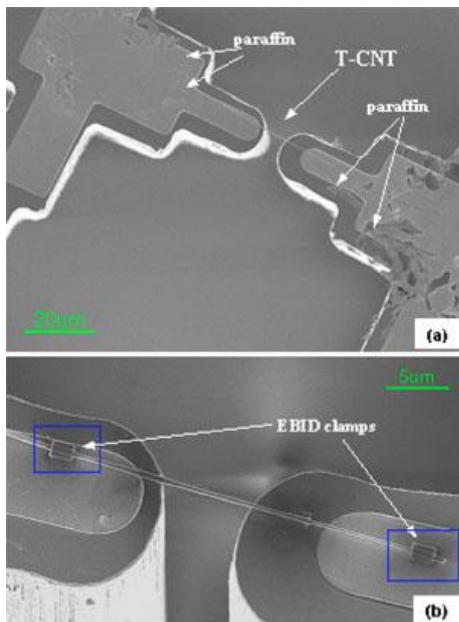
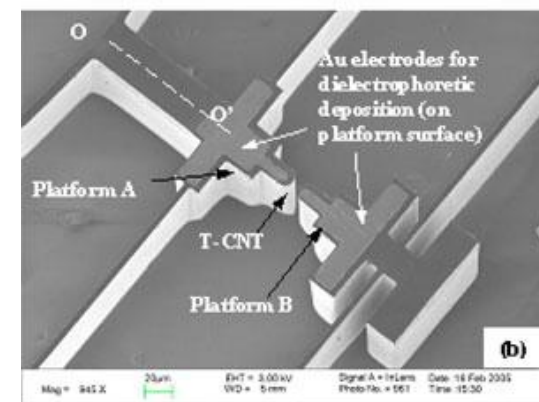
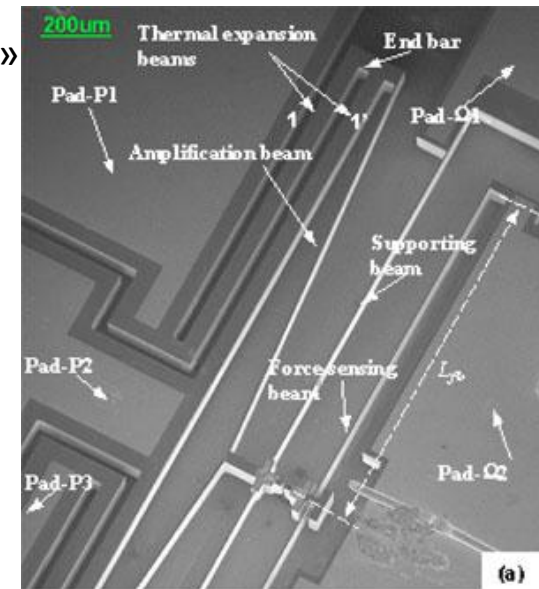


Essai de traction sur un whisker de Cu, diamètre 75 nm, longueur 5,5 µm

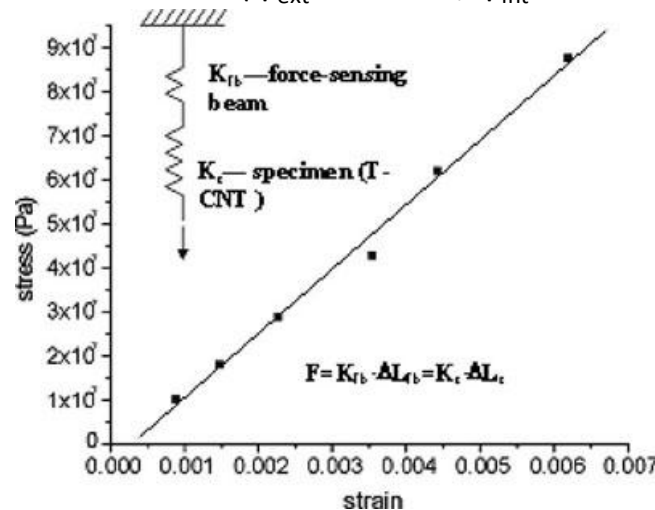
- *In situ mechanical testing of templated carbon nanotubes*

[S. Lu et al., Dpt of Mechanical Engineering, Northwestern University, Evanston, Illinois, USA, 2006]

- ✓ Utilisation d'une micromachine d'essai mécanique à base de MEMS (Microelectromechanical systems), incluant les capteurs et l'actuateur (déplacement), fabriquée sur un wafer de silicium (objectif de ces microsystèmes : étudier les caractéristiques mécaniques de nanostructures)
- ✓ Déplacement de la « Platform A » par passage d'un courant dans les bras 1 et 1' → chauffage, expansion thermique de ces bras et amplification du déplacement par les bras « amplification beam »
- ✓ Mesure de la force appliquée au nanotube par analyse d'image MEB de la flexion des bras « force sensing beam »
- ✓ Mesure de la déformation et de la géométrie de l'échantillon par analyse d'images MEB
- ✓ L'échantillon (ici nanotube de carbone) est fixé sur les têtes de traction A et B par EBID (electron beam induced deposition)



Courbe de traction rationnelle sur un nanotube de carbone ($\phi_{ext} = 340 \text{ nm}$, $\phi_{int} = 170 \text{ nm}$)

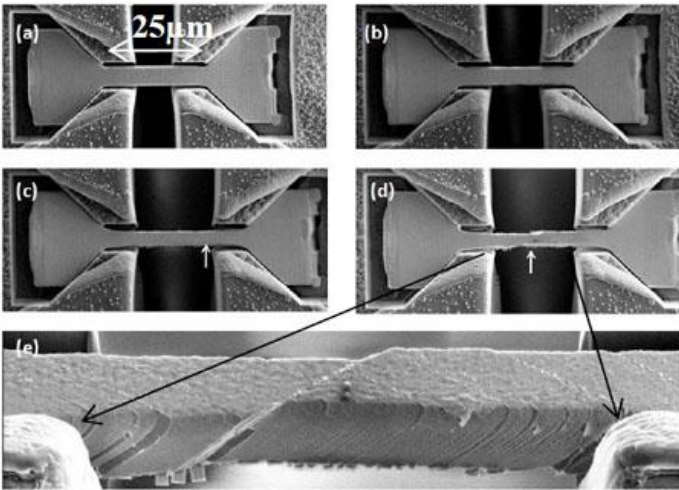


- Novel MEMS apparatus for in situ thermomechanical tensile testing of materials at the micro and nanoscale

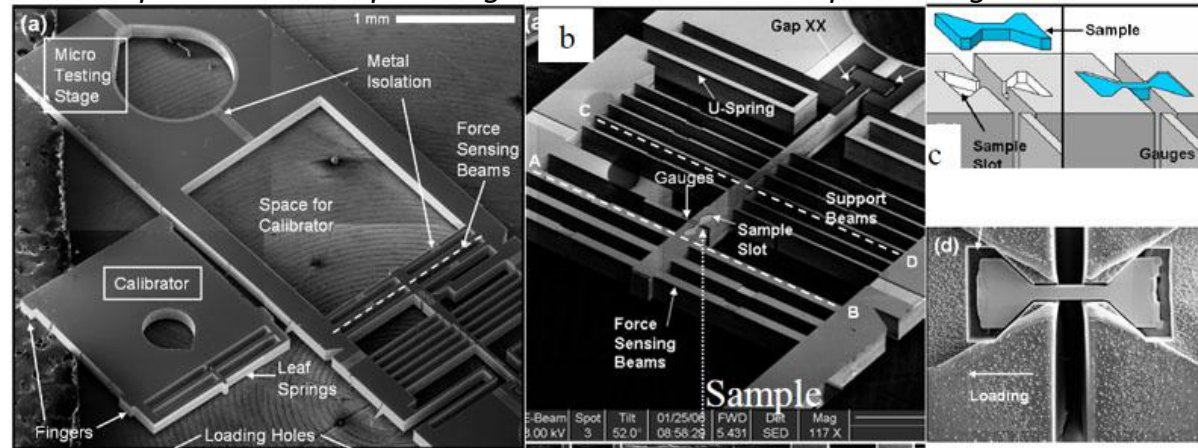
[J. Han et al., University of Illinois, Urbana-Champaign, Illinois, Ohio, USA, 2009]

- ✓ MEMS pour essais mécaniques à haute température sur micro éprouvettes ($L \approx 50 \mu\text{m}$, forme d'haltères)
- ✓ Chauffage assuré par un enroulement de Cr déposé sur substrat de Si placé sous le MEMS platine d'essai
- ✓ Mesure de température intégrée au MEMS assurant le chauffage ($T \geq 500 \text{ }^\circ\text{C}$)
- ✓ Système indépendant de calibration du capteur de force
- ✓ La platine est réalisée dans un wafer de silicium par photolithographie et gravure ionique réactive
- ✓ Force et déplacement obtenus par la mesure du déplacement du bras « gauges » (b)
- ✓ Essai mécanique assuré par un micromanipulateur

*Essai de traction sur éprouvette monocristalline en superalliage base nickel
Activation des systèmes de glissement primaire (d) et secondaire (e)*



(a) MEMS et système de calibration de la force, (b) zoom sur la zone d'intérêt du MEMS, (c) schéma du montage de l'éprouvette et (d) vue d'une éprouvette en superalliage base nickel réalisée par usinage au FIB



FIN