

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



Microscopie Electronique en Transmission

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



JANNUS

SCALP

Système à Chambres à bulles pour les Analyses de Matériaux par irradiation

→ 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)

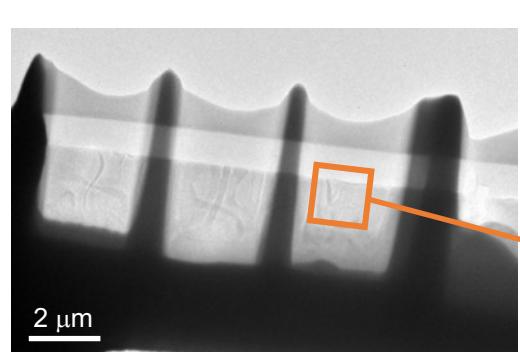


Microscopie Electronique en Transmission

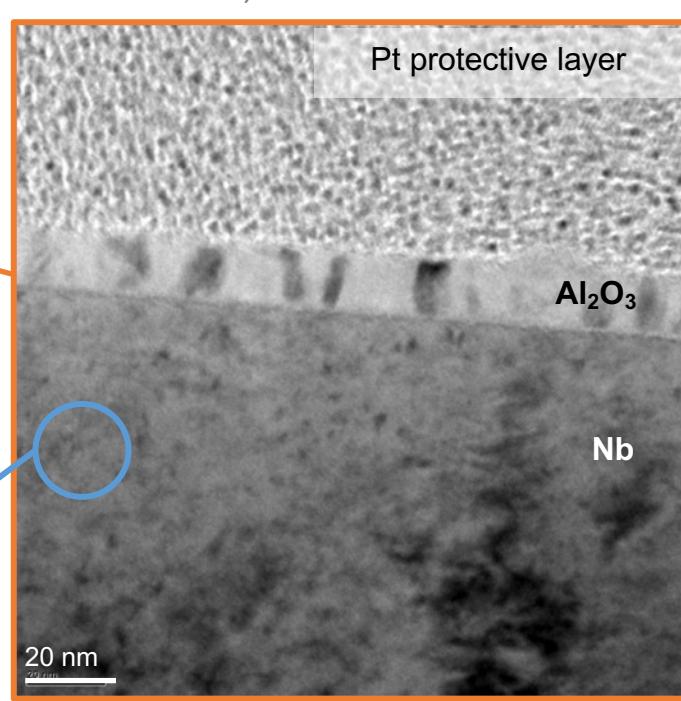
Etudes structurales et morphologiques

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

Thèse de Sarra Bira 2021 (pôle Accélérateurs)

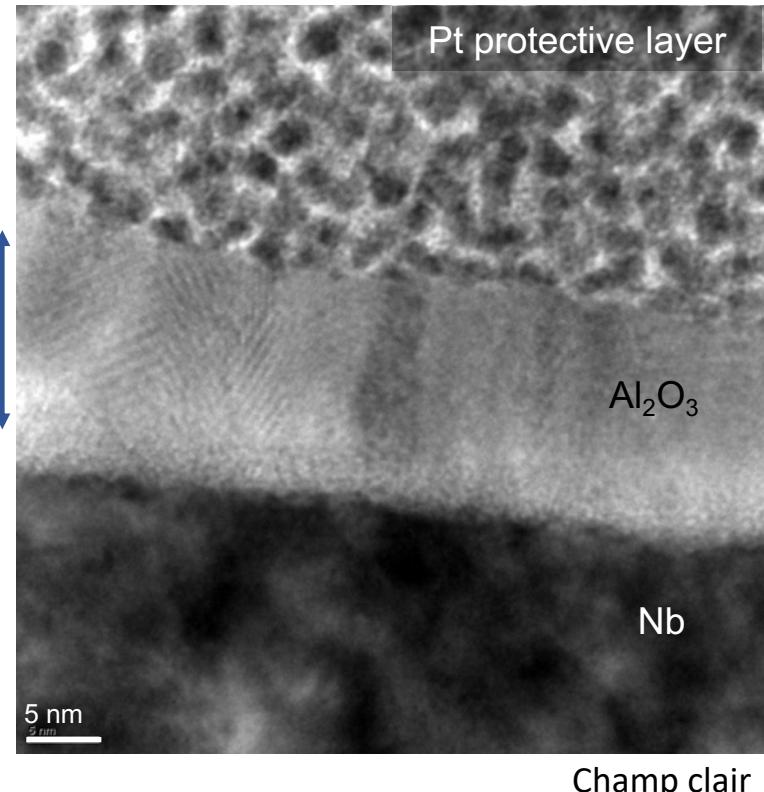


Diffraction électronique
→ structure cristallographique



Franges de Moiré
→ couche polycristalline d' Al_2O_3

~ 15 nm



Pt protective layer

Al_2O_3

Nb

Champ clair

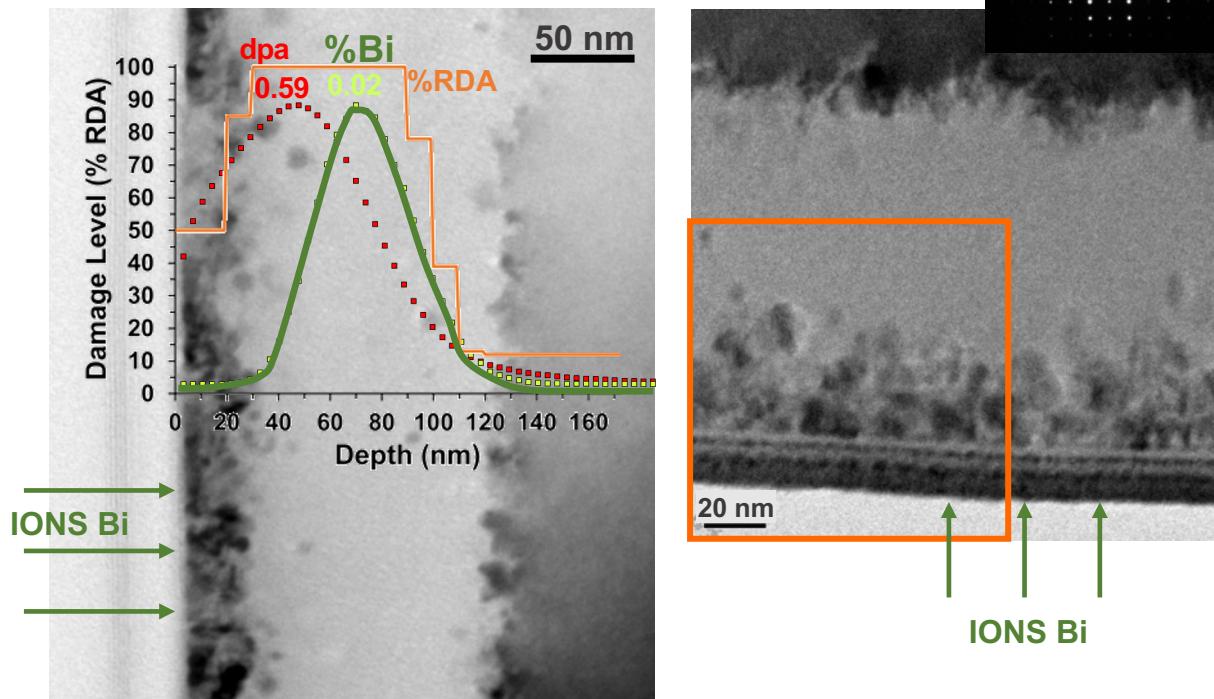


Microscopie Electronique en Transmission

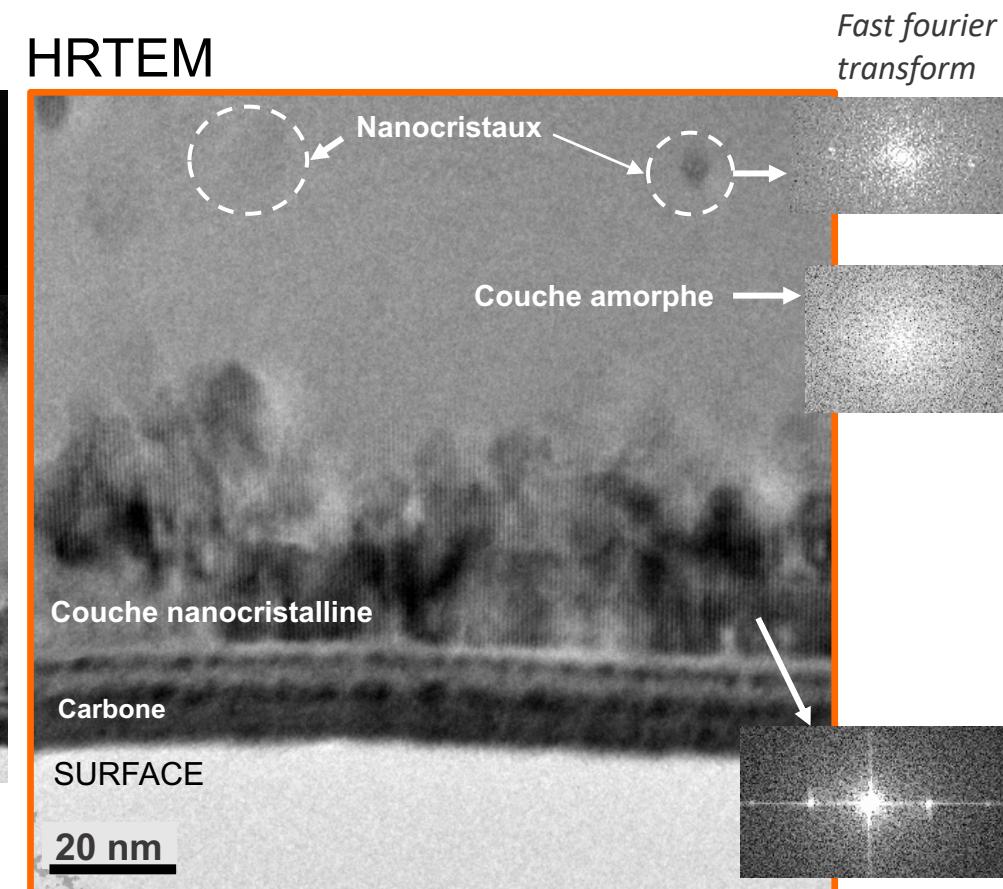
Etudes structurales et morphologiques

Fluoroapatite implantée aux ions Bi

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



HRTEM

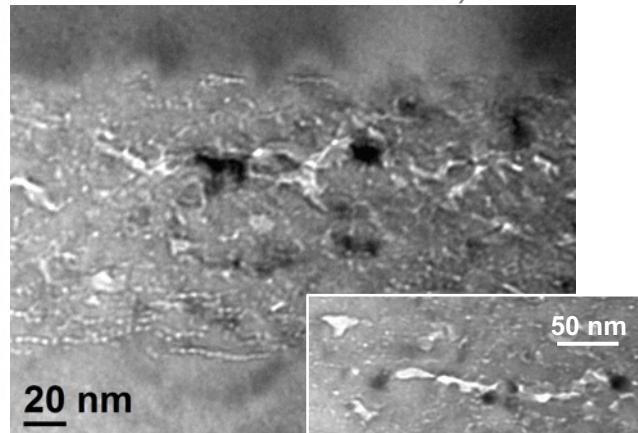
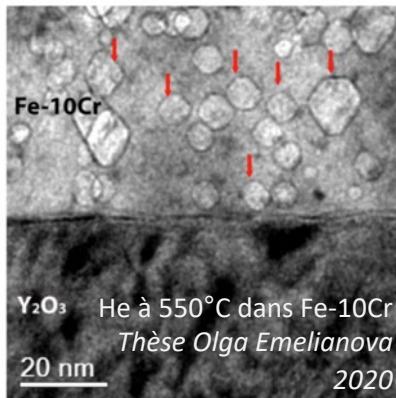




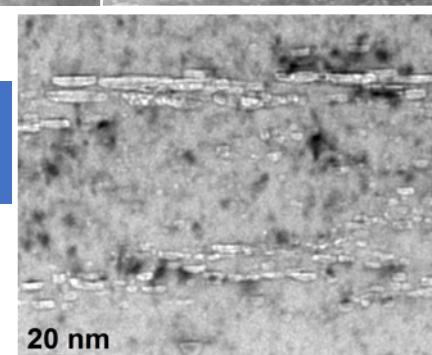
Microscopie Electronique en Transmission

Etudes structurales et morphologiques

Défauts de structure, cavités ...

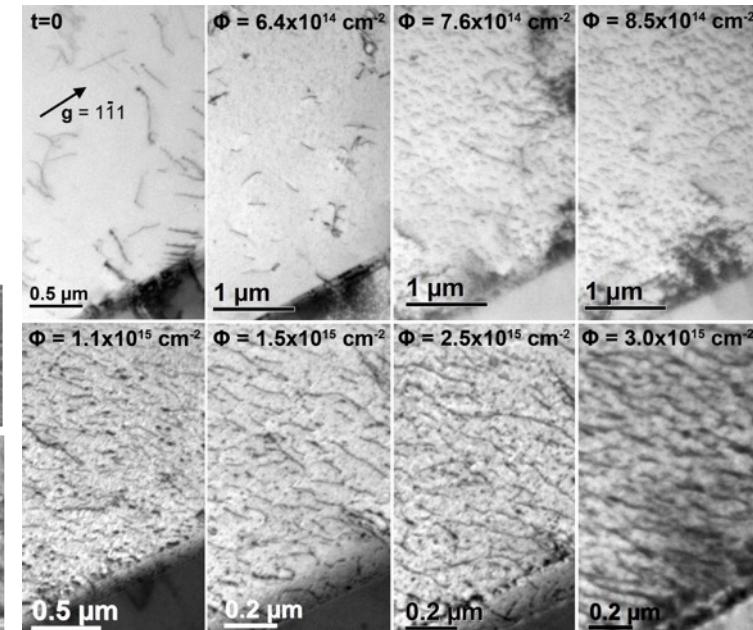


Bulles et fissures



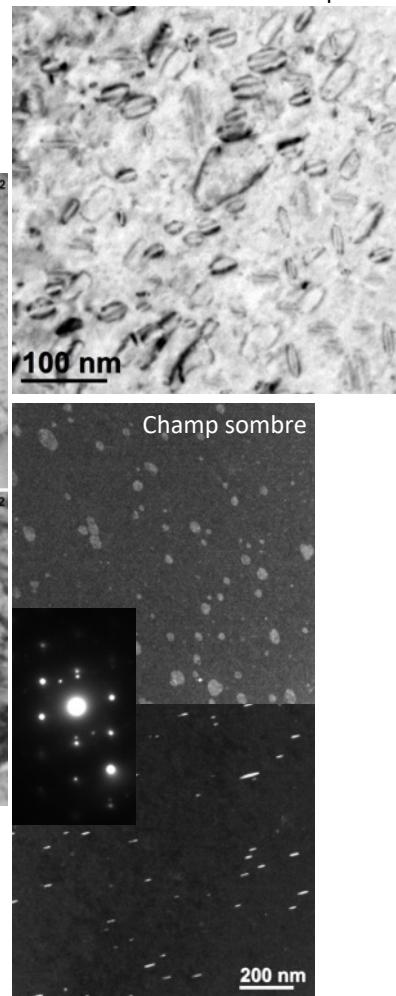
Au + He à 550°C dans un acier 316L

pôle E&E



Défauts

Dislocations et boucles de Frank
fautées dans un acier irradié



→ visibles à partir
de ~ 1 nm

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



Microscopie Electronique en Transmission

Etudes structurales et morphologiques

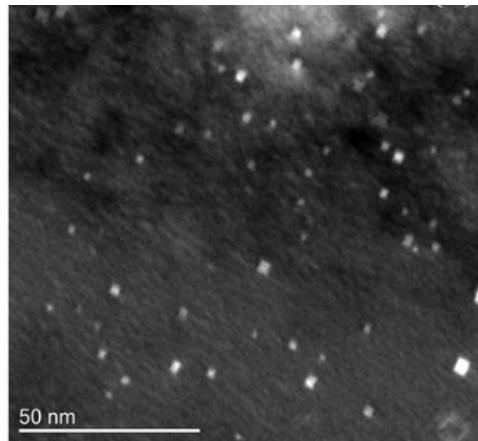
Nano-précipités

Nano-oxydes d'Y-Ti dans un acier

ODS UP52

Thèse Marie-José Saleh-Afif 2021

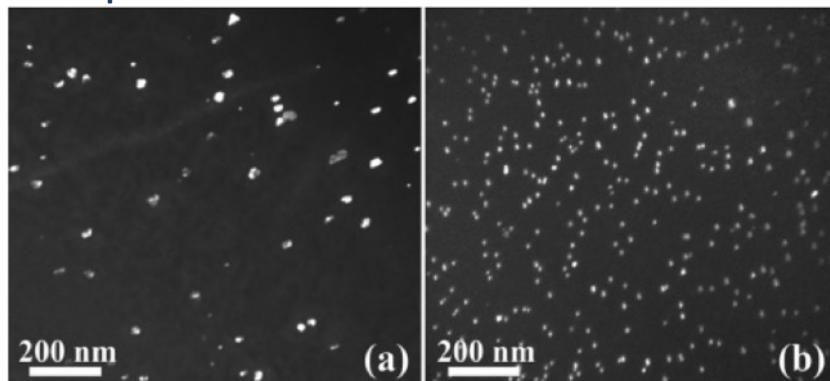
Champ clair 2 ondes ($s = 0$)



Imagerie conventionnelle

Précipités de CoSi₂ dans Si

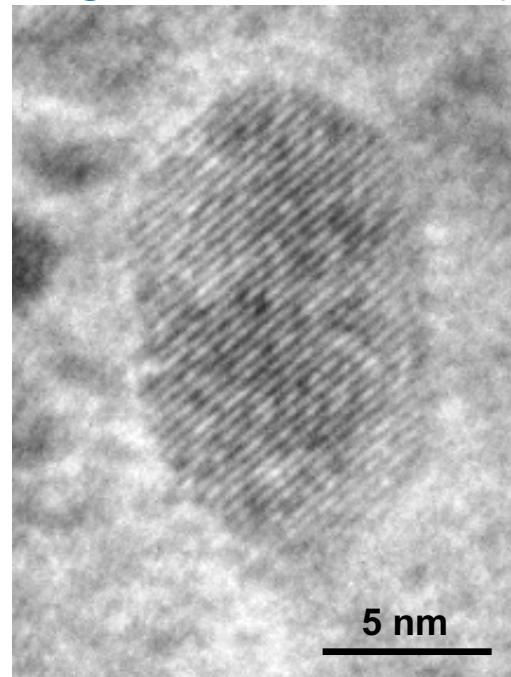
Champ sombre



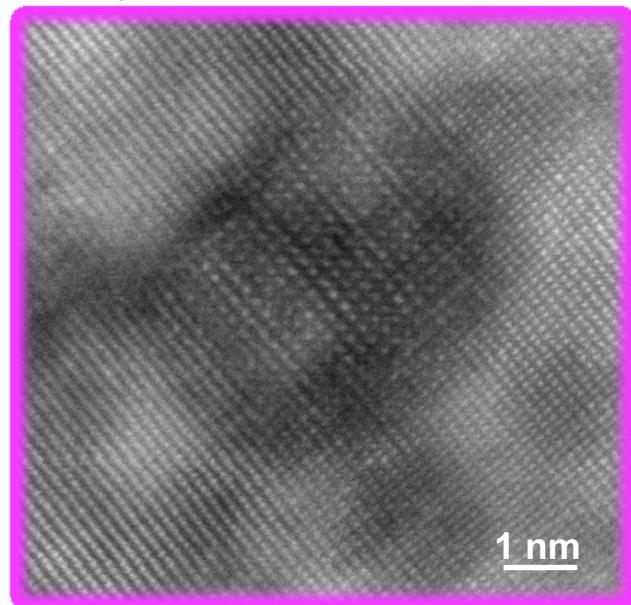
[F. Fortuna et al., PRB 84, 144118 (2011)]

Nano-oxydes d'Y₂O₃ 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 XFEG corrigé sonde

@ PANAM-C2N - L. Largeau

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



Microscopie Electronique en Transmission

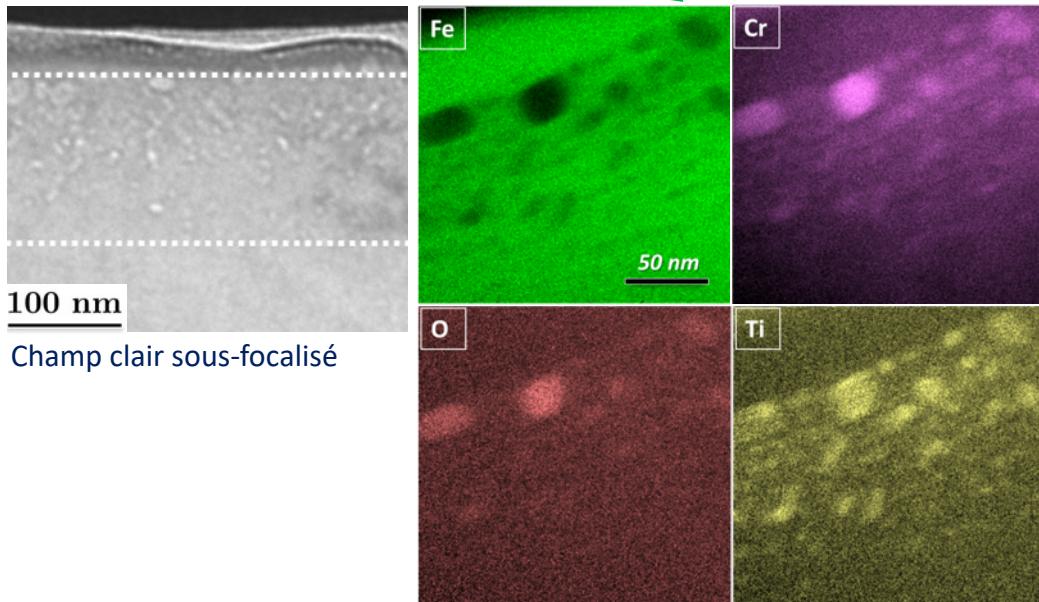
Analyse élémentaire

EFTEM (Energy-filtered TEM)

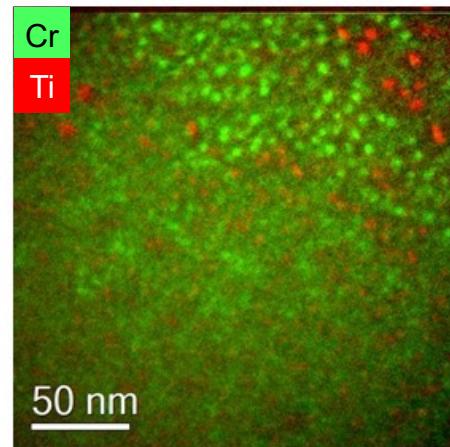
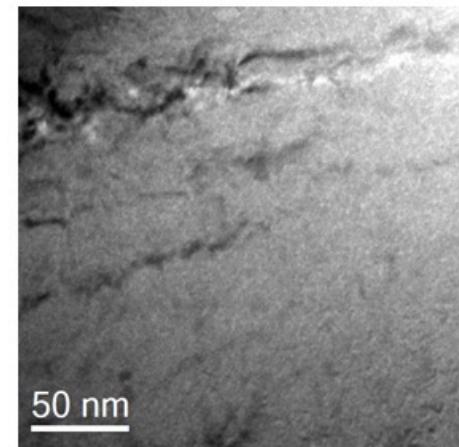
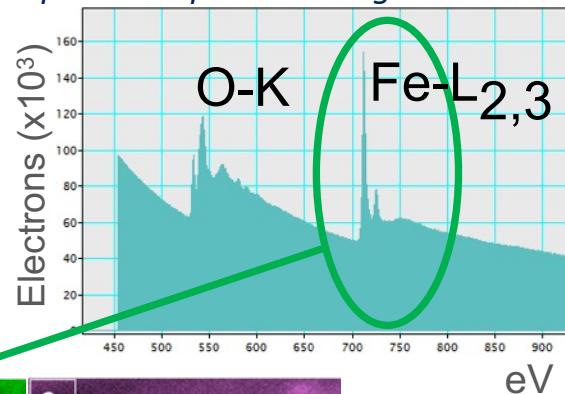
GIF Gatan Imaging Filter

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

Thèse Martin Owusu-Mensah 2019



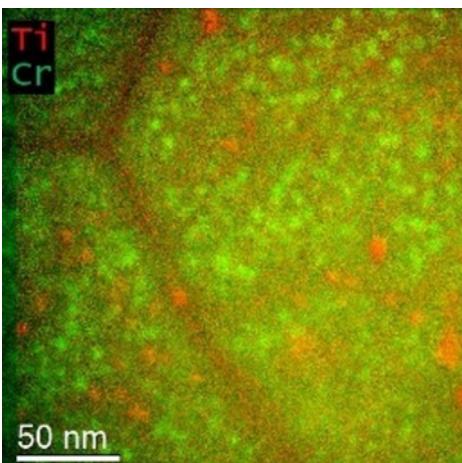
Spectre de perte d'énergie des électrons EELS



Précipités α' riches en Cr induits par irradiation dans un acier ODS

Thèse Marie-José Saleh-Afif 2021

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



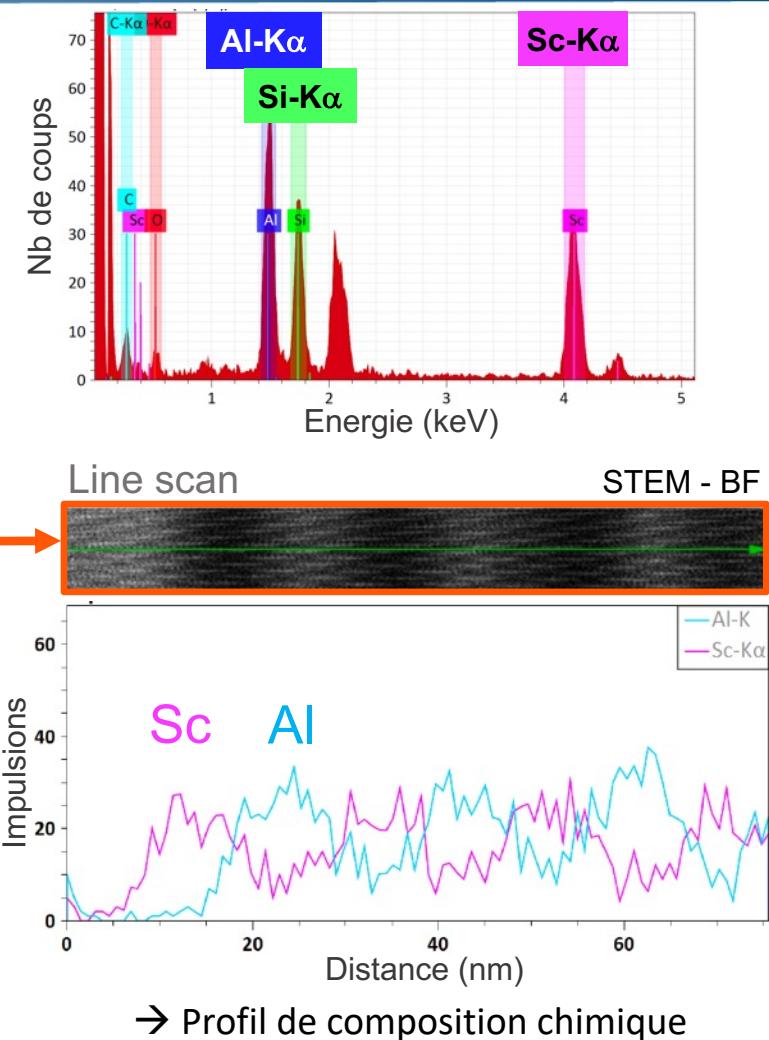
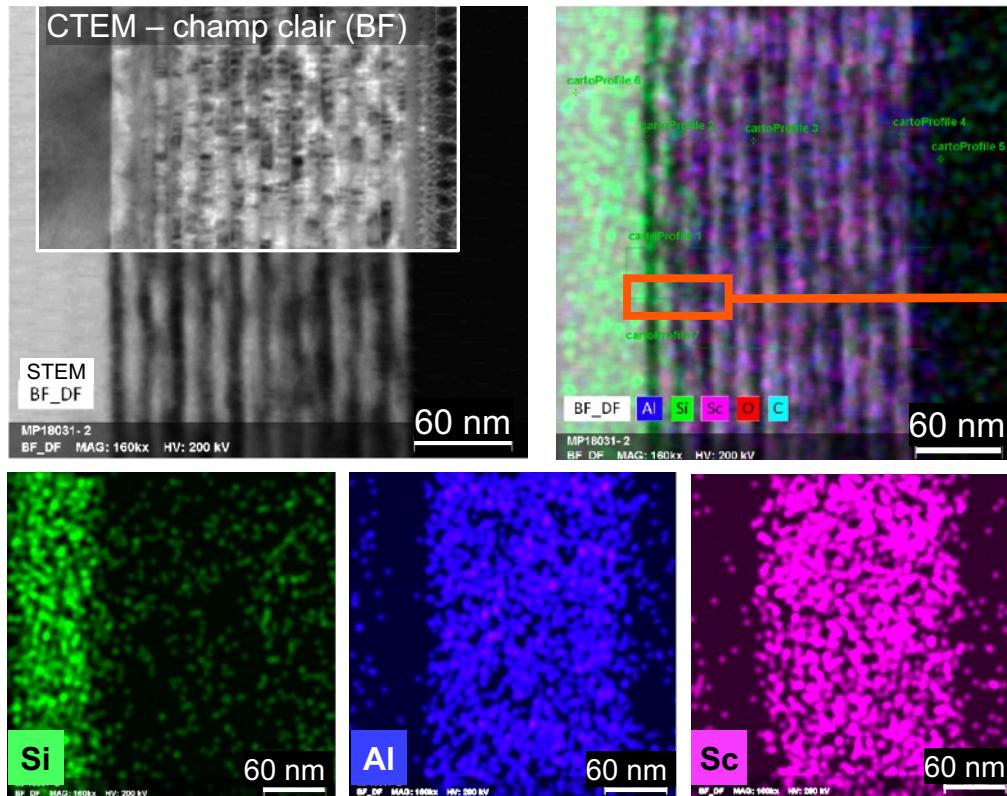


Microscopie Electronique en Transmission

Analyse élémentaire

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

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





Analyse de surfaces : Microscopie à Force Atomique (AFM)

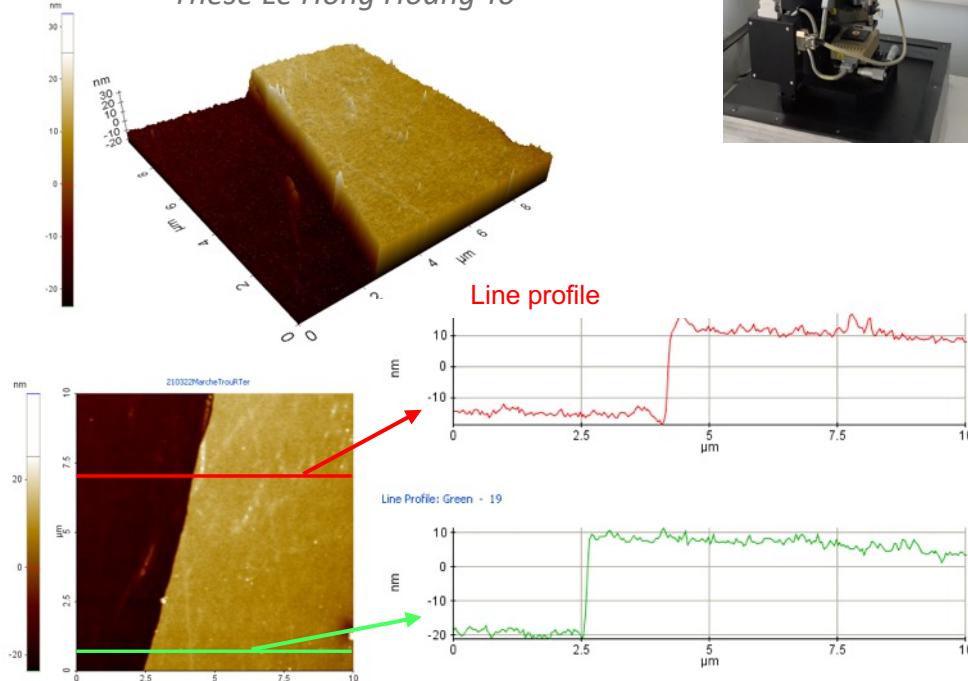
Topologie de surface

AFM / MFM Park systems NX10

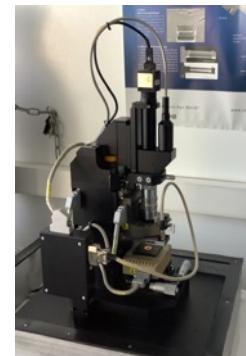
Mesure de l'épaisseur d'un dépôt d'YSi

Bolomètres - pôle A2C

Thèse Le Hong Hoang To



Contact : Florian Pallier

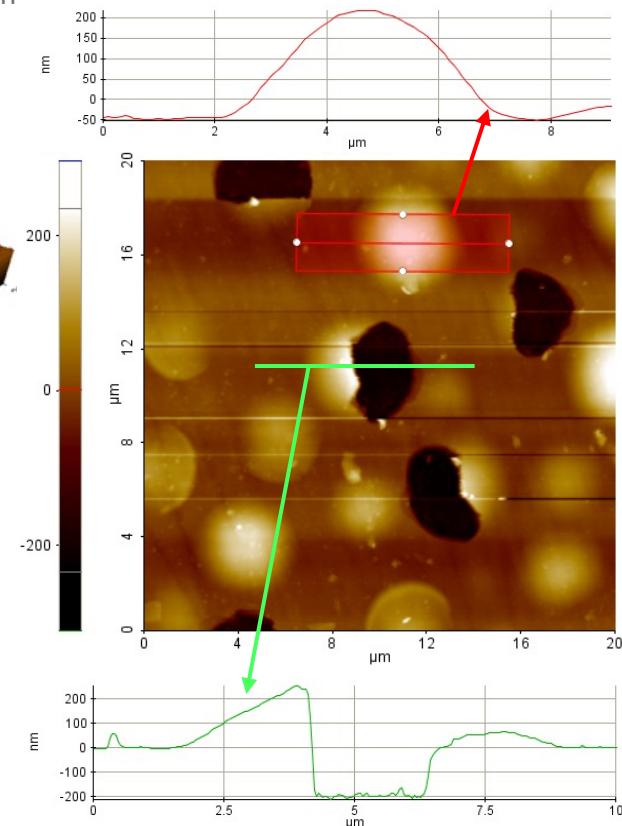
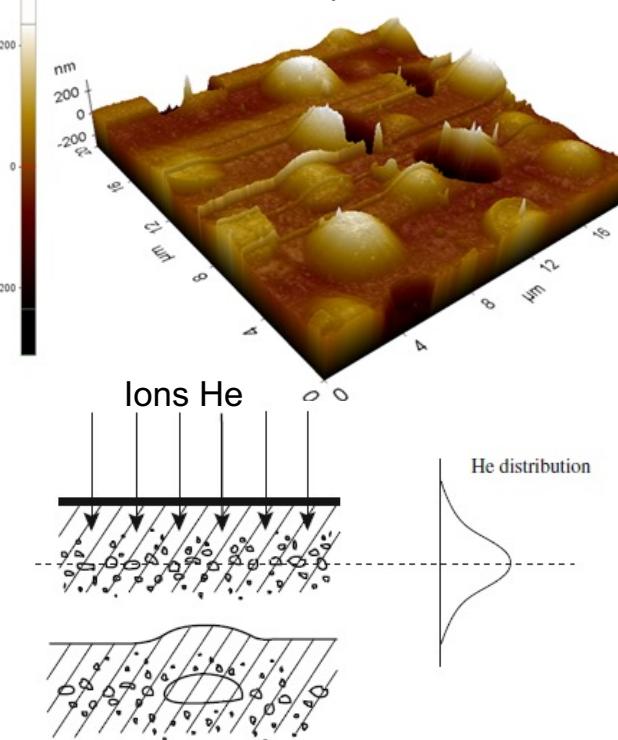


- Epaisseur de dépôts en couches minces
- Rugosité de surface ...
- Possibilité d'étudier des matériaux mous, biologiques...

Cloques et exfoliation induites par implantation

d'He à forte dose dans une fluoroapatite

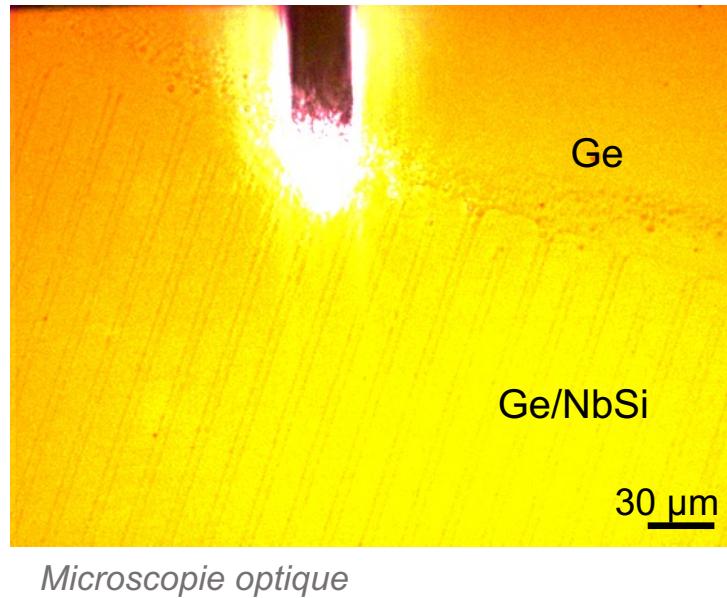
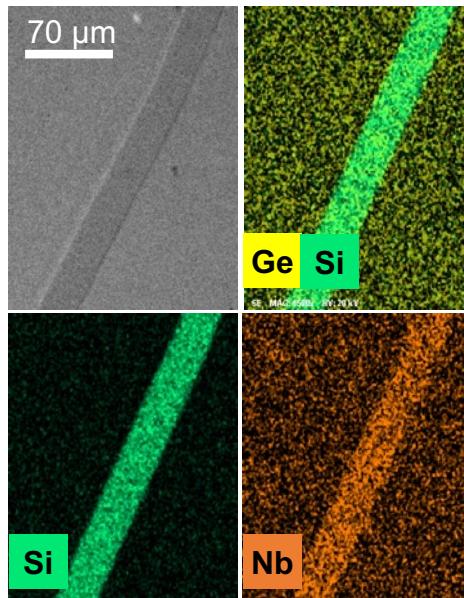
Thèse Dee Jay Cerico 2021



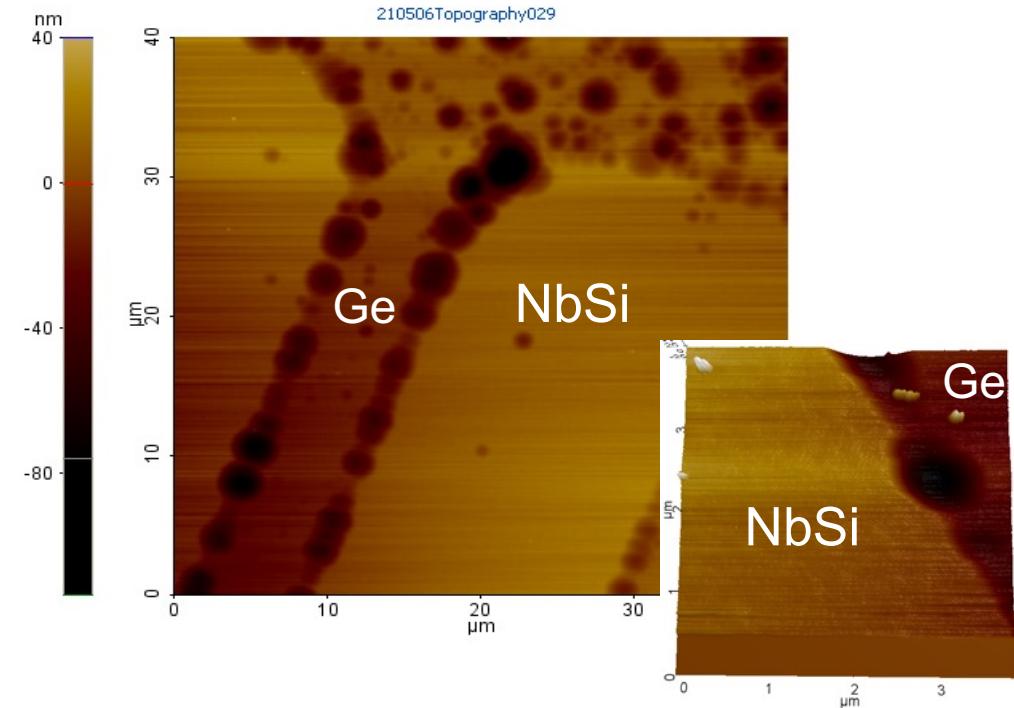
Topologie de surface

AFM / MFM Park systems NX10

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



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



→ Attaque préférentielle visible sur Ge et aux interfaces



Analyse de surfaces : Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

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



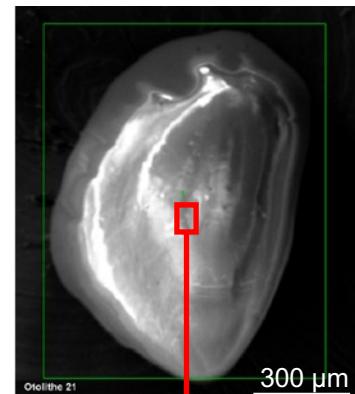
- MEB LEO 440:

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

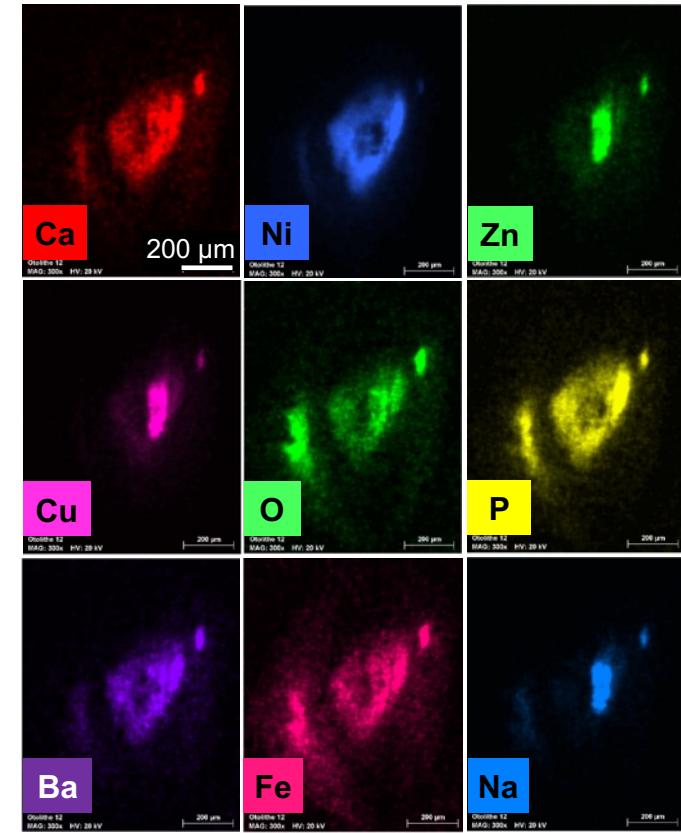
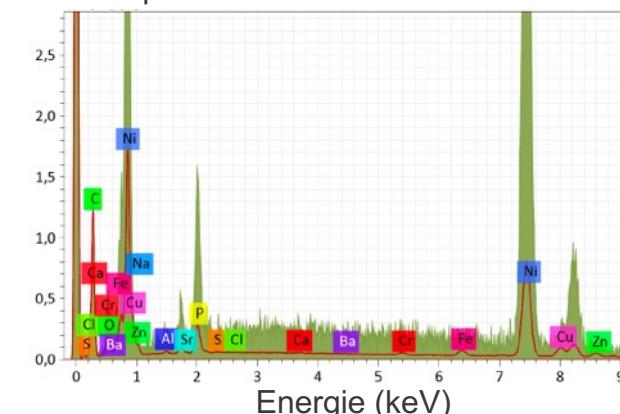


- MEB JEOL JSM 5900 LV
(en réparation)

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



Nb de coups



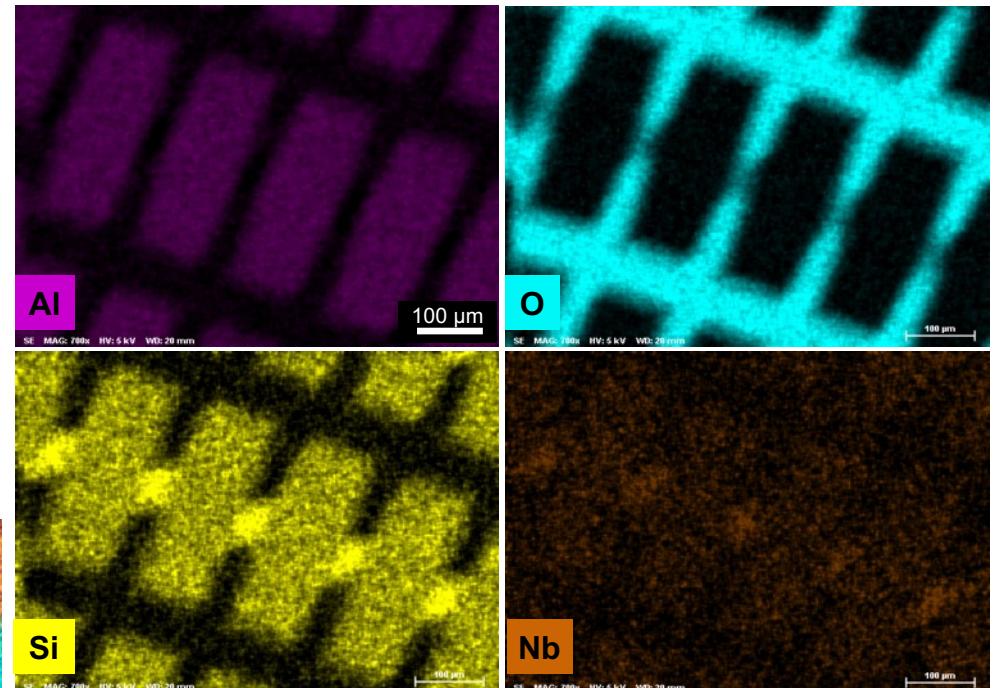
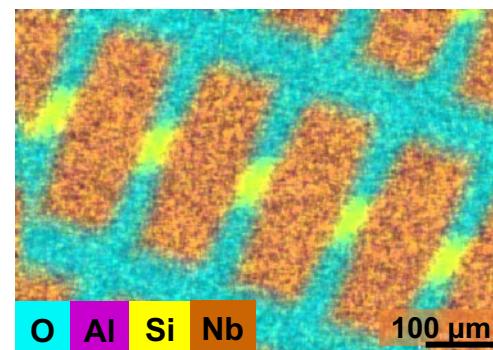
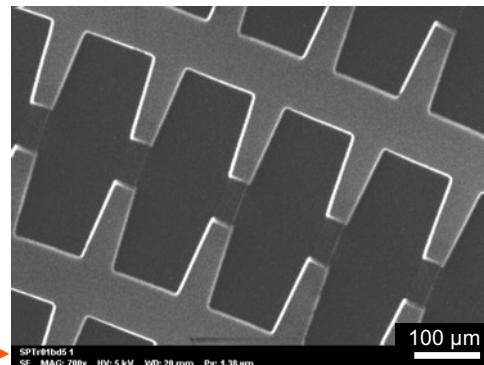
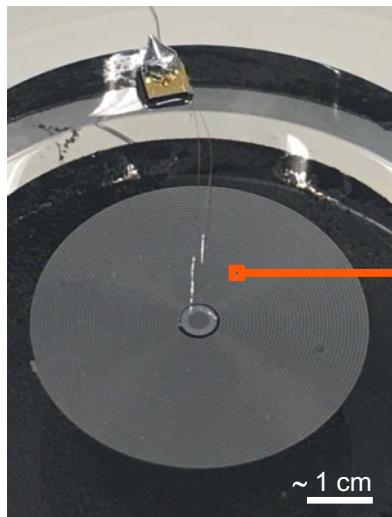
Cartographies élémentaires en proche surface

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

JANNuS-SCALP@ijclab.in2p3.fr

Interlocuteurs principaux :

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

Merci