GROUPEMENT NATIONAL DE
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE
ET DE MICROANALYSES

En convention de coopération avec la Société Française de Physique

JOURNEES THEMATIQUES 2025 DU GN-MEBA

UNIVERSITE DE TOULOUSE

2 et 3 Juillet 2025

Planning en cours d'élaboration

Symposium commun : Multitechniques - approches multiphysiques - Gwénolé JACOPIN (Institut Neel, Grenoble) & Lucile JOLY-POTTUZ (MATEIS Lyon)

Le symposium « multitechniques / approche multiphysique » du congrès de la Société Française de Microscopie s'intéresse aux aspects méthodologiques du développement instrumental des techniques multiphysiques. L'objectif est de corréler et/ou de démontrer le lien entre les analyses structurales et les propriétés d'un matériau, d'une surface ou d'une interface. Les méthodes peuvent être couplées ou corrélées à d'autres techniques pour établir des liens entre structure et propriétés, telles que des caractéristiques optiques, électriques ou mécaniques.

Il aborde la définition de méthodes de corrélation, qu'elles soient ex situ ou in situ, ainsi que la préparation ad hoc d'échantillons. Les techniques envisagées comprennent les microscopies MET, STEM, MEB, FIB/MEB, SAT et à sonde locale.

La microscopie électronique pour caractériser l'histoire d'échantillons géologiques - Mary-Alix KACZMAREK - Géosciences Environnement Toulouse, CNRS, Univ. Toulouse 3

Les roches sont généralement composées d'une association de minéraux formant un assemblage organisé en une texture qui est la représentation finale de l'histoire de la roche. L'intérêt du Géologue est de déchiffrer les événements successifs enregistrés par la roche qui amènent à cette texture finale. L'utilisation combinée d'outils de microscopie comme le MEB associé à l'EBSD, l'EDS, et la microsonde électronique permettent de caractériser ces évènements. Souvent, une observation de microstructure devient très robuste lorsqu'elle est combinée à d'autres observations. Mais ce chemin peut être semé d'embuches, car par exemple, un des problèmes des échantillons géologiques surtout pour les microstructures, est de les observer dans un référentiel spatial. Donc qu'en est-il des météorites ou des roches pour lesquelles il n'est pas possible de connaitre leur position initiale ? Je présenterai différentes applications aux roches terrestres et aux météorites (Mars et autres petits corps), et je discuterai sur une base de microstructure avec l'EBSD des atouts de combiner les techniques et les limites.

Imagerie mécanique haute résolution pour l'étude de l'anisotropie élastique et plastique à l'échelle de la microstructure : cas de la nanoindentation et de la corrélation d'images – Damien Texier[a], Jean-Charles STINVILLE[b]

[a] Institut Clément Ader (ICA) - UMR CNRS 5312, Université de Toulouse, CNRS, INSA, UPS, Mines Albi, ISAE SUPAERO, Campus Jarlard, 81013 Albi Cedex 09, France

[b] Materials Science and Engineering, University of Illinois at Urbana-Champaign, USA

La corrélation d'images numériques haute résolution permet de suivre la déformation des matériaux en surface, à l'échelle de la microstructure. Grâce à sa haute résolution, la microscopie électronique à balayage (MEB) offre des images stables, répétables et d'une grande précision, compatibles avec l'analyse quantitative des mécanismes élémentaires de déformation.

L'influence de plusieurs paramètres sera abordée, notamment les stratégies de balayage, la mise en place de mouchetis adaptés et les technologies de prise d'images, afin d'optimiser l'étude de la plasticité cristalline expérimentale.

Par ailleurs, des outils de fusion de données (EBSD, EDS, EPMA, HR-DIC, nanoindentation rapide, etc.) seront présentés pour permettre une analyse mécanique multimodale et extraire les propriétés mécaniques essentielles à l'étude de la plasticité cristalline.

Apports de la microscopie électronique en médecine légale - Céline Guilbeau-Frugier - Institut des Maladies Métaboliques et Cardiovasculaires (I2MC), INSERM, CNRS, Univ. Toulouse 3

La microscopie électronique à balayage (MEB) est largement utilisée en médecine légale pour l'analyse des lésions, notamment afin de déterminer l'agent vulnérant à partir de l'examen morphologique des blessures.

L'analyse par spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) est principalement employée pour la détection des résidus de tir. Elle est également utilisée en cas d'électrocution pour rechercher des traces de métallisation, c'est-à-dire des dépôts d'éléments métalliques sur la peau et les tissus sous-cutanés, observés au niveau des lésions d'entrée lorsque le courant a circulé via un objet métallique.

De manière plus anecdotique, l'EDS peut aussi être mise en œuvre pour identifier des microparticules issues d'armes autres que les armes à feu, déposées dans les plaies au moment de l'impact.

Etude des évolutions microstructurales des polycristaux sous sollicitations thermique, mécanique et thermomécanique par essais in situ et modélisation numérique – Pauline STRICOT[a,b], A. ASK[a], L. TOUALBI[a], Y. RENOLLET[a], Q. BARRES[a], H. PROUDHON[b], S. FOREST[b]

[a] ONERA – the French aerospace lab, Châtillon

[b] MINES Paris, PSL Research University, MAT - Centre des matériaux, CNRS UMR 7633

Cette étude porte sur l'évolution microstructurale de polycristaux sous sollicitations thermique, mécanique et thermomécanique. Des essais de recuit, de déformation et de traction à chaud sont mis en œuvre dans l'enceinte d'un microscope à balayage (MEB), permettant d'une part l'étude des champs de déplacement locaux grâce à la mise en place d'un suivi par corrélation d'images (DIC), et d'autre part le suivi de l'orientation cristallographique au cours de l'essai grâce au couplage avec l'analyse

Electron BackScattered Diffraction (EBSD). Ces essais sont réalisés sur un matériau modèle : l'aluminium pur. L'objectif est d'acquérir les données expérimentales nécessaires à l'initialisation de deux modèles numériques à l'échelle de l'agrégat polycristallin : un modèle de plasticité cristalline et un modèle champs de phases. Les microstructures initiales acquises à l'EBSD sont utilisées pour créer des jumeaux numériques des échantillons sur lesquels sont appliqués les modèles. Les données expérimentales d'évolution microstructurale sont comparées aux résultats numériques afin de valider la réponse des modèles.

Un essai in situ de déformation puis recuit est également réalisé sur une éprouvette pour laquelle on dispose d'une caractérisation en 3D de la microstructure initiale, obtenue par tomographie à contraste de diffraction de laboratoire (LabDCT). L'objectif est de voir comment il est possible de combiner ces informations 3D à un suivi 2D de la microstructure lors de l'essai.

Imagerie 3D sur échantillons biologiques en résine époxy. Ultramicrotomie en chambre - Laurence BERRY - Université de Montpellier, plateau MRI-EM4BIO

Depuis une quinzaine d'années, les analyses ultrastructurales sur échantillons biologiques sont en train de vivre une véritable révolution technologique et scientifique. Historiquement, l'utilisation du MEB en biologie était essentiellement dédiée à l'imagerie topographique de surface, basée sur l'exploitation des électrons secondaires. Les analyses ultrastructurales étaient, quant à elles, réalisées en TEM sur coupes ultrafines. La notion d'imagerie 3D était limitée par les contraintes d'épaisseur imposées par l'utilisation du TEM et restait limitée aux structures subcellulaires de petite taille.

Actuellement, une approche radicalement différente est en train de se développer, basée sur le contraste chimique en exploitant les électrons rétrodiffusés. Les échantillons biologiques imprégnés de métaux lourds et inclus en résine époxy (comme pour le TEM) peuvent être imagés à une résolution nanométrique en MEB, ce qui permet de se libérer de nombreuses contraintes techniques en termes de gamme de grandissement et de taille d'objet. Il est aujourd'hui possible de réaliser de l'imagerie ultrastructurale similaire à ce qu'on obtient en TEM à température ambiante sur de grandes surfaces, ce qui rend possible la visualisation globale des cellules et des tissus. Plusieurs techniques de sectionnement sérié automatisées permettent d'accéder à la 3D en réalisant des piles d'images. Parmi celles-ci, les ultramicrotomes en chambre sont particulièrement adaptés à l'imagerie de grands volumes, pouvant atteindre plusieurs centaines de µm³.

Débruitage d'images en microscopie électronique à balayage sous environnement gazeux par Deep Learning - Mohammed BELBEKRI, Rachid LAREF, Christian MATHIEU - Université d'Artois, UCCS Artois

L'obtention d'images d'échantillons isolants et/ou sensibles au dégazage est possible grâce à la microscopie électronique à balayage sous environnement gazeux. En effet, des interactions complexes se produisent entre les électrons primaires, les ions créés, les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés émis par l'échantillon. Lors de l'utilisation du détecteur d'électrons rétrodiffusés, les collisions élastiques entre les électrons du faisceau primaire et les molécules de gaz entraînent un élargissement du

faisceau primaire. Cet élargissement est directement relié au nombre moyen de collisions m :

$$m = \sigma p L / kT$$

Où p est la pression, T la température, L la distance parcourue par les électrons dans la chambre, et σ la section efficace d'interaction, qui dépend de l'énergie du faisceau d'électrons primaires. Cet élargissement provoque une augmentation du bruit et une réduction du contraste dans les images. Il peut également induire des erreurs en métrologie [1].

Les récents progrès des algorithmes de Deep Learning (DL) ont ouvert de nouvelles perspectives en microscopie appliquée à la science des matériaux [2-3]. Ces approches novatrices surpassent souvent les méthodes d'analyse d'images traditionnelles, permettant d'obtenir des résultats plus précis et une meilleure interprétation des structures complexes à l'échelle microscopique. Une application en utilisant des réseaux de neurones au débruitage d'images obtenues dans les conditions de haute pression sera présentée et discutée.

[1] L.Khouchaf, C Mathieu La microscopie électronique à balayage sous environnement gazeux (MEB-EG) ; du principe à l'étude optimisée des matériaux (2017) éditions Ellipses EAN 9782340018068

[2] Resolution enhancement in scanning eletron microscopy using deep learning, Kevin de Haan et al, nature research scientific report (2019)9:12050

[3] Jeffrey M Eden, Deep learning in electron microscopy Mach.Learn Sci.Tecnol2(2021)0110004

La Microscopie Électronique à Balayage en Archéométrie : Un outil incontournable - Yannick LEFRAIS - Archéosciences Bordeaux UMR 6034

L'Archéométrie regroupe un ensemble très varié d'études physico-chimiques, mais aussi géologiques ou biologiques, sur des matériaux archéologiques ; les questionnements inhérents sont également très variés et peuvent faire appel à des niveaux d'études des matériaux divers (élémentaire, structurel, cristallographique, …).

Le MEB est largement utilisé pour identifier les matériaux constitutifs des artefacts archéologiques (céramique, métal, pierre, os, pigments...), analyser les techniques de fabrication (examiner les traces d'outils et les processus de fabrication utilisés pour créer les artefacts), déterminer la provenance des matériaux (origine des matières premières utilisées, en comparant leur composition élémentaire et leur microstructure) ou encore étudier l'état de conservation des objets et comprendre les mécanismes d'altération.

La datation par luminescence d'artefacts ou de sédiments fait désormais également appel à l'imagerie MEB et à l'analyse EDS afin d'affiner les modèles de dose ou d'expliquer les problèmes taphonomiques expliquant les incohérences éventuelles.

En plus de l'imagerie et de l'analyse EDS, d'autres études au MEB font appel à des techniques un peu moins développées comme l'analyse d'images ou encore la cathodoluminescence.

Nous présenterons un tour d'horizon des grands champs d'application du MEB en archéométrie, à travers quelques exemples concrets faisant appel à notre outil favori.

Etude de la recristallisation dynamique par analyses EBSD in-situ sur l'alliage de magnésium AZ31 et la glace - Fabrice BAROU[1], Gaetan BOISSONNEAU[1], Thomas MINEAU[1], Marco A. LOPEZ-SANCHEZ[2], Thomas CHAUVE[3], Maurine MONTAGNAT[3], Andréa TOMMASI[1]

[1] Géosciences Montpellier, CNRS & Université de Montpellier, France

[2] Departamento de Geologıa, Universidad de Oviedo, Spain

[3] Institut des Géosciences de l'Environnement, CNRS & Université Grenoble Alpes, France

La recristallisation dynamique est l'un des principaux processus contrôlant l'évolution de la microstructure au cours de la déformation à haute température des matériaux polycristallins. Ce phénomène intervient aussi bien lors de la déformation des roches mantelliques, de la glace polycristalline lors de l'écoulement des glaciers ou encore de pièces métalliques par forgeage ou laminage à chaud.

Pour étudier ces processus, des analyses EBSD in-situ ont été réalisées au cours d'essais de traction à 250°C sur l'alliage de magnésium AZ31. Ces observations ont permis de suivre l'évolution de la microstructure au cours de la déformation. Celle-ci montre d'abord une phase d'incubation aux faibles déformations dominée par une accumulation et une réorganisation des dislocations. Se produit alors la germination et la croissance de nouveaux grains recristallisés. Il convient toutefois de noter que le côté cyclique de ces mécanismes, les nouveaux grains recristallisés pouvant à leur tour accumuler des dislocations au cours de la déformation. Des résultats similaires sur la glace seront aussi présentés.

Utilité de la Microsonde Nucléaire pour la Science des Matériaux - Stéphanie SORIEUL - CEA Gradignan

La microsonde nucléaire est une technique de caractérisation utilisant un faisceau d'ions généré par un accélérateur de particules. Lorsque les ions interagissent avec un échantillon, ils génèrent des signaux caractéristiques tels que des particules secondaires et des rayonnements X. Ceux-ci sont collectés pour déterminer la nature des éléments présents dans le volume d'analyse. Cette technique d'analyse permet la détermination de la composition élémentaire ainsi que la distribution spatiale et en profondeur des éléments détectés. De plus, la possibilité d'interagir avec les noyaux des atomes composants l'échantillon offre la possibilité de quantifier les éléments légers, de l'hydrogène jusqu'au fluor, et de distinguer leurs isotopes.

L'analyse par faisceau d'ions est avantageuse grâce à sa capacité à réaliser des analyses non invasives pour des résolutions spatiales de l'ordre du micromètre en imagerie, du nanomètre pour la résolution en profondeur, et de quelques ppm pour sa sensibilité élémentaire. Ce type d'analyse est particulièrement utile pour les matériaux à base de composites, les semi-conducteurs ou les couches minces. Elle est applicable sur des matériaux en surface comme en profondeur, ce qui en fait une technique polyvalente dans de nombreux domaines, notamment l'aéronautique, l'électronique, la science des matériaux ou les sciences du vivant.

Etude de clous de la période Romaine en provenance de fouilles archéologiques dans le nord de l'Espagne: la contribution de l'EBSD en mode environnemental
- Egle CONFORTO - LaSIE, la Rochelle Université

Des études archéometallurgiques ont été réalisées sur des clous en fer visant à approfondir les connaissances sur les procédés de fabrication de l'époque romaine. Trois artefacts, classés comme des clous proviennent du site archéologique de Loiola et d'autres, des sites romains de Aloria et Iuliobriga, tous situés au nord de l'Espagne. Les propriétés métallurgiques et les textures cristallographiques ont été étudiées en combinant plusieurs techniques de caractérisation. Pour cela, les résultats par EBSD en mode environnemental, technique rarement utilisée pour l'étude de matériaux archéologiques, ont été déterminants. Les trois artefacts en provenance de Loiola présentaient des microstructures différentes, caractérisées par un important gradient de teneur en carbone. Deux d'entre eux, riches en perlite présentaient une forte densité de défauts structuraux, résultant d'une importante déformation plastique survenue lors du processus de fabrication. Le troisième était constitué de ferrite pure sans défauts structuraux. Sa fabrication était clairement différente des deux autres ; il avait donc probablement une autre fonction. L'examen du métal des clous du site d'Aloria a révélé que la plupart des pièces en fer avaient été fabriquées dans la forge même de la villa. Dans le cas des clous d'Iuliobriga, différents degrés de forge ont été identifiés, associés à différents ateliers.

Caractérisation de poussières produites par les plasmas de tokamak - Andrea CAMPOS - Univ. Aix Marseille – CP2M

L'interaction plasma-paroi produit des particules de poussière dont la taille varie de quelques nanomètres à plusieurs centaines de microns. L'origine des poussières dépend des conditions et de la durée des plasmas réalisés. Leurs formes, dimensions et compositions ont été étudiées à l'aide d'un microscope électronique à balayage à émission de champ ultra-haute résolution, couplé à un détecteur EDX (Spectroscopie par Dispersion d'Énergie de rayons X). L'étude en basse tension a notamment permis d'identifier des nanoparticules de tungstène à la surface de particules micrométriques.

Références :

[1] C. Arnas et al., Nuclear Materials and Energy 36 (2023) 101471

[2] C. Arnas, A. Campos, M. Diez, E. Bernard, C. Brun, C. Martin, F. Gensdarmes, S. Peillon, E. Tsitrone, the WEST team, Nuclear Materials and Energy 42 (2025) 101848