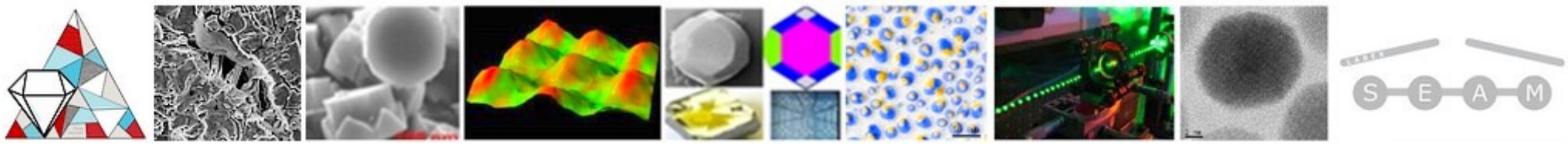


LABEX SEAM

Caractérisation in situ des matériaux au LSPM.

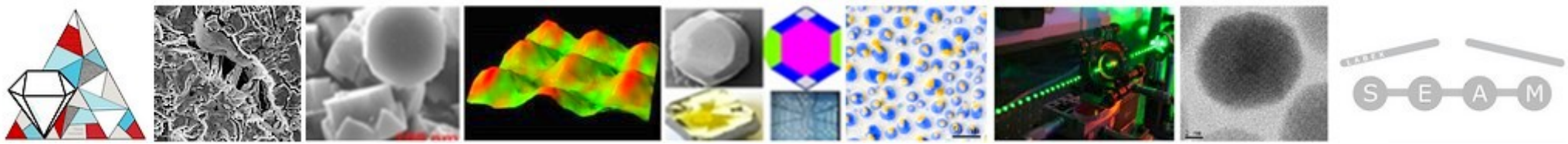
T. Chauveau, O. Brinza, R. Chiron.
LSPM, Université Paris 13, Sorbonne Paris Cité,
CNRS (UPR 3407) 93430 Villetaneuse, France.



LABEX SEAM

Intérêts, difficultés:

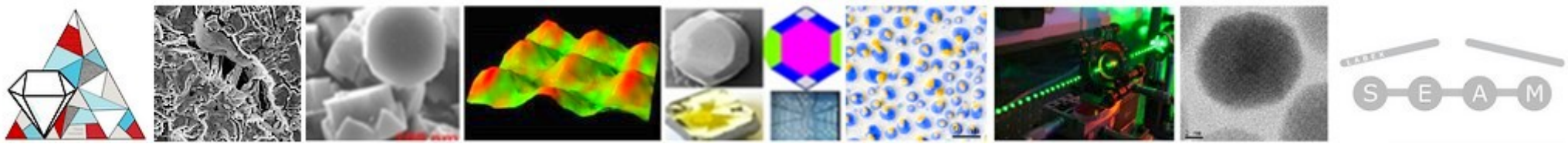
- **Intérêts:** Analyses des matériaux sous conditions in situ. Mesures de déformations de contraintes et d'énergie stockée sous charge et en température + observations microstructurales (plasticité, endommagement, recristallisation).
- **Difficultés:** Mises en œuvre délicates. Interfaçages et développements spécifiques à chaque équipement d'analyse.



LABEX SEAM

Dispositifs de caractérisation et essais mécaniques:

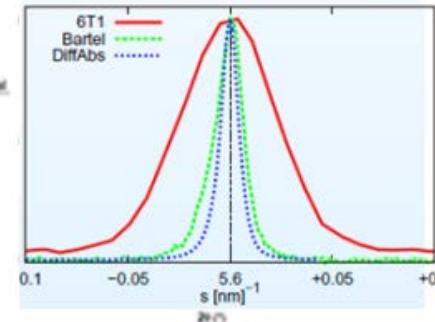
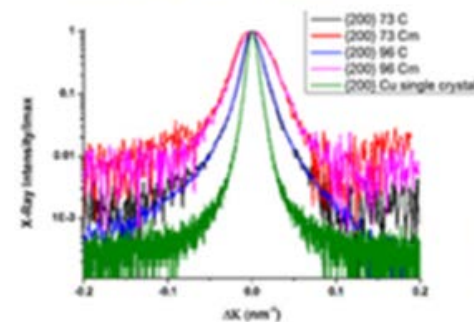
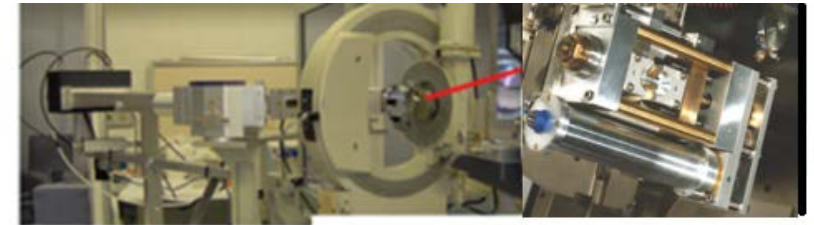
- **Diffraction des rayons X:** Machine d'essais mécaniques installée sur 1 diffractomètre 4 cercles à très haute résolution ou sur un dispositif portable (ThermoFisher Scientific) d'analyse des Contraintes Résiduelles (CR).
- **Microscopie électronique à balayage:** Machines d'essais mécaniques installées sur S360 LEO ou FEG Supra 40 VP ZEISS.
- **Microscopie à force atomique:** Machine d'essais mécaniques installée sur 1 AFM (VEECO DIM 3100).



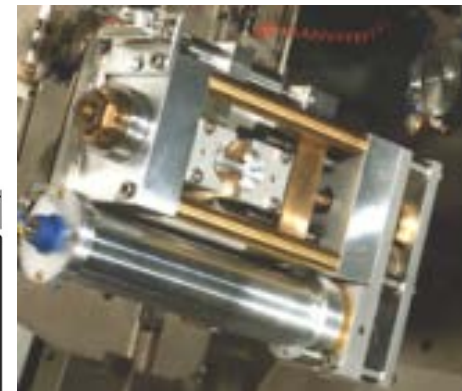
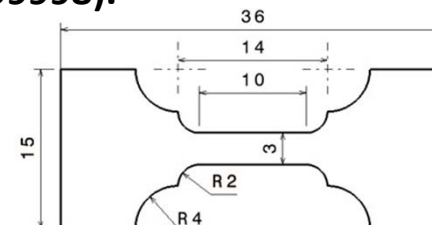
LABEX SEAM

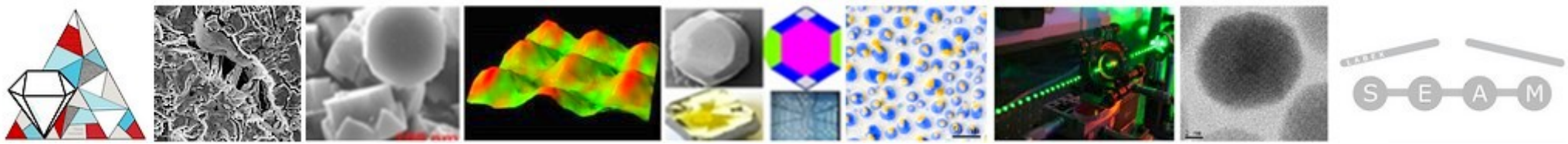
DRX. 4 cercles haute résolution/traction in situ. **Développements LSPM.**

- Source RX anode tournante, faisceau linéaire, 2 sorties.
Faisceau monochromatique Co et //, Bartels 4 réflexions,
très haute résolution ($\Delta 2\theta = 8.4 \times 10^{-4}^\circ$).
Évaluation de l'énergie stockée dans les matériaux
métalliques:



- Traction in situ: haute capacité de charge MT 1000 (10 kN). Études de
matériaux à hautes caractéristiques mécaniques.
Étalonnage charge-décharge 0-10kN (linéarité $\rightarrow R = 0,99998$).

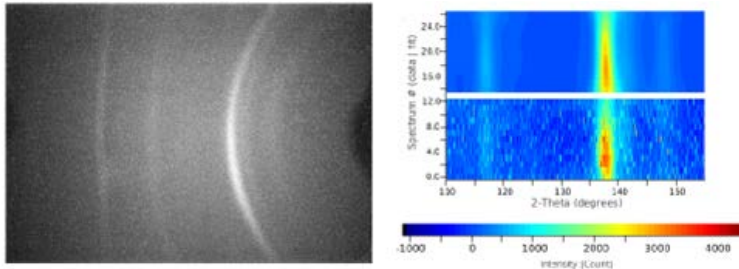




LABEX SEAM

DRX. Dispositif portable. Analyse des C.R. in situ.

- Micro source polychromatique ponctuelle 4 W: Cu, Cr, Ti
- Détecteur 2D CCD (Charge-Coupled Device) 24x34 mm² 20μm/pixel
- 2θ (95° _ 170°), $\Delta 2\theta = 0,02^\circ$
- ψ (-60° _ 70°) , $\Delta\psi = 5^\circ$
- φ (0° _ 360°), $\Delta\varphi = 15^\circ$

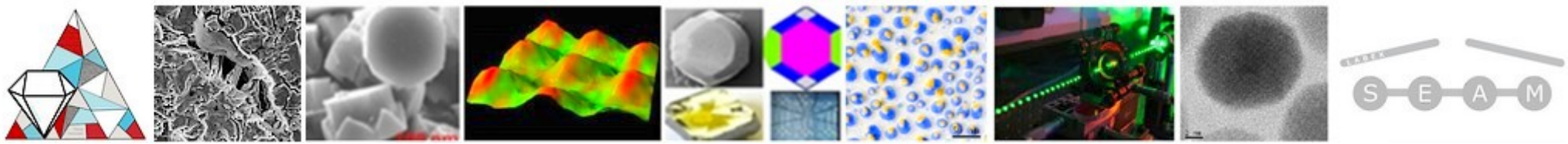


- Analyse Rietveld **MAUD** (Material Analysis Using Diffraction) + prise en compte de la texture.

Essais in situ + Analyse DRX +
Modèle micromécanique.
Développements LSPM.



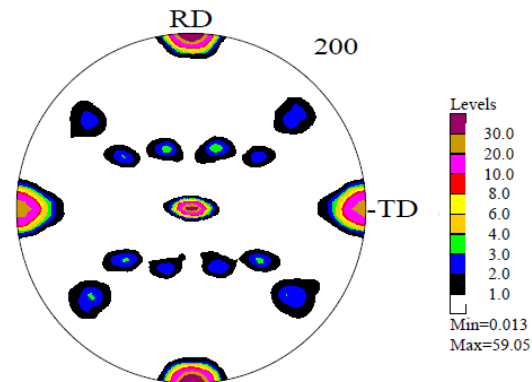
Co-financement LABEX



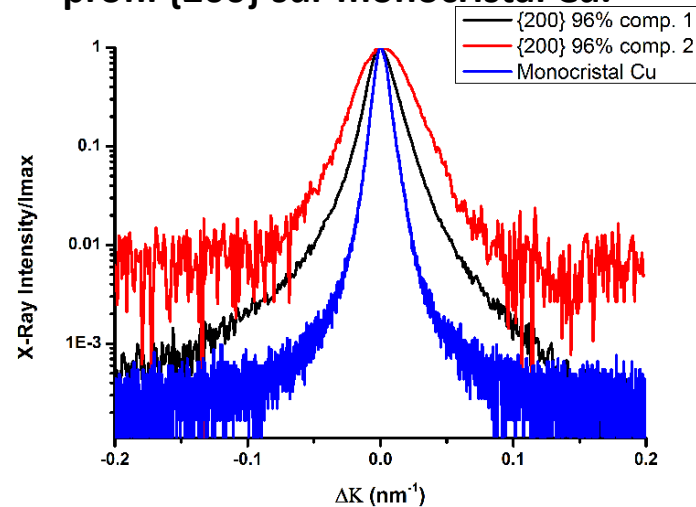
LABEX SEAM

DRX. Détermination de densités de dislocations.

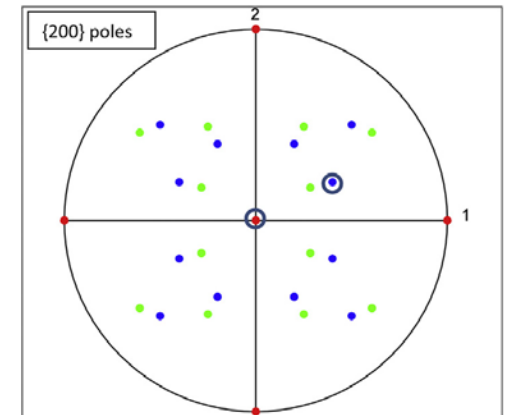
Figure de pôles DRX {200}.



Profils DRX {200} pour 2 composantes de la texture ech. Cu laminé 96%, recuit 200°C 1h, traction in situ, 25% de déformation. Référence: profil {200} sur monocristal Cu.

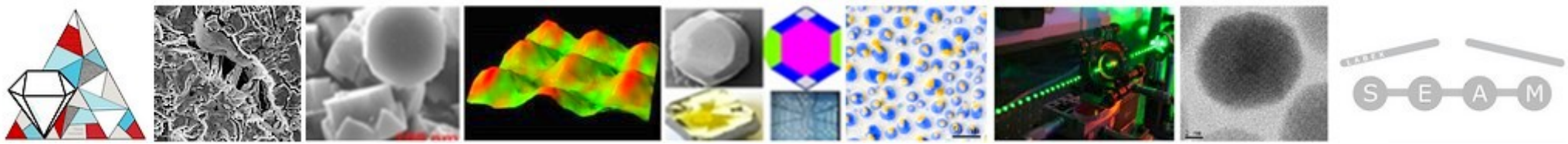


Points de mesure des profils.



Composante 1 : $\rho = 3.4 * 10^{14} \text{m}^{-2}$

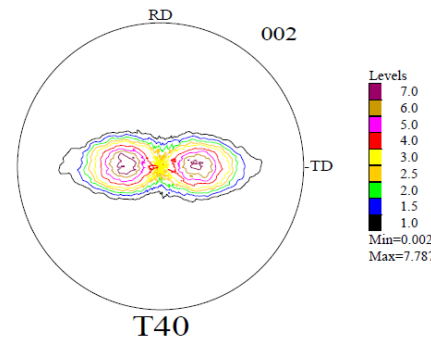
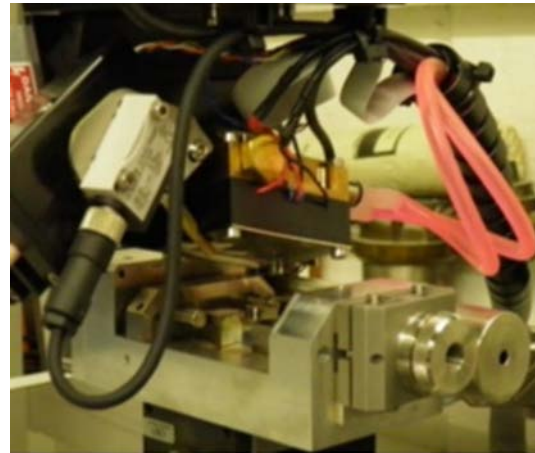
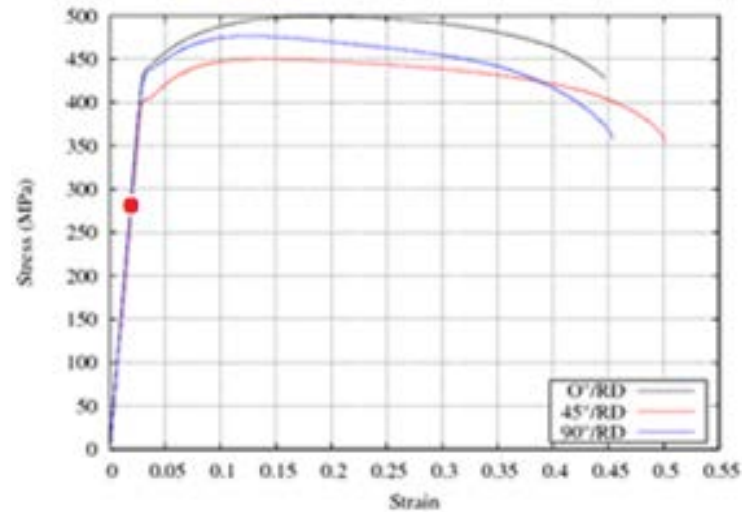
Composante 2 : $\rho = 5.6 * 10^{14} \text{m}^{-2}$



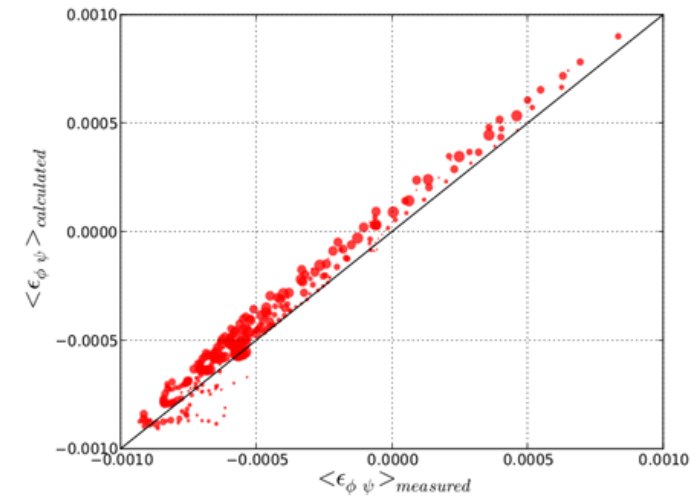
LABEX SEAM

DRX. Mesures des déformations, analyses des C.R. Maintien sous charge.

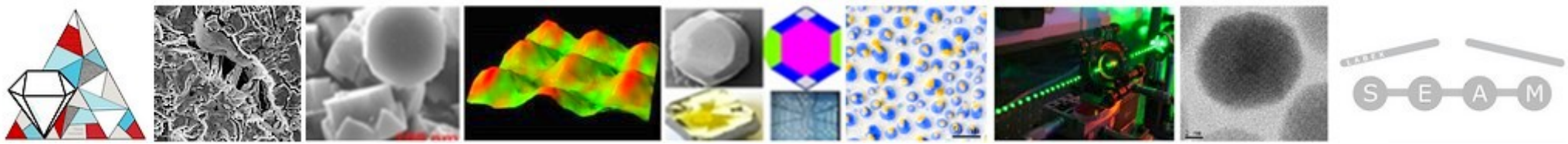
Titane pur, T40 texturé, sans contrainte initiale, chargement élastique (280 MPa).



Comparaison $\langle \epsilon_{\phi\psi} \rangle$
expérience _ modélisation,
 $\phi = 0^\circ$.



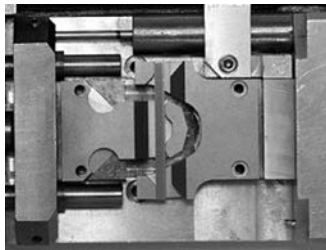
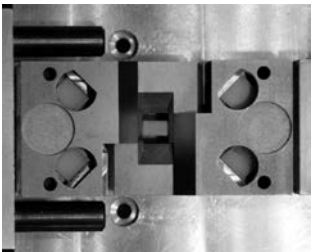
$$\underline{\underline{\sigma}}^{imp}(MPa) = \begin{pmatrix} 278 \pm 34 & -6 \pm 30 & 0 \\ -6 \pm 30 & 18 \pm 28 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$



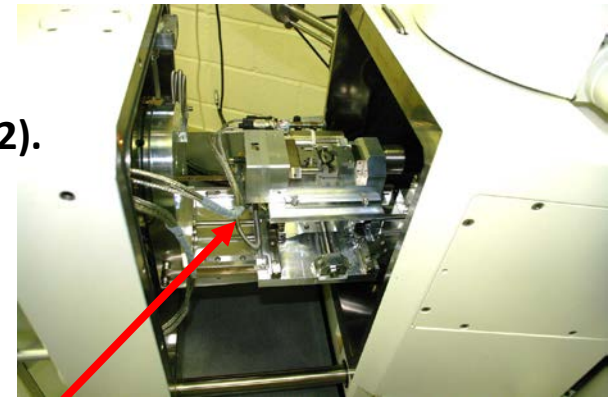
LABEX SEAM

MEB. Analyses couplées à différents essais mécaniques.

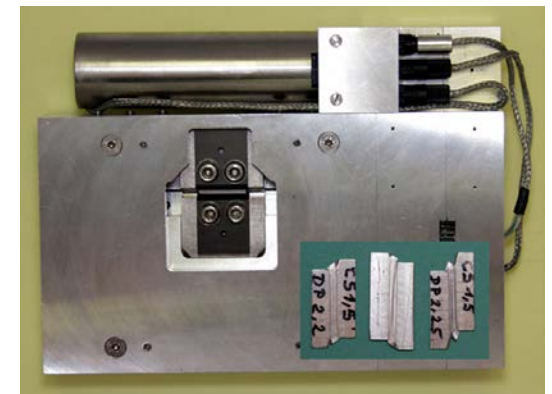
- Les machines d'essais mécaniques in situ: traction, compression, flexion 4 points, cisaillement, développées au LSPM-CNRS (1992-2012).
Capacités nominales : traction (10 kN, 800 °C),
compression (7,5 kN, 600 °C), flexion (3 kN), cisaillement (5 kN).



Accessoires: compression et flexion

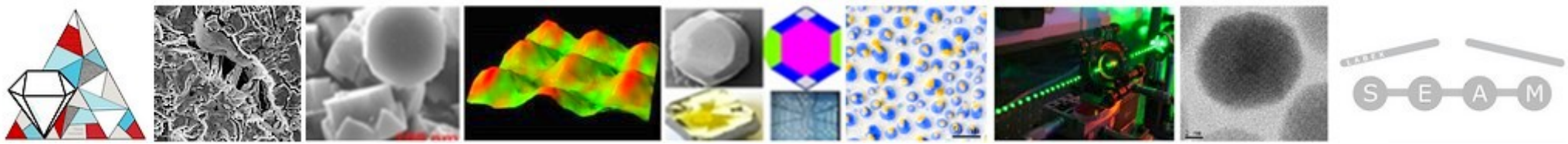


MEB FEG+ machine de traction

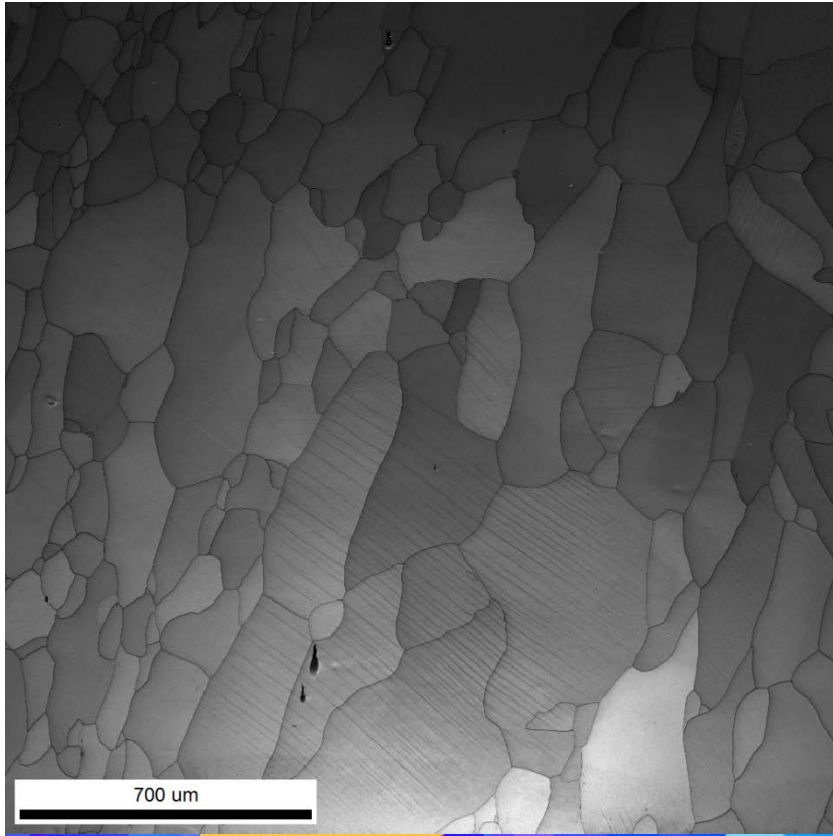


Machine de cisaillement

O. Brinza, Gn-MEBA, 12-2015

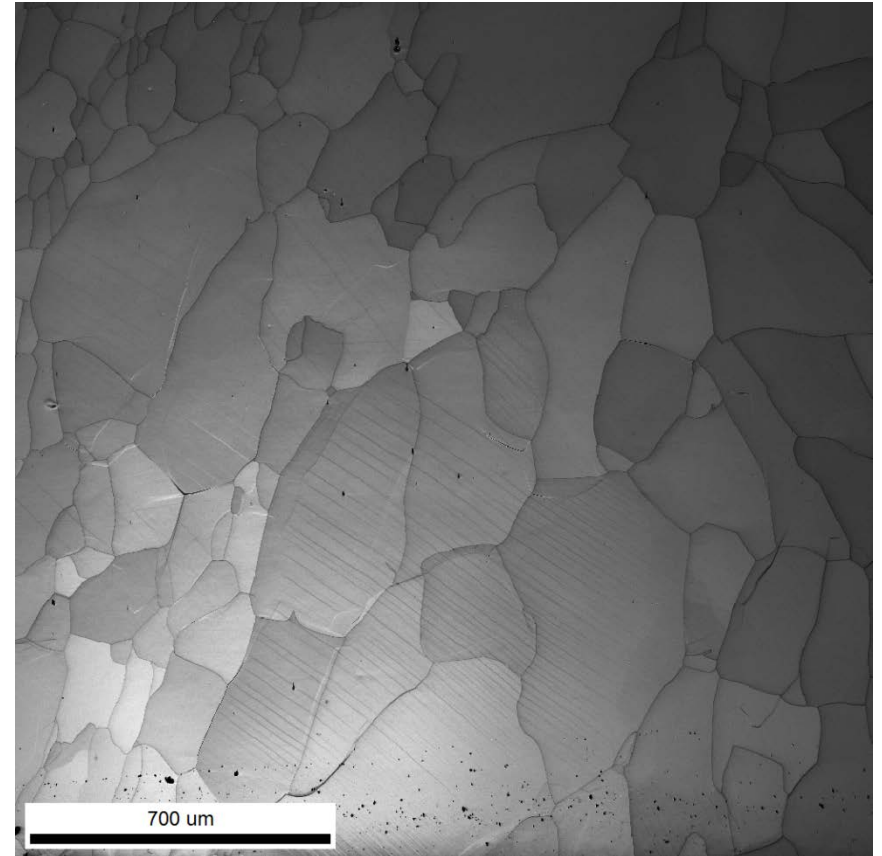


MEB. Essais couplés Température / Déformations.

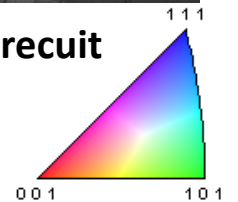


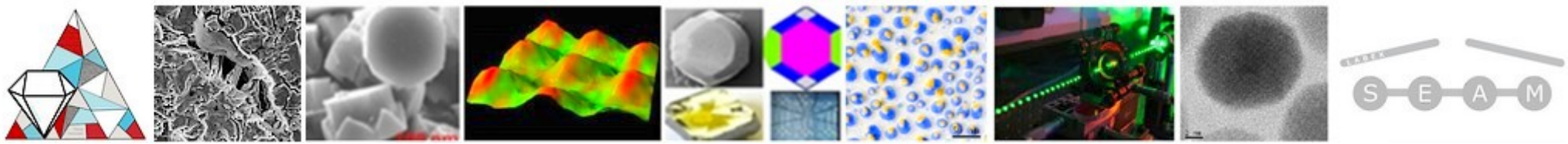
Al polycristallin- après 3% de traction.

*O. Brinza, Gn-MEBA, 12-2015
(thèse B. Beucia).*

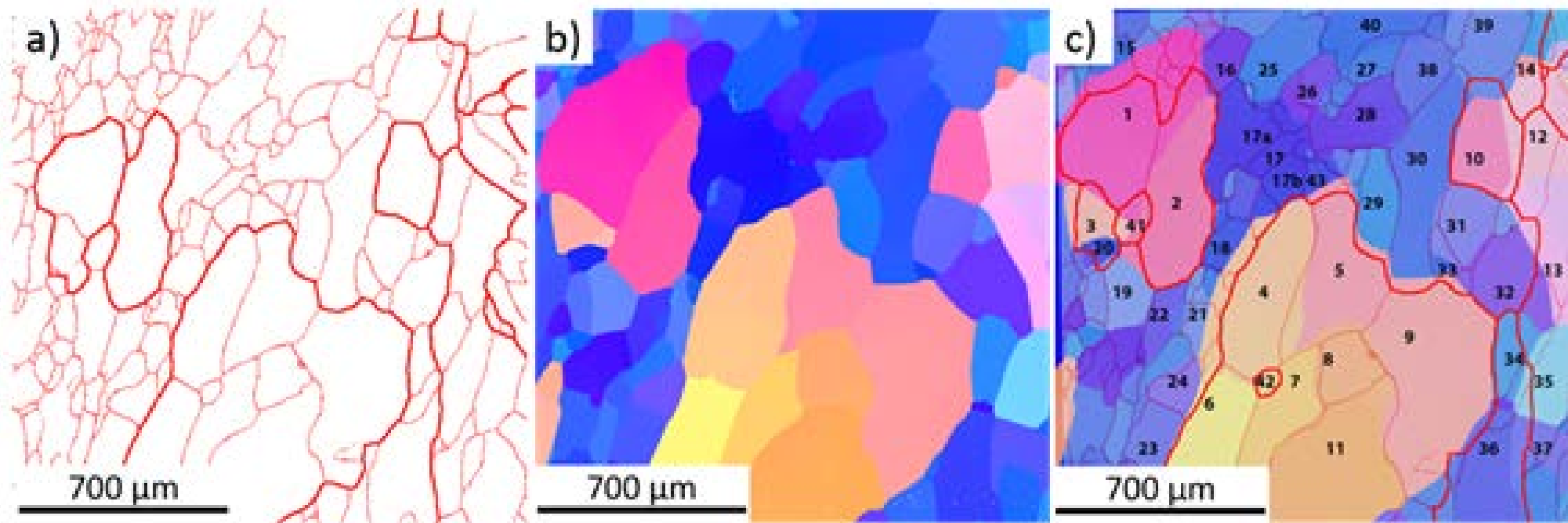


Après 3% de déformation et après recuit
in situ 400°C.

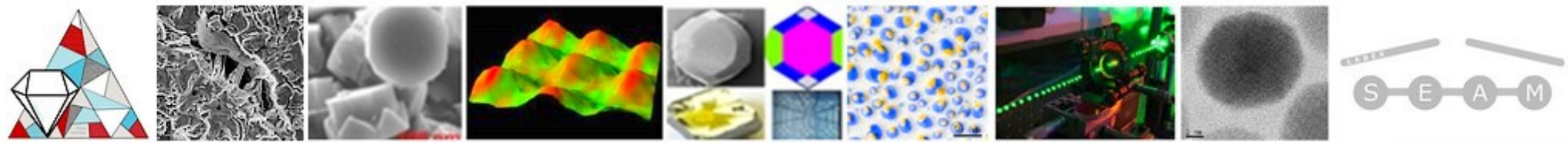




MEB. Analyse de ces résultats: migrations des joints de grains.

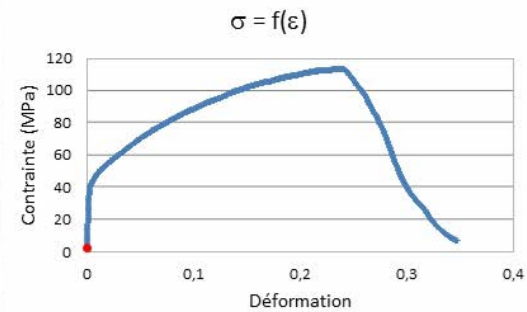
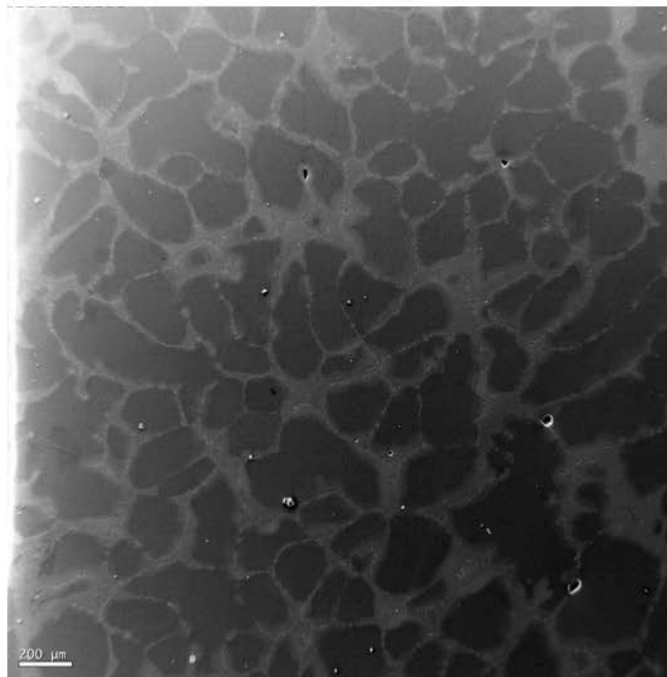


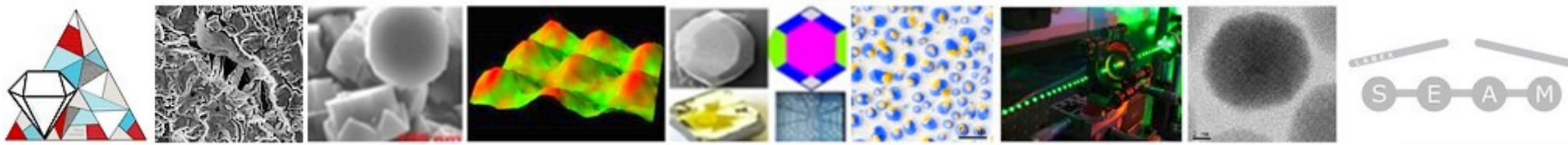
Caractérisations in situ: a): joints de grains avant migration b): EBSD après migration.
c): superposition de ces 2 états, visualisation de la migration.



MEB. Endommagement, suivi des mécanismes de déformation.

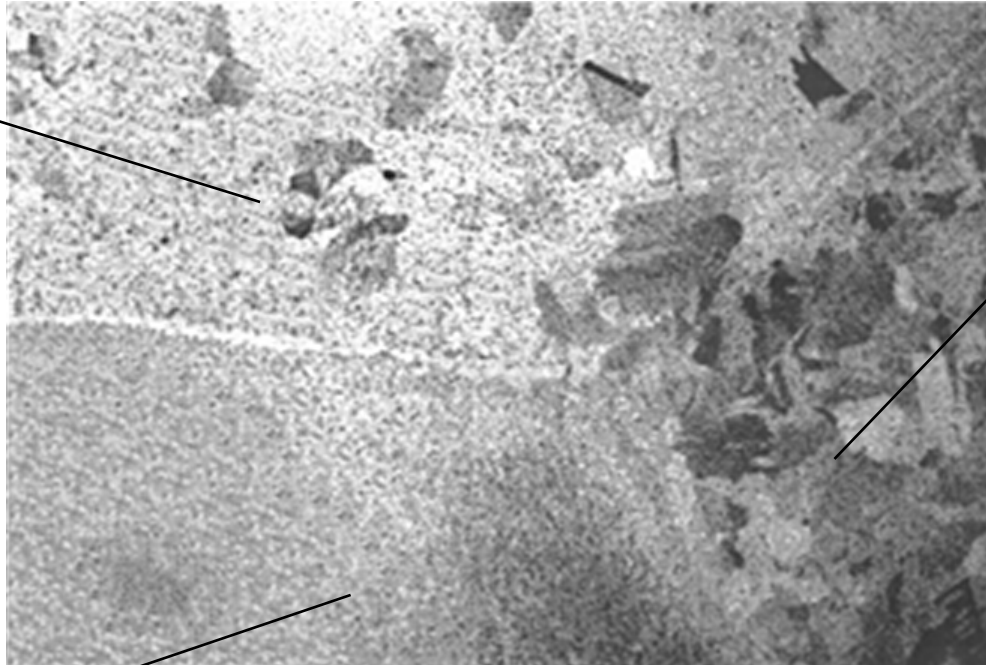
Traction in situ sur Cu poly cristallin.





MEB. Liens entre énergie stockée et mécanismes de recristallisation.

REX partielle
 $E_2 = 15.1 \text{ J/mol.}$

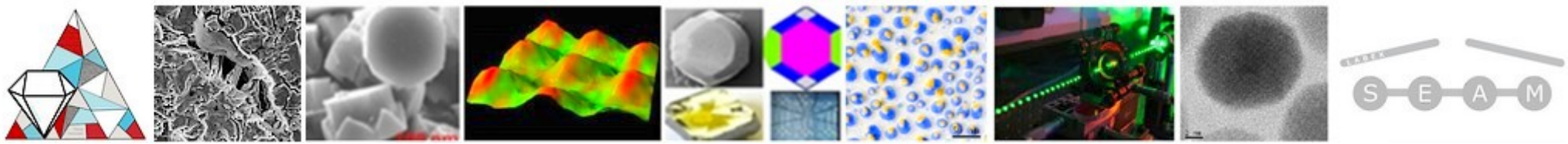


REX totale
 $E_1 = 17.3 \text{ J/mol.}$

Pas de REX
 $E_3 = 11.8 \text{ J/mol.}$

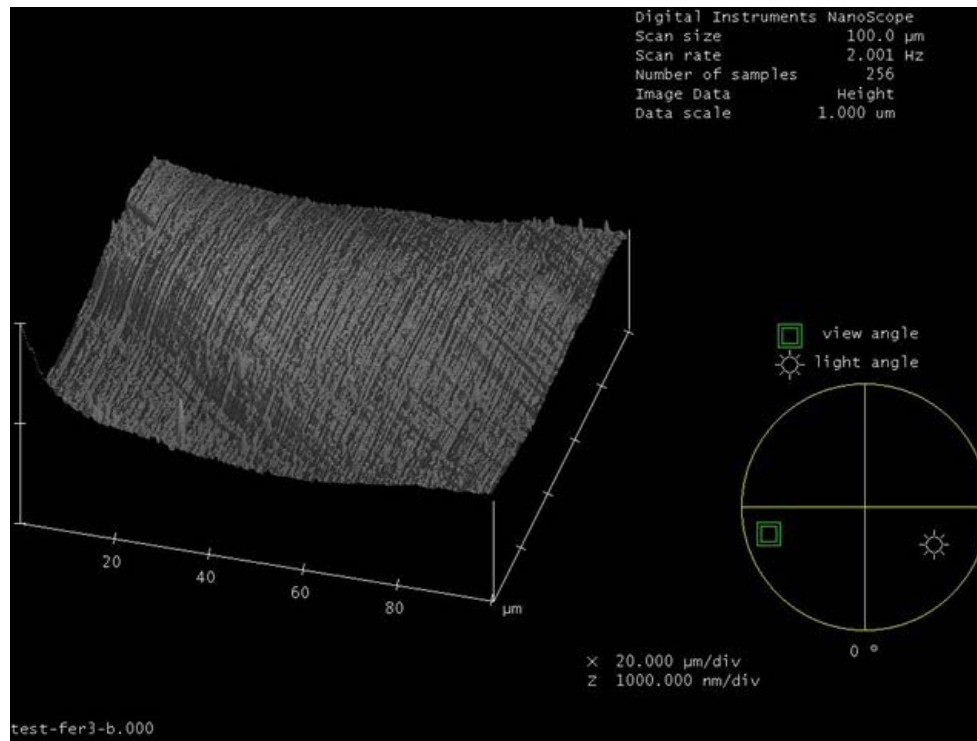
Recristallisation In situ, multi cristal
Cu après laminage. Énergie stockée
initiale déterminée par DRX haute
résolution.

Mohamed et Bacroix, 2000.

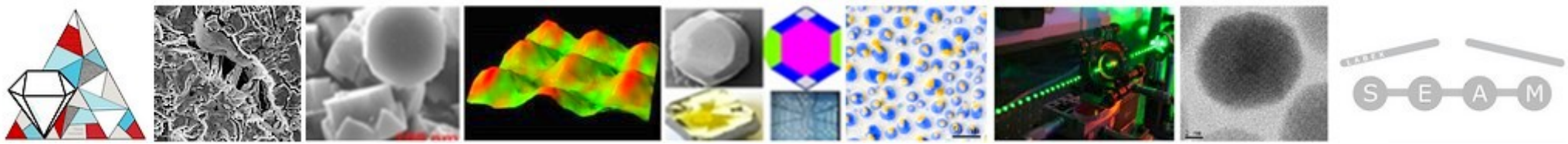


AFM. Traction in situ.

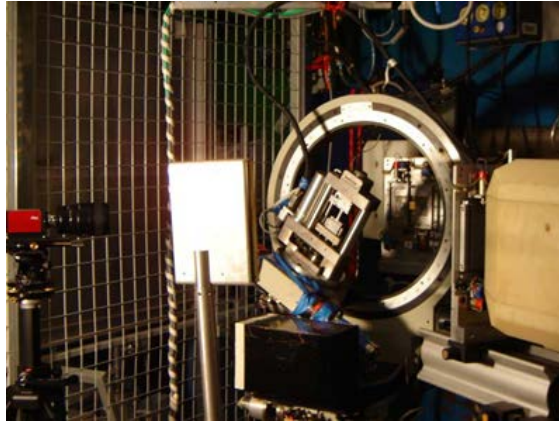
Développement d'essais in situ et d'une méthode de quantification 3 D des glissements à partir d'images AFM.



*Thèse L.T. Le, collab. P. Franciosi & C. Kahloun
 DISFAT, thèse N. Marti (F. Grégori).*



Valorisation, transfert de technologie:



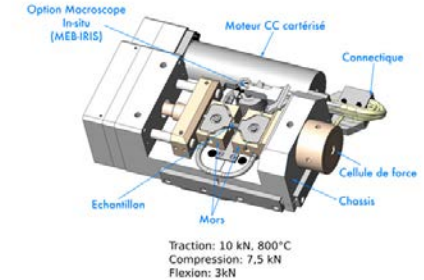
**Diffraction neutronique (ligne 6T1, LLB),
traction in-situ. Dispositif développé au LSPM.**

PLATINE DE TESTS MÉCANIQUES ET THERMIQUES AUTOMATISÉE POUR MEB

Partenariat avec le LSPM lab. COPS Vitrimex

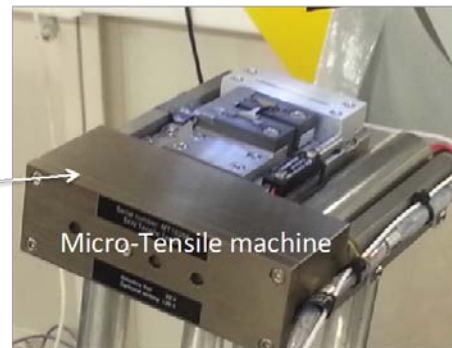
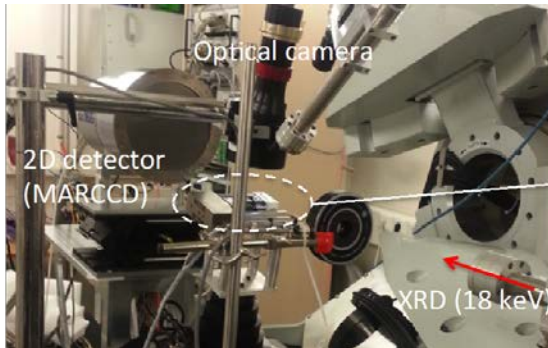
PLATINE DE TRACTION MT1000

- Configurée pour des analyses MEB à plat et tube (ESEM)
- Sans contrainte sur l'échantillon



- Double chauffage avec 2 boucles de régulation pour le contrôle de température, refroidissement eau
- Suspension NewTec à distance pour le contrôle du matériau (MEB). Plateforme et accessoires à acquisition de données depuis le MEB et détecteurs.

**Transfert de technologie: MT 1000 LSPM produite
depuis 2017 par la société NewTec .**



**Diffraction rayons X (synchrotron soleil),
traction in-situ. Dispositif développé au LSPM.**