



Journées thématiques des 1^{er} et 2 juillet 2015 à Nice

en parallèle avec le 14^{ème} colloque de la Société Française des Microscopies (Sfμ)

Le MEB, un outil d'exploration polyvalent

Mercredi 1^{er} juillet 2015

10h00 - 10h45 Accueil des participants

10h45 - 11h15 **Microscopie Electronique et Résolution sous Environnements Gazeux : Exemples des interfaces et de la silice SiO₂.** (Lahcen KHOUCHEF*, Abdelhalim ZOUKEL – Université Lille Nord de France, Ecole des Mines de Douai, 59508 Douai - lahcen.khouchaf@mines-douai.fr)

L'étude que nous proposons concerne à la fois la physique fondamentale des interactions électron-matière (solide et gaz), le développement méthodologique et instrumental, et la caractérisation des matériaux céramiques d'intérêt industriel comme les composés SiO₂, les polymères et les interfaces entre matériaux.

Dans une première partie nous évoquerons la caractérisation des phénomènes induits par le gaz, plus particulièrement les interactions entre les électrons incidents et le gaz dans la chambre d'un microscope dit "gazeux" ou "environnemental". Une large étude expérimentale servira à définir l'impact de ces interactions et les principaux paramètres mis en jeu.

Un deuxième volet sera consacré à de nouvelles approches développées et validées pour la quantification de la résolution à l'interface entre multi-matériaux qui reste un problème posé pour toute caractérisation microscopique et spectroscopique de propriétés de matériaux composites et hétérogènes. La notion de poire d'interaction souvent admise, verra sa définition et son contenu modifiés.

Références :

- L. Khouchaf, "Gaseous Scanning Electron Microscope (GSEM): Applications and Improvement", Scanning Electron Microscopy, Viacheslav Kazmiruk (Ed.), ISBN: 978-953-51-0092-8, InTech, (2012).
- A. Zoukel, L. Khouchaf, C. Arnoult, J.Di. Martino, D. Ruch, « A new approach to reach the best resolution of X-Ray Microanalysis in the Variable Pressure SEM », Micron, Volume 46, (2013) 12-21.
- L. Khouchaf, « The surface skirt in Gaseous Scanning Electron Microscope GSEM », journal Microscopy Research, 1 (2013) 29-32.
- A. Zoukel, L. Khouchaf, J.Di. Martino, D. Ruch, "The Interfacial EDS Profile X-ray Resolution Measurements in the Variable Pressure SEM", Microscopy and Microanalysis, 20, 1565–1575, 2014.

11h15 - 11h45 **Principe et perspectives de la microscopie électronique en biologie** (Michael TRICHET*, Virginie BAZIN, Ghislaine FREBOURG, Géraldine TOUTIRAIS, Sorbonne universités, UPMC Univ Paris 06, CNRS, Institut de Biologie Paris-Seine (IBPS) FR 3631, Service de Microscopie Electronique, Paris - michael.trichet@snv.jussieu.fr)

L'observation du vivant est une approche essentielle en biologie pour en étudier les mécanismes fondamentaux. Ces mécanismes, et les organismes vivants, présentent une grande variabilité de taille. Leur étude nécessite ainsi de combiner les techniques d'imagerie pour couvrir une gamme

d'échelle d'observation très large : de la macroscopie, pour les organismes entiers aux techniques de microscopie les plus fines pour les virus et arrangements moléculaires.

La microscopie électronique (ME) est une approche puissante pour l'observation du vivant. La grande résolution apportée par l'utilisation des électrons permet de révéler l'organisation ultrastructurale et de localiser des événements aux échelles tissulaires, sub-cellulaires et moléculaires. Bien que parfaitement maîtrisée, l'observation d'échantillons biologiques reste néanmoins un défi en ME : très hydratés, ils sont extrêmement sensibles au vide et au faisceau d'électrons, tout en présentant une grande hétérogénéité de composition, de structure et d'organisation dans l'espace. Ainsi, en ME les structures biologiques observées sont traditionnellement le résultat d'une préparation chimique, sources d'artefacts et qui fixe irrémédiablement tout processus dynamique.

Cet exposé présentera un aperçu des techniques actuellement disponibles en ME pour répondre aux défis lancés par l'imagerie en biologie. Ces approches visent en particulier à préserver l'intégrité des processus biologiques et d'intégrer des données multi-échelles pour l'analyse d'événements rares, dynamiques ou à grande échelle.

11h45 – 12h15 Etude par cathodoluminescence (CL) des défauts cristallins présents dans le GaN semi-polaire. (Florian TENDILLE*, Philippe De MIERRY, Philippe. VENEGUES, Monique TESSEIRE CRHEA-CNRS (Centre de Recherches sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications), Sophia-Antipolis, 06560 Valbonne- ft@crhea.cnrs.fr)

La caractérisation des défauts cristallins dans les films de nitrure de gallium (GaN) hétéroépitaxiés est essentielle. En effet la présence de ces défauts a une influence capitale sur les propriétés physiques et les performances des composants optoélectroniques réalisés à partir de ces matériaux. La cathodoluminescence (CL) permet une détermination rapide et précise de la nature et des densités de ces défauts. C'est donc un outil de choix dans le développement de méthodes de réductions de défauts dans les matériaux semi-conducteurs III-V tel que le GaN. Dans cette présentation nous nous concentrerons en particulier sur l'observation de films de GaN d'orientation (11-22) dite semi-polaire réalisés par épitaxie sur saphir structuré. Nous tacherons par cet exemple d'illustrer le potentiel de la CL pour la caractérisation des défauts dans les semi-conducteurs à gap direct.

Le GaN semi-polaire est particulièrement intéressant pour réaliser des hétérostructures possédant des effets de polarisations beaucoup plus faibles que le GaN dans son orientation classique (0001) [1]. Une des conséquences directes est la possibilité de fabriquer des dispositifs optiques permettant une émission lumineuse intense dans la région verte et jaune du spectre visible [2]. Cependant les films de GaN semi-polaires réalisés sur des substrats exogènes contiennent d'importantes densités de défauts tels que des fautes d'empilements basales (BSFs) et des dislocations. Nous présenterons ici une étude CL portant sur une méthode de management de ces défauts qui permet d'obtenir des films de GaN semi-polaire sur saphir de très bonne qualité cristalline [3]. L'analyse des défauts, la préparation des échantillons, et la gamme de densités de défauts où la CL est un outil de caractérisation adapté seront discutés.

Références:

[1] A. E. Romanov, T. J. Baker, S. Nakamura, and J. S. Speck, "Strain-induced polarization in wurtzite III-nitride semipolar layers," *J. Appl. Phys.*, vol. 100, no. 2, pp. 023522–023522, 2006.

[2] H. Sato, R. B. Chung, H. Hirasawa, N. Fellows, H. Masui, F. Wu, M. Saito, K. Fujito, J. S. Speck, S. P. DenBaars, and S. Nakamura, "Optical properties of yellow light-emitting diodes grown on semipolar (1122) bulk GaN substrates," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, no. 22, p. 221110, 2008.

[3] F. Tendille, P. De Mierry, P. Vennéguès, S. Chenot, and M. Teisseire, "Defects reduction method in (11-22) semipolar GaN grown on patterned sapphire substrate by MOCVD: toward heteroepitaxial semipolar GaN free of basal stacking faults," *J. Cryst. Growth*, Jul. 2014.

12h15 - 13h30 Déjeuner libre

13h30 - 14h15 Présentations des exposants

14h30 - 15h00 **Analyse WDS, EDS et EBSD en MEB analytique.** (Denis BOIVIN, ONERA, 92 Chatillon)

La pratique de l'analyse chimique par spectrométrie WDS en MEB est désormais digne d'intérêt, grâce aux performances des nouvelles colonnes des MEBS dits analytiques, dont la spécificité est rappelée. L'intérêt du couplage possible dans ces microscopes des diverses techniques, WDS, EDS et EBSD avec l'imagerie est illustré aux travers d'exemples d'applications issus de la caractérisation de matériaux du domaine aéronautique.

15h00 – 15h30 **Mise au point d'une méthode d'étude de microstructure fine d'un acier inoxydable austénitique par microscopie électronique à balayage** (Alexandre HERMANT^{1,4}, E. SUZON¹, Ph. PETIT², J. BELLUS², F. CORTIAL³, A.F GOURGUES⁴)

1. CEA – Centre de Valduc, 21120 Is-Sur-Tille
2. AUBERT & DUVAL – Usine des Ancizes, 63770 Les Ancizes
3. DCNS Research – CESMAN, 44620 La Montagne
4. MINES ParisTech, PSL Research University, Centre des Matériaux, UMR CNRS 7633, BP87, 91003 Evry cedex

A l'issue de la mise en forme à chaud de pièces de forte épaisseur en acier inoxydable austénitique AISI 316Nb, des hétérogénéités de microstructure peuvent être observées sous certaines conditions. Elles concernent la taille et la morphologie des grains ainsi que l'état de la précipitation. A haute température (> 900°C), l'aptitude du matériau à se déformer dépend essentiellement des phénomènes de recristallisation. Ceux-ci génèrent une nouvelle microstructure qui permet d'assurer un bon écoulement de la matière lors de la mise en forme.

Dans le cas de cet acier, l'impact des conditions de déformation à chaud sur les phénomènes de recristallisation et donc sur la microstructure est encore mal connu à ce jour. Afin de découpler l'influence de chacun des paramètres de mise en forme sur la microstructure, différents traitements thermomécaniques ont été réalisés en laboratoire. Des caractérisations par microscopie électronique à balayage (MEB FEI Nova NanoSEM 450), via la technique EBSD, ont permis d'identifier les différents mécanismes de recristallisation qui régissent l'évolution de la microstructure. Les critères Grain Orientation Spread et Kernel Average Misorientation semblent pertinents pour décrire l'état de recristallisation sur ce matériau. Par ailleurs, l'état de la précipitation a été caractérisé au MEB, à partir de répliques extractives dont la méthode a été reprise et développée au Centre des Matériaux.

15h30 – 16h00 **Analyse quantitative des dislocations et des sous structures de restauration sur du Tantale pur par EBSD.** (Charbel MOUSSA^{1*}, Marc BERNACKI¹, Rémy BESNARD², Suzanne JACOMET¹, Nathalie BOZZOLO¹, charbel.moussa@mines-paristech.fr)

1. MINES ParisTech, PSL - Research University, CEMEF - Centre de mise en forme des matériaux, CNRS UMR 7635, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis Cedex, France.
2. CEA DAM Valduc, F-21120 Is-sur-Tille

Le but de ce travail est de présenter une analyse quantitative des mécanismes impliqués dans la restauration du Tantale déformé à froid lors du recuit. Dans des matériaux comme les métaux purs où les défauts cristallins ont d'habitude une mobilité élevée, l'annihilation et le réarrangement des dislocations ont lieu avant la recristallisation. Ainsi, une compréhension complète de la recristallisation ne peut pas être accomplie sans une connaissance avancée des phénomènes de restauration. Selon si les dislocations incitent une désorientation mesurable dans le réseau cristallin ou pas, elles sont appelées des Dislocations Géométriquement Nécessaires (GNDs) ou des Dislocations Statistiquement Stockées (SSDs) respectivement.

Dans ce travail, l'imagerie ECCI (Electron Channeling Contrast Imaging) pour une analyse qualitative et l'EBS (Electron backscatter diffraction) pour une analyse quantitative des GNDs sont utilisés. L'EBS est une technique avantageuse pour obtenir des résultats statistiquement représentatifs comparée à la Microscopie Electronique en Transmission (TEM).

Cependant, l'analyse quantitative de GNDs de données EBS n'est pas directe. Comme les désorientations locales sont incitées par la courbure du réseau cristallin causée par les GNDs, l'analyse des GNDs peut être réalisée en utilisant les désorientations locales. Cependant ces mesures sont dépendantes du pas de mesure et peuvent être parfois du même ordre de grandeur du bruit de mesure. En se basant sur le principe que quand le pas de mesure tend vers zéro la désorientation locale devrait aussi tendre vers zéro, le bruit de mesure peut être évalué [1]. La sensibilité du bruit de mesure à l'orientation granulaire, à l'amplitude des désorientations et au type des sous-structures intra-granulaires sont discutées et considérées pour l'estimation de la densité des GNDs.

16h00 – 16h30 Session Posters et Pause café

16h30 – 18h00 **Symposium commun SFμ: Sciences de la matière - SM1**
Cartographie d'orientation et de déformation :

16h30 – 17h00 **EBS à haute résolution angulaire (Claire MAURICE, Ecole des Mines, Laboratoire Georges Friedel, Saint-Etienne - maurice@emse.fr)**

L'EBS à haute résolution angulaire a pour but d'évaluer les contraintes résiduelles à l'échelle locale. La technique est basée sur la comparaison entre deux EBSPs. La transformation entre ces deux diagrammes est évaluée par corrélation croisée de plusieurs Régions d'Intérêt. Cette transformation est interprétée en termes de translation de la position du faisceau et de distorsion du réseau (déformation + rotation). En présence d'un gradient d'orientation supérieur à 1 ° entre les deux volumes sondés, une étape préliminaire de « remapping » d'un des diagrammes est nécessaire avant de pouvoir appliquer la corrélation croisée. Cependant, il y a deux limitations à cette technique pour son application au cas général de polycristaux déformés. L'état mécanique de référence est a priori inconnu, limitant ainsi la signification physique de la mesure aux variations de contraintes intragranulaires. L'étape de « remapping » peut induire des artefacts de mesure si la position du point source est mal définie. Les principes de base de l'HR-EBS sont revus afin de clarifier le lien entre transformation des diagrammes, distorsion du réseau et analyse mécanique au sens des milieux continus. En combinant une analyse de contraintes avancée avec une technique de Corrélation d'Image modifiée, des cartes de contraintes indépendantes du point de référence choisi peuvent être obtenues. La sensibilité à la position du point source est fortement diminuée.

17h00 – 17h30 Mesure de déformation d'un réseau cristallin en microscopie en microscopie électronique à transmission (N. CHERKASHIN, M. KORYTOV, F. HOUELIER, et MJ. HÏTCH, CEMES-CNRS et Université de Toulouse - nikolay.cherkashin@cemes.fr).

L'ingénierie de la contrainte à l'échelle nanométrique est une tendance moderne dans l'industrie des semi-conducteurs et la technologie. Le confinement des porteurs de charge pour l'application laser, l'accélération de la mobilité des charges dans un canal de transistor, le phénomène de la précipitation constituent une gamme d'applications pour lesquelles des mesures locales de la déformation sont nécessaires.

C'est dans ce domaine où la microscopie électronique à transmission (MET) propose des opportunités uniques et quelques méthodes de mesures de déformation locale dans une matrice cristalline ont été inventées et développées. Nous allons introduire brièvement les principes de plusieurs techniques basées sur la MET et permettant d'extraire la déformation locale dans des structures cristallines telles que la diffraction d'électrons par faisceau convergent ; « peak finding », la technique basée sur la localisation des pics d'intensité de l'image en haut résolution ; l'analyse des phases géométrique et l'holographie électronique en champ sombre.

Nous allons discuter chaque technique du point de vue de leur résolution spatiale, leur précision et leur champ de vue. Nous allons introduire quelques nouvelles extensions de l'application de ces techniques avec le but d'améliorer soit leurs précisions soit leurs résolutions spatiales. La description des techniques sera illustrée par plusieurs exemples y compris des couches minces, des boucles de dislocations et des îlots tridimensionnels.

17h30 – 17h45 EBSD en transmission dans un MEB. (Fabrice GASLAIN^{1*}, Florence ROBAUT²)

1. MINES ParisTech, PSL - Research University, Centre des Matériaux, Evry.
2. CMTC - Grenoble INP, Saint Martin d'Hères

La caractérisation microstructurale d'échantillons par la technique EBSD est désormais utilisée en routine dans les laboratoires d'étude des matériaux. Elle permet d'obtenir automatiquement et rapidement des cartographies d'orientations avec une précision sur l'orientation de l'ordre de 0,5°. En revanche, la résolution spatiale est médiocre et se limite à environ 50 nm. En complément de cette technique, de nombreux laboratoires complètent leurs études en utilisant la diffraction électronique dans un MET lorsqu'une meilleure résolution spatiale est nécessaire puisque celle-ci peut atteindre 2-3 nm.

Depuis 2010, plusieurs groupes de recherche ont regardé la possibilité d'associer le meilleur de ces deux techniques. Ils ont rapidement montré que l'EBSD en transmission (t-EBSD : transmission EBSD ou encore TKD : Transmission Kikuchi Diffraction) effectuée dans un MEB avec un système EBSD commercial récent permet d'obtenir facilement des cartographies dont la résolution spatiale est bonne (~10 nm) tout en maintenant une précision sur l'orientation de l'ordre de 0,5°.

Lors de cette présentation nous effectuerons un état de l'art de l'EBSD en transmission illustré par de nombreux exemples obtenus sur des lames minces et des nanomatériaux. Nous montrerons la mise en œuvre de cette technique, ses avantages et ses limitations.

17h45 – 18h00 Cartographies d'orientations cristallines obtenues par série d'image ionique. (Cyril LANGLOIS^{1*}, Hui YUAN¹, Thierry DOUILLARD¹, Bertrand VAN-DE-MOORTELE², Arnel DESCAMPS-MANDINE³, N. Nicholas.P. BLANCHARD⁴, Thierry EPICIER¹)

1. Laboratoire MATEIS, INSA de Lyon, 69100 Villeurbanne

2. Laboratoire de Géologie de Lyon, Ecole Normale Supérieure de Lyon, 69364 Lyon
3. Institut des Nanotechnologies de Lyon, INSA de Lyon, 69100 Villeurbanne
4. Institut Lumière Matière, Univ. Claude Bernard Lyon 1, , 69100 Villeurbanne

Obtenir des cartographies d'orientation cristalline sur une zone d'un échantillon polycristallin est crucial en science des matériaux. Ces cartographies permettent d'avoir des informations par exemple sur la texture cristallographique dans le matériau ainsi que sur la présence de contraintes dans les grains, ce qui est très important pour comprendre les propriétés du matériau [1,2].

Actuellement, ces cartographies sont obtenues par Electron Back Scattered Diffraction (EBSD), ce qui nécessite l'installation d'une caméra supplémentaire dans le microscope à balayage. De plus, la géométrie d'acquisition est complexe (platine tiltée à $\sim 70^\circ$), ce qui décroît la résolution spatiale perpendiculairement à l'axe de tilt. Les grandes directions de recherche en EBSD portent d'une part sur la vitesse d'acquisition et de traitement (high-speed EBSD), et d'autre part sur la précision angulaire (high resolution EBSD). Ceci traduit le besoin constant d'améliorer les méthodes d'obtention de cartographie d'orientation, de manière à faire entrer cette technique de plus en plus en routine au sein des laboratoires industriels (contrôle qualité et recherche/développement).

La méthode que nous proposons pour obtenir des cartographies d'orientation cristallographique repose sur le phénomène de canalisation d'un faisceau d'ions par les plans cristallins à la surface de l'échantillon. Actuellement, ce phénomène est plutôt utilisé avec un faisceau électronique en relation avec l'observation de défauts cristallins sous la surface (dislocations, fautes d'empilement) mais pas pour produire des cartographies telles que celles obtenues en EBSD. Pourtant, c'est une idée déjà mentionnée par plusieurs auteurs dans le passé [3]. Le principe repose sur l'acquisition sur une même zone d'une série d'images ioniques pour différentes orientations de l'échantillon. De par le phénomène de canalisation, un pixel de la zone, repéré par ses coordonnées X et Y, aura une intensité différente sur chaque image. On peut donc obtenir pour chaque pixel un profil d'intensité en fonction de la coordonnée décrivant l'orientation de l'échantillon par rapport au faisceau. Ces profils d'intensité présentent des creux correspondant aux angles pour lesquels le faisceau d'ions s'est trouvé parallèle à certaines familles de plan. Un profil d'intensité est donc une signature très fine de l'orientation de l'échantillon.

Pour déterminer l'orientation cristallographique de l'échantillon en un point donné, l'idée consiste à rechercher dans une base de données de profils théoriques celui qui sera le plus proche du profil d'intensité expérimental au point considéré. Les trois angles d'Euler associés au profil d'intensité théorique le plus proche donneront donc l'orientation cristalline en ce point. La clé du problème réside donc dans la construction d'un profil théorique pour une orientation fixée, de manière à constituer cette base de données. Plusieurs approches sont possibles pour cela, qui seront expliquées et discutées en détail au cours de la présentation.

Cette méthode a fait l'objet d'un dépôt de brevet. Il est nécessaire maintenant d'explorer les potentialités de cette méthode, en termes de résolution, rapidité, fiabilité et étendue du domaine d'application.

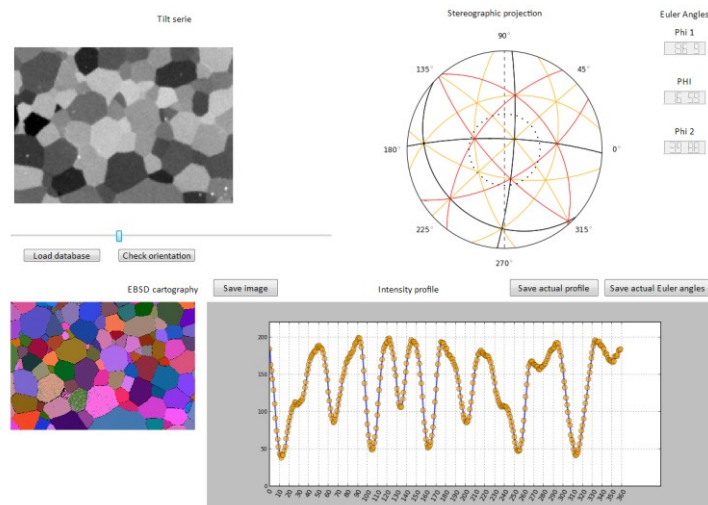


Fig.1 : copie d'écran du logiciel écrit pour vérifier la corrélation entre le profil d'intensité en un point obtenu à partir d'une série d'images et les angles d'Euler au même point issus d'une cartographie EBSD acquise sur la même zone.

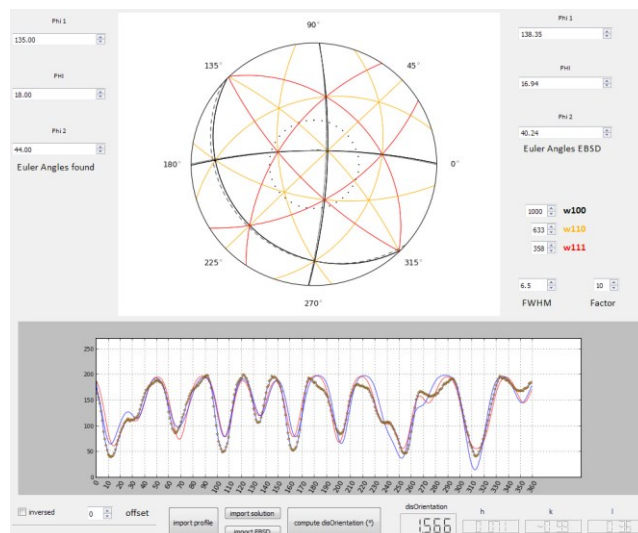


Fig.2 : copie d'écran du logiciel écrit pour comparer le profil d'intensité expérimental (vert), le profil théorique correspondant à l'orientation donnée par l'EBSD (rouge) et le profil trouvé dans la base de donnée (bleu). Dans le cas présenté sur la figure, la différence en l'orientation EBSD et l'orientation trouvée dans la base est de 1,5°.

Références :

[1] Estimation of recrystallized volume fraction from EBSD data, J. Tarasiuk, Ph. Gerber and B. Bacroix, Acta Mater (2002) 50 1467–1477
 [2] Characterization of the Grain-Boundary Character and Energy Distributions of Yttria Using Automated Serial Sectioning and EBSD in the FIB, S.J. Dillon and G.S. Rohrer, Journal of the American Ceramic Society (2009) 92 1580–1585
 [3] Crystallographic orientation contrast associated with Ga⁺ ion channeling for Fe and Cu in focused ion beam method, Y. Yahiro, K. Kaneko, T. Fujita, W.-J. Moon and Z. Horita, Journal of Electron Microscopy (2004) 53 571–576

18h00 – 19h00 Session Posters et Pause café

Jeudi 2 Juillet 2015

08h45 – 09h15 Caractérisation physicochimique des poudres : nouvelles approches analytiques (Emmanuelle BRACKX¹, S. PAGES¹, O. DUGNE², B. BOICHARD¹, R. DOMENGER¹, A. CHOCARD¹, M. CABIE³, R. PODOR⁴, M. LAHAYE⁵, P. PARANT⁶, S. PICART⁶)

1. CEA, DEN, DTEC, SGCS, LMAC, 30207 Bagnols sur Cèze
2. CEA, DEN, DEC, SA3C, 13108 Saint Paul lez Durance
3. CP2M Université d'Aix Marseille III, Faculté des Sciences de Saint Jérôme, 13397 Marseille
4. ICSM UMR 5257 – CEA / CNRS / UM2 / ENSCM, 30207 Bagnols sur Cèze
5. Placamat, Université de Bordeaux 1, 33608 Pessac cedex
6. CEA, DEN, DRCP, SECA, LCAR, 30207 Bagnols sur Cèze

Les poudres et matériaux solides divisés sont fortement représentés dans l'industrie en tant que produits finis ou intermédiaires dans les domaines alimentaire, cosmétique, de la construction, pharmaceutique, du transport, électronique et bien sûr énergétique.

Leur utilisation optimale exige de maîtriser les procédés de transformation sur la base de la compréhension des différents phénomènes en jeu (frittage, réactivité chimique, pureté, etc...). Leur modélisation et compréhension requièrent un ensemble de données et de caractéristiques qu'il est plus ou moins complexe à obtenir.

L'objet de cette présentation est d'illustrer à travers d'exemples, l'utilisation de différentes techniques de caractérisation physicochimiques adaptées à l'analyse de poudres à l'état brut ou après préparation spécifique. Cette caractérisation peut être de différente nature : dimensionnelle, chimique élémentaire, de réactivité chimique à haute température ou encore mécanique.

09h15 – 09h45 Etudes microstructurales de céramiques : analyses de défauts ponctuels et comparatifs de produits par microsonde (Marie-Eline COUTURIER, Camille LABROSSE, Société Française de Céramique, Département LC2M – Pôles Microstructure & Physique, Les Ulis - 91955 Courtabœuf)

Il existe de nombreuses catégories de céramique et leur analyse par microsonde de Castaing permet d'étudier leur microstructure, de comprendre et d'anticiper leur comportement en utilisation et de déterminer l'origine de défauts de fabrication ou encore de déterminer les causes de dégradations précoces lors d'expertises judiciaires.

Plusieurs domaines de céramique vont être abordés lors de cette présentation :

- *L'art de la table avec l'étude de défauts ponctuels dans des assiettes ;*
- *Le sanitaire avec l'étude d'un défaut dans l'émail d'un évier ;*
- *Le carrelage avec la comparaison de la structure de deux produits ayant un comportement mécanique différent ;*
- *Les céramiques réfractaires avec un comparatif des performances de différentes briques réfractaires lorsqu'elles sont soumises à des agents corrosifs ;*
- *Les céramiques techniques avec l'étude de prothèses dentaires ;*
- *Les nouvelles « céramiques » avec l'étude de plaques de fer à lisser à technologie dite « céramique ».*

Ces différents cas permettront de faire un rapide tour d'horizon du domaine de la céramique.

09h45 – 10h15 Etude *in-situ* du frittage de céramiques par microscopie électronique à balayage environnemental à haute température (Renaud PODOR, Galy Ingrid NKOU BOUALA, Nicolas DACHEUX, Johann RAVAUX et Nicolas CLAVIER, Institut de Chimie Séparative de Marcoule, UMR 5257 CEA-CNRS-UM2-ENSCM Site de Marcoule, 30207 Bagnols sur Cèze)

*Lors de l'élaboration de matériaux céramiques, l'étape de consolidation est généralement réalisée par un traitement thermique de la pièce crue mise en forme. Cette étape, dite de frittage, peut être décrite par 3 stades successifs qui correspondent de manière simplifiée, à l'élaboration des ponts entre les grains, à la densification du matériau puis au grossissement des grains. De nombreux travaux, menés depuis plus de 60 ans, ont été dédiés à l'étude de ces processus. Peu d'entre-eux reportent des études menées *in situ*, à l'échelle microscopique.*

*En combinant les savoir-faire de l'ICSM dans le domaine de la synthèse et en expérimentation *in situ* dans le MEB environnemental à haute température, des stratégies ont été développées pour étudier spécifiquement les différents stades du frittage de matériaux céramiques. Nous nous attacherons ici à montrer quels résultats peuvent être obtenus et quelles informations complémentaires ces expériences apportent aux chercheurs (Figure 1).*

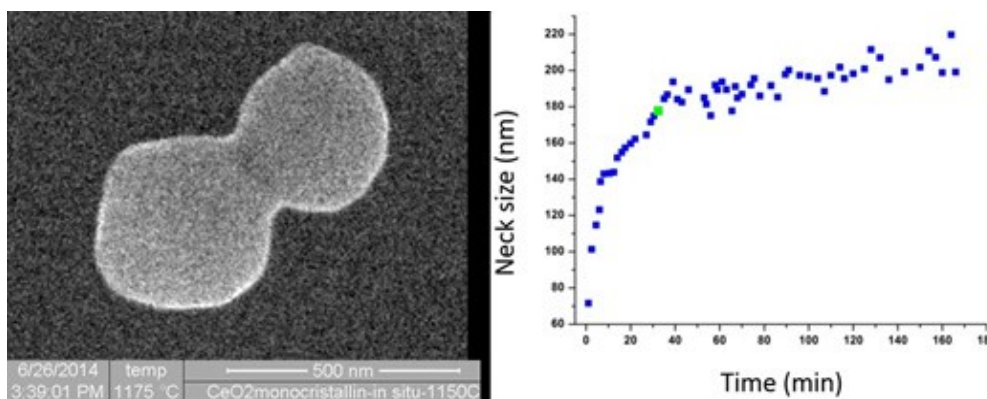


Figure 1 : Suivi *in-situ* du frittage de deux nanosphères de CeO₂ à T=1150°C (Thèse G.I. Nkou Bouala)

Publications associées :

- 1) G.I. Nkou Bouala, N. Clavier, R. Podor, J. Cambedouzou, A. Mesbah, H.P. Brau, J. Lechelle and N. Dacheux "Preparation and characterisation of uranium oxides with spherical shape and hierarchical structure" *CrystEngComm*. 16 (2014) 6944-6954
- 2) N. Clavier, R. Podor, L. Delière, J. RavauX and N. Dacheux "Combining *in situ* HT-ESEM observations and dilatometry: an original and fast way to the sintering map of ThO₂" *Materials Chemistry and Physics* (2013) 137(3), 742-749.
- 3) N. Clavier, R. Podor, J. RavauX, G.I. Nkou Bouala, N. Dacheux "Contrôler la microstructure des céramiques nucléaires. De nouveaux outils pour des matériaux adaptables" *L'actualité Chimique* (2013) 380, 15-19
- 4) R. Podor, N. Clavier, J. RavauX, L. Claparède, N. Dacheux and D. Bernache-Assollant "Dynamic aspects of cerium dioxide sintering: HT-ESEM study of grain growth and pore elimination" *J. Eur. Ceram. Soc.* (2012) 32, 353-362
- 5) R. Podor, N. Clavier, J. RavauX, L. Claparède, N. Dacheux "In situ HT-ESEM observation of CeO₂ grain growth during sintering" *J. Am. Ceram. Soc.*, (2012) 95(11), 3683-3690

10h15 - 10h45 Pause café

10h45 - 11h15 Approche microscopique *in situ*; Vers une meilleure compréhension de l'endommagement thermomécanique des couches minces dures. (Philippe STEYER, MATEIS - INSA Lyon, 69621 Villeurbanne)

Un des moyens mis en œuvre pour améliorer la durabilité des matériaux consiste à changer la nature de sa surface. Ce domaine de l'ingénierie de surface a su grandement bénéficier ces dernières trente années des avancées permises dans le domaine des dépôts physiques en phase vapeur, capables de générer tous types de structures (monolithiques, multi-couches, nanostructurées...) et de natures de couche, métalliques comme céramiques.

Dans ce dernier cas, le revêtement est le plus souvent un nitrure de métal de transition : TiN, CrN... Les fonctionnalités visées sont alors principalement de types mécanique et tribologique. Si de longue date, la caractéristique hégémonique était la seule dureté, les mentalités changent et en particulier l'effet de l'environnement ou de sollicitations extérieures doivent désormais être pris en compte. Dans ce contexte de la caractérisation fine de l'endommagement de couches minces, l'analyse microscopique des pièces revêtues sous sollicitation multiple sera la cadre de notre présentation.

Pour ce type d'étude, nous mettons en oeuvre une approche in-situ originale avec suivi en temps réel des événements. Nous illustrerons cette démarche scientifique au travers d'exemples empruntés au domaine de la couche mince dure. Nous montrerons notamment en quoi les essais d'oxydation dans le MEB utilisé en mode environnemental (vapeur d'eau sous 5 Torr jusqu'à 1000°C) ont permis de mieux comprendre les phénomènes d'endommagement des revêtements à haute température. Par ailleurs, de manière à s'approcher des conditions réelles d'utilisation des outils, des essais de micro-traction conduits dans la chambre du MEB sous vide ont complété notre démarche. Une analyse originale de la dynamique de surface par corrélation d'images numériques a ainsi permis d'identifier des mécanismes fins de fissuration, à la base de l'endommagement de nombreuses couches céramiques. Enfin, nous cumulerons ces deux effets physico-chimiques (oxydation à haute température) et micro-mécaniques (essai de traction) en présentant notre dernière micro-machine de traction munie d'une chambre haute température (Fig. 1)

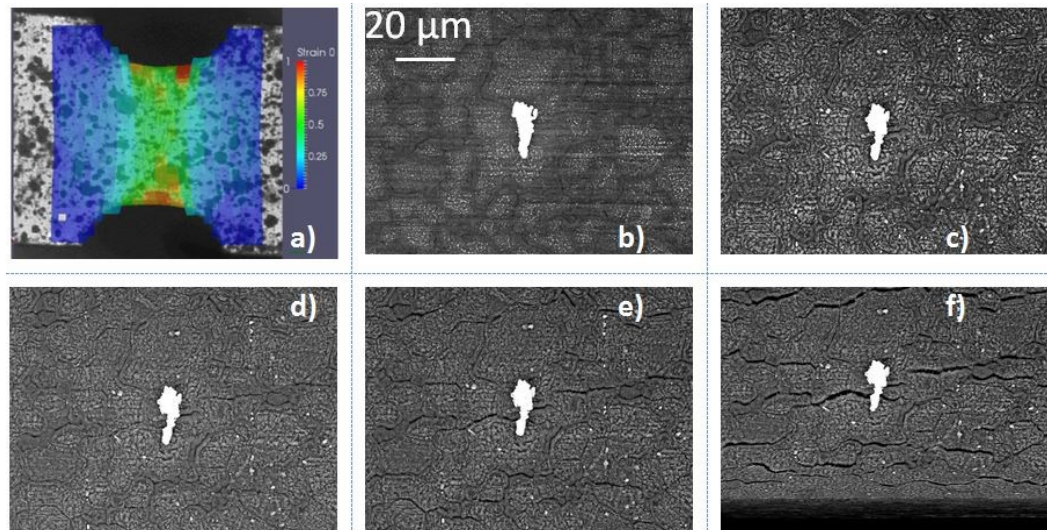


Fig. 1 : Zone entaillée de l'éprouvette montrant la concentration des contraintes par corrélation d'images numériques (a) et séquence d'images enregistrée au cours de l'essai de traction réalisé à 800°C sur une éprouvette d'acier inox 316L (b, f).

11h15 – 11h45 De la microscopie électronique à balayage aux règlements de compte marseillais, utilité de la recherche de résidus de tir (Pauline BAKIS, Police scientifique Marseille)

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

La microscopie électronique à balayage couplée à l'analyse X permet de visualiser et de déterminer la composition de particules microscopiques. Cette technique trouve tout naturellement son application à la recherche de résidus de tir, particules métalliques émises lors d'un tir aux alentours du tireur et en direction de la victime.

Mise au point dans les années 70 par Wolten et Nesbitt (USA), les principes de base de cette méthode n'ont guère changé, mis à part le développement de logiciels de recherche automatisée des particules et le souci constant d'amélioration de la taille minimale des particules détectées et de la diminution de la durée d'analyse d'un prélèvement notamment par l'utilisation de détecteurs d'analyse X de type SDD.

Les divers composants d'une munition (amorce, étui, projectile) libèrent des résidus de tir différents pouvant éventuellement se combiner. Le savoir-faire de l'expert en police scientifique est de pouvoir déterminer l'origine des particules détectées. Aujourd'hui, la variété de formulations des mélanges explosifs contenus dans les amorces permet d'aller plus loin dans la comparaison entre les résidus présents sur les prélèvements réalisés par les services d'identité judiciaire et les laboratoires de police scientifique avec les éléments balistiques saisis.

11h45 - 12h15 Corrélation entre architecturation et phase cristalline d'un oxyde : apport de la microscopie électronique à la compréhension des phénomènes d'auto-assemblage (Sylvie VILLAIN, Marie-Angèle FREMY, Université de Toulon, Laboratoire IM2NP, 83957 La Garde)

L'auto-assemblage est un phénomène pendant lequel des parties élémentaires d'un matériau (appelées briques élémentaire), s'assemblent de façon spontanée pour former des structures présentant un haut degré d'organisation.

Dans le domaine des matériaux, l'auto-assemblage est un domaine en plein essor : bien contrôlé, il pourrait permettre à l'avenir de conférer à des matériaux des propriétés ne pouvant être obtenues pour le massif. Cependant, la compréhension des phénomènes intervenant pendant l'auto-assemblage reste encore limitée.

Ce travail présente le processus d'auto-assemblage d'un oxyde de bismuth, pour lequel nous avons obtenu des résultats très intéressants : en effet, nos briques élémentaires, de fines écailles rectangulaires, s'assemblent spontanément sous forme de pyramides creuses à base carrée.

La microscopie électronique nous a permis bien entendu de visualiser les formes obtenues pour nos assemblages, mais bien plus encore, couplée aux résultats d'autres études, elle nous a permis de comprendre dans quelles conditions nous allons obtenir telle ou telle forme d'assemblage. Nous avons ainsi pu proposer un mécanisme d'architecturation, mais aussi associer les morphologies d'assemblages observées aux phases cristallines de notre oxyde.

12h15 - 13h30 Déjeuner libre

13h30 - 14h30 Présentations des exposants

14h30 - 15h00 **Impacts, cratères et astéroïdes.** (Guy LIBOUREL, Geoazur, OCA - Observatoire Nice Côte d'Azur)

De façon à mieux comprendre la formation des astéroïdes primitifs du système solaire, nous effectuons des expériences d'impacts à grande vitesse entre 0.2 et 7 km/s qui simulent les conditions dynamiques des corps célestes régnant à l'époque du disque protoplanétaire durant les premiers millions d'années de vie de notre étoile.

Notre objectif est ici d'évaluer les conséquences sur l'évolution physico-chimique du projectile, de la cible et des éjectas durant l'impact. Pour ces expériences, nous sommes focalisés sur des impacts impliquant un projectile silicaté et une cible métallique simulant un astéroïde métallique.

Grâce aux couplages de différentes techniques de microscopie électronique de pointe, je présenterai les premiers résultats concernant la caractérisation physico-chimique de détail des différents matériaux avant et après chocs, et leurs applications aux météorites et aux astéroïdes.

15h00 - 15h30 Couplage d'outils analytiques pour l'étude de la distribution géochimique des éléments Cu et Zn dans les sédiments. (Nicolas MAUBEC, Guillaume WILLE, BRGM, 45060 Orléans)

Bien que nécessaire en très faible quantité pour une bonne physiologie chez la plupart des êtres vivants évolués, certains métaux tels que le cuivre et le zinc sont régulièrement en excès voire en quantité toxique dans les masses d'eau françaises et posent le problème de l'atteinte du bon état chimique ou écologique de ces dernières. Le comportement des éléments depuis leur source d'émission jusque dans les sédiments et les sols n'est pas toujours maîtrisé et reste une donnée indispensable et préalable à une remédiation. Selon les origines naturelles ou anthropiques et la minéralogie de la fraction sédimentaire, la spéciation des métaux dans la phase solide est variable. Il s'agit d'une donnée mal connue car difficile à caractériser. La connaissance de cette spéciation est importante car elle conditionne la remise en suspension potentielle des métaux et leur remobilisation sous forme dissoute dans le milieu environnant.

Pour lever ce verrou, des caractérisations minéralogiques des sédiments couplées à des analyses chimiques sont nécessaires pour identifier les minéraux porteurs de métaux lourds et mettre en évidence le risque potentiel de mobilisation de ces éléments. Parmi les méthodes utilisées, on peut citer la microscopie électronique à balayage, la microsonde électronique, la spectroscopie Raman ou encore la diffractométrie des rayons X.

Cette présentation montrera comment la combinaison de ces différentes techniques est indispensable pour déterminer la distribution géochimique des éléments Cu et Zn dans les sédiments. Avec la connaissance de cette distribution, les développements de méthodes pour la protection contre la pollution et la restauration de la qualité des eaux et des sédiments pourront être proposés et mis en place.

15h30 – 16h00 La microscopie électronique pour remonter le temps: exemples d'intégration du MEB et du MEB-EDS à la panoplie analytique de l'archéologue (Jean-Victor PRADEAU¹, Suzanne JACOMET², Sylvie BEYRIES¹, Didier BINDER¹, Eugénie GAUVRIT-ROUX¹, Patricia ANDERSON¹, Hala ALARASHI³, Auréade HENRY¹, Julia CHRZAVZEZ¹, Isabelle THERY-PARISO¹, Claire DELHON¹, Martine REGERT¹)

1. CEPAM/UMR 7264 CNRS – Université Nice-Sophia Antipolis, Nice.
2. CEMEF/UMR 7635 CNRS – École des Mines de Paris, Valbonne.
3. Archéorient/UMR 5133 CNRS – Université Lumière Lyon 2, Lyon

L'archéologie vise à décrire les sociétés du passé à travers l'ensemble des vestiges ayant subsisté jusqu'à nous. Ces documents peuvent être des artefacts ou des écofacts, mobiliers ou immobiliers. Les problématiques abordées sont tout aussi diverses : économiques (acquisition et gestion des ressources minérales, végétales ou animales), technologiques (mode de mise en œuvre de ces matériaux, préparation et fabrication des productions matérielles utilitaires ou symboliques), fonctionnelles (usages et fonctions dévolues à ces productions ou industries).

Pour appréhender son vaste socle documentaire et construire ses interprétations, l'archéologue contemporain fait donc appel à de nombreuses disciplines des sciences humaines, de la vie, de la terre et des matériaux. Au sein de ce dernier champ, l'observation par microscopie électronique à balayage et l'analyse élémentaire couplée sont aujourd'hui particulièrement sollicitées.

La présente communication expose un éventail varié, mais non exhaustif, de travaux menés par les chercheurs du CEPAM où le MEB-EDS s'est révélé crucial : détermination de pigments préhistoriques, traces de fabrication de perles, identification de résidus sur outils en silex, caractérisation de processus d'altération sur des charbons.

Fin des Journées thématiques