

Journées thématiques des 3 et 4 juillet 2019 à l'ENSIP Poitiers

en parallèle avec le 16^{ème} colloque de la Société Française des Microscopies (Sfμ)

Mercredi 3 juillet 2019

10h00 - 10h45 Accueil des participants

10h45 - 12h30 Symposium commun SFμ: Sciences de la matière.

SC1 : Tomographie Multi-échelle :

10h45 - 11h15 . (Marco CANTONI, EPFL, Lausanne)

11h15 - 11h45 . (Lucian ROIBAN, Mateis, INSA Lyon)

11h45 - 12h15 **Imagerie 3D Raman et FIB dans le MEB: une nouvelle méthode pour la caractérisation minérale et morphologique de l'amiante environnementale.** (Guillaume WILLE, Didier LAHONDERE, Jeromine DURON: BRGM, Orléans - Ute SCHMIDT: WITec GmbH, Ulm, Allemagne - Jeremie SILVENT: Tescan France, Fuveau)

Le terme "amiante" regroupe un ensemble de 6 minéraux (1 serpentine, 5 amphiboles) qui cristallisent sous forme de fibres et présentent des propriétés spécifiques, telles qu'un caractère flexueux, une excellente résistance thermique, électrique, à la dégradation chimique [1]. L'amiante est classée cancérigène car l'inhalation de fibres provoque des maladies respiratoires, asbestose, cancers du poumon, mésothéliome [2]. L'amiante est interdit dans la plupart des pays. Cette interdiction s'applique également aux matériaux naturels exploités en carrière [3] ou utilisés dans les travaux publics. Cependant, les normes actuelles, basées sur l'analyse de fibres par MET, sont souvent inadaptées à ce type de matériaux massifs et fortement hétérogènes. En particulier, les protocoles de préparation sont souvent complexes et susceptibles de générer des fragments de clivage à partir d'amphiboles non fibreuses.

L'utilisation couplée d'un MEB/EDS et de l'imagerie par spectroscopie Raman confocale au sein d'un même système analytique est une nouvelle méthode qui permet à la fois de visualiser et d'identifier in-situ des fibres minérales submicrométriques dispersées au sein d'une matrice minérale, et d'en déterminer l'éventuel caractère asbestiforme. La combinaison, sur un même appareil, du MEB-FEG, de l'EDS et de l'imagerie Raman permet une localisation précise et l'identification de la nature minérale et de la morphologie des fibres sans méthode d'extraction de la matrice, jusqu'à un diamètre inférieur à 400nm [4]. De plus, l'imagerie Raman permet l'acquisition d'un volume 3D, apte à fournir des informations de morphologie des fibres notamment le ratio longueur/diamètre, et leur distribution dans le volume. Cette méthode est, par ailleurs, non-destructive.

En complément du 3D Raman, le MEB-FIB peut s'avérer un outil précieux. En effet, il permet

d'accéder à un voxel inférieur à 100nm, une résolution suffisante dans la plupart des cas pour les fibres d'amphiboles les plus fines. MEB-Raman et MEB-FIB peuvent être connectés sur le même appareil [4], offrant ainsi un ensemble analytique complet pour la problématique amiante environnemental.

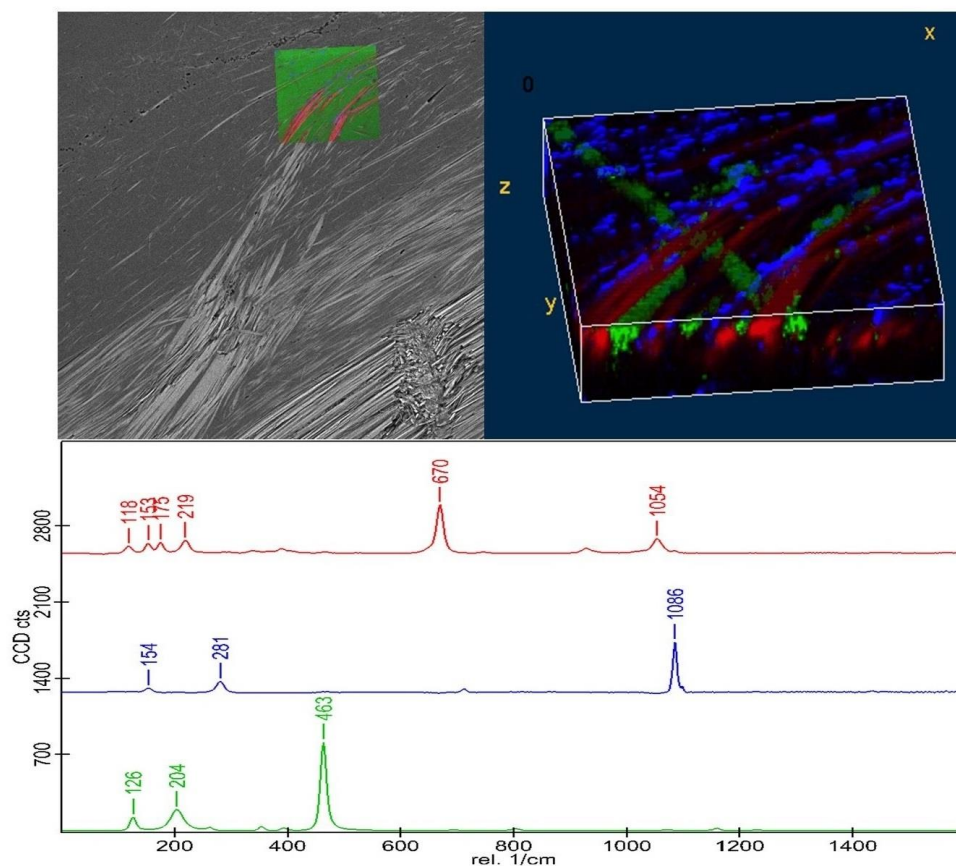


Figure 1 : Cartographie Raman 2D et volume 3D - Fibres d'actinote (rouge) dans une matrice de quartz (vert) et calcite (bleu)

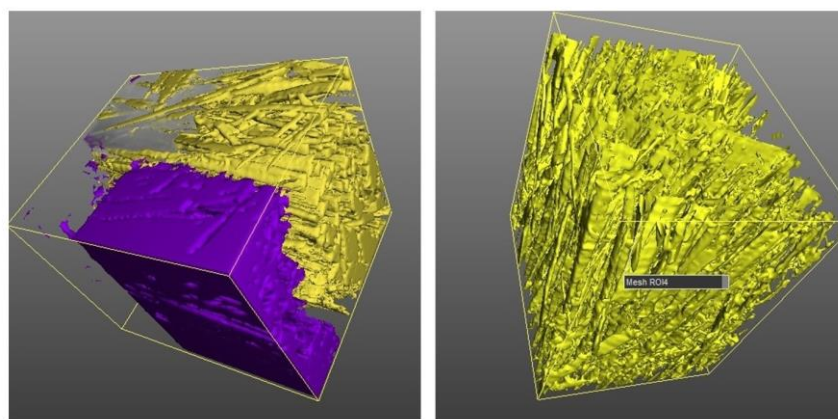


Figure 2 : Volume 3D MEB-FIB - Fibres de ferro-actinote (jaune) dans une matrice d'orthose (violet)

Références:

- [1] WHO, Environmental Health criteria 53, Geneva (1986)
- [2] L. Kazan-Allen, LUNG CANCER, 49(S1) (2005), S3
- [3] D. Lahondère et al., ENVIRON EARTH SCI 77 (2018), 385
- [4] J. Jiruše et al. J VAC SCI TECHNOL B, 32 (2014), 06FC03-1

12h30 - 14h00 Déjeuner libre

14h00 - 14h30 Présentations des exposants

14h30 - 15h00 Cryo-MEB en biologie - Cryo-préparations en mode Pression Contrôlée - Applications en recherche forestière.. (Christophe ROSE, Centre INRA-GRAND-EST-NANCY - Plateforme Silvatech - christophe.rose@inra.fr)

En biologie, les préparations d'échantillons congelés permettent l'observation à haute résolution et la micro-analyse X, sous vide et sous faisceau électronique, des tissus et structures et contenus cellulaires (fractures) conservés dans des conditions très proches de leur état naturel.

Ces observations sont conditionnées par le respect rigoureux de préparations (congélation rapide, fractures, sublimation des artefacts de glace superficielle, métallisation...) principalement réalisées sous vide secondaire et platine porte échantillon à température cryogénique (-140°C).

En recherche forestière la maîtrise fine et le développement de ces protocoles est essentielle pour l'observation et la micro-analyse X au MEB d'échantillons massifs (quelques cm³) et peu conducteurs. Des approches récentes de cryo-préparation et cryo-observations en mode pression contrôlée ont été réalisées dans le but d'optimiser certaines procédures.

15h00 - 15h30 Les premières roches du système solaire au microscope électronique (Alice ALEON TOPPANI, Institut d'Astrophysique Spatiale, Université Paris XI, Orsay)

L'étude en laboratoire de matériaux extraterrestres issus des astéroïdes/comètes (météorites, poussières interplanétaires, échantillons ramenés par les missions spatiales) ou d'autres corps planétaires est fondamentale pour améliorer nos connaissances sur la formation et l'évolution du Système solaire.

Il existe en particulier des météorites, les chondrites primitives, qui sont issues de corps qui n'ont quasiment pas été modifiés depuis 4,5 Ga. Ces chondrites primitives peuvent être considérées comme des fossiles ayant enregistré les premiers instants de la formation de notre système solaire. Ce sont des objets complexes issus de l'agrégation de poussières (sub)-micrométriques échantillonnant l'ensemble du système solaire, des grains néo-formés dans les régions chaudes proches du soleil aux grains interstellaires préservés dans les régions externes froides.

Leur étude par microscopie électronique a notamment permis de mieux comprendre cet échantillonnage, de caractériser ces poussières et donc de mieux comprendre la formation planétaire.

15h30 - 16h00 Préparation et observation de composite de ciment de phosphate de calcium injectable (ciment+sang). - Révélation de la structure organique. (François-Xavier LEFEVRE, Bruno BUJOLI, Jean-Michel BOULER, Laboratoire CEISAM, UMR CNRS 6230 – Université de Nantes, Nantes)

Les substituts osseux basés sur les phosphates de calcium (CaP) sont développés depuis des décennies. Par exemple, l'utilisation en chirurgie osseuse des céramiques CaP qui peuvent se résorber « in vivo » et être remplacées par de l'os naturel est devenue courante. Les ciments de phosphate de calcium injectables (CPCs), quant à eux apparaissent comme une option très intéressante permettant une chirurgie mini invasive en offrant des meilleures propriétés mécaniques.

Cependant il reste des points à améliorer comme leurs propriétés mécaniques (résistance à la fatigue), de manipulation (injectabilité) et biologiques (résorption/osteoconduction). Dans ce but, il a été ajouté aux ciments des substances organiques (comme des polymères ou du sang) biocompatibles et biodégradables. L'affinité entre les polymères et les composés de phosphate de calcium permet le transfert des contraintes à l'interface inorganique/organique.

A la suite de réactions d'hydrolyse et de précipitation, le ciment pris est un matériau poreux très hétérogène constitué de particules apatite déficiente en Ca (CDA) de l'ordre de 1 à 10 µm et la taille des pores s'étale du submicronique dans les particules et de la dizaine de µm entre les particules jusqu'à des cavités de plusieurs dizaines de µm issues de bulles créées lors du mélange de la poudre de ciment et de l'eau. La microscopie électronique à Balayage s'avère donc un bon outil pour observer ces objets.

Cet exposé présentera l'étude MEB d'un ciment de phosphate de calcium, de son équivalent composite ciment + sang et de la matrice organique seule après décalcification du composite.

Seront décrit :

- La méthode de décalcification des ciments.*
- Les méthodes de déshydratation de la matrice organique (séchage à l'air - lyophilisateur - méthode de contournement de point critique).*
- Le polissage ionique (cross section polisher) et ses différents réglages pour les 3 types d'échantillons.*

16h00 - 16h30 Imagerie, EDS et EBSD en mode environnemental : études de matériaux non-conducteurs, humides et gras (Egle CONFORTO, LaSIE, La Rochelle Université, Avenue Michel Crépeau, 17042 Cedex 1, La Rochelle)

La microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM) permet d'étudier toutes les surfaces originales de solides, même non-conductrices, humides et grasses sans aucune préparation, en évitant ainsi l'introduction d'artefacts à la surface des échantillons. Le MEB équipé d'un double système de pompage et de détecteurs spécifiques nous permet d'étudier en imagerie, EDS et EBSD sous pression de vapeur d'eau entre 0.3 et 5 mbar, des matériaux pour des applications très différentes en recherche fondamentale et en R&D.

Parmi eux figurent: matériaux pour la construction civile (béton, pierre, argile, sable transformé, peintures), métaux traités pour résister aux milieux corrosifs, titane et zirconium chargés en hydrogène pour l'usage comme biomatériaux et dans le nucléaire, compléments alimentaires enrobés en matière grasse ou en gélatine, traitements capillaires par des shampoings BIO, surveillance de contamination environnementale à travers l'identification de particules retenues sur le corps d'abeilles, valorisation de chutes et déchets de bois, etc.

Le mode environnemental est idéal pour l'étude d'objets archéologiques extraits de fouilles terrestres et subaquatiques, ainsi que pour les expertises judiciaires en corrosion anormale de structures métalliques utilisées en constructions civile et navale.

Des études en mode environnemental dans le cadre des projets de recherche du LaSIE seront présentées. Nous avons récemment acquis un équipement double-colonne FIB/MEB à pression variable (vapeur d'eau/azote) en vue de nouvelles applications, qui seront aussi abordées..

16h30 – 17h15 Pause et Posters

17h15 - 17h45 Verres, vitrocéramiques et céramiques à base de TeO₂: compréhension des phénomènes ordre-désordre. (Sébastien CHENU¹, Jean-René DUCLERE¹, Maggy COLAS¹, Julie CORNETTE¹, Yann LAUNAY¹, François BRISSET², Mathieu ALLIX³, Cécile GENEVOIS³, Emmanuel VERON³, Pierre-Eugène COULON⁴, Philippe THOMAS¹, Gaëlle DELAIZIR¹)

1. Institut de Recherche sur les Céramiques (IRCER), UMR 7315, Université de Limoges, Centre Européen de la Céramique, Limoges
2. Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay (ICMMO), UMR 8182 CNRS, Orsay
3. Conditions Extrêmes et Matériaux : Haute Température et Irradiation (CEMHTI), UPR3079 CNRS, Orléans
4. Laboratoire des Solides Irradiés, Ecole Polytechnique, Palaiseau

Les verres à base de TeO₂ sont intéressants pour leurs propriétés de transmission dans le domaine infrarouge jusqu'à 5.5 µm ce qui permet d'envisager ces matériaux en tant que lentille de caméra infrarouge ou de capteurs biomédicaux par exemple.

Récemment, une étude a été menée dans le système ternaire TeO₂-Nb₂O₅-Bi₂O₃. Selon la composition choisie, des phénomènes de i) polyamorphisme, ii) de cristallisation totale et congruente du verre permettant d'obtenir des céramiques hautement transparentes ont été mis en évidence [1-2].

Cette dernière céramique transparente dopée aux ions Nd³⁺ a montré récemment des propriétés laser [3].

Des études structurales et microstructurales ont été menées pour avoir une meilleure compréhension des phénomènes ordre-désordre apparaissant dans ces matériaux « originaux » au cours des différents traitements thermiques des verres de base.

Références :

[1] "New transparent glass-ceramics based on the crystallization of "anti-glass" spherulites in the Bi₂O₃-Nb₂O₅-TeO₂ system", A. Bertrand, J. Carreaud, G. Delaizir, M. Shimoda, J. R. Duclère, M. Colas, M. Belleil, J. Cornette, T. Hayakawa, C. Genevois, E. Veron, M. Allix, S. Chenu, F. Brisset, P. Thomas, *Crystal Growth and Design*, 15, 5086-5096 (2015)

[2] "Scalable and formable tellurite-based transparent ceramics for near infrared applications", A. Bertrand, J. Carreaud, S. Chenu, M. Allix, E. Véron, J.-R. Duclère, Y. Launay, T. Hayakawa, C. Genevois, F. Brisset, F. Célarié, P. Thomas, G. Delaizir, *Advanced Optical Materials*, 4, 1482-1486 (2016)

[3] "Nd³⁺-doped transparent tellurite bulk laser", M. Dolhen, M. Tanaka, V. Couderc, S. Chenu, G. Delaizir, T. Hayakawa, J. Cornette, F. Brisset, M. Colas, P. Thomas, J.-R. Duclère, *Scientific Reports*, 8, 4640 (2018)

17h45 - 18h15 Le démouillage de couches minces d'argent observé par MEBE à haute température (Paul JACQUET^{1,2,3}, Joseph LAUTRU⁴, Renaud PODOR⁴, Jérémie TEISSEIRE¹, Iryna GOZHUK¹, Jacques JUPILLE^{2,3}, Rémi LAZZARI^{2,3})

1. Surface du Verre et Interfaces, UMR 125 CNRS/Saint-Gobain Recherche, 39 quai Lucien Lefranc, F-93303 Aubervilliers
2. CNRS, UMR 7588, Institut des NanoSciences de Paris, 4 place Jussieu, F-75005 Paris
3. Sorbonne Universités, UPMC Univ Paris 06, UMR 7588, Institut des NanoSciences de Paris, 4 place Jussieu, F-75005 Paris
4. ICSM, CEA, CNRS, ENSCM, Univ Montpellier, Marcoule

Le traitement thermique de couches minces peut générer un phénomène de démouillage qui se traduit par la fragmentation de la couche initiale en îlots métalliques, de tailles, de formes et de connectivités variables. Le démouillage d'une couche mince peut être désiré (et contrôlé) pour texturer des surfaces et leur conférer des propriétés particulières.

Le microscope électronique à balayage environnemental, couplé à une platine chauffante, est un outil de choix pour étudier le démouillage de couches minces d'argent en direct. Outre sa capacité de fonctionner dans des environnements gazeux divers, il permet d'enregistrer des séries d'images d'une même zone à différents grossissements, avec une vitesse d'acquisition minimale de l'ordre d'une seconde. Les images brutes vont permettre de visualiser directement la cinétique de démouillage et, après traitement numérique des séries d'images, il est possible de proposer des mécanismes associés aux phénomènes observés.

Plusieurs exemples d'études des processus de démouillage de couches minces d'argent, menées dans différentes atmosphères ou sur des substrats texturés, seront présentés. Ils permettront d'illustrer l'apport de l'utilisation du MEBE à haute température pour décrire précisément les processus et les cinétiques de démouillage des films minces métalliques.

Jeudi 4 Juillet 2019

09h00 – 09h30 L'utilisation du MEB-EDS-EBSD pour les caractérisations métallurgiques et l'analyse des modes de rupture assistée par l'hydrogène d'alliages métalliques. (Abdelali OUDRISS*, Rémy MILET, Guillaume LOTTE, Stéphane COHENDOZ, Cyril BERZIOU, Egle CONFORTO, Juan CREUS, Xavier FEAUGAS, La Rochelle Université, LaSIE CNRS UMR 7356, Avenue Michel Crépeau, F-17000 La Rochelle)
*abdelali.oudriss@univ-lr.fr

Dans le cadre de nos activités de recherche, l'utilisation de la microscopie électronique à balayage (MEB) est primordiale pour la caractérisation des microstructures et l'analyse des modes de défaillance des matériaux métalliques.

Nous citons à titre d'exemple nos travaux sur la fragilisation par l'hydrogène qui nécessitent une très bonne connaissance des états métallurgiques à différentes échelles de la microstructure qui sont susceptibles d'influencer les processus de diffusion et de piégeage de l'hydrogène, et par conséquent induire une fragilisation du matériau.

Cette caractérisation multi-échelle a pour objectif de comprendre les mécanismes de rupture assistée par l'hydrogène. Ainsi, dans le cas des matériaux que nous étudions au sein du LaSIE (aciers martensitiques, alliages base nickel, aciers inoxydables, alliages de titane, ...etc) différentes caractéristiques sont analysées et quantifiées par MEB-EDS telle que l'état inclusionnaire (tailles, distributions et chimie), la texture, taille de grains et la nature des joints de grains par EBSD.

D'autre part, suite aux essais mécaniques (traction, fatigue) jusqu'à la rupture, les faciès sont généralement analysées par MEB (fractographie) afin d'identifier le(s) mode(s) d'endommagement et les associés aux conditions mécaniques, états métallurgiques et nature de l'hydrogène (diffusible ou/et piégé).

09h30 - 10h00 Spectromètre ToF-SIMS installé sur un MEB-FIB : atouts et limites d'utilisation (Rémi MERCIER*, Electricité de France - Direction Industrielle - Département Matériaux et Chimie, CNPE de Chinon, BP23, F-37420 Avoine)
-ANNULE-
*remi.mercier@edf.fr

Afin de toujours mieux caractériser, comprendre et maîtriser les mécanismes de dégradation pouvant affecter les composants des centrales nucléaires, la Direction industrielle d'EDF recherche en permanence les meilleures techniques de caractérisation des matériaux pour équiper son laboratoire « chaud » d'expertise (LIDEC).

C'est dans ce contexte qu'en 2015, il a mis en exploitation dans une cellule haute activité un microscope double faisceaux (MEB-FIB) pour le prélèvement localisé de lames minces MET, la réalisation de cross-section et la redondance pour l'expertise MEB courante (fractographie, métallographie, microanalyse élémentaire...).

L'équipement de ce microscope est complété par un spectromètre de masse des ions secondaires à analyseur par temps de vol (ToF-SIMS). Le but de cet investissement est d'améliorer :

- la capacité de détection locale des éléments légers (B,...) et/ou en faible proportion comme les polluants (Pb, S, Cl,...) ;

- la résolution en imagerie chimique en bénéficiant du faible volume d'interaction des ions gallium avec la matière (< 100 nm³) ;

L'exposé présentera d'abord le principe de fonctionnement de notre spectromètre ToF-SIMS. Ensuite, les atouts et limites d'utilisation de cet appareil seront illustrés par l'intermédiaire de cas concrets rencontrés au laboratoire lors du développement de méthode.

10h00 - 10h30 Détection de traces de composés toxiques résiduels dans des poudres céramiques oxydes. (Jean-Louis LONGUET, CEA/Le Ripault - 37250 Monts)

Les règles d'utilisation de certains composés chimiques sont définies à partir des risques engendrés par ces composés. L'annexe 1 de la directive européenne 67/548/EC contient une liste de classification et d'étiquetage de substances réglementées au sein de l'UE. C'est notamment le cas de l'oxyde de nickel (NiO) qui est classé comme Toxique (T) et Cancérogène-Mutagène-toxique pour la Reproduction (CMR). Pour classer CMR une préparation, l'arrêté du 09/11/04 définit le seuil en concentration de ce produit au sein du matériau à 0,1% en masse, c'est-à-dire un niveau très bas, que l'on peut qualifier de « traces » dans le domaine de la microanalyse X.

Nous présentons ici une méthode originale pour détecter des traces éventuelles de NiO dans des céramiques de type oxydes ferromagnétiques au niveau du seuil réglementaire européen. Elle est basée sur une analyse locale de composition chimique par microsonde de Castaing.

Le principe de base consiste à tirer parti de la grande différence de teneur en nickel entre les deux composants. En sondant de manière locale la préparation par cartographies X, il est possible de détecter ces variations à l'échelle de quelques micromètres. Avec 40 zones d'analyse, 80% de la surface totale d'une préparation polie (~ 300 mm²) peuvent être étudiés dans un délai raisonnable avec une résolution spatiale adaptée à la microstructure. Un post-traitement des cartes de rayons X est réalisé pour détecter les zones riches en nickel (comme le NiO par exemple) et en quantifier un taux surfacique.

10h30 - 11h15 Pause et Posters

11h15 - 11h45 Etudes Structurales MEB/MET d'hétérostructures cœur coquilles à base de nanofils de ZnO pour l'opto-électronique. (Laetitia RAPENNE¹, Thomas COSSUET¹, Romain PARIZE¹, Joao RESENDE¹, Florence ROBAUT², Gilles RENO², Estelle APPERT¹ et Vincent CONSONNI¹)

1. Univ.Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LMGP, F-38000 Grenoble, France
2. Univ.Grenoble Alpes, SIMAP, Grenoble INP, CNRS, F-38042 Saint-Martin d'Hères

Le développement d'architectures nanostructurées originales composées de matériaux abondants et non-toxiques sous forme de réseaux de nanofils à base de ZnO fait l'objet d'un fort intérêt pour la fabrication de dispositifs fonctionnels efficaces et à bas coût.

La synthèse des nanofils de ZnO est réalisée par dépôt en bain chimique sur des couches d'amorces polycristallines de ZnO. Elle peut se faire de manière localisée à l'aide de la lithographie assistée par nano-impression. Ces nanofils de ZnO sont ensuite combinés avec des coquilles semiconductrices absorbantes de type p par dépôt chimique en phase liquide ou en phase vapeur afin de fabriquer des hétérostructures cœurs-coquilles originales.

Ces types d'hétérostructures coeur-coquille permettent la fabrication de cellules solaires à absorbeurs extrêmement minces (Sb₂S₃,...) ou encore des photo-détecteurs UV (ZnO/CrCuO₂) autoalimentés prometteurs, présentant d'excellentes performances en termes de réponse spectrale et de temps de réponse.

Cet exposé présentera l'apport des études structurales par microscopies électroniques à balayage et à transmission en particulier avec l'utilisation des techniques EBSD en transmission (t-EBSD ou encore TKD : Transmission Kikuchi Diffraction), HRTEM, STEM EDX et ASTAR (Automatic Crystal orientation and phase Mapping) pour l'optimisation des propriétés physiques de ces hétérostructures.

Références :

[1] T. Cossuet, J. Resende, L. Rapenne, O. Chaix-Pluchery, C. Jimenez, G. Renou, A.J. Pearson, R.L.Z. Hoye, D. Blanc-Pelissier, N.D. Nguyen, E. Appert, D. Munoz-Rojas, V. Consonni, and J.L. Deschanvres, ZnO/CuCrO₂ Core-Shell Nanowire Heterostructures for Self-Powered UV Photodetectors with Fast Response. *Advanced Functional Materials*, 28 (43): p. 1803142, 2018.

[2] R. Parize, A. Katerski, I. Gromyko, L. Rapenne, H. Roussel, E. Karber, E. Appert, M. Krunks, and V. Consonni, ZnO/TiO₂/Sb₂S₃ ou SnS Core Shell Nanowire Heterostructure for Extremely Thin Absorber Solar Cells. *J. Phys. Chem. C*, 121 (18), pp 9672–9680, 2017.

11h45 - 12h15 Développement d'alliages par l'étude de couples de diffusions : couplage de cartographies spectrales et d'analyse d'image. (Antoine LACOUR-GOGNY-GOUBERT, Département matériaux et structures, ONERA, The French Aerospace Lab - Centre de Châtillon, Châtillon, France)

Dans le but de développer des alliages métalliques pour la turbine basse pression des moteurs d'avions pouvant soutenir des températures de services plus élevées, plusieurs pistes sont étudiées.

Les alliages ternaires Ti-Nb-Al, de par leur microstructure, sont des candidats intéressants toutefois leur utilisation est limitée en température. Une piste pour améliorer les propriétés de ces alliages, tout en conservant leur microstructure est d'ajouter des éléments réfractaires au système ternaire. Toutefois le contrôle de la composition des alliages est primordial et leur microstructure est très sensible à celle-ci.

Pour cela l'étude de couples de diffusions a été entreprise, permettant d'observer l'évolution de la microstructure des alliages en fonction du gradient chimique. Afin de quantifier à la fois l'évolution de la composition chimique de l'alliage ainsi que l'évolution de la fraction de phase, des techniques de cartographies spectrales et de l'analyse d'image ont été couplés.

Ici l'accent sera mis sur les conditions expérimentales permettant d'obtenir des données quantitatives et fiables sur l'évolution de la composition chimique et de la fraction de phase.

12h15 - 13h45 Déjeuner libre

13h45 - 14h15 Présentations des exposants

14h15 - 14h45 **Etude de composites Al/ ω -Al-Cu-Fe : Mécanismes de formation de la phase ω -Al-Cu-Fe et caractérisation des propriétés mécaniques de la matrice Al.** (Aurélien JOSEPH¹, Véronique GAUTHIER-BRUNET¹, Anne JOULAIN¹, Christophe TROMAS¹, Dominique EYIDI¹, François BRISSET², Sylvain DUBOIS¹, Joël BONNEVILLE¹, Jean-Philippe MONCHOUX³)

1. INSTITUT P' – CNRS, Université de Poitiers, SP2MI – Boulevard Marie et Pierre Curie, 86962 Futuroscope Chasseneuil
2. ICMO – CNRS- Université Paris-Sud - Bâtiments 410/420/430 - Rue du doyen Georges Poitou, 91405 Orsay cedex
3. CEMES - CNRS – 29 rue Jeanne Marvig, BP 94347, 31055 Toulouse

Des matériaux composites à matrice Al renforcée par des particules d'alliage ω -Al₇Cu₂Fe ont été synthétisés par frittage flash SPS à partir de poudre icosaédrique i-Al-Cu-Fe et de poudre d'aluminium. La transformation de phase de i-Al-Cu-Fe en ω -Al-Cu-Fe est étudiée à partir d'observations in-situ de l'évolution de la microstructure d'un composite Al/i-Al-Cu-Fe soumis à un traitement thermique jusqu'à 823K au moyen du MEB-FEG équipé d'une platine chauffante. Les observations MEB et les analyses EDX, effectuées post-mortem sur un composite Al/ ω -Al-Cu-Fe partiellement transformé viennent compléter les observations in-situ.

Les résultats montrent que la transformation de phase s'accompagne de la formation d'une phase liquide et de l'apparition de composés AlCu et Al₂Cu. Elle met en jeu la diffusion des trois éléments cuivre, aluminium et fer. Parallèlement, la matrice Al s'enrichit en cuivre. La microstructure complexe finale dépend de la porosité initiale.

La déformation plastique du composite se situant essentiellement dans la matrice, une caractérisation locale des propriétés mécaniques de celle-ci a été réalisée par nano-indentation. La particularité des cartographies obtenues, à partir de réseaux réguliers d'empreintes de nanoindentation, réside dans l'existence d'un gradient de dureté au sein de la matrice aluminium.

Les analyses chimiques locales réalisées par EDX au sein de la matrice mettent en évidence la corrélation entre gradient de dureté et gradient de concentration en cuivre. L'analyse des courbes de charge-décharge ainsi que les observations MET mettent en évidence l'interaction dynamique des dislocations et des atomes de cuivre en solution.

14h45 - 15h15 **Microstructure et propriétés mécaniques de composite Cu/C fabriqué par méthode solide-liquide.** (Valérie AUDURIER¹, Dominique EYIDI³, Clio AZINA^{1,2}, Joël BONNEVILLE³, Yong Feng LU², Anne JOULAIN³, Jean-François SILVAIN^{1,2})

1. Université Bordeaux, ICMCB-CNRS, 33608 Pessac, France
2. Department of Electrical and Computer Engineering, University of Nebraska-Lincoln, USA

GROUPEMENT NATIONAL DE MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ET DE MICROANALYSES
GN-MEBA - SFP – 33 rue Croulebarbe – 75013 PARIS

Tél : 33 (0)1 44 08 67 10 Fax : 33 (0)1 44 08 67 19 Web : <http://www.gn-meba.org> SIRET 442 011 854 00027

Enregistré au titre de la formation permanente sous le numéro 11 75 40389 75, cet enregistrement ne vaut pas agrément de l'Etat

3. Institut Pprime, CNRS – Université de Poitiers, France

Les températures de fonctionnement élevées dans l'industrie microélectronique limitent la durée de vie des composants électroniques. De ce fait, la dissipation thermique dans les composants microélectroniques s'avère capitale. Des drains thermiques sont alors utilisés pour évacuer la chaleur produite par le fonctionnement du composant. Dans ce contexte, nous proposons une alternative aux drains métalliques aux coefficients thermiques élevés par un système composite à matrice cuivre renforcée par des fibres de carbone.

Les composites sont synthétisés à l'aide d'un processus dit semi-liquide pour obtenir des gradients de composition et des propriétés optimisées d'interface matrice - renfort. Des éléments d'alliage (Cu-Ti) sont insérés dans le matériau pour former des interphases de carbure à l'interface Cu/C.

Les observations par microscopie électronique à balayage couplées à la spectroscopie de rayons X montrent une interphase régulière et homogène montrant que le Ti a réagi avec les fibres de carbone.

Les propriétés mécaniques des composites sont étudiées par des essais de compression et les microstructures de déformation analysées par microscopie électronique à balayage.

Les résultats montrent l'importance de la présence ou non de l'interphase dans le comportement mécanique.

15h15 - 15h45 Plasticité de micro-piliers d'InSb : effet de taille et transition fragile-ductile. (Florent MIGNEROT*, Bouzid KEDJAR, Hadi BAHOUN, Ludovic THILLY, Institut Pprime - ENSMA, SP2MI, Université de Poitiers)
 *florent.mignerot@univ-poitiers.fr

Avec le développement des semiconducteurs et de la miniaturisation des composants de la microélectronique, la recherche concernant les matériaux aux très petites échelles s'est considérablement étendue. La réduction de la taille des échantillons a révélé de nouvelles propriétés en particulier en terme de comportement mécanique [1]. Dans le cas des semiconducteurs, notamment le silicium (Si) et les composés III-V (InSb, GaAs...), la transition fragile-ductile initialement observée dans les échantillons massifs en fonction de la température [2-4] se voit également affectée par la réduction de taille [5].

L'objectif de cette étude consiste dans la compréhension du lien entre l'effet de taille et la transition fragile-ductile des semiconducteurs. Dans ce cas on s'intéresse notamment au rôle de la nucléation des dislocations durant la déformation plastique. Pour ce faire, il est nécessaire de fabriquer des objets tels que des micro-piliers pouvant être déformés afin d'induire de la plasticité. Ces objets sont élaborés par faisceau d'ions focalisé (FIB) puis déformés in-situ. Des lames minces sont ensuite extraites par cette même technique (FIB) afin de les examiner au Microscope Electronique en Transmission (MET). Le principal inconvénient du FIB consiste dans le fait que le faisceau d'ions peut conduire à l'endommagement du matériau lors de la gravure [6-7], de ce fait un protocole très rigoureux a été développé afin de minimiser cet impact.

L'élaboration des piliers et l'extraction des lames minces a été réalisée dans un FIB Dual Beam Helios NanoLab de la société FEI. Les micro-piliers ont été déformés par micro-compression in-situ au sein du FIB à l'aide d'un nanoindenteur équipé d'un poinçon plat de la société Alemnis (figure 1. a).

Dans la micrographie de la figure 1.(b) on met en évidence des lignes de glissement dans un pilier d'InSb de 2 µm de diamètre et les analyses MET ont révélé une forte densité de défauts témoignant de l'activation du système de glissement primaire.

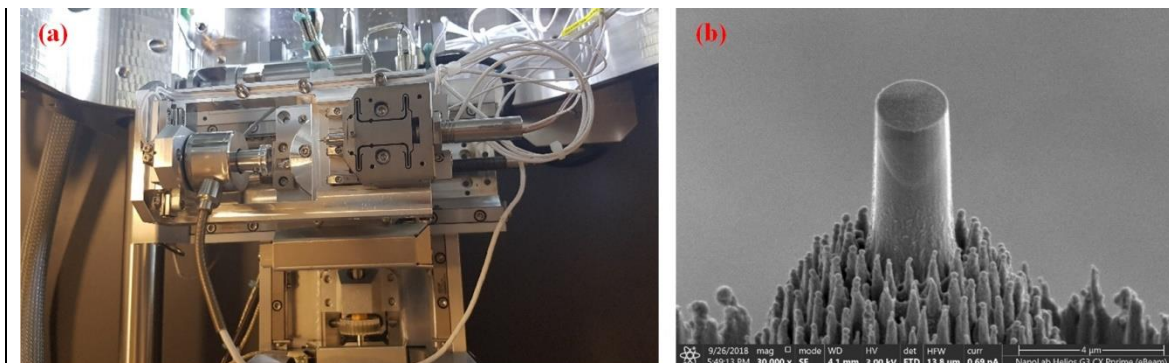


Figure 1 (a) le nanoindenteur *in-situ* utilisé pour les micro-compression des piliers. (b) image SEM d'un pilier d'InSb de $2\mu\text{m}$ de diamètre déformé : les fines traces blanches visibles à la surface du pilier sont les empreintes de la déformation plastique.

Références :

- [1] S. Korte-Kerzel. *MRS Communications* 7 (2) (2017) 109-120
- [2] S. Korte, J. S. Barnard, R. J. Stearn, and W. J. Clegg. *International Journal of Plasticity* 27 (11) (2011) 1853-1866
- [3] B. Kedjar, L. Thilly, J.-L. Demenet, and J. Rabier. *Acta Materialia* 58 (4) (2010) 1418-1425
- [4] B. Kedjar, L. Thilly, J.-L. Demenet, and J. Rabier. *Acta Materialia* 58 (4) (2010) 1426-1440
- [5] L. Thilly, R. Ghisleni, C. Swistak, and J. Michler. *Philosophical Magazine* 92 (25-27) (2012) 3315-3325
- [6] D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko and G. Dehm. *Materials Science Engineering A* 459 (2009) 262 -272
- [7] J. Mayer, L. A. Giannuzzi, T. Kamino and J. Michael. *MRS Bulletin* 32 (2007) 400-407

Fin des Journées thématiques