

Microscopies à JANNuS-SCALP

Etudes de matériaux : exemples et possibilités

Journée thématique sur les irradiations et analyses

17 Novembre 2021

Microscopistes :

Cédric Baumier, Aurélie Gentils, Stéphanie Jublot-Leclerc, Christine Oriol, Florian Pallier



Microscope Electronique en Transmission (MET)

200 kV FEI Tecnai G² 20 TWIN – filament LaB₆

Résolution spatiale = 0.27 nm

Deux caméras : - grand angle
- haute résolution

Porte-échantillons :

- Simple et double tilt de LN₂ à 1300°C
→ **Recuits *in situ***
- Double tilt chauffant ultra-mince
→ **Observations dynamiques sous irradiation**

Equipements analytiques :

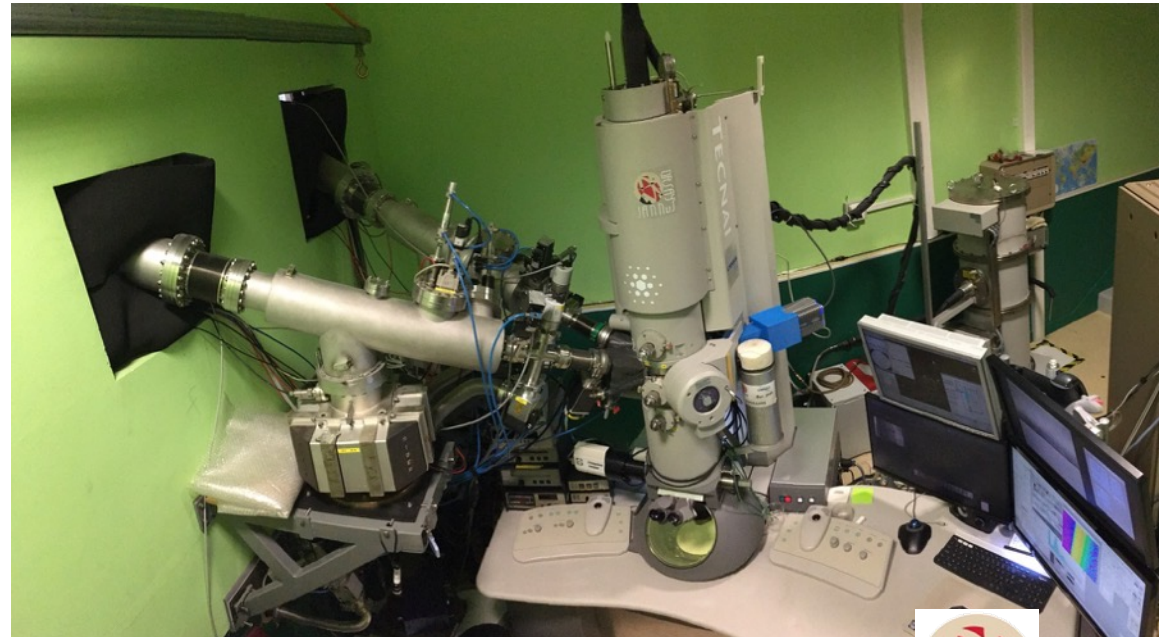
STEM Scanning TEM

EDX Energy Dispersive X-rays

GIF Gatan Imaging filter

- EELS Electron Energy Loss spectroscopy
- EFTEM Energy-Filtered TEM

Responsable : Cédric Baumier



→ Différentes possibilités d'étude de matériaux en MET (structure, analyses élémentaires ...)

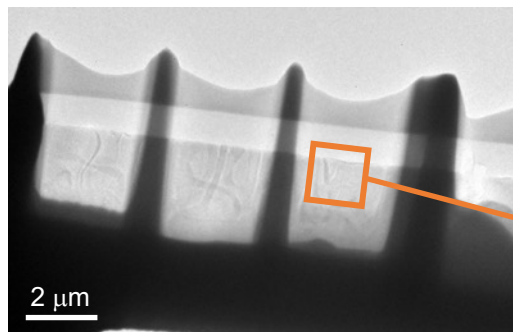
→ Pour ces études, nécessité de préparer des échantillons ultra-minces (qq 10aines de nm)



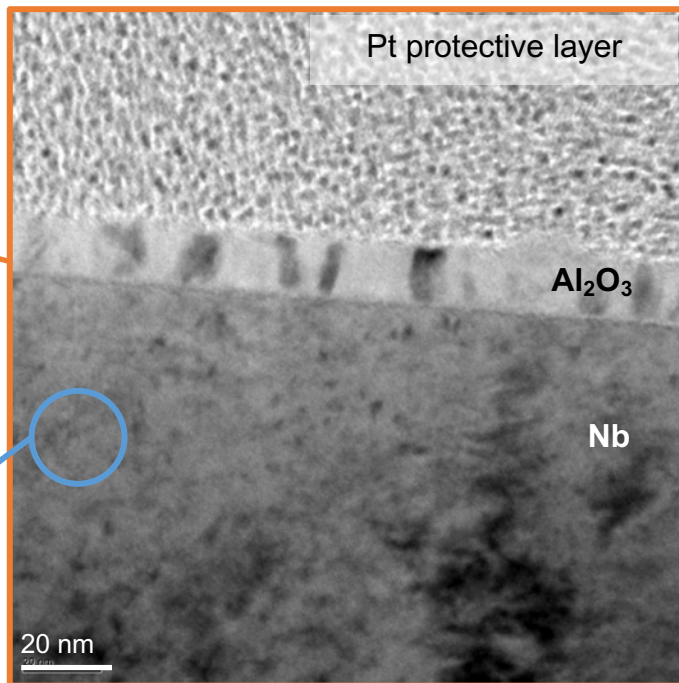
Etudes structurales et morphologiques

Section transverse sur $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}$

Thèse de Sarra Bira 2021 (pôle Accélérateurs)



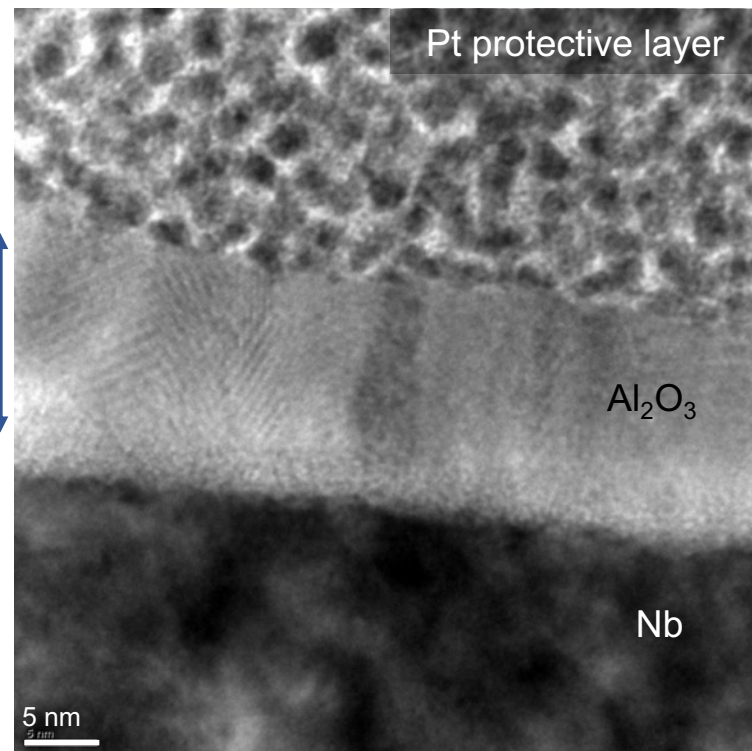
Diffraction électronique
→ structure cristallographique



Imagerie conventionnelle en champ clair

Franges de Moiré
→ couche polycrystalline d' Al_2O_3

~ 15 nm



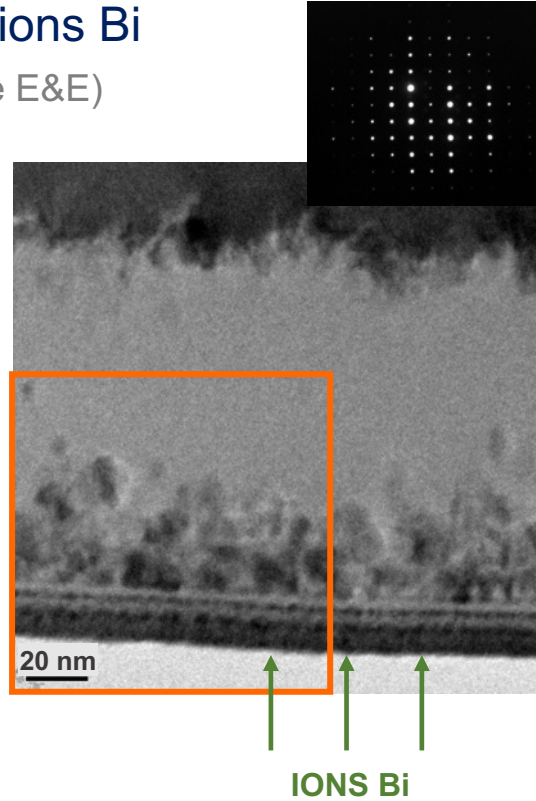
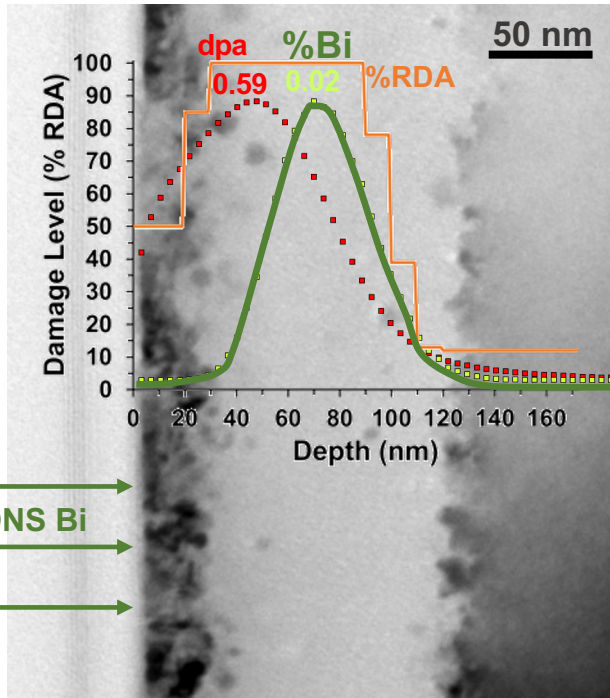
Champ clair



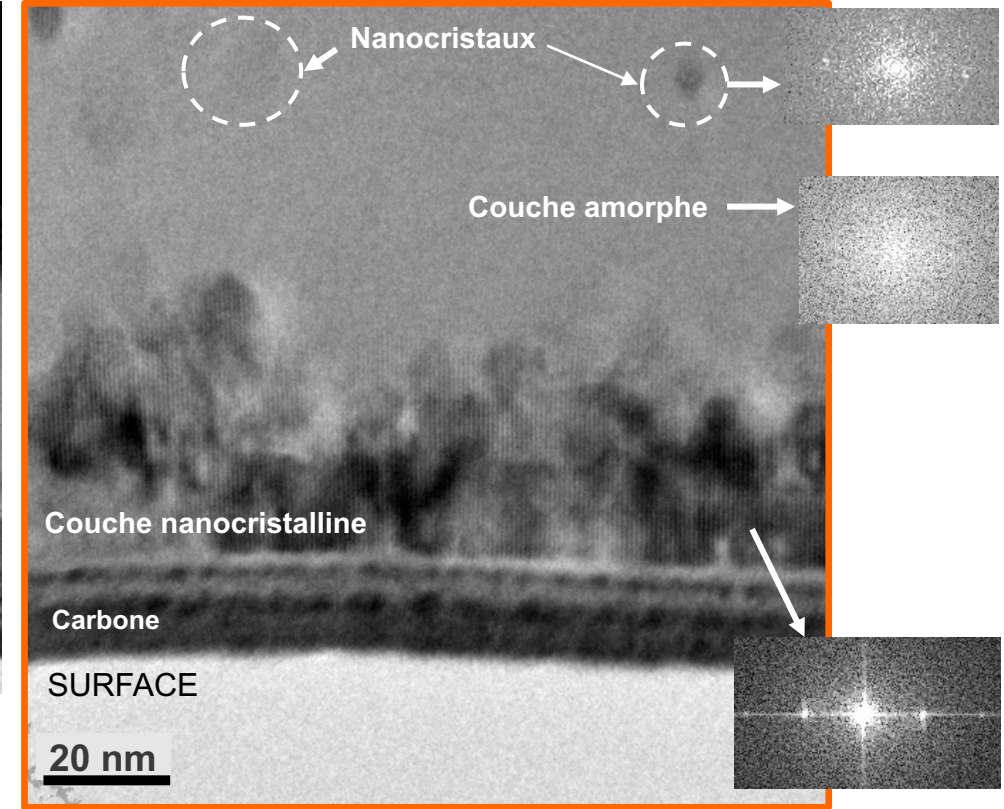
Etudes structurales et morphologiques

Fluoroapatite implantée aux ions Bi

Thèse de Dee Jay Cerico 2021 (pôle E&E)



HRTEM

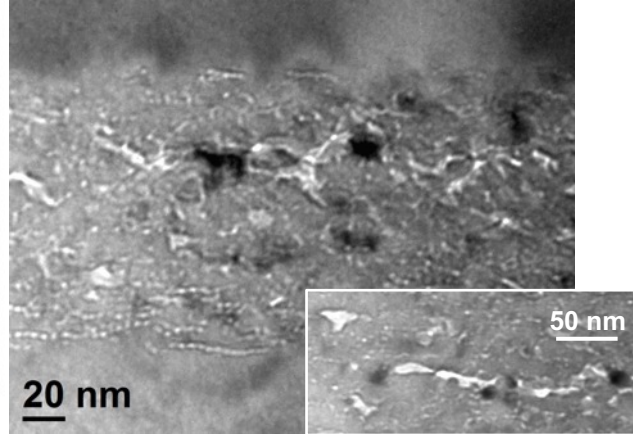
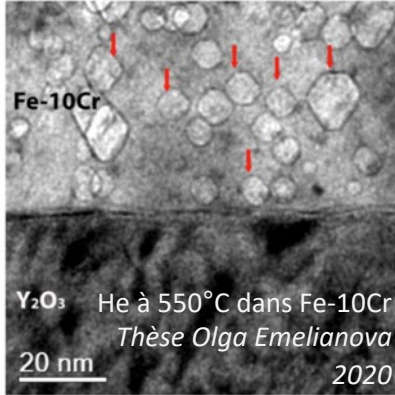




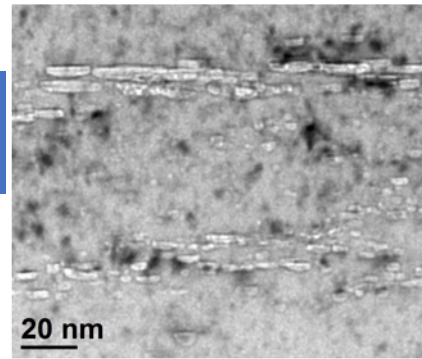
Etudes structurales et morphologiques

Défauts de structure, cavités ...

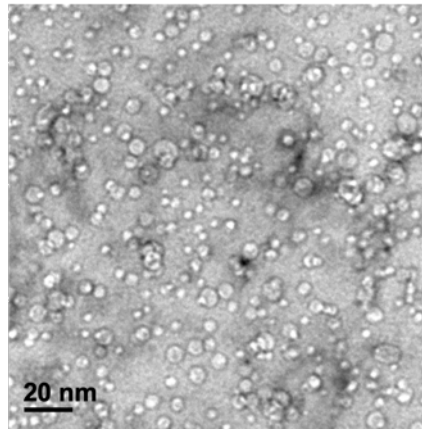
He dans fluoroapatite
Thèse Dee Jay Cerico 2021



Bulles et fissures



He dans AlN - *Thèse Gabriel Bouhali*

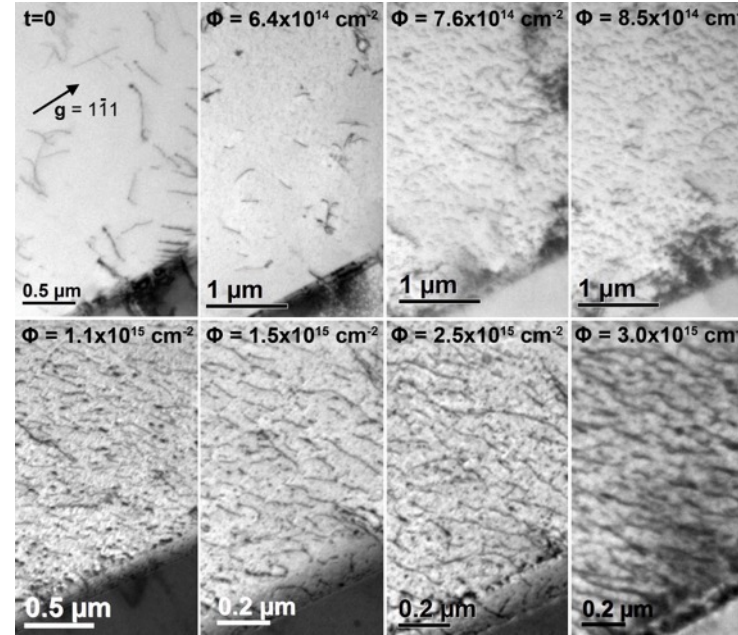


Au + He à 550°C dans un acier 316L

Défauts

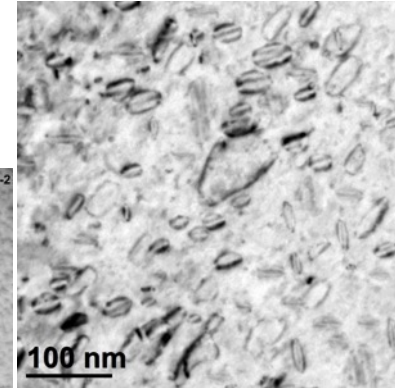
pôle E&E

Dislocations et boucles de Frank
fautées dans un acier irradié

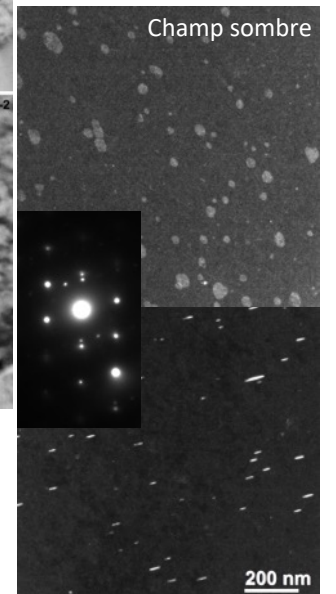


→ visibles à partir
de ~ 1 nm

Champ clair



Champ sombre



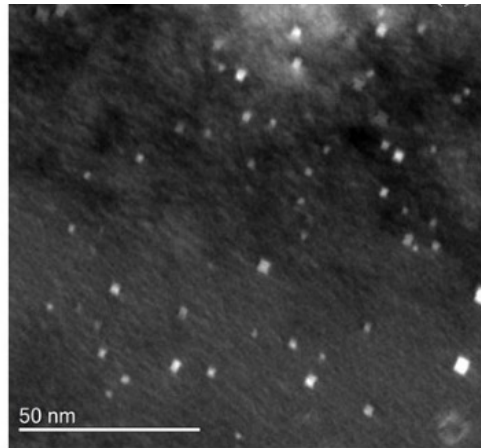
S. Jublot-Leclerc et al., J. Nucl. Mater 480 (2016) 436



Etudes structurales et morphologiques

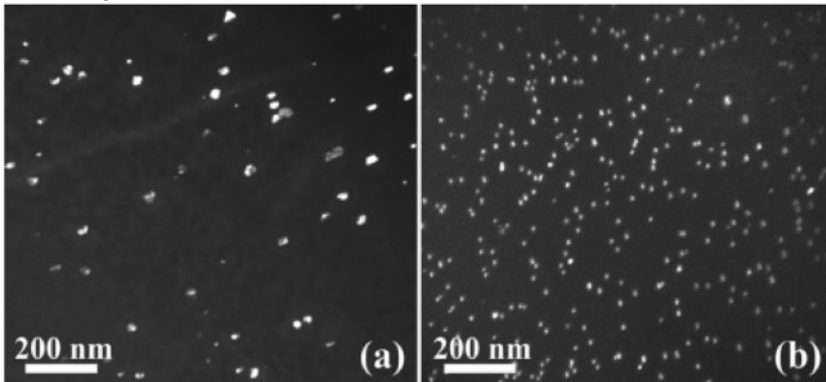
Nano-précipités

Nano-oxydes d'Y-Ti dans un acier
ODS UP52
Thèse Marie-José Saleh-Afif 2021
Champ clair 2 ondes ($s = 0$)



Imagerie conventionnelle

Précipités de CoSi_2 dans Si
Champ sombre

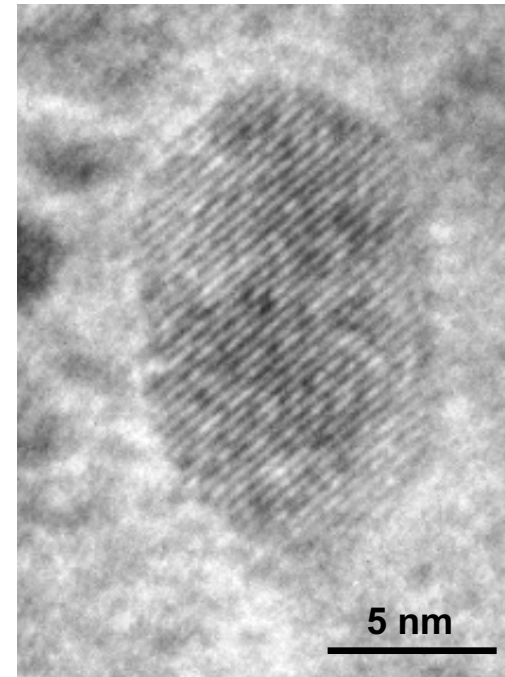


[F. Fortuna et al., PRB 84, 144118 (2011)]

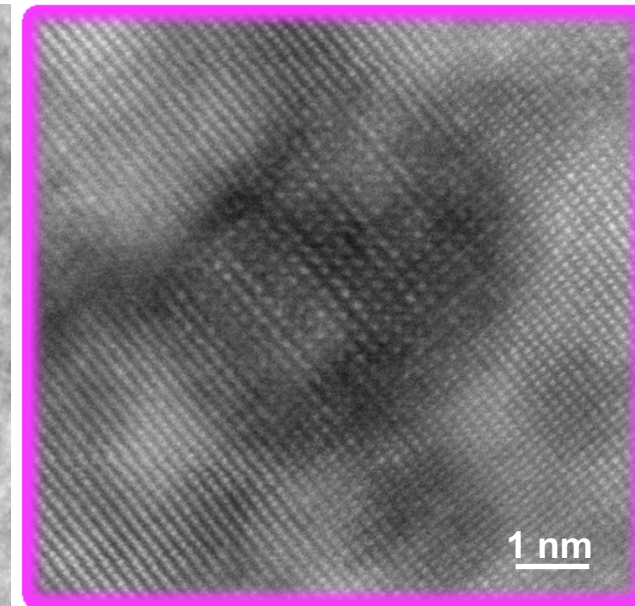
pôle E&E

Nano-oxydes d' Y_2O_3 créés par implantation ionique dans Fe-10Cr
Thèse Martin Owusu-Mensah 2019

Imagerie Haute Résolution (HRTEM)



Résolution spatiale = 0,27 nm



STEM-HAADF Résolution spatiale < 0,1 nm
Titan THEMIS 200 XFEI corrigé sonde
@ PANAM-C2N - L. Largeau

- Limitation dans l'étude cristallographique des nanostructures
- Analyse élémentaire ...



Microscopie Electronique en Transmission

Analyse élémentaire

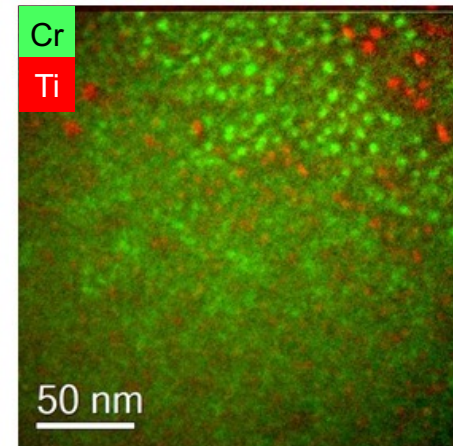
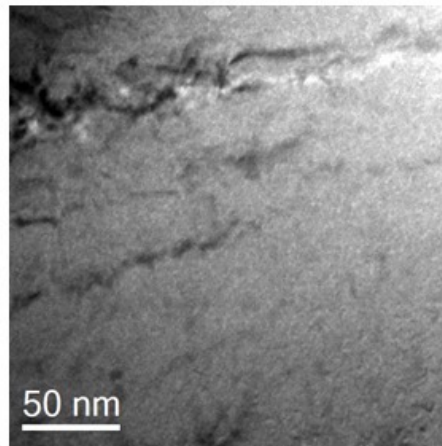
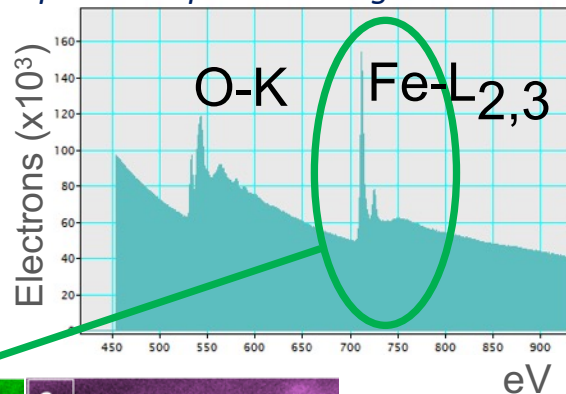
EFTEM (Energy-filtered TEM)

GIF Gatan Imaging Filter

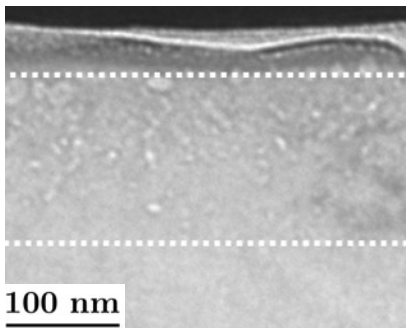
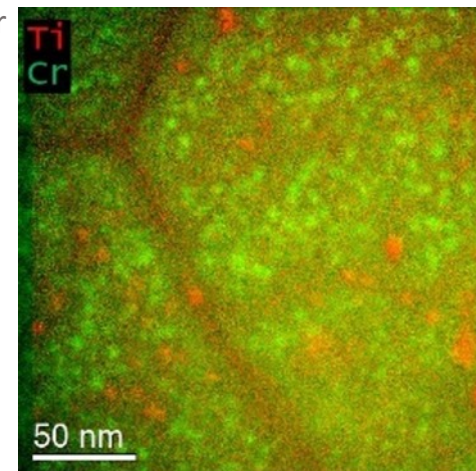
Nano-oxydes de Cr_2O_3 riches en Ti créés par implantation de Ti et O dans Fe-10Cr

Thèse Martin Owusu-Mensah 2019

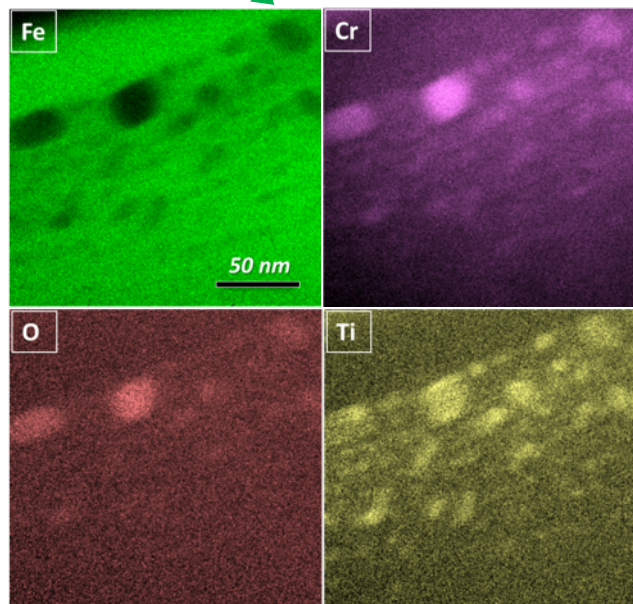
Spectre de perte d'énergie des électrons EELS



Précipités α' riches en Cr induits par irradiation dans un acier ODS
Thèse Marie-José Saleh-Afif 2021



Champ clair sous-focalisé



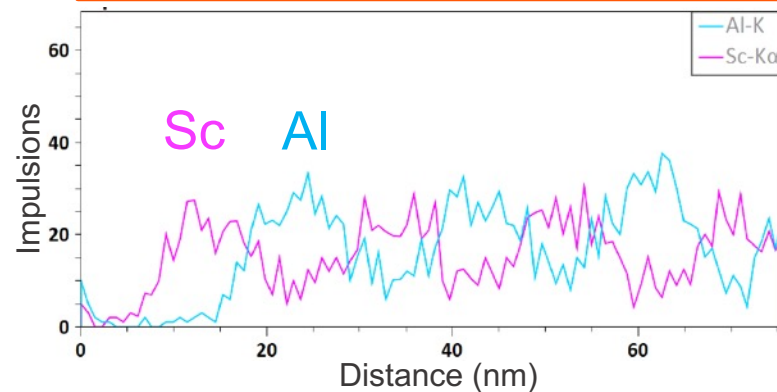
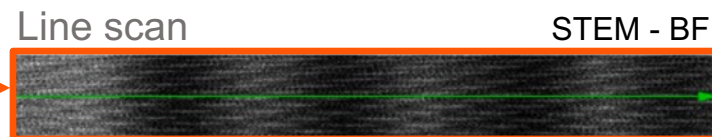
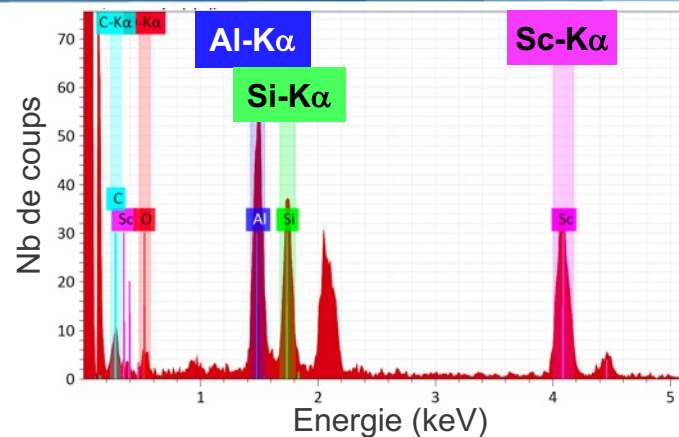
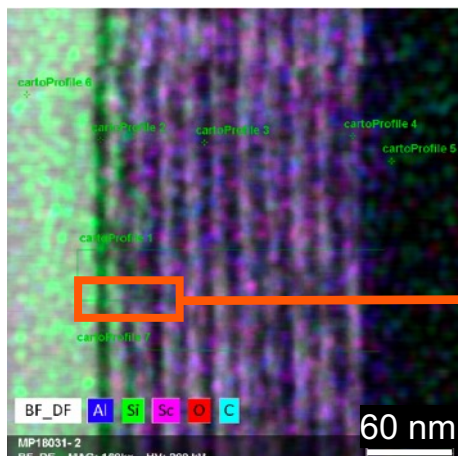
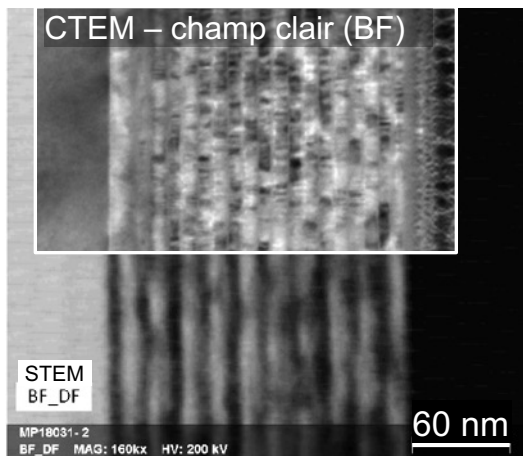
- **Cartographies élémentaires haute résolution** (nanostructures, enrichissements et/ou déplétions élémentaires aux interfaces, analyse de couches ...)
- **Cartographies d'épaisseur** (densité d'objets)



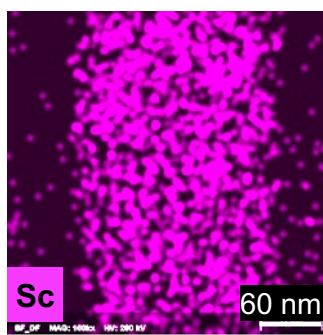
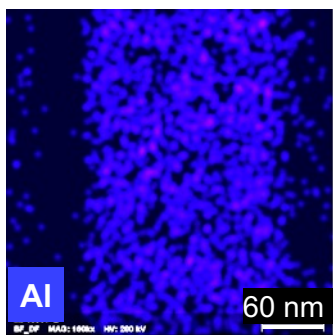
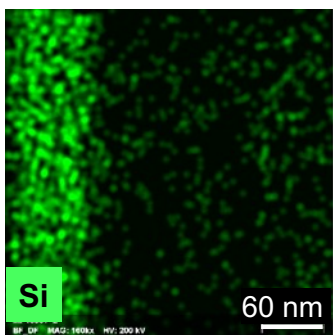
Analyse élémentaire

STEM-EDX spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie

Multicouche Al/Sc – Thèse Jennifer Rebellato 2020 (Institut d'optique)



→ Profil de composition chimique

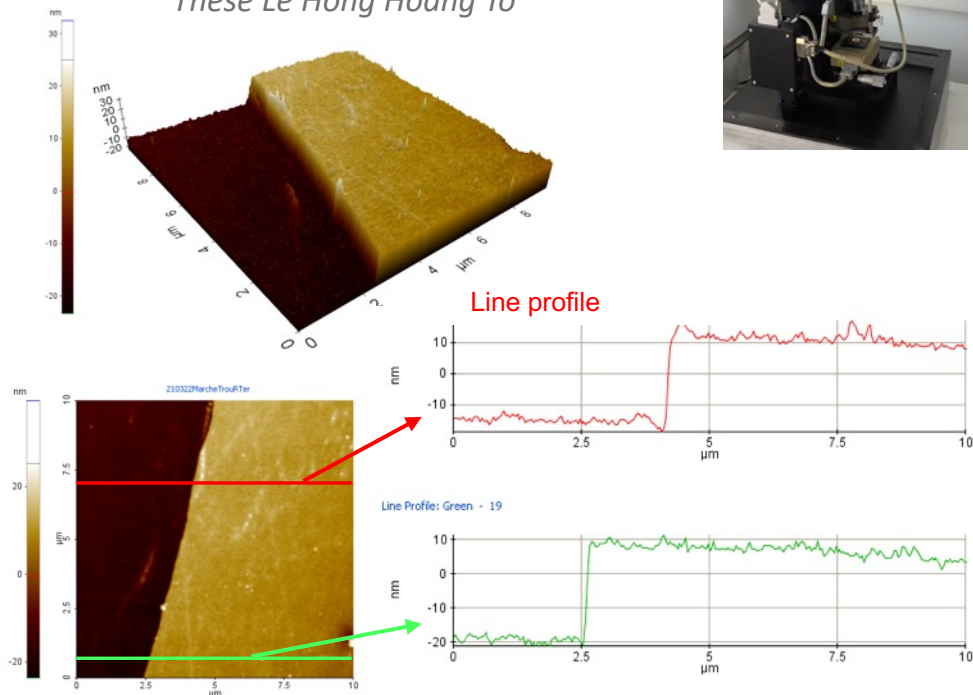




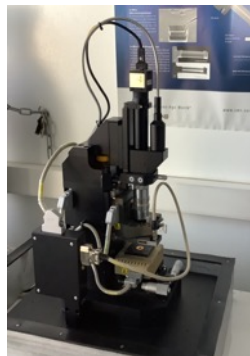
Topologie de surface

AFM / MFM Park systems NX10

Mesure de l'épaisseur d'un dépôt d'YSi
Bolomètres - pôle A2C
Thèse Le Hong Hoang To

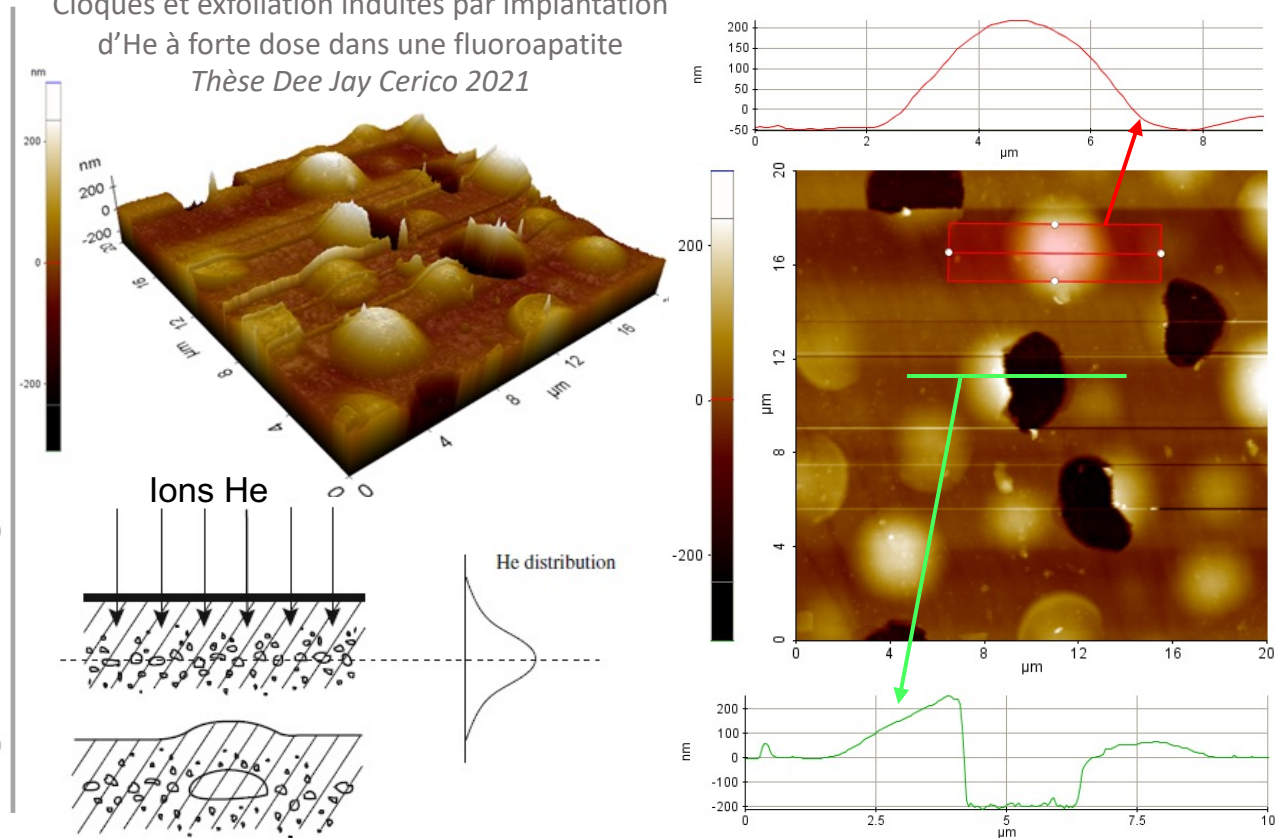


Contact : Florian Pallier



- Epaisseur de dépôts en couches minces
- Rugosité de surface ...
- Possibilité d'étudier des matériaux mous, biologiques...

Cloques et exfoliation induites par implantation
d'He à forte dose dans une fluoroapatite
Thèse Dee Jay Cerico 2021

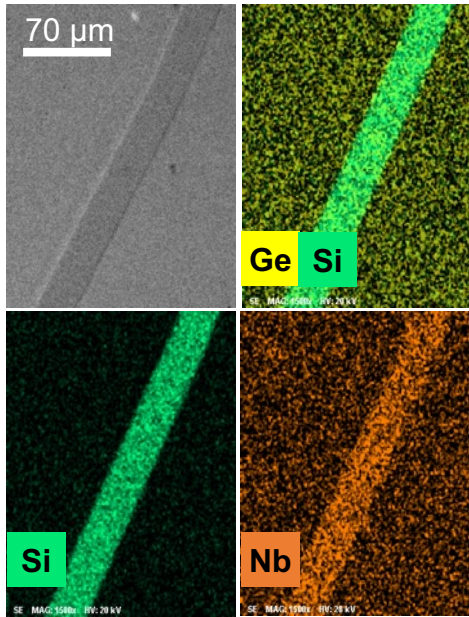




Topologie de surface

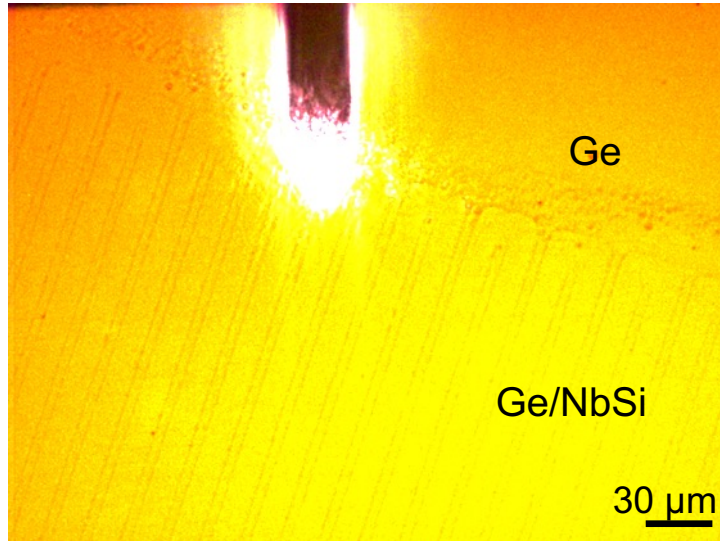
AFM / MFM Park systems NX10

Recyclage des bolomètres en Germanium
Bolomètres - pôle A2C & pôle Ingénierie/Détecteurs
Stefanos Marnieros, Christine Oriol



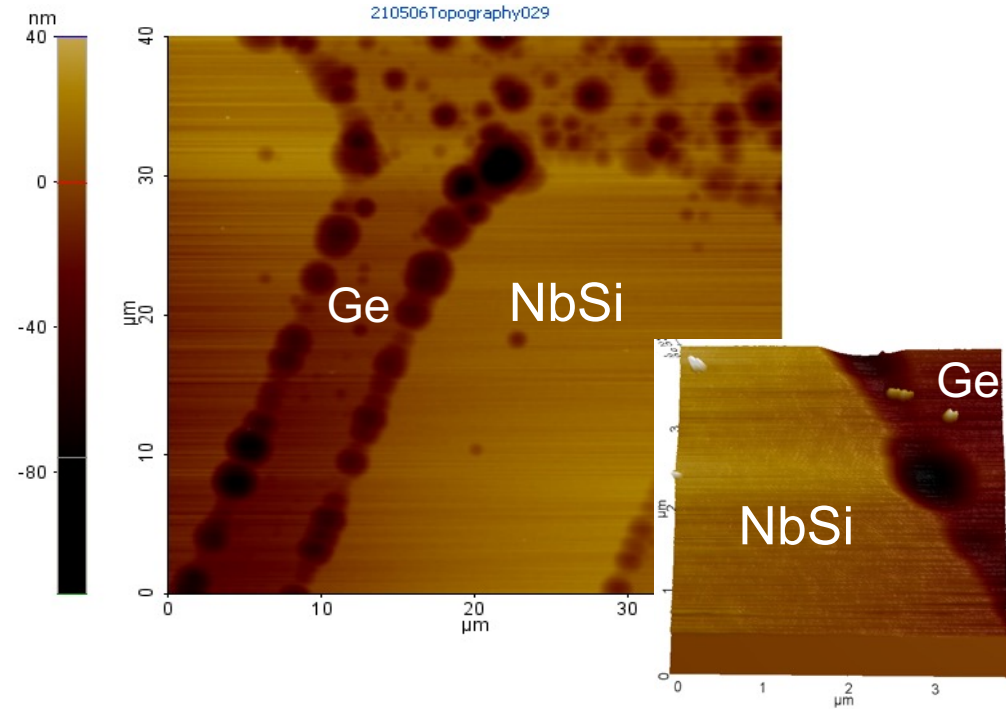
Autre motif

MEB/EDX



Microscopie optique

Observation par AFM des effets d'une attaque acide pour éliminer les motifs en NbSi



→ Attaque préférentielle visible sur Ge et aux interfaces



Cartographies élémentaires en proche surface



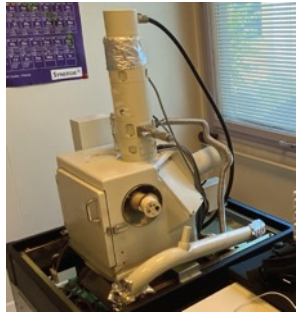
Contact : Christine Oriol

- **MEB Hirox SH-3000 :**
Résolution spatiale : 15 nm
Energies 1, 5, 10, 15, 20, 25 kV
Analyseur EDX

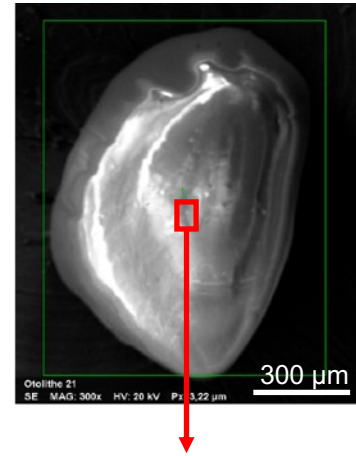


- **MEB LEO 440:**

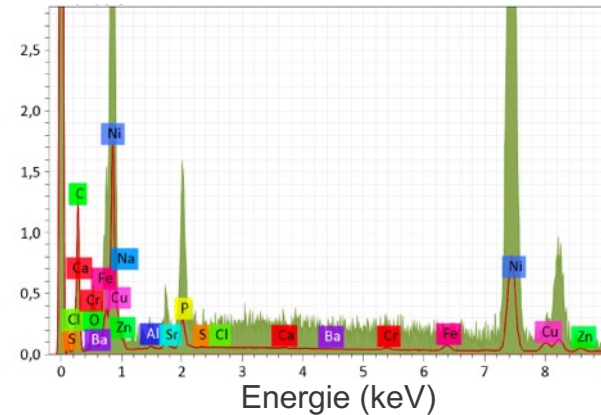
Résolution spatiale : 2 nm sur Si
Energies de 0,1 à 30 kV



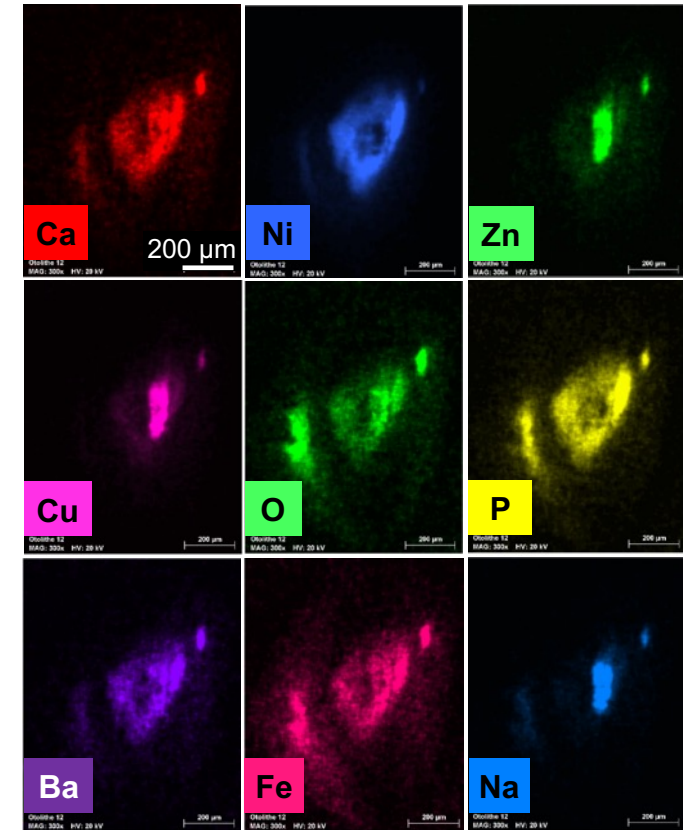
- **MEB JEOL JSM 5900 LV**
(en réparation)



Nb de coups



Etude des otolithes des téléostéens
Céline Ellien, laboratoire BOREA, MNHN
Cédric Baumier





Cartographies élémentaires en proche surface

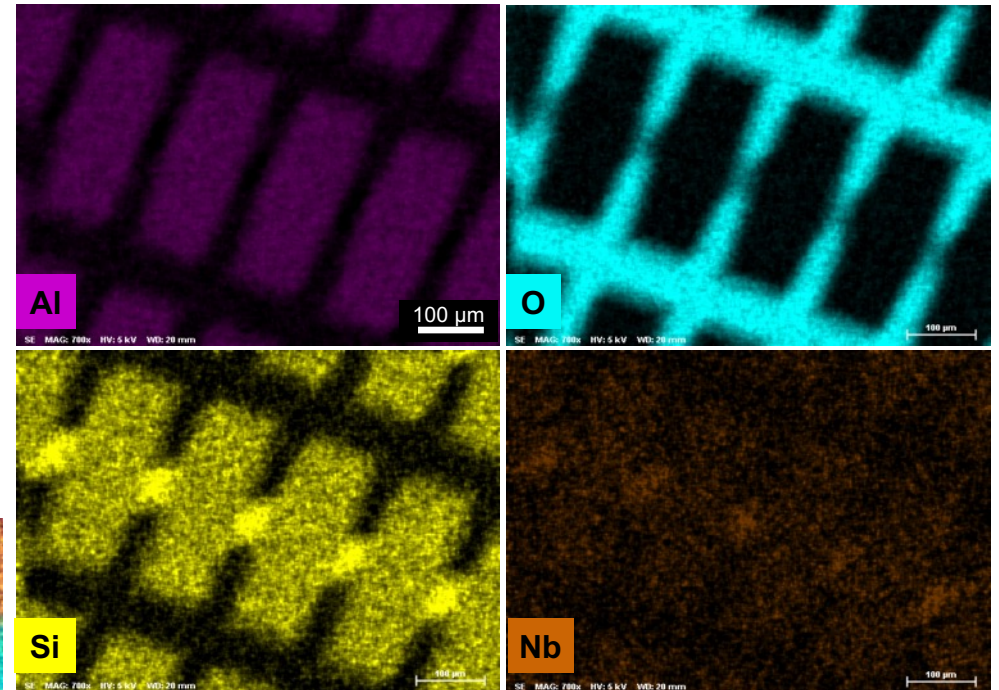
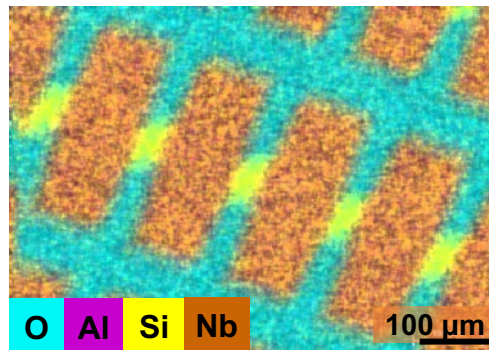
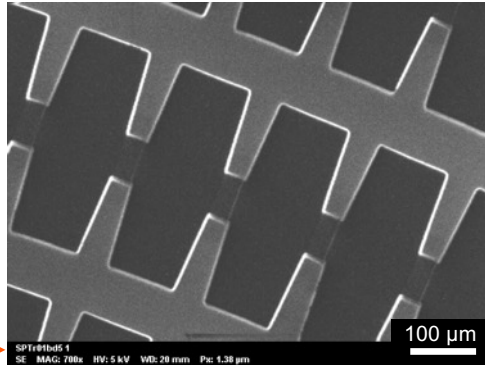
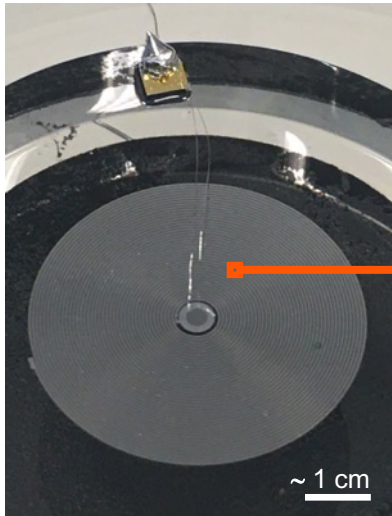
MEB Hirox SH-3000

Bolomètres

Bicouche NbSi et Al sur saphir

Pôle A2C & pôle Ingénierie/Détecteurs

Stefanos Marnieros, Christine Oriol



→ Amélioration des processus de fabrication des bolomètres

JANNUSSCALP@ijclab.in2p3.fr

Interlocuteurs principaux :

- **MET : Cédric Baumier**
- **AFM et prépa d'échantillons : Florian Pallier**
- **MEB : Christine Oriol**

Merci