



JOURNEES THEMATIQUES 2022 DU GN-MEBA

ENSAM - AIX EN PROVENCE

Jeudi 9 Juin 2022

09h00 - 10h45 *Accueil des participants*

10h45 - 11h00 *Mot d'accueil du directeur - Philippe COLLOT, ENSAM*

11h00 - 11h30 **Haute résolution en basse tension, pression variable, EDS, WDS EBSD et TKD - Présentation du système avec des exemples - Andréa CAMPOS, Univ. Aix Marseille - CP2M**

La résolution maximale d'un MEB dépend de plusieurs facteurs, notamment la taille du faisceau incident et le volume d'interaction du faisceau avec l'échantillon. Grâce à l'optique électronique de pointe, des résolutions de l'ordre subnanométrique sont possibles même en basse tension d'accélération des électrons.

L'objectif de cet exposé est de présenter des travaux de haute résolution en basse tension, pression variable, EDS, WDS, EBSD et TKD réalisées avec des échantillons qui ont permis d'atteindre les limites de notre système.

Les paramètres d'acquisition utilisés ainsi que les facteurs limitants seront mis en évidence selon le domaine de recherche étudié. Dans certains cas, les résultats sont comparables avec ceux obtenus via MET, avec l'avantage de ne pas avoir de préparation préalable.

11h30 - 12h00 **Investigation de la compétition de grains et de la formation des défauts cristallins pendant la croissance du silicium par des méthodes in situ de diffraction X couplées à des méthodes complémentaires de microscopie électronique par EBSD (Electron Backscattered Diffraction) - Nathalie MANGELINCK-NOËL, Univ. Aix Marseille - IM2NP**

Toutes les techniques de fabrication du silicium cristallin pour les applications photovoltaïques partagent des défis qui concernent : le contrôle de la structure de grains finale, la diminution de la densité de défauts structuraux (dislocations) et le contrôle des impuretés.

Nous présentons ici des travaux expérimentaux qui permettent de caractériser les mécanismes fondamentaux de la croissance du silicium par imagerie X in situ pendant la solidification.

Ces résultats sont couplés à des analyses complémentaires ex situ par EBSD afin de mieux comprendre les phénomènes qui entrent en jeu dans l'établissement de la structure de grains et dans la dynamique de formation des défauts cristallins.

12h00 – 12h30 Utilisation de l'EBSD haute résolution (HREBSD) pour l'analyse des déformations et des contraintes - Laurent BARRALLIER, ENSAM Aix en Provence - MSMP

L'analyse locale mécanique sous microscope électronique à balayage (MEB) peut être effectuée par des méthodes diffractométriques mettant en œuvre les électrons (diffraction des électrons rétrodiffusés - EBSD) ou les photons (diffraction de Kossel).

L'objet de cette présentation est de donner les éléments nécessaires à la compréhension de la méthode avec quelques exemples à l'appui. Sous contraintes mécaniques (contraintes résiduelles ou contraintes appliquées), la maille élémentaire de la phase cristalline analysée se déforme modifiant ainsi, de manière très peu prononcée, les diagrammes de Kikuchi. L'enjeu est alors de mettre en place une méthodologie permettant de mesurer ces très faibles variations.

Actuellement des techniques permettent de mener à bien ce challenge : la corrélation d'image [1] et la transformée de Hough 3D [2]. Ces deux techniques (HREBSD) ont des limitations : il n'est possible que déterminer les champs de déformation (contrainte) sous forme de cartographies qu'à l'échelle de l'orientation cristalline (grain, macle).

C'est donc une méthode locale complémentaire des analyses plus globales comme la diffraction des rayons X.

[1] A.J. Wilkinson, G. Meaden, D.J. Dingley, High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity, Ultramicroscopy 106(4) (2006) 307-313.

[2] C. Maurice, R. Fortunier, A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns (2008) Journal of Microscopy, 230 (3), pp. 520-529

12h30 - 13h45 Déjeuner libre (repas possible au restaurant du CROUS si réservation)

13h45 – 14h15 Lien ségrégation / recristallisation dans le cas d'alliages Fe-Si-Sn - Myriam DUMONT¹, Nikolaos MAVRIKAKIS, Pablo RODRIGUEZ-CALVILLO, Wahib SAIKALY, A.P.C. CAMPO, Suzanne JACOMET², Nathalie BOZZOLO², Dominique MANGELINCK³

- 1- ENSAM Aix en Provence - MSMP
- 2- CEMEF Mines ParisTech, Sophia-Antipolis
- 3- Aix Marseille Université - Laboratoire IM2NP

Cette étude traite de l'effet de la ségrégation de l'étain sur les cinétiques de recristallisation statique ainsi que sur le développement des textures de recristallisation dans des alliages Fe-Si-Sn. Comme prévu par l'effet de trainage de soluté, les cinétiques de recristallisation mesurées par microscopie optique à différentes températures montrent un ralentissement en présence d'étain.

Par ailleurs, l'étain influence les textures de recristallisation obtenues après laminage à froid et recuit. Des expériences d'EBSD (electron back-scattered diffraction) réalisées de façon séquentielle sur une même zone d'un échantillon permettent clairement de montrer l'effet de l'étain sur les textures de recristallisation. Le lien ségrégation / recristallisation a été établi par la combinaison d'expériences EBSD associées à des mesures de ségrégation aux interfaces par sonde atomique tomographique.

Cette étude multi-échelles a permis de mieux appréhender les mécanismes de recristallisation dans les alliages Fe-Si-Sn.

14h15 - 14h45

...

14h45 – 15h15 Optimisation de conditions d'acquisition au MEB en vue de l'application de la technique de corrélation d'images numériques lors d'essais mécaniques - Jean-Patrick GOULMY, Fabrice GUITTONNEAU, Sébastien JEGOU, Laurent BARRALLIER, ENSAM Aix en Provence - MSMP

La mise en œuvre d'essais in-situ au microscope électronique à balayage (MEB) est un moyen intéressant de visualiser les hétérogénéités de déformation lors de chargements mécaniques. Une étape essentielle avant la réalisation des essais est la définition des conditions d'acquisition.

L'objectif de cette présentation est d'exposer une classification des conditions d'acquisition ayant le plus d'importance dans la précision des mesures de déformation par corrélation d'images numériques lors d'essais in-situ MEB. Plus de 200 paires d'images ont été acquises avec un MEB à canon à émission de champ.

L'influence de diverses conditions d'acquisition a été étudiée : tension d'accélération, courant de sonde, distance de travail, grossissement, ... La méthodologie mise en place permet de détecter les artefacts de décalage de ligne de balayage, de distorsion de dérive et de distorsion spatiale, et ainsi optimiser les conditions d'acquisition du MEB pour diminuer leur présence.

Parmi les facteurs les plus importants mis en évidence, la taille des subsets utilisée en corrélation d'images numériques, le temps de stabilisation du faisceau avant l'acquisition des images et la taille des images jouent un rôle essentiel dans les résultats. Bien que des tendances concernant les paramètres à utiliser soient fournies dans la littérature, il est recommandé d'utiliser la méthodologie sur chaque dispositif afin d'optimiser les conditions d'acquisition avant essai.

15h15 – 16h00 Pause et Posters

16h00 - 16h30 Mesures de propriétés mécaniques in-situ dans un MEB nucléarisé, implantation et premiers résultats sur du combustible U-Pu-O - Gauthier JOUAN, Jean-Philippe BAYLE, CEA Marcoule - LMPA; Jean-Marc BREGUET, Nicholas X. RANDALL, Alemnis AG - Suisse

Mots clés : nano-indentation, micro-compression, in situ, coulabilité, nucléarisation.

Les procédés de fabrication des combustibles nucléaires (UO_x et MO_x) utilisent des poudres. La maîtrise de leur comportement à toutes les étapes du procédé (transport, concassage, attrition, mélange, remplissage, etc.) est indispensable. Pour cela, il est nécessaire de connaître leurs propriétés mécaniques à l'échelle microscopique (énergie et le mécanisme de rupture notamment).

Ces données expérimentales sont ensuite utiles à la modélisation qui est couramment utilisée pour le développement des procédés de fabrication.

Pour répondre à ces exigences (entre autres projets), le CEA Marcoule a mis en place un dispositif de nano-indentation d'Alemnis (Suisse) dans un MEB nucléarisé dédié aux poudres (environnement très contaminant et radioactif).

Cette présentation abordera d'abord le choix de l'appareil et les modifications apportées à celui-ci pour l'utiliser en laboratoire chaud.

En deuxième partie, quelques résultats obtenus sur des agglomérats UO₂ et U/PuO₂ seront présentés.

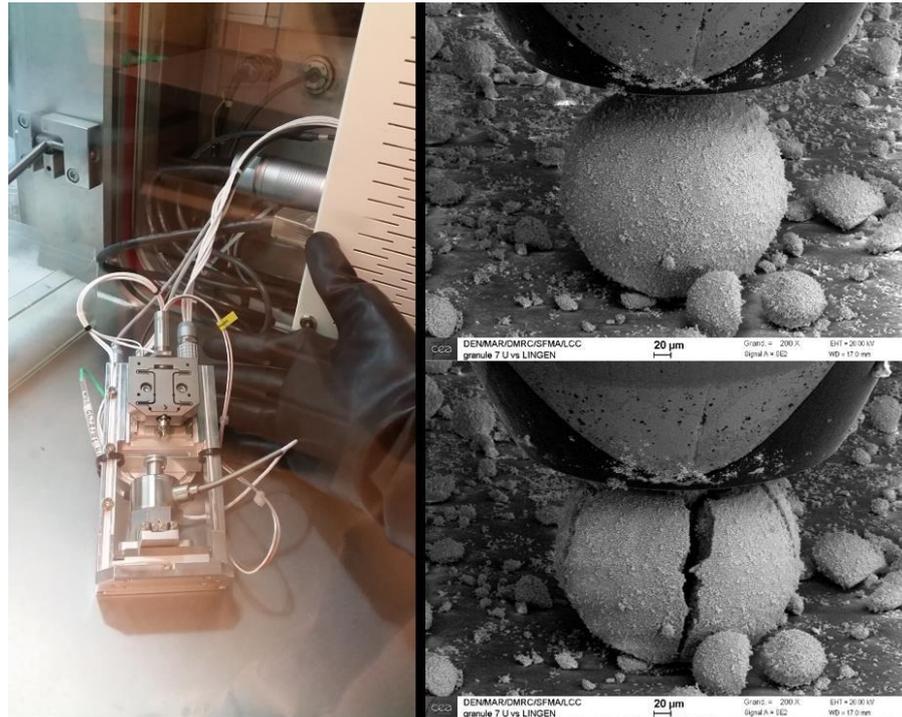


Figure 1 : photo du nano-indenteur dans la boîte à gants du MEB nucléarisé et cliché MEB de micro-compressions in-situ d'agglomérats d'UO₂.

16h30 – 17h00 Etude d'avaries - Philippe COPERET, APAVE

L'expertise d'avarie de pièces métalliques a pour objectif de comprendre les causes d'un phénomène de ruine.

Dans le cas de rupture, l'étude des faciès - communément appelé "fractographie" - peut apporter des réponses essentielles quant aux conditions ayant abouti à l'avarie de la pièce.

- Les conditions de service étaient-elles trop élevées au regard de la résistance du matériau?
- L'incident a-t-il été soudain?
- Fait-il suite à une dégradation progressive?
- S'agit-il uniquement d'une avarie mécanique?

Ces exemples de questionnements peuvent trouver des réponses grâce à un moyen d'investigation incontournable dans l'expertise métallurgique: le microscope électronique.

17h00 - 17h30 Usage of Scanning Electronic Microscope for Helicopter applications - Gaël MONAVON, Airbus helicopter, Aéroport International Marseille-Provence, 13725, Marignane

KEY WORDS: Scanning Electronic Microscope, Material & Processes characterization, Reach, Fractography, EDX

Scanning Electronic Microscopes (SEM) are key means for Airbus Helicopters Material & Processes laboratories. They are used at different value chain steps of the helicopter (development, certification, manufacturing, in-service). The objective of this conference is to provide an overview of their usage.

After a reminder of the role of Material & Processes laboratory for an helicopter manufacturer, the importance of Scanning Electronic Microscopes and their interaction with other laboratory means will be discussed.

Different usages of SEM will be highlighted:

- *Fractography analysis of coupons tests: Some examples of failure analysis both on metallic materials (rotative bending fatigue specimen) and composite materials (tensile and bending static specimen) will be presented. In particular, it will be reminded that SEM is a key equipment to ensure the validity of a mechanical test result.*

- *Development of new surface treatments in the frame of Reach regulation: Presentation will focus on challenges for laboratory in term of observations by SEM (low acceleration voltage, high resolution...)*

- *Part certification: The usage of striation counting by SEM in this frame will be explained. In particular, the way to proceed to perform this measurement and the result provided to Stress Department will be described.*

- *Particle analysis performed with EDX (Energy Dispersive X-ray spectroscopy) coupled with a SEM: the presentation will explain how the chemical analysis of a metallic particle is done by EDX but will also insist on the necessity to link it with an analysis of the morphology*

Finally, perspectives and industrial expectations (like more automation, usage of artificial intelligence) will be discussed.

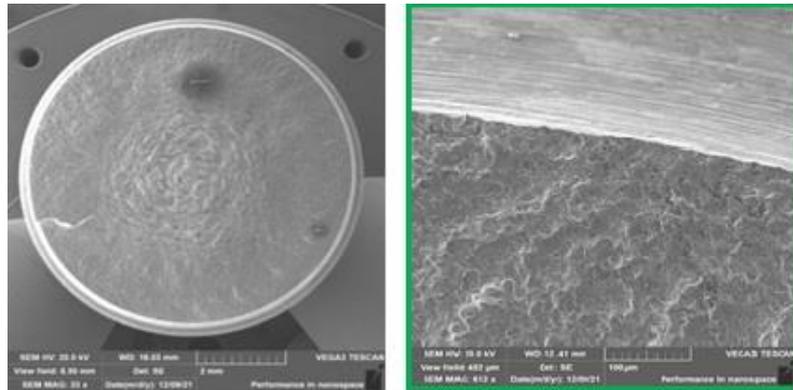


Figure: Fracture Surface of a Fatigue specimen by SEM

17h30

Visite Labo

Vendredi 10 Juin 2022

**09h00 – 09h30 Le Serial BlockFace SEM pour l'analyse ultrastructurale de grands volumes biologiques.-
Nicolas BROUILLY, Univ. Marseille - IBDM**

La vie que nous connaissons s'organise en 3D. Ne l'observer qu'en 2D, c'est prendre le risque de mal interpréter les structures observées.

Plusieurs techniques d'imagerie ultra-structurale 3D par microscopie électronique permettent d'analyser un échantillon biologique. Le choix de la technique à utiliser reposera principalement sur la résolution et le volume d'analyse nécessaire pour répondre à la question posée.

Après la présentation des différentes techniques à la disposition du biologiste, nous nous concentrerons sur une de ces techniques : le Serial BlockFace SEM.

Un microscope électronique à balayage est équipé d'un ultra-microtome sur la platine et d'un détecteur à électrons rétro-diffusés dédié. L'échantillon biologique est contrasté, inclus en résine et monté sur l'ultramicrotome. Une fois sous vide, le couteau diamant de l'ultramicrotome réalise des centaines de coupes à la surface de l'échantillon et, entre chacune d'elles, une image en électrons rétrodiffusés de la surface du bloc est réalisée pour révéler l'information ultrastructurale de l'échantillon.

Une fois les images alignées, nous pouvons reconstruire le volume analysé qui est typiquement de l'ordre de la centaine de microns.

Nous vous présenterons quelques exemples représentatifs et d'autres projets qui sortent un peu de l'ordinaire (corrélative RX/SBF, corrélative SEM/SBF-SEM, développements méthodologiques...).

09h30 - 10h00 Comment se lancer dans la microscopie électronique 3D avec des moyens simples - François ORANGE, Centre Commun de Microscopie Appliquée, Université Côte d'Azur, Nice

Ces dernières années ont vu des avancées majeures dans les techniques de microscopie électroniques 3D (serial black-face, array tomography, FIB) qui permettent de visualiser en trois dimensions les ultrastructures biologiques à haute résolution et sur de larges volumes.

Toutefois, les microscopistes et scientifiques pourraient être hésitants à se lancer dans ces techniques qui requièrent souvent une approche complexe, et nécessitent des équipements coûteux.

La technique d'array tomography représente un excellent point d'entrée dans l'univers de la microscopie électronique 3D. Elle consiste en la collecte de quelques dizaines de sections ultra-fines sur un support, puis leur observation au MEB en utilisant les électrons rétrodiffusés. Bien que moins puissante que les autres techniques de microscopie électronique 3D, elle offre de nombreux avantages et une grande flexibilité.

Grâce à différents exemples sur des échantillons biologiques, le but de cette présentation est de montrer qu'il est possible d'obtenir des modélisations 3D par des moyens simples, en utilisant les équipements présents dans la plupart des plateformes de microscopie électronique, et avec un investissement limité (hormis un peu de temps et de motivation).

10h00 – 10h30 Apport des techniques MEB/EDS et microscopie numérique pour l'étude de désordres matériaux dans le cadre de différentes expertises - Céline MERLATTI, Univ. Toulon - SIM / SeaTech

Le Service Ingénierie des Matériaux (SIM) est une plateforme technologique de SeaTech, école d'ingénieurs de l'Université de Toulon. Depuis plus de 20 ans, le SIM propose son savoir-faire pour prévoir le comportement d'un matériau, le caractériser ou pour comprendre l'origine d'une avarie.

La complémentarité des outils d'investigation et de caractérisation dont dispose ce service est nécessaire à la résolution des problèmes rencontrés dans le cas des matériaux organiques comme des métaux.

Plus précisément, au travers de deux exemples d'expertises traités, corrosion d'une pièce Inox, d'une part, et décollement entre différentes couches d'un système de peinture, d'autre part, l'objectif sera de montrer quel a été l'apport du MEB/EDS et de la microscopie dans la compréhension des désordres observés.

10h30 – 11h00 Pause et Posters

11h00 – 11h30 MEB et microanalyse appliqués à l'étude de l'oxydation des gaines en alliage de zirconium
- Christian DURIEZ, IRSN, Saint-Paul-lès-Durance

Au Laboratoire d'Etudes en Mécanique et Matériaux de l'IRSN (Institut de Radioprotection et de Sécurité Nucléaire), nous réalisons des essais expérimentaux pour étudier le comportement du combustible nucléaire en situation accidentelle.

L'un des scénarios de référence est l'Accident de Perte de Réfrigérant Primaire (APRP), qui postule une brèche dans le circuit primaire de refroidissement du cœur du réacteur. Sous l'effet de la dépressurisation de la cuve, l'eau est convertie en vapeur d'eau, et le combustible, qui n'est plus refroidi, voit sa température s'élever au-delà de 1000°C. Les gaines contenant les pastilles d'oxyde d'uranium, qui sont des tubes en alliage base zirconium, s'oxydent alors rapidement.

Pour étudier les mécanismes d'oxydation et de dégradation des gaines, nous disposons de fours haute température simulant l'environnement accidentel. Le MEB et la microsonde de Castaing sont utilisés pour les examens métallographiques des échantillons après essais.

Des exemples de résultats, s'intéressant en particulier à la microstructure cristallographique des couches de zircone formées et à la distribution de l'oxygène mis en solution dans le métal, seront présentés.

11h30 – 12h00 Furna SEM 1300 - Nouvelles perspectives en MEB à haute température - Renaud PODOR^a, Jérôme MENDONÇA ^{a,b}, Henri-Pierre BRAU ^a, Dorian NOGUES ^b, Antoine CANDEIAS ^b

*a Institut de Chimie Séparative de Marcoule – CNRS, CEA, ENSCM, Univ Montpellier, Marcoule
b NewTec Scientific, 2 Rte de Sommières, 30820 Caveirac, France*

La volonté d'observer directement le comportement des matériaux à haute température dans la chambre d'un microscope électronique à balayage (MEB) est apparue dans les années 60, pratiquement avec la commercialisation des premiers MEB. Les premiers dispositifs chauffants miniatures ont été fabriqués dans des laboratoires de recherches et ont permis l'observation de processus physiques opérants sous vide poussé (principalement des phénomènes de frittage)¹.

D'autres dispositifs ont ensuite été développés et commercialisés et il existe aujourd'hui différentes solutions techniques qui permettent de chauffer des échantillons jusqu'à 1500°C. Toutefois, chaque dispositif présente des limites (sensibilité à l'oxydation, dégazage, imprécision dans la mesure de température échantillon, etc) que nous avons tenté de contourner en développant et construisant une nouvelle famille de fours appelée FurnaSEM.

Ces fours permettent de travailler jusqu'à 1340°C, sous tout type d'atmosphère (vide poussé, atmosphère oxydante, neutre ou réductrice). Le développement de ces fours a été réalisé par une approche combinée entre un four numérique et un four expérimental testé dans un banc de test dédié. Chaque ensemble de données permet rétroactivement d'améliorer la géométrie du four et de choisir les matériaux. Cette approche permet aussi d'adapter la géométrie du four en fonction des besoins des utilisateurs.

Les fours fabriqués ont été utilisés pour réaliser différentes expériences in situ en température, dont certaines ne peuvent pas être réalisées (à notre connaissance) avec les dispositifs existants. L'observation de la transformation d'austénite en bainite a été réalisée lors d'une trempe rapide de l'échantillon à environ 7°C/s. L'observation de transformation de phases au sein d'un revêtement Al-Si a été obtenue en couplant avec le four un détecteur BSE à haute température².

Enfin, en enregistrant des séries d'images tiltées à haute température, les transformations topologiques ayant lieu au sein de ces mêmes revêtements ont été mesurées en 3 dimensions³.

Ces différents exemples permettent d'illustrer les nouvelles possibilités offertes par cette gamme de fours et de dégager de nouvelles perspectives en MEB à haute température.

Références :

[1] R. Podor, G.I.N. Bouala, J. Ravaux, J. Lautru, J., N. Clavier, Working with the ESEM at high temperature. *Materials Characterization* (2019), 151, 15-26

[2] R. Podor, J. Mendonça, J. Lautru,... S. Mathieu, M. Vilasi, Evaluation and application of a new scintillator-based heat-resistant back-scattered electron detector during heat treatment in the scanning electron microscope. *Journal of Microscopy* (2021) 282(1) 45-59

[3] R. Podor, X. Le Goff, J. Lautru,... D. Nogues, A. Candeias, Direct Observation of the Surface Topography at High Temperature with SEM. *Microscopy and Microanalysis* (2020) 26(3) 397-402

12h00 – 12h30 Mesure de propriétés thermodynamiques de nanofils à l'aide d'un MEB - Clément CHARDIN¹, Moïra HOCEVAR^{2,3}, Jean-Philippe POIZAT^{2,3}, Pierre VERLOT⁴ et Sébastien PAIRIS^{2,3}

1- School of Physics and Astronomy, University of Nottingham, Nottingham, NG7 2RD, UK

2- Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, F-38000 Grenoble, France

3- CNRS, Inst. NEEL, "Nanophysique et semiconducteurs" group, 38000 Grenoble, France

4- IUF, 1 rue Descartes, 75231 Paris Cedex 05...

Le microscope électronique à balayage est un outil de choix pour l'observation des nano objets et nanostructures. Couplé à des systèmes d'analyses, il est couramment employé pour effectuer des caractérisations chimiques (EDS ou WDS) et de texture cristallographique (EBSD). Le MEB peut être utilisé comme un instrument de mesures physiques en enregistrant et en analysant les signaux provenant de ses détecteurs habituellement dédiés à l'imagerie.

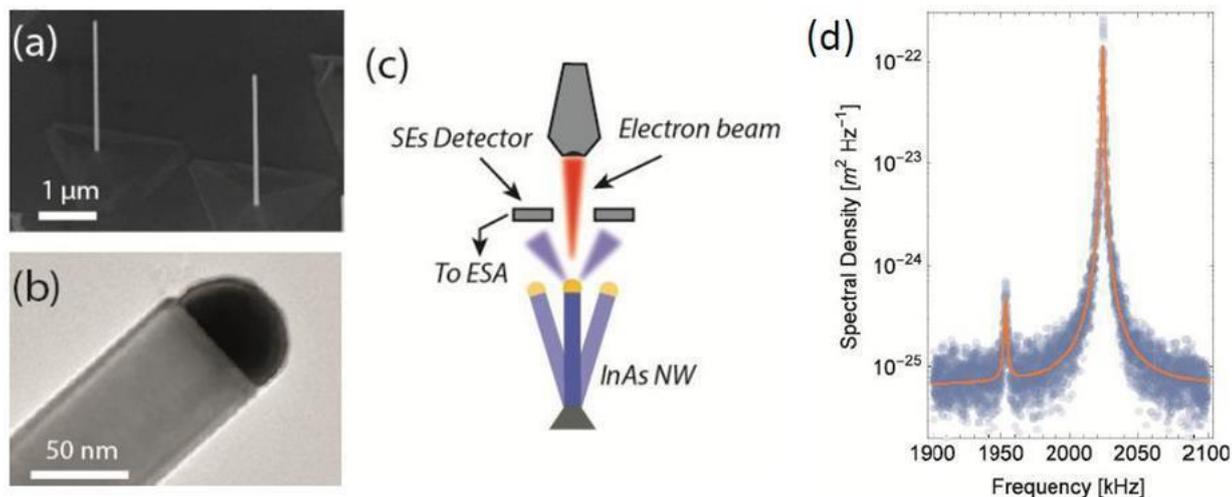


Figure 1 : (a) Image MEB montrant deux nanofils typiques de ceux présentés ici

(b) Image TEM d'un nanofil.

(c) Schéma du principe de détection des mouvements du nanofil. Les fluctuations du signal d'électrons secondaires sont mesurées et reliées aux déplacements mécaniques du nanofil.

(d) Spectre de déplacement obtenu par l'analyse fréquentielle du signal d'électrons secondaires.

La présentation portera sur l'enregistrement des oscillations mécaniques de nanofils d'InAs, issues du mouvement Brownien ou induites par le faisceau électronique, ainsi que sur le traitement des données issues du signal d'électrons secondaires. Les conséquences de l'interaction électromécanique seront étudiées du point de vue de l'imagerie, des propriétés du matériau et de la mesure physique.

Une première conséquence de ce phénomène d'origine thermique dû à l'interaction électrons / matière est l'impossibilité de réaliser une image nette des nanofils. Les fluctuations de la position du nanofil, à travers les fréquences de résonance et les facteurs de qualité mécaniques, sont quant à elles porteuses d'informations : température ou propriétés intrinsèques du nano objet, comme son module de Young.

12h30 - 13h30 Déjeuner libre (repas possible au restaurant du CROUS si réservation)

Fin des Journées pédagogiques