



Journées thématiques des 5 et 6 juin 2018 à l'INSA Lyon - Villeurbanne

Techniques avancées et in-operando en MEB

Mardi 5 Juin 2018

09h30 - 10h30 Accueil des participants

10h30 - 10h45 Présentation du GN-MEBA - François BRISSET (ICMMO, Univ Paris Sud)

10h45 - 11h00 Présentation de RéCaMiA - France SIMONET (Ircelyon)

11h00 - 11h20 Vue d'ensemble du paysage lyonno-stéphanois en microscopie - Karine MASENELLI-VARLOT (MATEIS, INSA Lyon)

11h20 – 11h50 Mode STEM en SEM : études 2D / 3D de liquides - Karine MASSENELI-VARLOT, Annie MALCHÈRE, Lucian ROIBAN (Univ Lyon, INSA-Lyon, UCBL, MATEIS, CNRS UMR 5510, F-69621 Villeurbanne cedex)

Lors d'études en microscopie environnementale (ESEM), il est en pratique presque impossible d'observer ce qui se trouve à l'intérieur d'une goutte de liquide à l'aide des détecteurs SE. En revanche, le mode STEM-en-SEM permet d'obtenir un très bon contraste, même sur des liquides « épais ».

Nous commencerons dans cette présentation par expliquer le montage utilisé pour l'analyse de liquides et présenterons des exemples d'analyse (nanoparticules d'or, suivi de la prise de matériaux cimentaires, organisation de particules de latex en 3D).

L'influence de différents paramètres expérimentaux sera discutée. Le contraste et la résolution spatiale obtenus seront analysés à l'aide de simulations Monte Carlo. Une comparaison sera effectuée avec des images obtenues en microscopie électronique en transmission sur des suspensions encapsulées.

11h50 – 12h20 Modes avancés de microscopies pour l'étude du comportement haute température d'un alliage de Ni utilisé en industrie pétrochimique - Nicolas VACHE, Philippe STEYER, Sophie CAZOTTES, Claude DURET, (MATEIS, INSA Lyon) - Christel AUGUSTIN, François DUPOIRON (Total Research and Technology Gonfreville)

Des alliages de nickel à fortes teneur en chrome sont communément employés dans les installations de vapocraquage, qui transforment les coupes légères issues du pétrole en alcènes valorisés dans l'industrie des plastiques. Le rendement des installations et la durée de vie des

Techniques avancées et in-operando en MEB

matériaux sont notamment limités par la formation, en surface interne des tubes, d'une couche de carbone dense appelée coke.

Les travaux présentés ont été réalisés dans le cadre de la diminution du cokage des tubes par la formation à 900°C, d'une couche barrière constituée d'oxydes. L'objectif de cette étude est de mieux connaître le comportement d'un alliage de nickel à l'oxydation haute température et d'étudier la réactivité des couches d'oxydes vis-à-vis de la formation de nanotubes de carbone, étape fondamentale du cokage.

Pour ce faire, des caractérisations MEB (SE, in-lens SE, EDX, tomoFIB) et MET ont été réalisées à l'issue de vieillissements sous vide à 900°C, d'essais d'oxydation et d'un test de susceptibilité au cokage comprenant une étape de préoxydation et une étape de cokage (sous éthane + vapeur d'eau).

12h20 - 12h45 Décélération de faisceau en MEB - Sylvie DESCARTES¹, Xavier JAURAND², Pierre ALCOUFFE³, Annie MALCHERE⁴, France SIMONET⁵

1. Univ Lyon, INSA-Lyon, CNRS, LaMCoS UMR 5259, F-69621 Villeurbanne
2. Univ Lyon, Centre Technologique des Microstructures - CTμ, UCBL, F-69622 Villeurbanne
3. Univ Lyon, UCBL, INSA Lyon, UJM, CNRS, IMP UMR 5223, F-69622 VILLEURBANNE
4. Univ Lyon, INSA-Lyon, UCBL, CNRS, MATEIS UMR 5510, F-69621 Villeurbanne
5. Univ Lyon, CNRS, Université de Lyon 1, IRCELYON UMR5256, F-69626 Villeurbanne

Quelques principes de base pour la décélération de faisceau seront expliqués. La décélération de faisceau consiste à conserver le faisceau d'électrons à une haute énergie dans la colonne et il est décéléré pour arriver sur la surface de l'échantillon à faible énergie. La décélération peut se faire au niveau de l'échantillon ou en bas de la colonne. Ainsi on peut distinguer 3 types de lentilles :

- Lentilles classiques avec possibilité de décélération par polarisation de l'échantillon
- Lentilles à immersion (l'échantillon est dans le champ magnétique de la lentille), avec possibilité de décélération par polarisation de l'échantillon.
- Lentilles « hybrides » (magnétique et électrostatique), avec décélération en bas de colonne et aussi éventuellement par polarisation de l'échantillon.

La décélération de faisceau permet d'augmenter la résolution de l'image aux faibles tensions d'accélération en réduisant la taille finale du spot du faisceau d'électrons. Cet exposé discutera des avantages ou inconvénients de la décélération.

12h45 – 14h15 Repas

14h15 – 14h45 EBSD en mode pression variable: un exemple d'application pour l'étude de biomatériaux - Andrea CAMPOS (CP2M - Centre Pluridisciplinaire de Microscopie électronique et de Microanalyse, Aix-Marseille Univ.), Olivier GRAUBY (CINaM, Aix-Marseille Univ.)

14h45 – 15h15 Crystallographic Orientation Maps Obtained from Ion and Backscattered Electron Channeling Contrast - Clément LAFOND¹, Cyril LANGLOIS¹, Thierry DOUILLARD¹, Sébastien DUBAIL², Sophie CAZOTTES²

1- MATEIS laboratory – INSA Lyon, Lyon, France.

2- Axon Square Ltd, Sciez, France.

For several years now, new directions have been explored to obtain orientation maps by other means than the classical Electron Back Scattered Diffraction (EBSD) method, or to modify it aiming at improved information. Particularly, the channeling contrast may be used to obtain orientation maps, with the following approach, called Channeling Orientation Determination (CHORD) [1,2]. The main idea is to acquire an electron or ion image series when rotating a pre-inclined polycrystalline sample with respect to the beam (Figure 1). Along such image series, each (X,Y) pixel of the region of interest undergoes an intensity variation due to the channeling effect, that can be plotted as a function of the rotation angle. Such intensity profiles can be theoretical predicted for a given orientation of a crystal. The indexation procedure then relies on a search in a database of theoretical profiles obtained by simulating intensity profiles for a large set of orientations. The principal issue is to model quantitatively the channeling effect observed in such image series.

Concerning ion-induced electron images (iCHORD image series), an intensity loss is observed when the ion beam arrives parallel to some low index crystallographic planes of a crystal. Therefore, if the atomic structure of the crystal is projected onto a surface perpendicular to the ion beam, an intensity loss will correspond to large “free spaces” between the atomic projections, which are quantified by summing the grey levels of the projection pixels. An efficient model of the channeling effect is then obtained following this principle (Figure 2) provided precautions to avoid projection artefacts.

For back scattered electron image series, the similarity between the eCHORD and Electron Channeling Patterns (ECP) acquisitions is used to model quantitatively the experimental electron channeling effect. The eCHORD intensity profiles are then simulated by extracting the intensity along a circle from simulated ECPs (Figure 3) [3].

In the resulting orientation maps, the angular resolutions are both under 1°, with slightly better performances using electrons (around 0.3°) compared to ions (0.8°). More generally, the main advantage is that no extra detector is needed to carry out the experiment, opening orientation mapping capability potentially on any SEM and FIB machine. Moreover, acquisition times are comparable to EBSD technique. The geometry of acquisition, simpler than the EBSD one, could be also a critical advantage when turning to 3D orientation mapping.

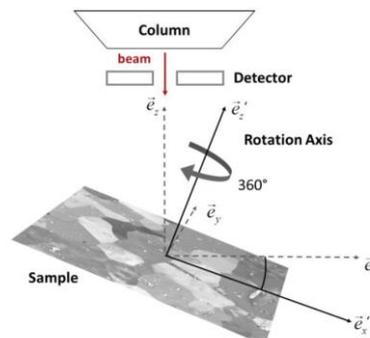


Figure 1. Experimental CHORD setup

Techniques avancées et in-operando en MEB

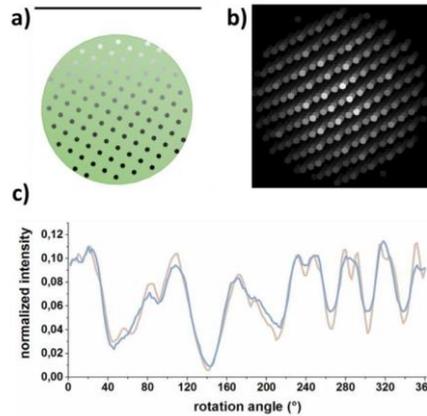


Figure 2. a) Atomic brightness function as a function of the distance toward the projection plane (black line on the top); b) Projection plane on which atoms are projected c) Concordance between experimental (blue) and theoretical (brown) intensity profiles.

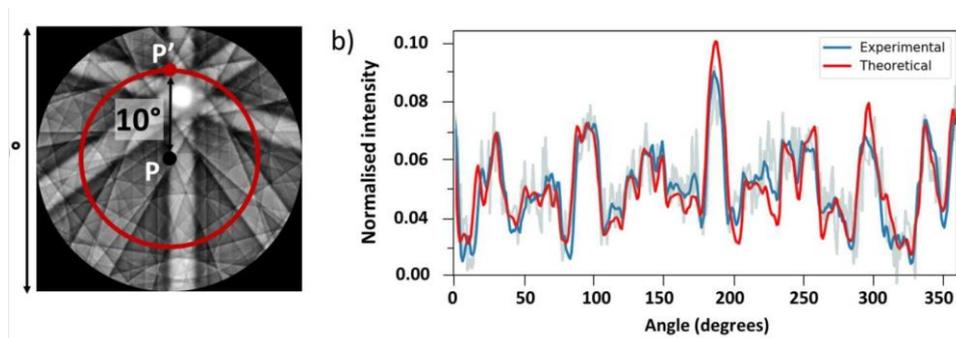


Figure 3. a) ECP simulated at 15 kV for aluminum: in red, circle corresponding to the beam path at 10°; b) comparison between the theoretical profile extracted from the ECP in (a) and the experimental profile after denoising.

Références:

- [1] C. Langlois et al., *Ultramicroscopy* 157 (2015), p. 65
- [2] C. Lafond et al., *Ultramicroscopy* 186 (2018), p. 146
- [3] S. Singh and M. De Graef, *Microscopy & Microanalysis*, 23 (2017), p. 1

15h15 - 15h45 FIB suivi de micro essais dans un SEM sur couches DLC - Sergio SAO-JOAO (LGF, EMSE, Saint-Etienne)

Les dépôts de type Diamond Like Carbon (DLC) sont de plus en plus répandus dans l'industrie micro-électronique et automobile, car leur faible coefficient de frottement permet de réduire l'usure de certaines pièces. Ces revêtements sont généralement obtenus par déposition physique en phase vapeur (PVD). Ces procédés de fabrication très rentables conduisent néanmoins à des contraintes résiduelles élevées [1], qui peuvent s'ajouter aux contraintes en service et provoquer une décohésion du revêtement entraînant une délamination totale. De plus les propriétés mécaniques de ces dépôts, de quelques microns d'épaisseur, sont difficilement accessibles par les techniques conventionnelles. L'évaluation précise de ces données mécaniques revêt donc un intérêt particulier pour l'optimisation des propriétés de ces revêtements. Récemment de nouvelles techniques basées sur le micro-usinage Focused Ion Beam (FIB) de micro-objets ont notamment permis de mesurer avec précision des contraintes résiduelles [2, 3].

Dans cette étude nous avons utilisé les caractéristiques d'usinage du FIB pour réaliser dans les dépôts DLC/sous-couche/AcierM2:

Techniques avancées et in-operando en MEB

- des micro-poutres, dont l'analyse du fléchissement nous a permis de remonter aux contraintes résiduelles du revêtement (Fig1)
- des micro-piliers, dont la compression in situ sous MEB, nous a permis d'obtenir des données mécaniques nouvelles sur les dépôts DLC (Fig2).

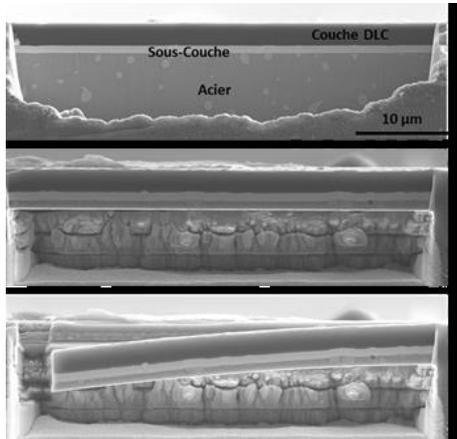


Figure 1. Observation de la flexion d'une micro-poutre DLC/Sous-couche/M2

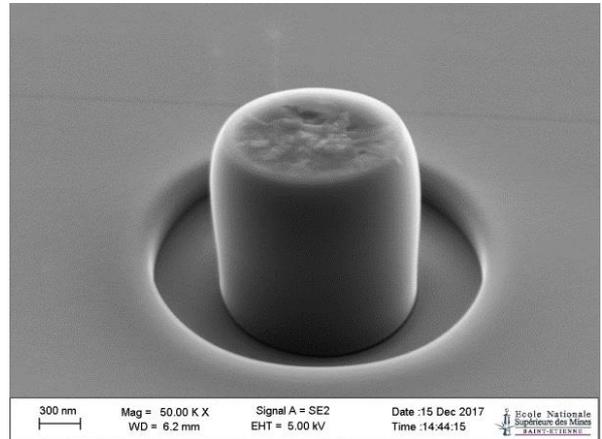


Figure 2. Micro-pilier DLC après compression in-situ

Références:

- [1] T.W. Clyne (1996), Residual stresses in surface coatings and their effects on interfacial debonding, Key Eng. Mat. 116 (1996) 307-330
- [2] M. Sebastiani and al. Materials Science and Engineering A (2011)
- [3] R. Schönggrundner and al. Thin Solid Films (2014)

15h45 - 16h15 Pause

16h15 - 16h45 Développement d'un essai micromécanique in-situ en température dans un MEB sur un alliage de magnésium pour quantifier les hétérogénéités de déformation plastique - Thibaut DESSOLIER (SIMAP, Grenoble)

Aujourd'hui le comportement mécanique à température ambiante des alliages de Mg est bien connu, à l'inverse son comportement à haute température fait toujours l'objet de questions scientifiques.

Le mouvement de dislocation suivant le plan basal et le maclage ont été identifiés comme les mécanismes de déformation prédominants à T_{amb} , surtout quand le matériau est fortement texturé suivant le plan basal. L'augmentation de la température tend à réduire fortement l'activité de maclage au profit de l'activation des plans de glissement dit non-basaux (prismatique, pyramidal $\langle a \rangle$ et pyramidal $\langle c+a \rangle$). Dans certaines conditions spécifiques (faible taille de grain ($< 10 \mu m$), faible vitesse de déformation ($\epsilon = 10^{-5} s^{-1}$) et température supérieure à $300^\circ C$) l'alliage de magnésium AZ31 se comporte de manière superplastique. Dans de telles conditions, le glissement aux joints de grain est attendu comme mécanisme prépondérant. Néanmoins, il y a peu d'études pouvant dire comment s'accommode le matériau à la déformation à haute température et dans le domaine de superplasticité.

L'objectif de cette étude est donc d'essayer de pouvoir déterminer puis de quantifier les différents mécanismes de déformation à haute température et dans des conditions de superplasticité pour de l'AZ31. Pour se faire, un essai de traction in situ contrôlé à haute température dans l'enceinte d'un MEB a été mis en place, il fait intervenir à la fois l'aspect thermique, mécanique et acquisition d'images. Afin de mesurer et de localiser la déformation, des microgrilles ont été déposées par lithographie et par faisceau d'électron sur nos éprouvettes puis à l'aide d'images

Techniques avancées et in-operando en MEB

prises lors de l'essai. Il est possible de tracer des champs de déformation par corrélation d'images numériques. Avant le dépôt de microgrilles, une cartographie EBSD de la région d'intérêt a été réalisée.

La contribution intragranulaire et intergranulaire peut être estimée en superposant les champs de déformation aux joints de grains suivant différents paramètres (température et vitesse de déformation).

16h45 - 17h15 Influence de l'argent sur les propriétés multi-fonctionnelles des couches minces verres métalliques Zr-Cu sur leur activité antibactérienne - Galy N'KOU BOUALA¹, A. ETIEMBLE¹, Christelle Der LOUGHIAN¹, Cyril LANGLOIS¹, Sandrine CARDINAL¹, Jean-Marc PELLETIER¹, J.F. PIERSON², Philippe STEYER¹

1- MATEIS Laboratory-INSA de Lyon, 2 Avenue Jean Capelle, 69621, Villeurbanne cedex.

2- Institut Jean Lamour, Université de Lorraine, 54011 Nancy.

Keywords: Magnetron sputtering, Thin Film Metallic Glasses, Antibacterial activity, microstructure, Physico-chemical properties

"Thin film metallic glasses (TFMG) have recently emerged as alternative materials for many applications (micro-electro-mechanical systems and biomedical use), owing to their unique characteristics such as large elastic limit, high toughness and high corrosion resistance.

These characteristics are related to their microstructure that lacks long-range-order atomic periodicity and amorphous texture. However, if the mechanical properties of the TFMGs have been largely studied, just few studies have been focused on the understanding of their microstructure evolution during heating.

In order to investigate the thermal stability of antibacterial magnetron-sputtered Zr-Cu and Zr-Cu-Ag TFMGs, the present study proposes a multiscale characterization involving in situ techniques. First, the crystallization behavior and structural stability were investigated by in situ high temperature XRD combined to DSC experiments, during a continuous heating from room temperature to 600°C under vacuum. Moreover, due to the fast diffusion of silver, silver-based coatings are subject to dewetting. Such process, leading to the formation of micrometric segregated micrometer-sized domains, was observed in situ by using HT-environmental SEM. Finally, at a deeper nanometric scale, in situ HT-TEM was used to observe, during heating, the progressive formation of crystallized grains from the initial amorphous matrix.

Through such a multiscale in situ approach, we should better understand the general evolution of the TFMGs under thermal constraint."

17h15 - 17h45 Oxydation in situ de différents matériaux dans un MEB - Renaud PODOR (Institut de Chimie Séparative de Marcoule -ICSM- / UMR 5257ICSM, CEA Marcoule)

De nombreux matériaux sont soumis à des sollicitations thermiques fortes lors de leur utilisation dans les conditions d'usage, qui conduisent souvent à leur vieillissement ou à une dégradation prématurée. Aussi, la définition des limites d'utilisation des matériaux et/ou la modification de leur composition en vue d'une amélioration de leur tenue en température requiert une compréhension fine des processus d'oxydation des matériaux à haute température. La microscopie électronique à balayage environnementale à haute température est une technique particulièrement adaptée à ce type d'étude car elle permet de visualiser directement, et de manière continue, à l'échelle micrométrique, les modifications morphologiques des échantillons en cours de traitement thermique. Trois exemples d'études dédiées à l'oxydation de matériaux à haute température seront présentés : l'oxydation de surface d'alliages NiCr modèles [1], l'oxydation en volume d'une céramique UC (carbure d'uranium) [2] et l'oxydation 1D de tapis de nanotubes de carbone [3].

Techniques avancées et in-operando en MEB

Références :

- [1] T. Perez, L. Latu-Romain, R. Podor, J. Lautru, Y. Parsa, S. Mathieu, M. Vilasi, Y. Wouters In-situ oxide growth characterization of Mn-containing Ni-25Cr (wt.%) model alloys at 1050°C. *Oxidation of Metals* (2017) in press
- [2] C. Gasparrini, R. Podor, D. Horlait, M. J.D. Rushton, O. Fiquet, W. E. Lee Oxidation of UC: an in situ high temperature environmental scanning electron microscopy study. *J. Nuclear Mat.* (2017) 494 127-137
- [3] H. Mehedi, J. Ravaux, K. Yazda, T. Michel, S. Tahir, M. Odorico, R. Podor, V. Jourdain Increased chemical reactivity of single-walled carbon nanotubes on oxide substrates: In situ imaging and effect of electron and laser irradiations. *Nano Research* (2016) 9 517-529.

Mercredi 6 Juin 2018

09h00 – 09h30 Etude de la dynamique des dislocations de monocristaux de cuivre sous chargements cycliques : émission acoustique et caractérisation microstructurale - Gabriel L'HOTE, Stéphanie DESCHANEL, M. MONTAGNAT, Sophie CAZOTTES (MATEIS Laboratory-INSA de Lyon, 2 Avenue Jean Capelle, 69621, Villeurbanne cedex)

L'émission acoustique (EA) est un outil adéquat pour l'étude de la plasticité cristalline.

L'identification de deux types de plasticité est alors possible [1-3] : l'une représentée par des mouvements homogènes et non corrélés de dislocation et l'autre sous forme d'avalanches de dislocation.

La plasticité est aussi caractérisée par la formation de structures de dislocations caractéristiques, telles que des veines, des murs ou encore des cellules (dans les CFC tout du moins).

Coupler l'EA et l'observation de la structure de dislocations semble alors prometteur pour entrevoir les mécanismes de la plasticité cristalline. Des essais de fatigue cyclique ont été menés sur monocristaux de cuivre pur, suivis par EA. La structure de dislocation est observée via la méthode ECCI (Electron Channeling Contrast Imaging).

Les premiers résultats montrent que l'énergie du signal acoustique croît lorsque la déformation augmente pour les premiers cycles. A mesure que le cristal est écrouit, le libre parcours moyen des dislocations et le nombre de dislocation mobile diminuent, résultant alors en une diminution du signal au cours des cycles, jusqu'à devenir plus stationnaire. En outre, les avalanches de dislocations semblent apparaître lorsque le cristal subit de larges changements microstructuraux.

Références :

- [1] T. Richeton, J. Weiss, F. Louchet, *Acta Materialia*. 53 (2005)
- [2] J. Weiss, T. Richeton, F. Louchet, F. Chmelik, P. Dobron, D. Entemeyer. *Physical Review B*. 76 (2007)
- [3] W.B. Rhouma, S. Deschanel, J. Weiss, T.E. Simos, G. Psihoyios, C. Tsitouras, Z. Anastassi, in: *AIP*, 2011.

09h30 – 10h00 Mode STEM en SEM: de l'imagerie chimique à l'imagerie des dislocations - Sophie CAZOTTES, Philippe STEYER, Gabriel L'HOTE, Thierry DOUILLARD, Clément LAFOND, Cyril LANGLOIS (MATEIS, INSA Lyon)

10h00 - 10h30 Reconstruction 3D FIB - Pierre-Henri JOUNEAU (INAC, CEA Grenoble)

Techniques avancées et in-operando en MEB

10h30 - 11h00 Pause

11h00 – 11h30 Application de la nano-tomographie FIB/SEM à l'étude des propriétés électriques des batteries Lithium-ion - François CADIOU, Thierry DOUILLARD, Bernard LESTRIEZ, Eric MAIRE (MATEIS Laboratory-INSA de Lyon, 21 Avenue Jean Capelle, 69621, Villeurbanne cedex)

Les propriétés électriques des batteries Lithium-ion, par exemple la conductivité électronique, sont fortement tributaires des propriétés de leurs électrodes. C'est en particulier le cas pour les cathodes dont la microstructure très complexe joue un rôle de premier plan. Comprendre l'impact de ces microstructures sur les propriétés effectives est donc devenu de première importance pour continuer à optimiser les batteries, notamment dans le domaine de la motorisation des véhicules électriques. Différentes microstructures de cathodes sont donc étudiées ici de manière quantitative en trois dimensions grâce à la nano-tomographie FIB/SEM^{1,2}. Les volumes ainsi obtenus sont également utilisés comme base pour des simulations électrostatiques (méthode FFT3) afin de déterminer les conductivités des différentes phases et la conductivité effective des cathodes. Ces résultats sont comparés à des résultats expérimentaux pour avoir une vue la plus précise possible du comportement de ces cathodes⁴.

Références:

[1] A. Etienne et al, *Multiscale morphological characterization of process induced heterogeneities in blended positive electrodes for lithium-ion batteries*, *J. Matter Science*, 2016

[2] T. Prill et al, *Morphological segmentation of FIB/SEM data highly porous media*, *J. of Microscopy*, 2013, 250, pp.77 – 87

[3] F. Willot et al, *Fourier-based schemes with modified Green operator for computing the electrical response of heterogeneous media with accurate local fields*, *International Journal for numerical methods in engineering*, 2014, 98, pp.518 – 533.

Projet Pepite, ANR-15-CE05-0001

11h30 – 12h00 μ -usinage FIB de poutres de céramiques avancées et nanosollicitation -Ronan HENRY, Cyril LANGLOIS (MATEIS, INSA Lyon)

Fin des exposés des Journées thématiques