

**Réunion de printemps 2007 GN-MEBA / SF μ - pôle Minatec, Grenoble****Mercredi 6 juin**

08h00-08h30 : Accueil des adhérents GN-MEBA (fourniture des badges d'accès au site, des recueils SF μ ,...)

Symposium commun « Nouveaux développements techniques »

08h30-08h55 : **Aberration Corrected Electron Microscopy - Prospects and applications** *Angus Kirkland (Université d'Oxford)*

Aberration correction in the TEM is now relatively well established with more than 20 corrected instruments installed worldwide. This paper will review these instrumental advances and will also describe the underlying theory and computation required to optimise data acquisition and interpret aberration corrected images. Finally the combination of direct electron optical correction and indirect aberration compensation in exit wave reconstruction will be described.

The modern High Resolution Transmission Electron Microscope (HRTEM), operating at voltages between 200 and 400kV provides sufficient resolution to directly determine the projection positions of atoms in many solids. In addition a variety of additional signals can be acquired using bright nanometre sized electron probes that provide complementary chemical and electronic structure information. It is also now possible to acquire multi-image datasets that can be reconstructed to give a full three dimensional representation of materials, albeit not currently at atomic resolution. Over the last few years the performance of electron microscopes has undergone a dramatic improvement with significant advances in both resolution and spectroscopic capability. This has been made possible through the development of sophisticated electron optical components for the correction of the intrinsic spherical aberration present in conventional electromagnetic round lenses. It is now possible to acquire atomic resolution structural data from a wide range of materials using several alternative optical geometries and to determine electronic structure and composition with single atom sensitivity. Aberration correction has also required advances in theory and computation. It is essential that the coefficients of the wave aberration function are measured reliably and to high accuracy using the information present in general samples including crystalline materials.

08h55-09h20 : **Microscopie Raman stimulée CARS : développements récents et applications** *Hervé Rigneault (Institut Fresnel, Université Aix-Marseille)*

Voir les molécules sans les marquer, voici l'objectif que s'est fixé la microscopie Raman stimulée. Plus connue sous le nom de microscopie CARS pour Coherent Antistokes Raman Scattering, cette approche consiste à faire interagir de manière sélective une liaison chimique avec des champs lasers incidents et focalisés sur l'échantillon. Dans cet exposé nous reviendrons sur l'origine du contraste CARS, sa mise en oeuvre et nous donnerons des exemples d'application en biologie cellulaire et tissulaire.

09h20-09h45 : **X-ray Photo-Emission Electron Microscopy** *Olivier Renault (LETI, CEA Grenoble)*

Dans cette contribution, nous présentons le principe de fonctionnement et les premières applications d'un nouveau type de microscope à photoélectrons (PEEM), le NanoESCA, doté de capacités spectroscopiques optimisées (filtrage en énergie par double analyseur hémisphérique). Le premier exemplaire commercial est installé sur la Plateforme de

Nanocaractérisation du CEA-Grenoble à MINATEC et peut être opéré ponctuellement sur la ligne X-mous (ID08) de l'ESRF.

09h45-10h10 : **Le Wet-STEM, imagerie en transmission dans un ESEM** *Agnès Bogner (MATEIS-Lyon)*

Le wet-STEM est un mode d'imagerie récemment développé en microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM). Analogue au mode STEM en SEM, il est basé sur la collection des électrons transmis mais dans un SEM à pression contrôlée. Ce papier décrit le développement du wet-STEM en insistant sur ses caractéristiques en terme de résolution et de contraste. Il présente pour cela diverses observations de nano-objets dans un film mince liquide, permettant d'appréhender le type de contraste obtenu et de s'intéresser à l'interprétation de phénomènes d'inversion de contraste parfois observés.

10h10-10h30 : **Imagerie 3D à l'échelle atomique par sonde atomique tomographique assistée par impulsions lasers femtoseconde** *Bernard Deconihout (Université de Rouen)*

La sonde atomique tomographique est un instrument d'imagerie 3D analytique très simple développé dans les années 90 en Europe. Elle a donné des résultats inédits, en particulier dans l'analyse des alliages en donnant des informations qui échappent à l'acuité des techniques conventionnelles d'analyse.

Depuis deux ans, nous développons une nouvelle génération d'instrument dans lequel les atomes sont arrachés au moyen d'impulsions laser ultra brèves. Cela permet d'éplucher des matériaux peu conducteurs voire isolants ouvrant la technique au large champ de la nanoélectronique. Dans cet exposé nous présenterons l'état de l'art de la technique, les informations originales qu'elle peut apporter en sciences des matériaux mais aussi dans le domaine plus vaste des microscopies à sonde locale.

10h30-11h00 : Pause café, session posters et stand constructeurs

Symposium GNMEBA « Nouveaux développements techniques »

11h00-11h25 : **Correcteur d'astigmatisme dans un microscope électronique à balayage** *Jacky Larnould (Jeol Europe)*

Depuis 1936 et les travaux de SCHERZER, on sait que les lentilles magnétiques sont entachées d'aberrations telles que le Cc (aberration chromatique) et le Cs (aberration sphérique) qui en plus de la diffraction, s'ajoutent pour dégrader la résolution et le contraste de l'image finale. Dans le JSM 7700F, l'utilisation de lentilles non symétriques telles les quadrupôles et les octopôles permettent d'annuler complètement les ordres 1 et 3 de ces aberrations. Ceci permet d'obtenir une résolution de 0,6 nm à 5 kV, une diminution de la taille de sonde d'un facteur 10, ainsi qu'une augmentation du courant de sonde, à conditions égales, de 30 fois environ.

11h25-11h50 : **La technique LEXES appliqué aux semi-conducteurs** *Rabah Benbalagh (Cameca)*

Nous décrivons l'introduction récente du LEXES comme technique de métrologie entrant dans le contrôle du processus de fabrication des circuits intégré. Nous traiterons les avantages de cette méthode analytique et le large champ des applications potentielles.

11h50-12h15 : **Analyses combinées WDS/EDS au MEB** *David Balloy (Ecole centrale de Lille, Département Matériaux)*

En raison de leur souplesse et de leur simplicité d'utilisation, les spectromètres EDS (Energy Dispersive Spectrometry) se sont largement répandus dans le domaine de la microanalyse X. Cependant, la faible résolution spectrale et les limites de détection de ces détecteurs peuvent poser des problèmes d'analyse. L'autre grande famille de détecteurs, les spectromètres WDS (Wavelength Dispersive Spectrometry), sont plus performants en termes de résolution et de limite de détection. Mais cette technique d'analyse étant séquentielle, elle peut s'avérer être

très longue. Aussi il est apparu intéressant de combiner ces deux types de spectromètres afin de tirer avantage des deux. L'analyse combinée WDS et EDS n'est pas pratiquée de façon courante car rares sont les microscopes équipés des deux détecteurs. Cependant ce type d'analyse présente un intérêt certain pour analyser des éléments en trace, pour éviter les superpositions de raies et enfin pour gagner du temps. Les éléments majoritaires ou ne présentant pas de difficulté seront analysés en EDS alors que dans les autres cas, le spectromètre WDS sera utilisé.

12h15-12h40 : **EBSD à haute température, recristallisation d'un acier IF dans un MEB à colonne inclinée Aurélie Wauthier (LPMTM, CNRS Villetaneuse - Arcelor)**

La recristallisation d'un acier IF laminé à froid a été observée in-situ dans un MEB-FEG équipé de l'EBS. Les spécificités techniques de ce MEB seront abordées dans une première partie. Ensuite, l'apport de cette technique pour les mesures de migration de joints de grain ainsi que l'évolution de la microstructure pendant la recristallisation sera présenté. Les mesures d'EBS faites avant et pendant la recristallisation ont permis d'évaluer l'impact des hétérogénéités de déformation sur le processus de germination et de croissance. La migration de joint de grain a été trouvée fortement dépendante de la sous-structure déformée et la désorientation locale s'est avérée être un bon paramètre pour la détermination des grains qui vont croître avant les autres. D'autre part, l'histoire thermique de l'échantillon semble jouer un rôle très important sur la vitesse de migration des joints de grain, allant de 0.05 μ m/s à 0.32 μ m/s.

12h40-13h30 : Déjeuner

13h30-14h30 : Contributions orales des exposants

Symposium commun « Mesure des textures, déformations et contraintes »

14h30-15h00 : **Elastic strain measurement from analysis of EBSD patterns D.J.Dingley (TSL Utah USA and Bristol University)**

It has been shown that by comparing an EBSD pattern from a strained crystal with one from an unstrained crystal it is possible to measure the differential shifts of each zone in the pattern from the strained crystal with a precision of ± 1 part in 10000. This is of sufficient precision to make meaningful measurement of residual elastic strain in the sample. By measuring the displacements of four or more zone axes then the displacement tensor can be extracted and subsequently the strain tensor and rigid body rotation matrix.

Examination of the strain distribution around a crack in Ge has confirmed both the precision and accuracy of the method. The technique has been used in the investigation of strain about cracks in fatigued Ni based alloys and in thin films of SiGe on Si.

15h00-15h30 : **ACOM/TEM - Automated Crystal Orientation Mapping with a TEM Edgar Rauch (GPM2, INPGrenoble)**

Les performances, l'efficacité mais également la facilité d'utilisation d'un microscope électronique en transmission peuvent être démultipliées en couplant ce dernier à un ordinateur indépendant. C'est cette idée simple qui est à la base du développement de l'outil de mesure des textures locales ACOM/TEM1, que l'on se propose de décrire. Dans son principe, la méthode s'apparente aux mesures des textures locales par EBSP (Electron Back-Scattered Pattern) en microscopie électronique à balayage (MEB). Il s'agit de déterminer point par point l'orientation cristalline du matériau afin de reconstruire les joints de grains, de mesurer les désorientations locales et de caractériser la texture cristallographique. L'utilisation d'un microscope électronique en transmission (MET) permet, d'une part, d'étendre ces travaux à des objets nanométriques et, d'autre part, d'associer les cartographies d'orientations cristallographiques résultantes aux observations par microscopie en transmission

conventionnelle des structures internes (phases, sous-structures de dislocations, précipités, etc).

15h30-15h50 : **Determination of local elastic strain by using the EBSD technique Roland Fortunier (Ecole des Mines de Saint-Etienne)**

Local elastic strains can be derived from EBSD diagrams by using two approaches based on image processing and minimisation procedures. The “pattern shift” method is based on the cross-correlation of two diagrams, whereas the “3D Hough” method gives an accurate analysis of a unique diagram. Both methods are briefly described.
Electron Back Scattering Diffraction (EBSD) is now commonly used to analyse local crystallographic orientations in metals and alloys. The spatial resolution is the main advantage of this method. Crystallographic texture maps can be drawn with a spatial resolution better than 50 nanometers. Since this technique is basically derived from the Bragg law, it became natural to apply it to the determination of local elastic strains.

15h50-16h10 : **TEMStrain - a software package for elastic strain determination from CBED patterns Adam Morawiec (Institute of Metallurgy and Materials Science, Cracovie, Pologne)**

A package of computer programs facilitating lattice parameter refinement or strain determination from convergent beam electron diffraction (CBED) patterns will be presented. The software works in conventional way, i.e., by matching experimental and simulated central disks of CBED patterns. It is capable of simultaneous matching of multiple patterns originating from the same sample location. The main fitting procedures rely on kinematical simulation but the program has also an option with dynamical simulation, and the correlation between experimental and dynamically simulated patterns can be calculated. The package contains a number of different computational strategies. This feature allows for verification of results.

16h10-16h30 : **Détermination des contraintes par diffraction de Kossel Patrice Gergaud (CEA-LETI)**

A Kossel microdiffraction experimental set up is under development both inside a Scanning Electron Microscope (SEM) and on a microdiffraction beamline at ESRF. It allows the determination of the crystallographic orientation as well as the inter- and intragranular strains and stresses on the micron scale, using a micrometer spot. We will show the first results obtained on both setup and described the experimental difficulties.

16h30-17h00 : *Pause café, session posters et stand constructeurs*

Symposium GNMEBA « Mesure des textures, déformations et contraintes »

17h00-17h30 : **Techniques in phase identification and determination using EBSD / Progress in the determination of orientation maps and phase determination using the dark field conical scan technique in the Transmission electron microscope. D.J.Dingley (TSL Utah USA and Bristol University)**

The procedures for identifying crystal phase from examination of electron backscatter diffraction patterns are well established. The advantages of simultaneous collection of the patterns with an associated chemical fingerprint using x-ray EDS techniques have also significant benefits and elaborate methods of post data collection interrogation have recently been developed. The techniques rely on first using the chemical information to search the established materials data bases to produce a list of potential crystal phases and then seeing which of the crystal phases would produce an EBSD diffraction pattern that best matches the one observed. Because of the reliance on published data bases the techniques are ineffective for crystal phases that have not been observed before and in cases where the diffraction pattern calculated from the known crystallography differs significantly from that observed due to complications such as anomalous line invisibilities or double diffraction effects

A more fundamental method of determining the crystal phase from the observed diffraction pattern alone is required. Significant steps in this respect have now been achieved.

There has been continued progress in the Dark Field Conical scan technique that was first investigated in 1996 for the determination of crystal orientation maps in the transmission electron microscope. The technique relies on collecting a series of dark field images from a selected area of the specimen as the incident beam is moved so that all points on all diffraction rings observable from that area are successively forced to pass through the objective aperture. From these images a diffraction pattern for each point in the selected area is constructed and analysed to extract the respective crystal orientation. The technique is particularly applicable to nano crystalline materials and studies on platinum and silicon vapor deposited films and highly deformed copper and iron have been successful in this respect. Because of the small size of the crystals and sub-cells in these structures there are frequent instances of superimposed grains through the sample thickness which results in the reconstructed diffraction patterns being complex. This has required the development of a new method for interpreting the patterns based on finding each separate set of points in the pattern that belong to the same crystal. The points in each set are associated as they must fall on the same zero order Laue reciprocal lattice plane or onto its neighbouring first order planes. Computer techniques have been developed to discover each such set of points and to determine automatically the associated crystal orientation.

It has been shown that the dark field conical scan technique can be adapted for extracting diffraction patterns that come from each crystal phase in the specimen. This is done off-line by observing the dark field images formed from separate diffraction rings in the reconstructed patterns. Those rings that arise from a second phase result in the second phase being the only bright crystals in the dark field image. By determining which rings belong to the same phase it is possible to select only those rings for the pattern reconstruction process and hence each reconstructed pattern so formed must arise from the second phase alone.

17h30-17h50 : **Etude de l'évolution des textures de déformation lors de la recristallisation en fonction de l'énergie stockée, force motrice en recristallisation. Application au fer et au cuivre. Anne-Laure Etter (LPCES, CNRS Orsay)**

Durant la déformation à froid d'un métal, une petite partie de l'énergie de déformation est stockée dans le matériau sous forme d'énergie élastique, associée à la présence des dislocations. Cette énergie est mesurée pour quelques orientations cristallographiques dans un acier IF-Ti laminé de 40%. Plusieurs méthodes sont alors comparées, de la diffraction des neutrons jusqu'à l'utilisation d'un modèle fondé sur la morphologie des sous-structures de dislocations (Dillamore et al., 1967), en passant par l'information fournie par l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi en diffraction des électrons retrodiffusés. Certaines de ces méthodes sont appliquées à des matériaux cubiques à faces centrées comme le cuivre. Les évolutions de textures lors du recuit et les mécanismes de recristallisation associés sont discutés en fonction de cette énergie stockée.

17h50-18h10 : **Sur la reconstruction des cartes EBSD dans les microstructures restaurées Fabrice Esposito (Alcan, Centre de Recherches Voreppe)**

L'EBSD est une méthode puissante qui permet de cartographier finement les microstructures. L'EBSD donne des informations quantitatives sur des désorientations, les tailles de sous-structures et les dépendances complexes de ces paramètres selon les composantes de texture. En ce qui concerne les microstructures restaurées, la fermeture des contours est une étape qui demande une attention particulière lorsque l'on souhaite obtenir des résultats fiables. Ce document présente un nouveau traitement des cartes EBSD qui ferme complètement les contours des sous-grains. L'originalité de l'approche est d'utiliser un logiciel d'analyse d'image du commerce pour post-traiter les cartes d'acquisition avant l'utilisation de logiciels courants type Channel 5. L'algorithme de post-traitement comprend 3 opérations distinctes : dans un premier temps les sous-joints de grains sont détectés en utilisant les indicateurs Band Slope en Band Contrast, ensuite les contours sont fermés par une routine dédiée, et finalement

chaque pixel indexé dans un sous-grain donné se voit affecter le jeu d'angles d'Euler du pixel ayant été le mieux indexé. Le résultat principal est que les sous-grains apparaissent entièrement fermés dans Channel 5. Le protocole a été étalonné avec la technique GEM (Gallium Enhanced Microscopy) dans un alliage d'aluminium restauré comprenant 0.1% de Manganèse en solution solide.

18h10-18h30 : **Etude de la recristallisation dans un alliage de zirconium par la technique EBSD**
Kangying Zhu (LPMTM, CNRS Villetaneuse)

L'évolution de la microstructure et de la texture pendant la recristallisation primaire et le stade de croissance du grain succédant la recristallisation primaire, a été étudiée par EBSD. L'observation de la même zone d'un échantillon avant et après recuit a permis la mise en évidence des mécanismes de recristallisation. L'analyse OIM a été utilisée pour mesurer la fraction des grains recristallisés et suivre leur texture cristallographique au cours des recuits. Les résultats montrent que les recristallisations continue et discontinue interviennent simultanément pendant la recristallisation primaire. Les nouveaux grains formés possèdent deux composantes de texture d'intensité équivalente, de type (0001) <10-10> incliné (D) et (0001) <11-20> incliné (R), dès le début et jusqu'à la fin de la recristallisation primaire. Durant le stade de la croissance normale du grain, la composante R se développe aux dépens de la composante D en raison d'une énergie stockée résiduelle plus importante dans les grains d'orientation D. Dans le cas des taux de déformation très élevés, une croissance anormale des grains possédant une orientation préférentielle de type D, se produit au cours des recuits à haute température.

Jeudi 7 juin

Symposium commun « Imagerie 3D et reconstruction »

08h30-09h10 : **Mapping molecular landscapes inside cells by cryoelectron tomography** *Wolfgang Baumeister (Max Planck Institute of Biochemistry, Martinsried)*

Electron Tomography (ET) is uniquely suited to obtain three-dimensional (3-D) images of large pleiomorphic structures, such as organelles or even whole cells. While the principles of ET have been known for decades, its use has gathered momentum only in recent years. Technological advances have made it possible to develop automated data acquisition procedures. This, in turn, allowed reducing the total electron dose to levels low enough for studying radiation sensitive biological materials embedded in vitreous ice. As a result, we are now poised to combine the power of high-resolution 3-D imaging with the best possible preservation of the specimen.

09h10-09h35 : **Approches de microscopie photonique 3D : sectionnement optique et tomographie** *Yves Usson (IN3S, Grenoble)*

L'exploration 3D des structures biologiques est une aide précieuse pour la compréhension de nombreux mécanismes biologiques que ce soit au niveau d'assemblages moléculaires, d'organelles subcellulaires, de cellules ou de tissus. Tout comme en microscopie électronique, l'accès à des informations 3D n'était possible que par l'intermédiaire de coupes physiques sériées des objets. Grâce au développement de l'informatique d'une part et de l'instrumentation optique (sources lasers cohérentes, modulateurs acousto-optiques) aux cours des deux dernières décennies, le microscopiste photonique dispose d'outils performants pour l'investigation 3D.

9h35-10h10 : **3D-orientation microscopy in a FIB-SEM: a new dimension of microstructure characterization** *Stephan Zaeferrer (Max Planck Institute, Düsseldorf)*

The presentation describes our recent progress in development, optimisation and application of a technique for the 3-dimensional high resolution characterisation of crystalline microstructures. The technique is based on automated serial sectioning using a focused ion beam (FIB) and characterisation of the sections by orientation microscopy based on electron backscatter diffraction (EBSD) in a combined FIB-scanning electron microscope (SEM). The technique extends all the powerful features of 2-dimensional EBSD-based orientation microscopy into the third dimension of space. This allows new parameters about the microstructure to be obtained, for example the full crystallographic characterisation of all kinds of interfaces, including the morphology and the crystallographic indices of the interface planes. The technique is illustrated by a number of examples, including the characterisation of pearlite colonies in a carbon steel, of twins in pseudo-nanocrystalline NiCo thin films and the description of deformation patterns formed under nano-indents in copper single crystals.

10h10-10h30 : **Tomographie en contraste STEM-HAADF: applications aux nanomatériaux** *Lydia Laffont (Université d'Amiens)*

La tomographie conventionnelle est basée sur l'acquisition d'une série d'images en champ clair (BF TEM) qui est peu utilisée en sciences des matériaux. Dans notre travail, nous avons utilisé des images obtenues en MET en mode balayage avec un détecteur annulaire champ sombre à grand angle (HAADF STEM) afin de s'affranchir des effets de diffraction mais aussi pour obtenir des images dont le contraste est relatif au numéro atomique (Z). La tomographie HAADF STEM est particulièrement utile pour l'étude de nanomatériaux tels que la structure de magnétites dans une bactérie, la distribution 3D de nanoparticules bimétalliques supportées par une membrane mésoporeuse et la variation de composition chimique de nanoparticules Fer - Nickel (tomographie EFTEM).

10h30-11h00 : Pause café, session posters et stand constructeurs

Symposium GNMEBA « Imagerie 3D et reconstruction »

11h00-11h40 : **Reconstruction 3D de surface à partir d'images de Microscopie Electronique à Balayage et de microscopie optique sériée D.Boivin (ONERA, Châtillon)**

La reconstruction 3D de surfaces rugueuses à partir d'images stéréoscopiques acquises au MEB sous divers angles d'inclinaison de l'échantillon est basée sur l'évaluation du décalage de chaque point-objet d'une image à l'autre, appelé aussi disparité. Une relation géométrique, fonction principalement des paramètres d'inclinaison et de grandissement, relie cette disparité à l'élévation de du point-objet, définie par rapport à celle de l'axe d'inclinaison. Pour mesurer ces disparités, il faut tenir compte de la distorsion des images MEB inhérentes au procédé d'acquisition. Plusieurs approches sont possibles. Par son domaine d'application (dimension des champs et rugosité), cette technique de reconstruction 3D de surface se positionne comme complémentaire d'autres techniques comme l'AFM, la microscopie confocale, et la microscopie interférométrique, ainsi que de la microscopie optique sériée. Cette dernière technique est une méthode digne d'intérêt lorsque l'on s'intéresse à des champs de plus grande dimension (> 1 mm) et de rugosité plus importante. D'une mise en œuvre aisée, la méthode consiste simplement à acquérir une série d'images en faisant varier pas à pas la distance objectif-échantillon, et à rechercher les régions les plus au point dans la série d'images, et ainsi leur affecter une altitude. Dans ces deux méthodes, il est nécessaire de définir une dimension de fenêtre sur laquelle sera appliqué l'algorithme clef du processus. Une fenêtre de grande dimension lissera le résultat; une fenêtre trop petite risquera de faire apparaître des artefacts (image 3D "bruitée").

11h40-12h10 : **Structure anisotrope des surfaces de rupture Bouchaud Elisabeth (CEA Saclay)**

L'étude quantitative de la morphologie des surfaces de rupture connaît un fort regain d'intérêt depuis une vingtaine d'années. Jusqu'à très récemment, cependant, seuls des « profils », coupes unidimensionnelles de ces surfaces pouvaient être étudiées.

La récente émergence de diverses techniques expérimentales fiables permettant d'accéder à la structure tridimensionnelle des surfaces de rupture de matériaux très différents a permis de progresser très rapidement, et de mettre en évidence des propriétés d'anisotropie qui sont d'une part utilisables à des fins pratiques, et d'autre part, suggèrent le recours à une catégorie de modèles théoriques décrivant la propagation d'un front de fissure à l'échelle des hétérogénéités microstructurales.

On donnera trois exemples de ces techniques : l'utilisation de paires stéréo en microscopie à balayage pour ce qui concerne les alliages métalliques, la microscopie à force atomique pour les verres, et la profilométrie optique pour les mortiers. Dans tous les cas, la morphologie des surfaces étudiées révèle des propriétés d'échelle anisotropes qui peuvent être décrites au moyen de deux couples de paramètres : exposants de rugosité et échelles de longueur caractéristiques, mesurés soit le long de la direction de propagation de la fissure, soit perpendiculairement à celle-ci. Si les échelles de longueur caractéristiques dépendent du matériau, de sa microstructure et du chargement extérieur, les exposants de rugosité sont, eux, universels.

On peut donc, post-mortem, définir en analysant la surface de rupture au moyen de la technique adaptée au matériau considéré, la direction de la fissure, et, par suite, son site d'initiation. La direction de propagation locale est en effet celle correspondant à l'exposant de rugosité le plus faible. Cette observation suggère également l'utilisation d'un modèle basé sur la propagation d'une ligne élastique (le front de fissure) à travers un champ d'obstacles aléatoirement répartis (la microstructure du matériau).

12h15-12h40 : **La microscopie confocale : un moyen d'investigation volumique et temporel d'échantillons biologiques** Anne Colonna (L'Oréal Recherche)

Depuis le XVIe siècle où le premier microscope optique voyait le jour, la microscopie photonique a fait l'objet d'un grand nombre de travaux pour devenir un outil très performant, alliant les dernières avancées dans le domaine de la photonique, de la micromécanique et du traitement d'image. Un des progrès majeur a été l'apparition de la microscopie confocale, qui permet d'observer des échantillons entiers à l'échelle cellulaire dans les trois dimensions de l'espace, et ainsi de réaliser une véritable imagerie microscopique tridimensionnelle. Dans le cas de matériel vivant, il est en outre possible d'obtenir des informations dynamiques en temps réel, par exemple sur la viabilité des cellules ou sur la diffusion d'une substance fluorescente qui pourra être suivie en fonction des conditions expérimentales.

12h45-13h30 : Déjeuner

13h30-14h30 : Contributions orales des exposants

14h30-14h50 : **Suivi de joints de grains par AFM** Marie-Anne Prévost (ONERA, Châtillon)

La microscopie à force atomique (AFM) est l'une de ces nouvelles microscopies dites de proximité, ou encore à champ proche, basées sur l'interaction entre une pointe-sonde et la surface de l'échantillon. Sa mise au point a suivi celle du microscope à effet tunnel et ses performances relatives à l'imagerie de la topographie des surfaces sont très similaires à celles de ce dernier. Toutefois, comme le vecteur de l'information est non plus le courant tunnel mais une force, l'AFM est capable de faire des images de surfaces isolantes, ce qui constitue un très gros avantage. Le grand intérêt de ce microscope est également lié au fait que c'est une sonde d'analyse locale qui permet d'obtenir des images tridimensionnelles de la topographie des surfaces avec une très haute résolution spatiale et verticale, pouvant atteindre le nm. L'AFM permet de mesurer ou d'imager des forces électromagnétiques entre surfaces sur une échelle de longueur de 10^{-10} à 10^{-7} m. Quelques unes des forces les plus communément mesurées incluent les forces de van der Waals, les forces répulsives, les forces électrostatiques et magnétiques, les forces adhésives et les forces de friction. Par le caractère local de l'analyse effectuée et la richesse des informations fournies, la microscopie à force atomique est complémentaire des méthodes classiques d'analyse des surfaces comme la microscopie électronique à balayage.

Une expérience de gravage de joints de grains par AFM a été mise en place. Le but est d'étudier les phénomènes de diffusion de surface qui interviennent dans l'évolution à haute température de la structure poreuse de céramiques (utilisées en tant que barrière thermique dans les aubes de turbine ou les chambres de combustion). En suivant l'évolution, en fonction du temps et de la température de vieillissement, des profils des joints de grains par AFM, on peut obtenir des informations sur la diffusion de surface des matériaux. Dans cette étude, nous allons nous intéresser à deux oxydes : la zircone stabilisée à l'yttrine (système actuel des barrières thermiques) et une perovskite complexe (éventuelle remplaçante de la zircone).

L'intersection d'un joint de grain avec une surface entraîne un gradient de courbure. Ce gradient de courbure donne lieu à une différence de potentiel chimique qui amène un déplacement de matière. Ce déplacement de matière se fait par diffusion. Si on se place dans le cas où les grains ont des tailles de l'ordre de 10 microns, où le temps de traitement thermique n'est pas trop long et où la température de traitement thermique est inférieure à la moitié de la température de fusion du matériau, on s'assure en principe que seule la diffusion de surface opère. Ainsi, en regardant l'évolution d'un joint de grain et en utilisant la théorie de Mullins, on peut remonter au coefficient de diffusion de surface. Il va dépendre essentiellement de la largeur du joint de grain W et de l'énergie de surface du matériau γ_s .

Dans cet esprit, différents suivis en températures ($1000^\circ\text{C} < T < 1600^\circ\text{C}$ et $3\text{h} < t < 100\text{h}$) ont été réalisés sur la zircone yttrée et la perovskite. Le fait d'opérer à différentes températures et à différents temps de traitements thermiques fait intervenir d'autres types de diffusion, comme la diffusion en volume ou l'évaporation. Le but est ensuite de développer des modèles permettant

d'accéder aux différents coefficients de diffusion dans les cas où plusieurs mécanismes de diffusion sont actifs simultanément.

14h50-15h10 : Caractérisation de dépôts nanométriques par réflectivité des rayons X Catherine Sant (LMN, Univ. d'Evry)

Dans de nombreux domaines faisant intervenir les matériaux en couches minces, la tendance est de concevoir des hétéro-structures de plus en plus complexes afin d'obtenir des propriétés spécifiques pour des applications technologiques ciblées. Ces propriétés dépendent en outre fortement de la qualité des surfaces et interfaces, de l'épaisseur, de la cristallinité, ... La réflectivité des rayons X est une méthode non destructive qui permet de déterminer avec une grande précision l'épaisseur, la densité et la rugosité de couches minces (monocouches ou hétérostructures non nécessairement monocristallines) déposées sur un substrat non rugueux. Ainsi, cette méthode est devenue un outil majeur pour l'étude de la structure et l'organisation des matériaux en couches minces dans la gamme des épaisseurs de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres.

Les aspects techniques d'obtention d'un diagramme, leur exploitation et les facteurs limitatifs de la méthode seront abordés.

15h10-15h35 : Le chromatisme axial en lumière blanche, une métrologie optique des surfaces à caractère normatif Serge Carras (Altimet)

Le chromatisme axial en lumière blanche autorise une métrologie optique des surfaces dont le projet de norme ISO 25 178 constitue le caractère normatif. Cette nouvelle technologie de profilométrie optique possède des caractéristiques de mesure très proches du rugosimètre mécanique qu'elle est destinée à remplacer dans de multiples applications de laboratoire, métrologie bord de ligne, contrôle en ligne. La robustesse du principe, sa précision, sa qualité de signal et son prix représentent des atouts significatifs qui expliquent sa pénétration au sein de nombreuses niches industrielles des industries mécaniques, papier & impression, matériaux & substrats, automobile-aéronautique et enfin plus récemment, des nanotechnologies.

15h35-16h05 : L'organisation d'un centre commun de Microscopie. Mise en place de la démarche qualité Brigitte Gaillard-Martinie (INRA Clermont-Ferrand)

Comme M. Jourdain qui faisait de la prose sans le savoir, nous travaillons déjà avec des éléments de la qualité sans le savoir. C'est à partir de ce constat que nous avons été sensibilisés à la démarche qualité et qu'au sein du Réseau des centres Communs de Microscopie un groupe de travail s'est constitué dans ce domaine. La réflexion de ce groupe a permis de créer une dynamique de travail puisque nous parlions tous le même langage et que nous étions confrontés au même type d'analyse : traiter un échantillon biologique pour son observation en microscopie électronique. Nous avons tous des utilisateurs ou clients internes ou externes à notre structure et les étapes pour parvenir à un résultat étaient identiques. Dans cette optique, ce groupe a élaboré un certain nombre de documents facilement utilisables et s'est doté récemment d'un sous-groupe « prévention », de manière à intégrer parallèlement les consignes d'hygiène et de sécurité.

16h05-16h45 : Pause café, session posters et stand constructeurs