

RECHERCHE 7

INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES DE LYON

UNIVERSITÉ DE LYON

FINANCÉ PAR
ANR



Corrélation entre microstructure et propriétés optiques de céramiques transparentes par nanotomographie – FIB

Avec l'aide précieuse de : Thierry Douillard, Vincent Garnier, Gilbert FANTOZZI, Guillaume BONNEFONT

membre de
UNIVERSITÉ DE LYON

LALLEMANT Lucile
GN-Meba _ 7 juin 2013



Contexte de l'étude



Obtention de
céramiques
polycristallines
transparentes

Hublots
extérieurs de
caméras



➤ **Autres applications :**

- ✓ Éclairage
- ✓ Blindage thermomécanique
- ✓ Verres de montre, ...

➤ **Intérêt des céramiques polycristallines :**

- ✓ Amélioration des propriétés **mécaniques** (*dureté, résistance à l'abrasion*)
- ✓ Amélioration des propriétés **physico-chimiques** (*résistance à la corrosion*)
- ✓ **Coût de production**

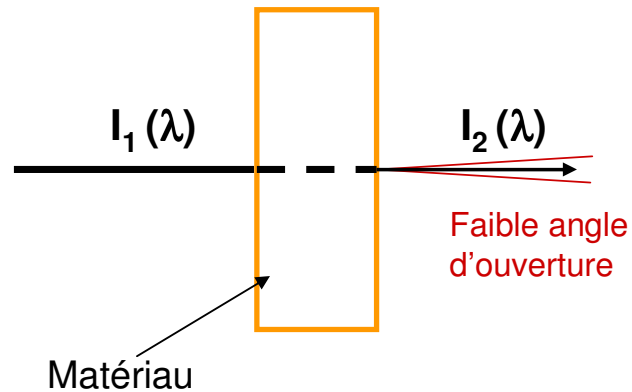
Contexte de l'étude

- **Objet de l'étude** : obtenir des alumines α polycristallines **transparentes**



Contexte de l'étude

- **Objet de l'étude** : obtenir des alumines α polycristallines **transparentes**
 - ✓ La transparence d'un échantillon se caractérise par une mesure de **transmission en ligne** (Real In-line Transmission ou **RIT**)

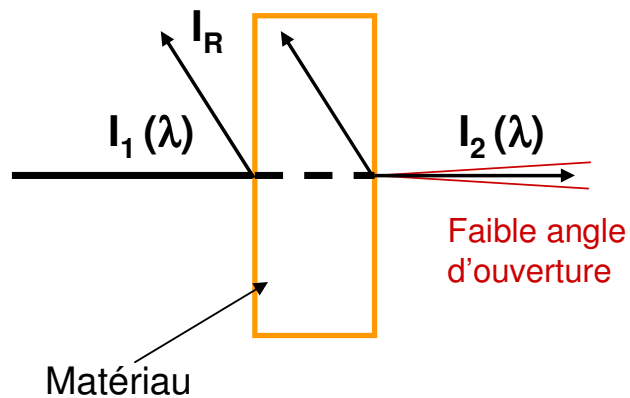


$$RIT = \frac{I_2}{I_1}$$

$$RIT = (1 - R_s) \exp(-(\beta + \gamma_{tot}) \cdot x)$$

Contexte de l'étude

- **Objet de l'étude** : obtenir des alumines α polycristallines **transparentes**
 - ✓ La transparence d'un échantillon se caractérise par une mesure de **transmission en ligne** (Real In-line Transmission ou **RIT**)



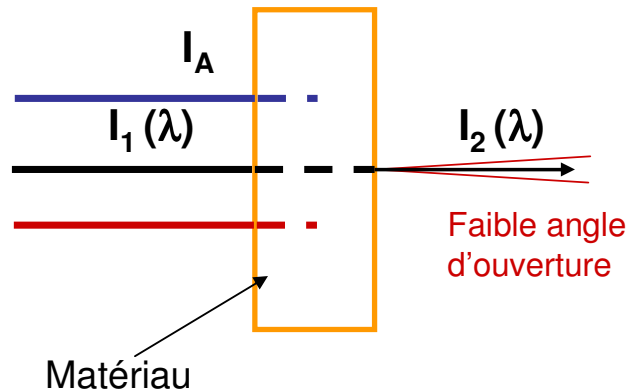
RIT dépend de paramètres

- ✓ **Intrinsèques** :
 - Réflexion (dépend de n)

$$RIT = (1 - R_s) \exp(-(\beta + \gamma_{tot}) \cdot x)$$

Contexte de l'étude

- **Objet de l'étude** : obtenir des alumines α polycristallines **transparentes**
 - ✓ La transparence d'un échantillon se caractérise par une mesure de **transmission en ligne** (Real In-line Transmission ou **RIT**)



RIT dépend de paramètres

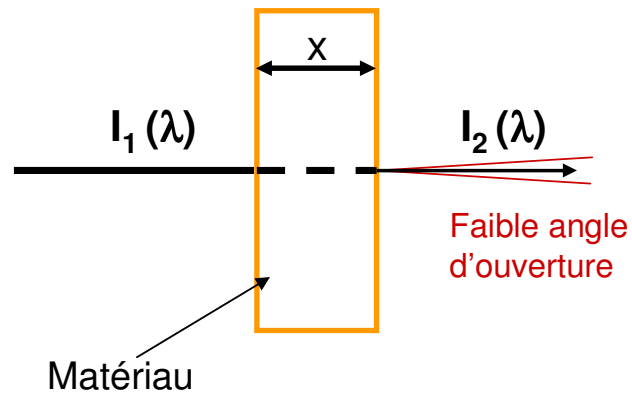
✓ **Intrinsèques** :

- Réflexion
(dépend de n)
- Absorption
(dépend de E_g)

$$RIT = (1 - R_s) \exp(-(\beta + \gamma_{tot}) \cdot x)$$

Contexte de l'étude

- **Objet de l'étude** : obtenir des alumines α polycristallines **transparentes**
 - ✓ La transparence d'un échantillon se caractérise par une mesure de **transmission en ligne** (Real In-line Transmission ou **RIT**)



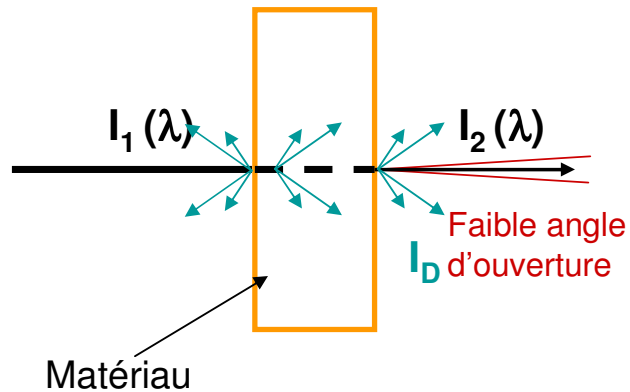
RIT dépend de paramètres

- ✓ **Extrinsèques** :
 - Épaisseur x (normalisée)

$$RIT = (1 - R_s) \exp(-(\beta + \gamma_{tot}) \cdot x)$$

Contexte de l'étude

- **Objet de l'étude** : obtenir des alumines α polycristallines **transparentes**
 - ✓ La transparence d'un échantillon se caractérise par une mesure de **transmission en ligne** (Real In-line Transmission ou **RIT**)



RIT dépend de paramètres

✓ **Extrinsèques** :

- Épaisseur x
(normalisée)
- Diffusion
(dépend de la **microstructure**)

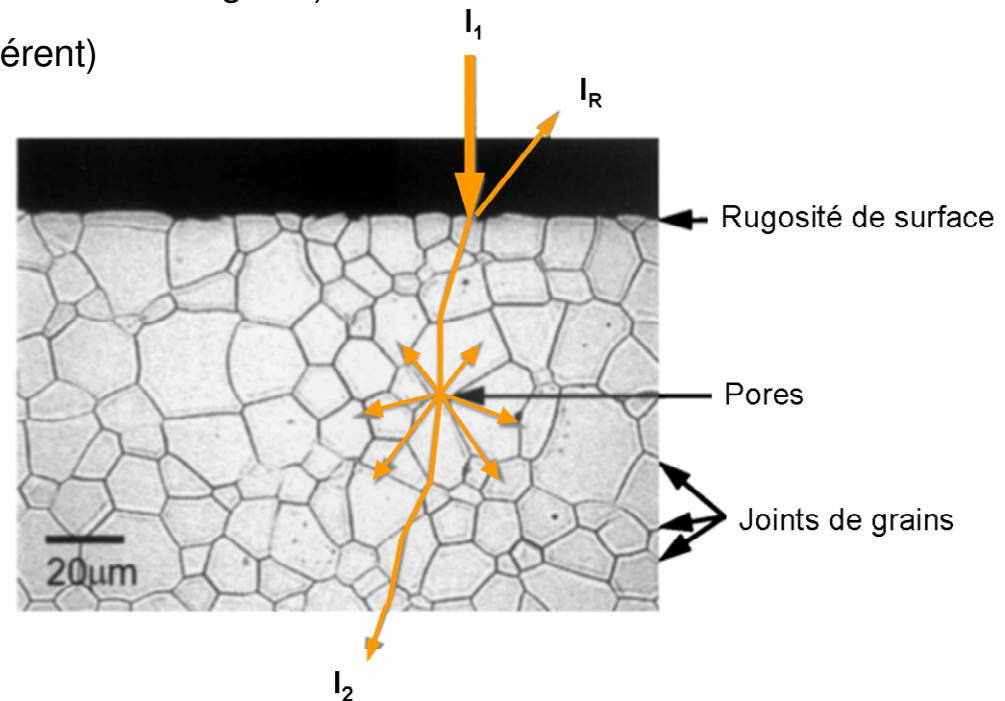
$$RIT = (1 - R_s) \exp(-(\beta + \gamma_{tot}) \cdot x)$$

Contexte de l'étude



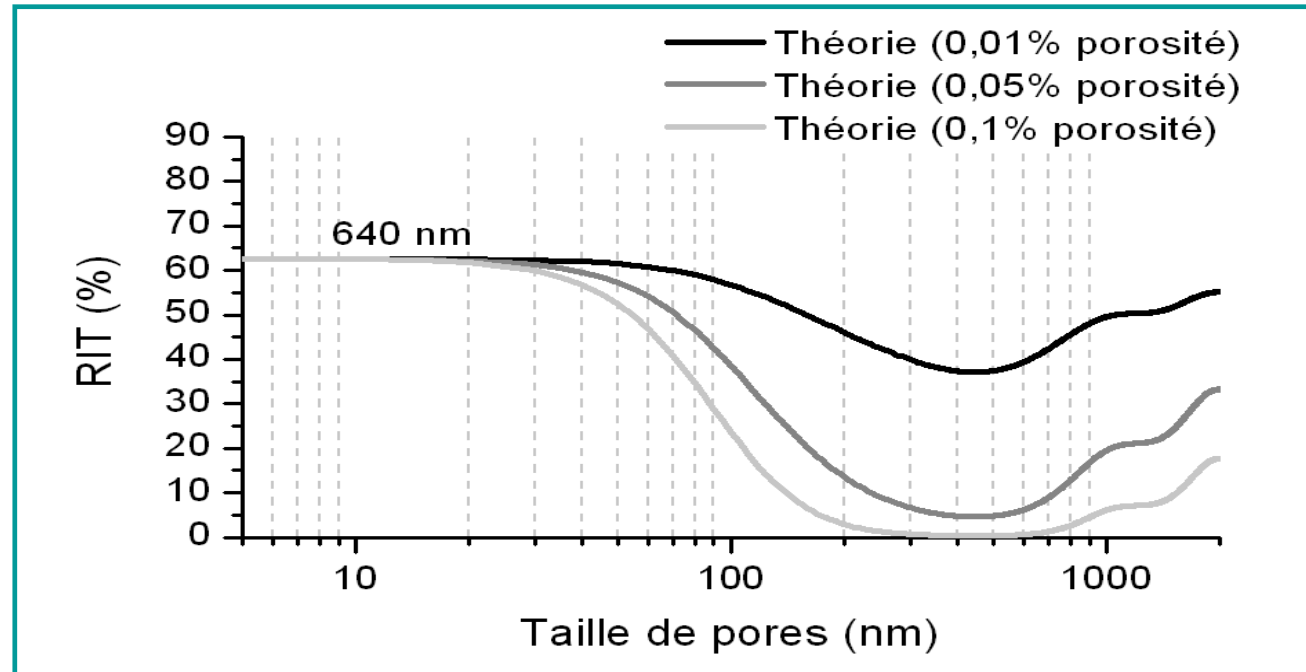
Contexte de l'étude

- Sources de diffusion :
 - ✓ Rugosité de surface (polissage fin)
 - ✓ Particules de seconde phases (indice n différent)
 - ✓ Joints de grains (matériaux biréfringents)
 - ✓ Porosités (indice n différent)



Contexte de l'étude

- **Diffusion par les pores** : Influence du **volume et de la taille**





Modèle théorique pour une alumine α polycristalline avec $\phi_G = 400$ nm – ép. = 0,88 mm

⇒ Élaboration de matériaux à microstructure contrôlée :

- Porosité $\ll 0,01$ % avec des pores nanométriques

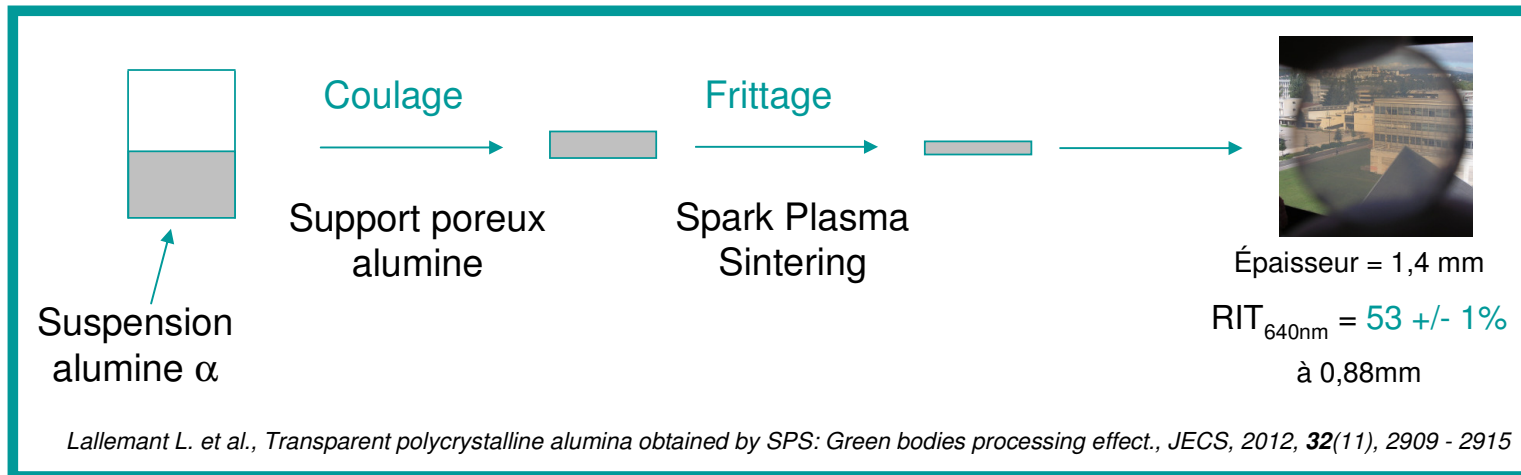
Contexte de l'étude

- **Caractérisation des porosités** (volume _ taille) :

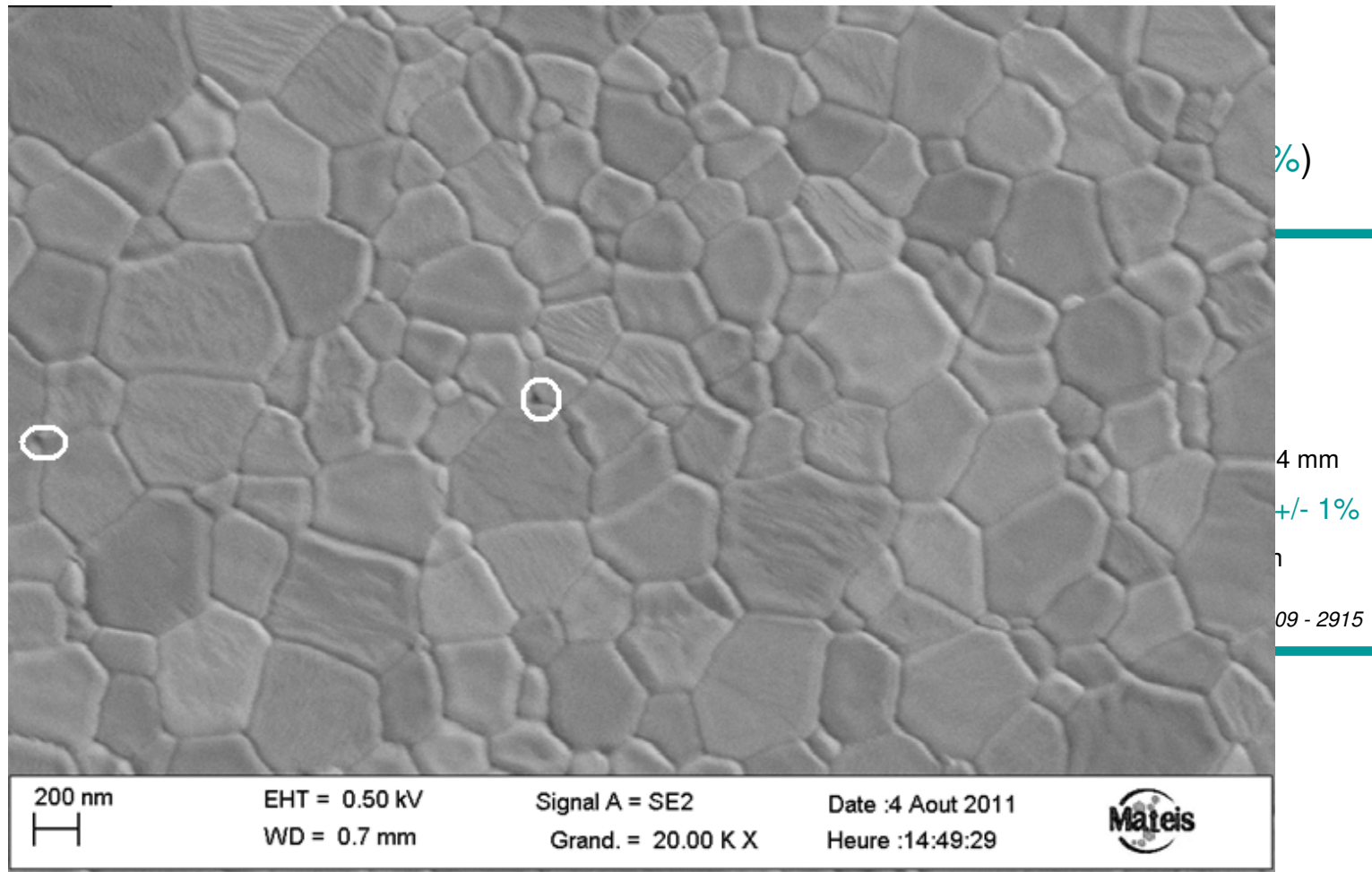
Méthodes		
Archimède	<ul style="list-style-type: none"> • Accès au volume de porosité 	<ul style="list-style-type: none"> • Pas d'infos sur la taille • Précision trop faible (+/- 0,5%)
MEB	<ul style="list-style-type: none"> • Accès à la taille de pores 	<ul style="list-style-type: none"> • Taille minimale observable ~ 100 nm • Analyse de surface
MET	<ul style="list-style-type: none"> • Accès à la taille de pores • Taille minimale observable ~ 50 nm 	<ul style="list-style-type: none"> • Analyse de surface
Tomographie X	<ul style="list-style-type: none"> • Accès au volume de porosité • Accès à la taille de pores • Accès à la distribution volumique en taille 	<ul style="list-style-type: none"> • Taille minimale observable ~ 1 µm
FIB	<ul style="list-style-type: none"> • Accès au volume de porosité • Accès à la taille de pores • Accès à la distribution volumique en taille • Taille minimale observable < 50 nm 	<ul style="list-style-type: none"> • Volume d'analyse faible (~ 300 µm³)

Protocole expérimental

- **Élaboration d'une céramique transparente :**
 - ✓ Suspension de départ : BA15psh (Baïkowski) = alumine α
(73,5wt% MS - $D_{50}^v=160$ nm – impuretés < 0,01wt%)

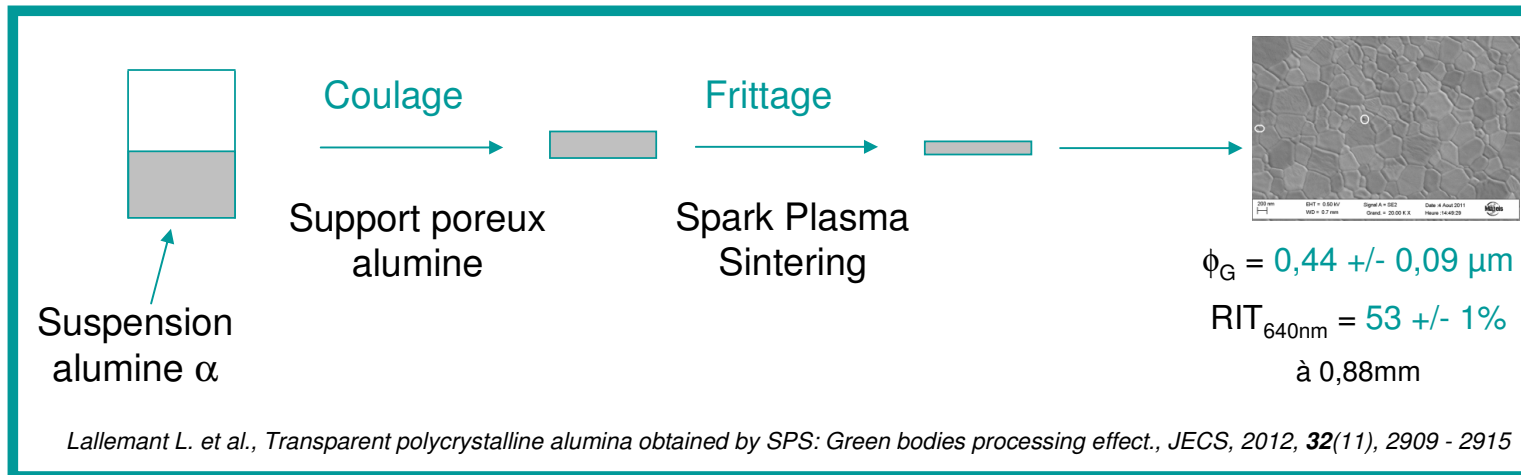


Protocole expérimental

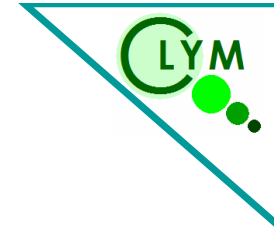


Protocole expérimental

- **Élaboration d'une céramique transparente :**
 - ✓ Suspension de départ : BA15psh (Baïkowski) = alumine α
(73,5wt% MS - $D_{50}^v=160$ nm – impuretés < 0,01wt%)



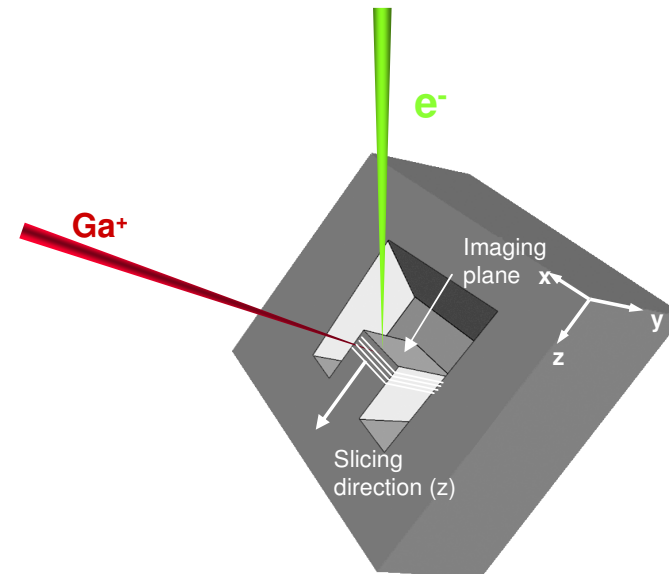
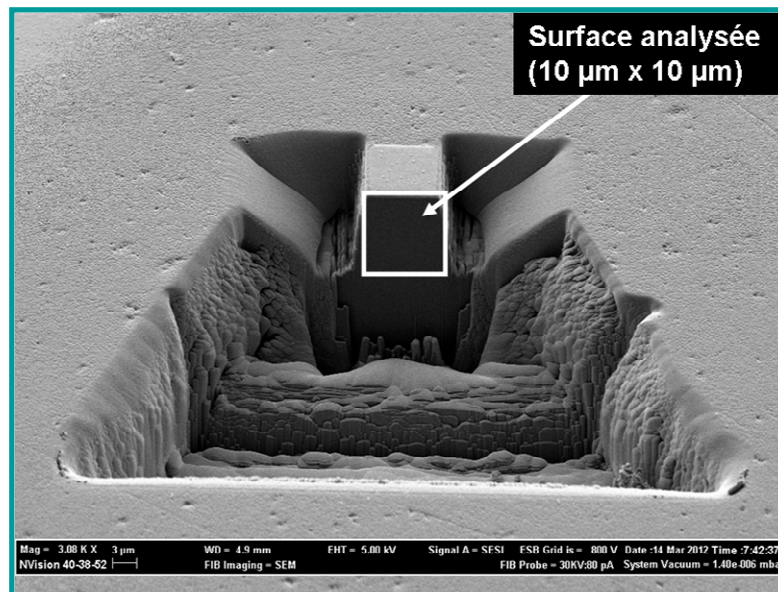
Protocole expérimental



- **Caractérisation par FIB :**

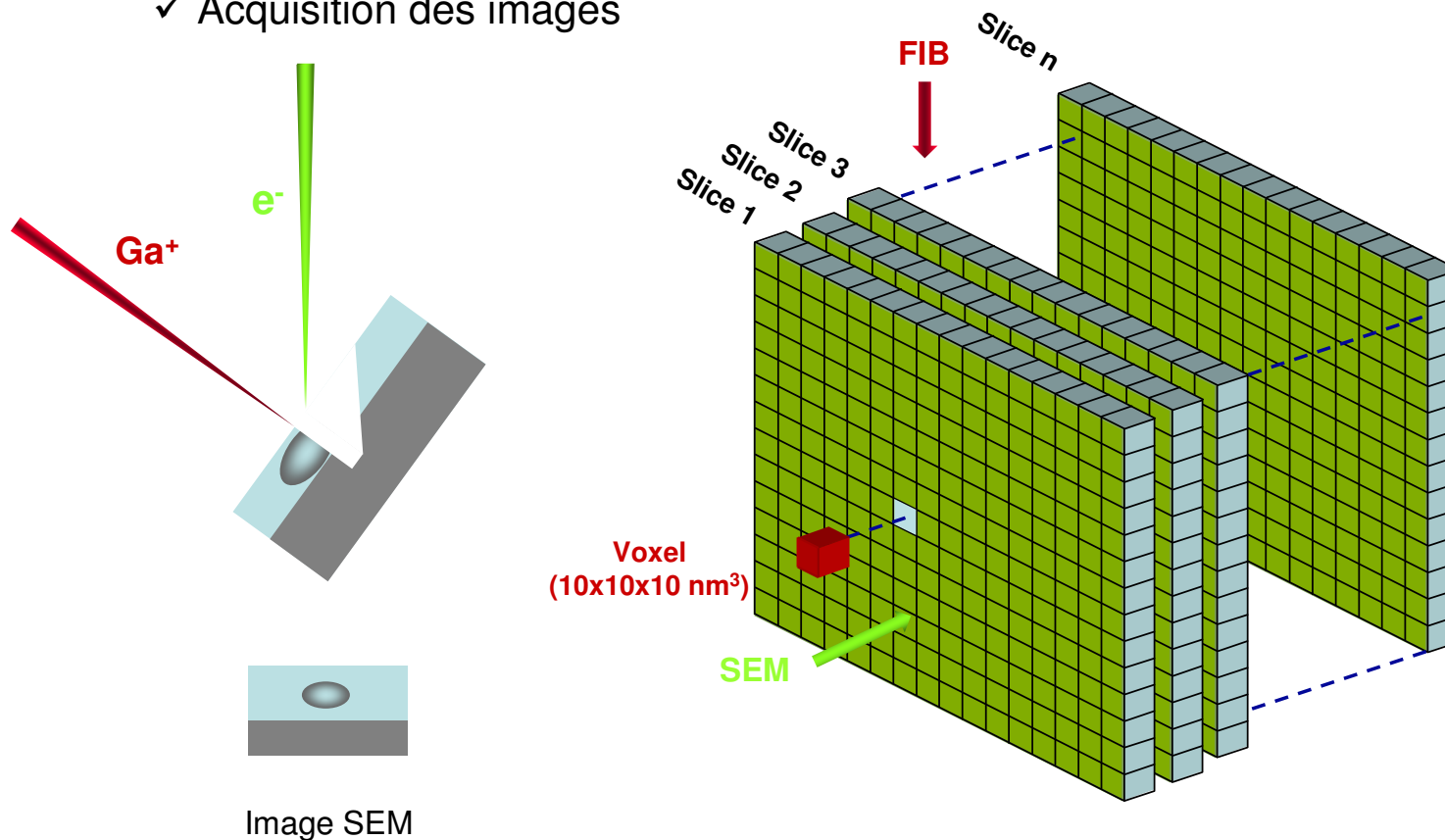
- ✓ Préparation des échantillons

- Dépôt d'une couche d'or en dehors du microscope (**bonne conduction**)
 - Dépôt d'une couche de **carbone pour protéger la surface** lors de l'abrasion
 - Abrasion de l'espace d'analyse par les ions Gallium **au centre de l'échantillon**



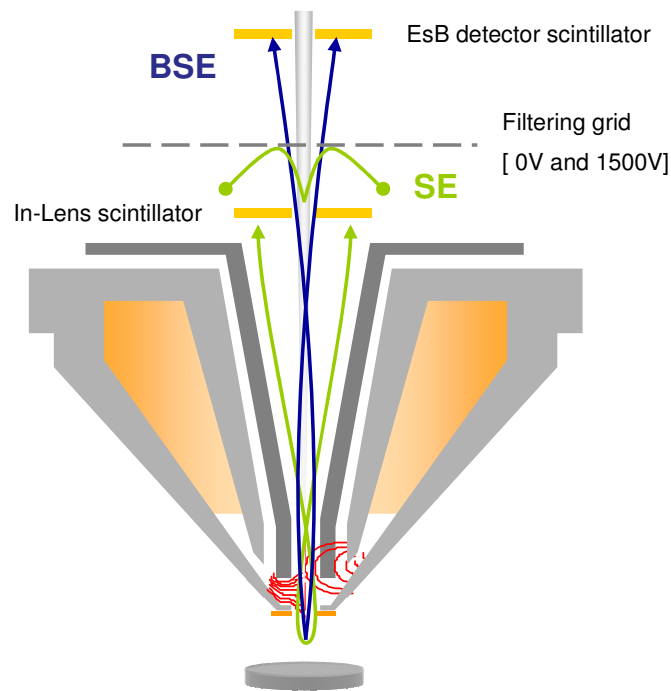
Protocole expérimental

- **Caractérisation par FIB :**
 - ✓ Acquisition des images



Protocole expérimental

- **Caractérisation par FIB :**
 - ✓ Acquisition des images



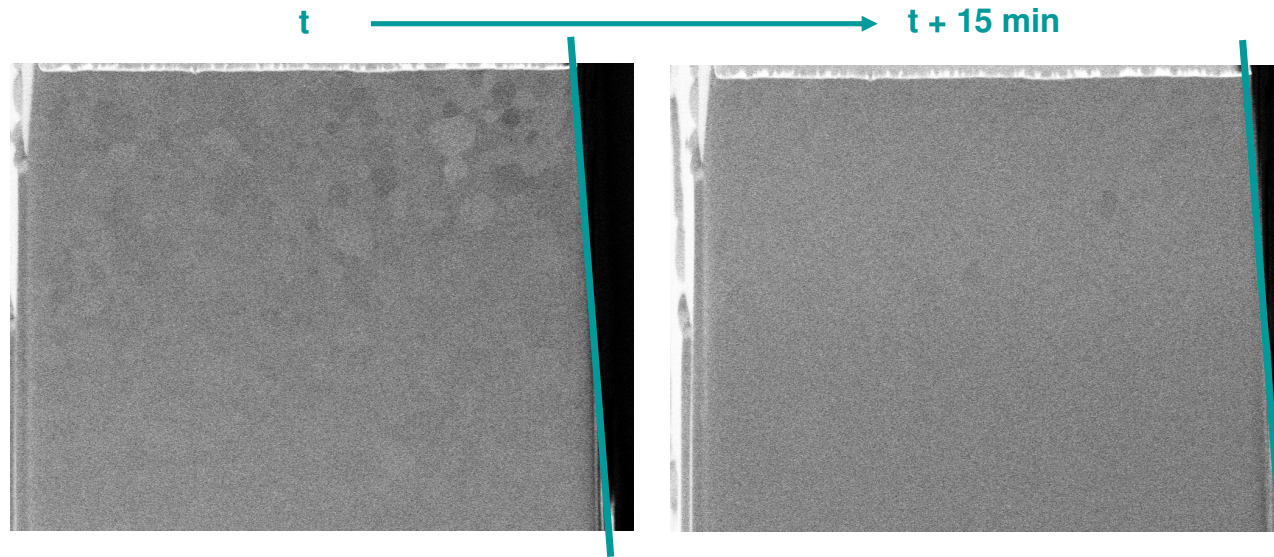
- o Travail en **basse tension** car l'échantillon est isolant (**1kV**)
- o Imagerie en électrons **secondaires et rétrodiffusés**
- o Abrasion d'une tranche d'épaisseur **10nm** par les ions Gallium
- o **Polarisation** de la grille à **800V**
(*Récupération des électrons qui proviennent d'une profondeur d'épaisseur inférieure à la tranche abrasée*)
- o Temps d'acquisition d'une image = **30s**
- o Temps d'abrasion d'une tranche = **30s**
- o Temps d'acquisition = **8h** pour observer **250 μm^3**

Protocole expérimental

- **Caractérisation par FIB :**

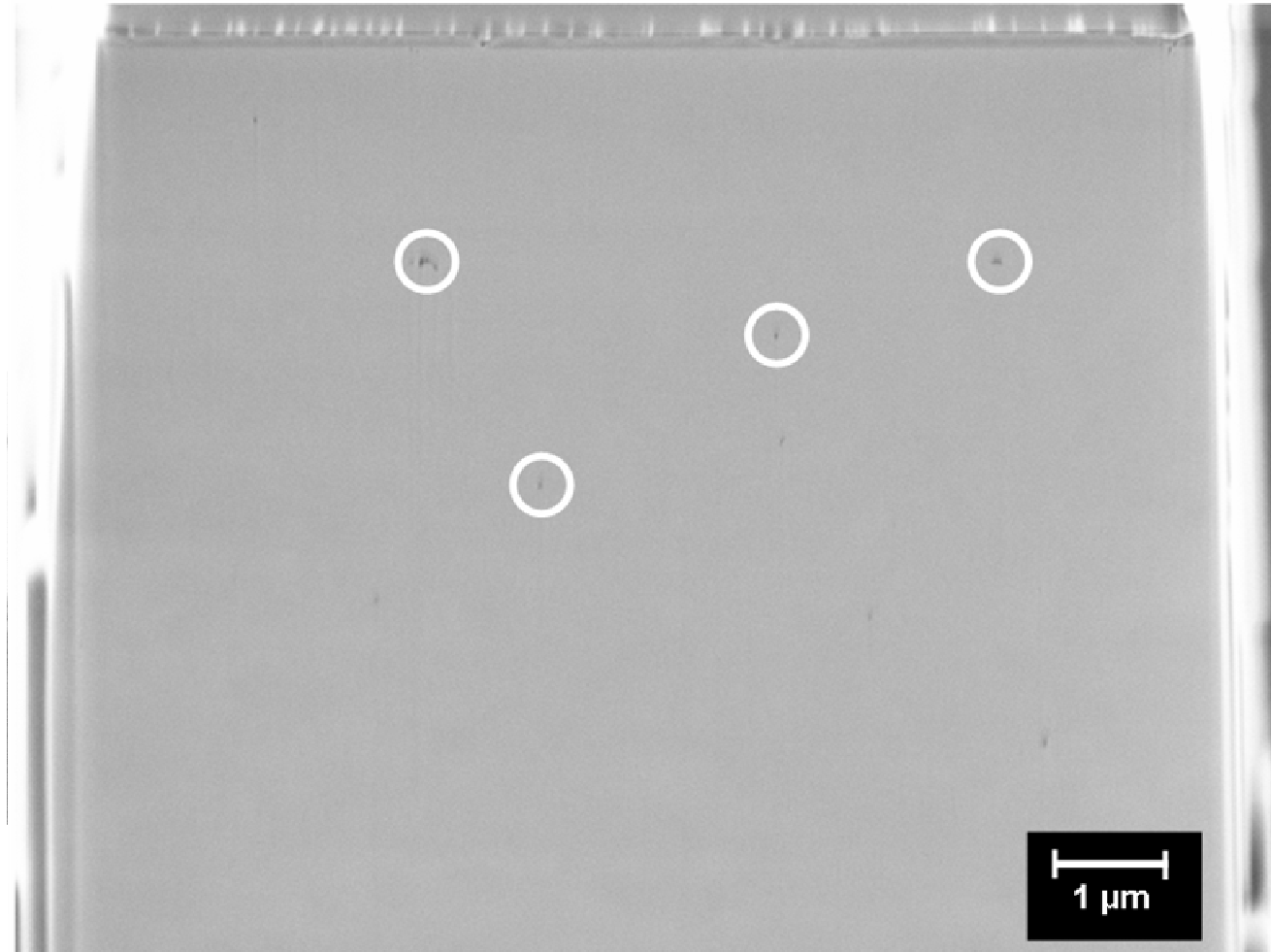
- ✓ Reconstruction 3D _ Utilisation du logiciel Fiji ®

- o Correction de la dérive due au temps d'acquisition très long
(On s'appuie sur le côté de la zone d'analyse)

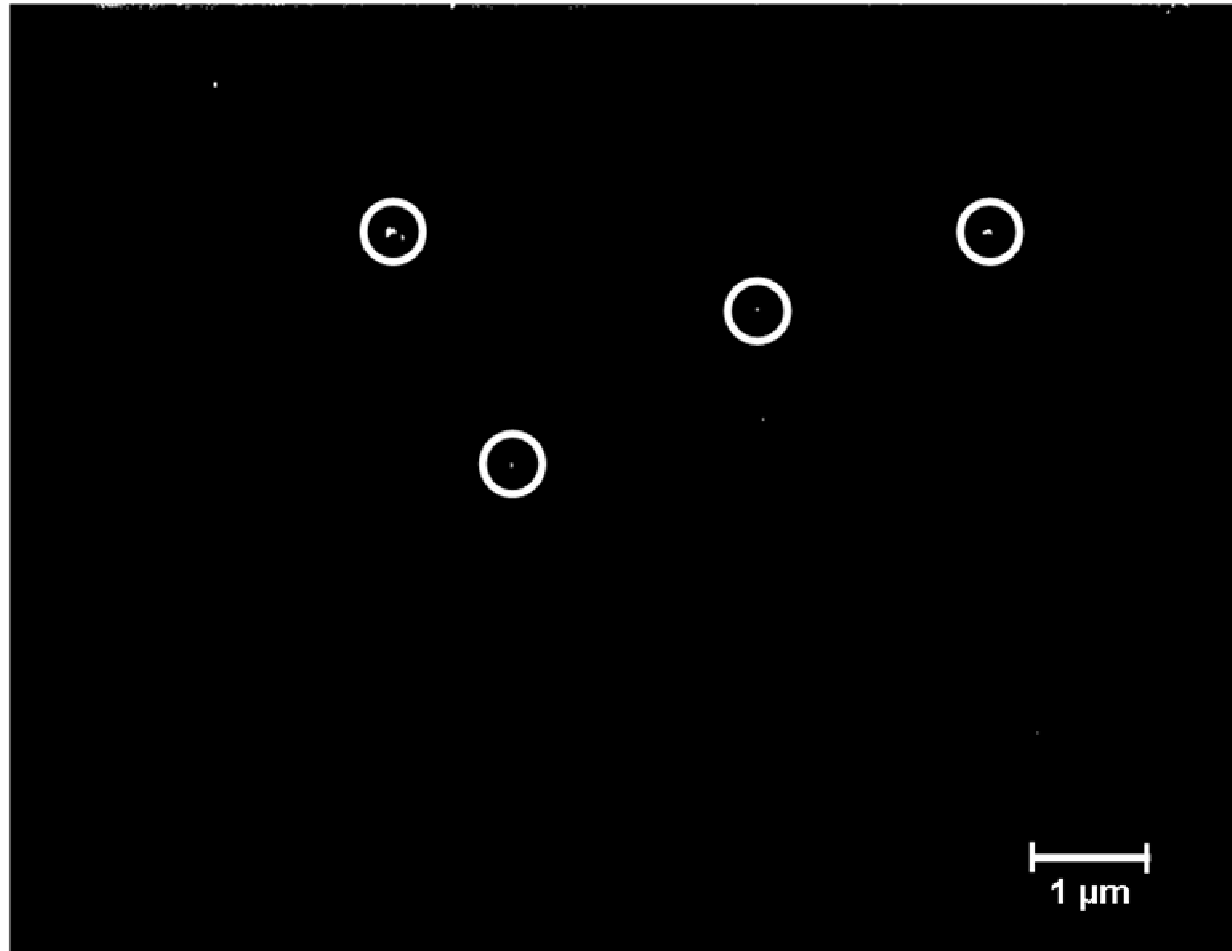


- o Étape de seuillage (On évite de prendre en compte les pixels isolés)

Protocole expérimental

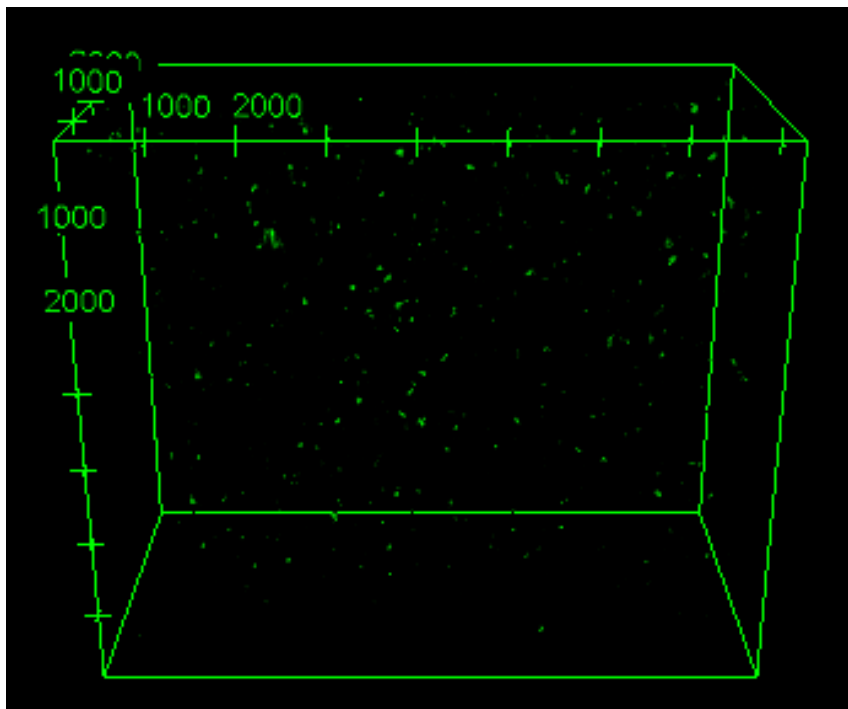


Protocole expérimental



Protocole expérimental

- **Caractérisation par FIB :**
 - ✓ Reconstruction 3D _ Utilisation du logiciel Fiji ®
 - o Assemblage des images



— = 1000 nm
Taille ~ 250 μm^3
(4,4 x 8,3 x 6,9 μm)

Exploitation des résultats

- **Détermination du volume de porosité (Fiji ®)**

- ✓ Méthode 1

- o Indexation de chaque zone de pixels blancs ininterrompue
- o Calcul du volume de chaque zone
- o Détermination de la fraction volumique des pores

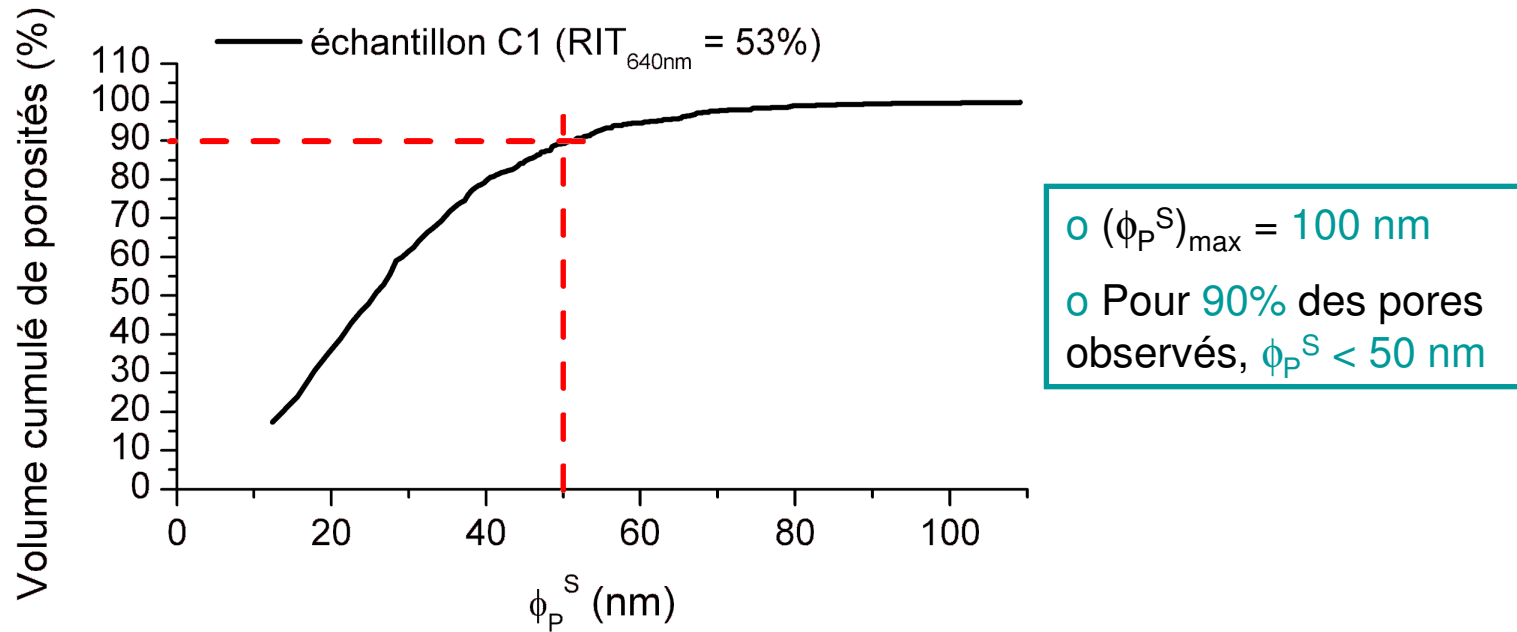
- ✓ Méthode 2

- o Calcul de la fraction surfacique (f_s) de pixels blancs sur chaque image
- o Moyenne des f_s = fraction volumique

⇒ On obtient un volume de **0,01 % de porosités** au sein du matériau (+/- 0.005 %)

Exploitation des résultats

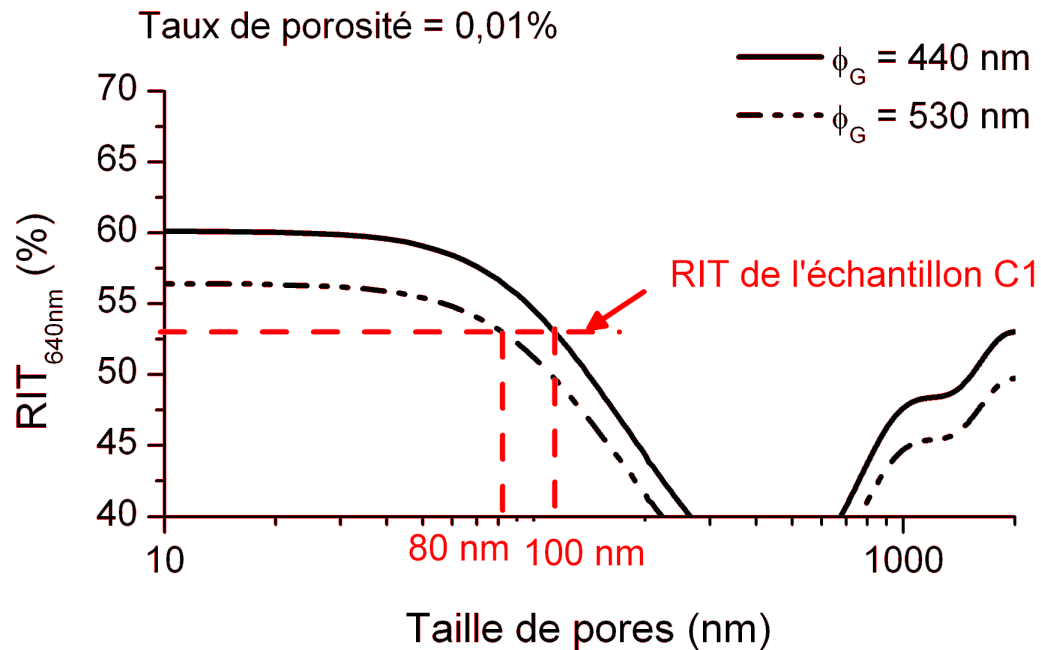
- **Détermination de la taille des pores (Fiji ®)**
 - ✓ Calcul du **diamètre sphérique équivalent ϕ_p^S**
(chaque zone indexée est assimilée à une sphère)



Exploitation des résultats

- **Comparaison avec les courbes théoriques**

- ✓ Influence plus importante des grains et pores les plus gros sur RIT_{640nm}



Sources d'erreurs :

- o Précision de la mesure (+/- 10 nm sur ϕ_P^S)
- o ϕ_P^S inférieur à la réalité
- o Incertitude ϕ_G
- o Modèle théorique ?

Conclusion

- o La nanotomographie – FIB a permis de caractériser le **volume** et la **distribution en taille de pores** d'échantillons transparents
- o La résolution reste **limite** pour mesurer les pores **les plus fins** (*difficulté de seuillage*)
- o Les **résultats** obtenus sont néanmoins en **accord avec la théorie** et pourraient permettre **d'affiner les modèles** (*prise en compte de la distribution en taille*)
- o Des **interrogations** restent en suspens (*pas de contraste d'orientation en mode BSE si le balayage est trop rapide*)



**Merci de votre
attention et
n'hésitez pas si
vous avez des
questions...**

