

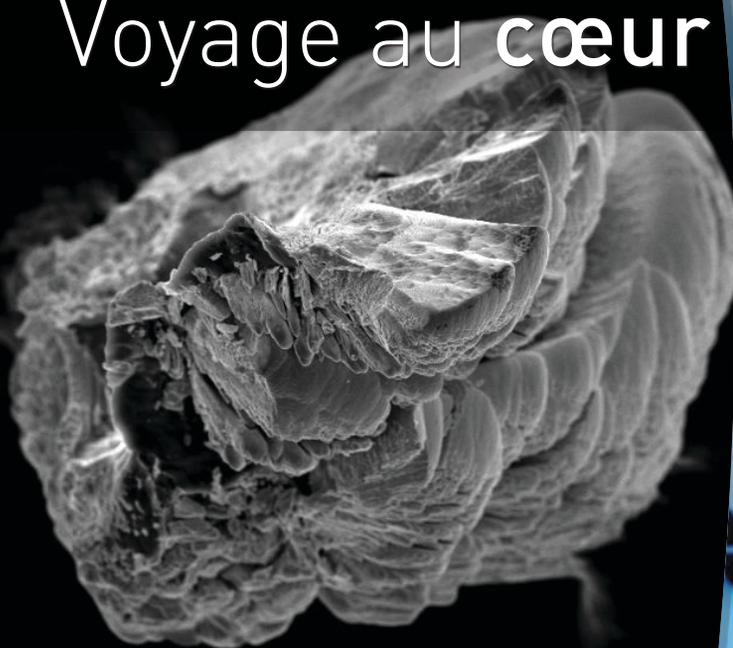


Lettre d'information numéro 30
Juin 2017

Grenoble INP Press



Voyage au cœur de la matière



EDITORIAL

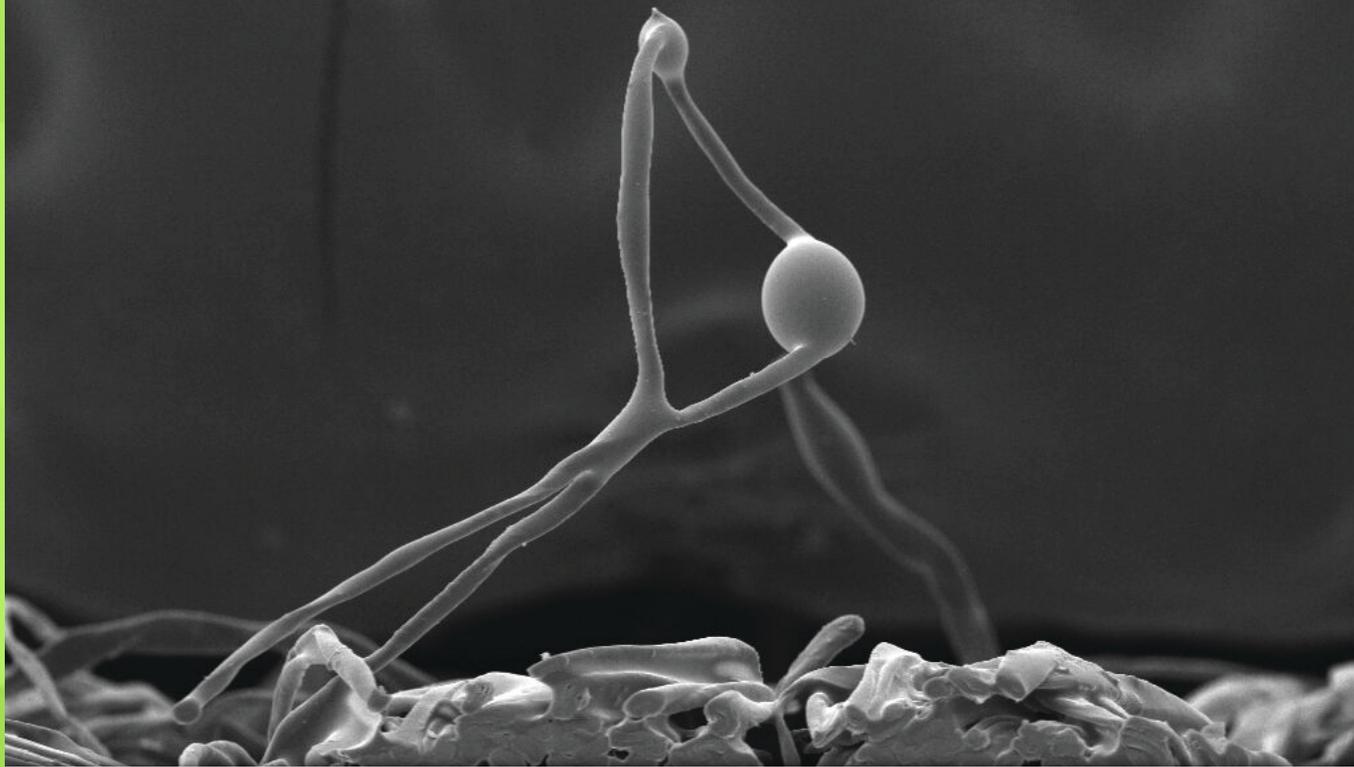
Laurent Maniguet
Directeur du CMTC



Plateforme CMTC : 40 ans d'innovation pour comprendre la matière aux échelles ultimes

Cette année encore, Grenoble INP s'est distingué au classement international du QS University Rankings en ingénierie. Dans la discipline "sciences des matériaux", l'établissement reste le premier français, et le seul à figurer dans les 100 premiers au classement mondial. Or, les développements en science des matériaux doivent beaucoup aux techniques de caractérisation de pointe : pour étudier et comprendre la matière, il est en effet indispensable de pouvoir l'observer et la caractériser à différentes échelles. Fondée en 1977, à l'initiative novatrice pour l'époque de Grenoble INP et de ses laboratoires, la plate-forme du Consortium des Moyens Techniques Communs (CMTC) s'est développée sous l'impulsion de René Molins, directeur du CMTC de 1978 à 1994. Elle réunit aujourd'hui une quinzaine d'équipements

mi-lourds de caractérisation avec des spécialistes dans chaque technique. En 40 ans, les techniques se sont diversifiées et enrichies pour répondre à des besoins en constante évolution. On dispose aujourd'hui d'une large palette d'outils allant des équipements de la plateforme CMTC aux grands instruments (ESRF, ILL...) et permettant de visualiser, mais aussi de renseigner sur la structure et la composition chimique des matériaux à de multiples échelles. Plusieurs axes d'évolution se distinguent. D'abord, une course incessante à l'échelle ultime : aujourd'hui, il est possible d'observer et de caractériser la matière depuis l'échelle du millimètre jusqu'à celle de l'atome. Plus récemment est apparue la volonté de regarder la matière en volume, qui s'est traduite par le développement des techniques de visualisation en 3D telle que la tomographie. Enfin, la dernière tendance est l'observation de la matière in-situ c'est-à-dire "en fonctionnement" dans un environnement réaliste, ce qui suppose des adaptations des équipements et des savoir-faire.



LES MATÉRIAUX, NOUVELLES TENDANCES, NOUVELLES EXIGENCES POUR LES MÉTHODES DE CARACTÉRISATION

■ ■ Les matériaux sont de la matière avec une fonction. Cette définition est structurante pour la science des matériaux. Aussi, la tendance est-elle au développement de "matériaux sur mesure", multifonctionnels, architecturés, utilisant des combinaisons maîtrisées de multimatériaux, de géométries, de topologies, d'échelles donnant accès à des propriétés inédites. Ces matériaux doivent faire un usage efficace de la matière, être durables et recyclables. Ces tendances de fond imposent aux spécialistes de la caractérisation des matériaux, de nouvelles contraintes : les multimatériaux exigent en effet un soin particulier portant sur les interfaces, et des mesures très locales de propriétés aussi bien que de microstructures. Le développement de matériaux à composante

chimique ciblée requiert la mise en œuvre d'une métallurgie combinatoire qui est elle aussi un défi pour la caractérisation. La durabilité nécessite des moyens de caractérisation en environnement contrôlé, alors que les enjeux de recyclage demandent un renouveau de la chimie analytique.

Grenoble est particulièrement bien positionné pour relever ces défis : au premier rang dans le développement des matériaux architecturés (Labex CEMAM), le site bénéficie à la fois du Consortium des moyens technologiques communs (CMTC) et de la présence des grands instruments (ILL, ESRF...). Le CMTC fête cette année ses 40 ans : une existence consacrée à l'acquisition et à l'utilisation des moyens de caractérisation les plus avancés, dans un équilibre harmo-

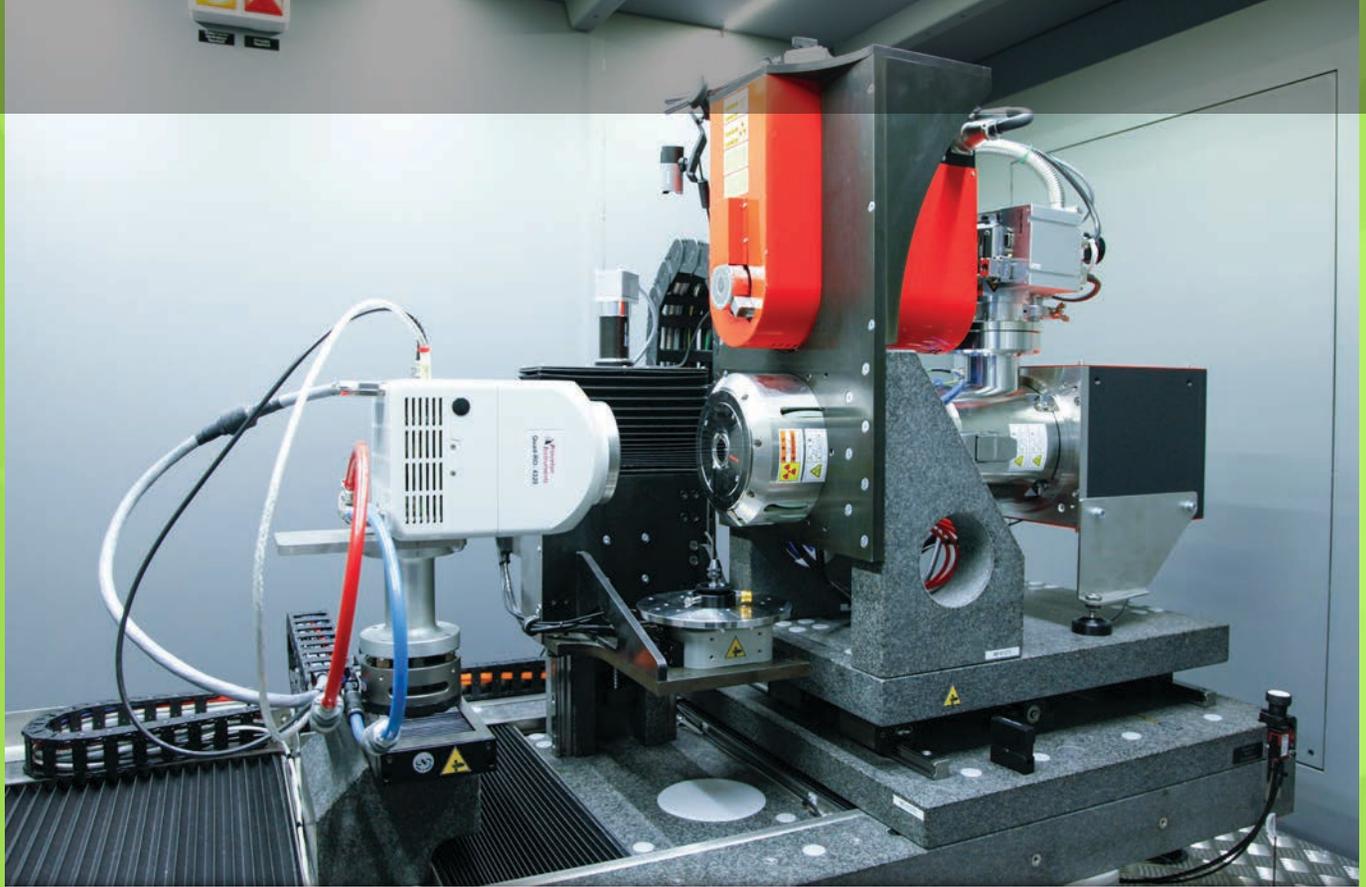
nieux entre la recherche, la formation, la collaboration avec l'industrie, une dynamique collective exemplaire de mutualisation des moyens. La complémentarité avec les grands instruments est évidente, et constitue une pratique quotidienne.

Il faudra pour développer des matériaux sur mesure "sortir de l'espace des matériaux classiques" : ils seront multifonctionnels pour économiser la matière, ils seront multimatériaux et architecturés pour acquérir la multifonctionnalité, ils devront durer et être recyclables pour contribuer au développement durable. Ce changement de paradigme se traduit dans la caractérisation par "local, environnemental, multiéchelle", interfaces : les 40 prochaines années du CMTC ont de beaux défis à relever ! ■ ■



Yves Brechet

Professeur à Grenoble INP, membre de l'Académie des sciences



LA TOMOGRAPHIE VISUALISE LE CŒUR DES PIÈCES

La radiographie, dont est issue la tomographie aux rayons X, utilise l'énergie du rayonnement de ces derniers pour observer l'intérieur des objets. Elle permet d'évaluer les variations d'épaisseur ou de densité, afin, par exemple, de visualiser les fissures et autres imperfections internes des matériaux. "Si la radiographie conventionnelle reproduit une projection en deux dimensions d'un objet, la tomographie permet de reconstruire le volume de ce dernier à partir de plusieurs centaines de radiographies prises sous différents angles, explique Luc Salvo, professeur Grenoble INP au laboratoire SIMAP. De cette manière, on accède à la structure interne d'un matériau, sans le détériorer. La tomographie est très utilisée en imagerie médicale, en géophysique, ainsi qu'en sciences des matériaux".

Pour sa part, le SIMAP utilise cette technique pour étudier la solidification ou la déformation des matériaux in situ. "Ces observations en temps réel sont réalisées à l'ESRF, car elles nécessitent des temps d'acquisition très courts, en général d'une seconde

pour une image 3D". Dans le cadre de travaux réalisés en collaboration avec la plateforme de R&D Constellium, spécialisée dans la fabrication de produits en aluminium pour l'aéronautique, cette technique est utilisée pour étudier les mécanismes de rebouchage des porosités au cours du laminage des tôles. Dans certains cas, les rayons X sont remplacés par un rayonnement neutronique, plus sensible à des différences de concentration de certains matériaux légers tel l'hydrogène qu'à des variations de densité. Les neutrons sont donc absorbés par l'eau, et sont particulièrement utiles dès qu'il s'agit de visualiser de l'eau dans des structures.

Pereniti inspecte les bétons

Dans le cadre de la chaire Pereniti*, Edward Andò, Ingénieur de Recherche CNRS au 3SR, utilise justement cette technique pour déterminer les chemins d'écoulement préférentiels des fluides dans des éprouvettes de béton des barrages ou des enceintes de confinement des centrales nucléaires, lesquelles sont mises sous pression

tous les dix ans pour détecter d'éventuelles fuites. "Avec le temps, des défauts peuvent apparaître, et il faut savoir comment, et où, explique-t-il. Pour mieux comprendre les mécanismes de dégradation en jeu, on fait vieillir artificiellement les bétons en leur faisant subir des cycles de température, ou en les sollicitant mécaniquement avant de vérifier leur résistance et leur perméabilité. Parallèlement, nous cherchons des solutions pour améliorer leur résistance en y ajoutant, par exemple, des agrégats structurés, ou encore par injection de colle étanche". Une cellule Hassler en titane a été conçue et fabriquée en 2016 dans le cadre du projet pour mener des essais de vieillissement accéléré et de visualisation de circulation d'eau sous haute pression (500 atmosphères). Les manips réalisées à l'ILL ont d'ores et déjà permis de reconstruire le champ de perméabilité dans le volume de l'échantillon. Une première mondiale !

*signée entre la fondation partenariale de Grenoble INP et les centres d'ingénierie DTG, CIH et SEPTEN d'EDF avec Frédéric Dufour comme titulaire





LA MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE, DES TECHNIQUES COMPLÉMENTAIRES

EN MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE, IL EXISTE PLUSIEURS TECHNIQUES, DONT LA MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE (MEB) ET LA MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À TRANSMISSION (MET). DANS CES DEUX CAS, UN FAISCEAU D'ÉLECTRONS EST ENVOYÉ SUR L'ÉCHANTILLON POUR L'IMAGER, MAIS L'INFORMATION PERÇUE PAR LE MICROSCOPE ET L'USAGE QUI PEUT ÊTRE FAIT DE CE DERNIER DIFFÉRENT.

Tandis que le MEB permet de visualiser la surface de l'échantillon en détectant les électrons qui rebondissent dessus, le MET visualise quant à lui une projection de l'échantillon en détectant les électrons qui parviennent à le traverser (électrons transmis). Pour cela, l'échantillon doit être extrêmement fin et s'il ne n'est pas, alors il est préalablement aminci localement à une faible épaisseur (environ une centaine de nanomètres). Le MET permet ensuite d'observer la structure interne de l'échantillon à très haute résolution, pratiquement jusqu'à l'échelle atomique.

Loin d'être la "super loupe" que l'on

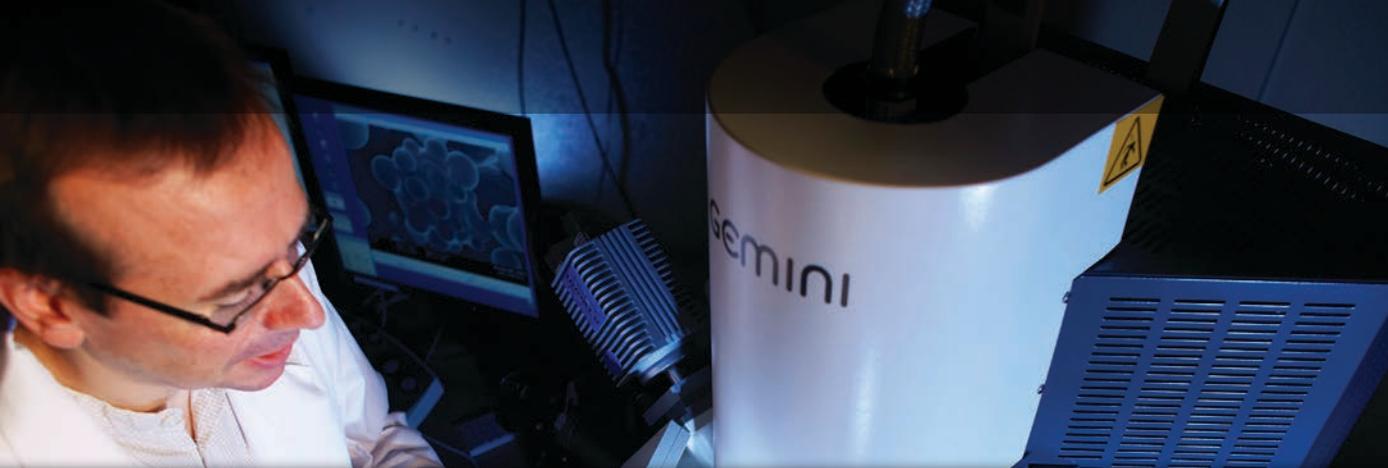
imagine parfois à l'évocation d'un microscope, le MET produit des images peu explicites mais qui sont riches en informations une fois interprétées à l'aide d'un support théorique. Les travaux de nombreux scientifiques ont d'ailleurs pour objectif l'analyse des images et la mise au point des outils qui permettront de tirer au mieux parti des informations complexes générées par un tel équipement. Moyennant des adaptations techniques, on peut même visualiser l'échantillon *in operando*, c'est-à-dire en fonctionnement. "Cela est très utile quand on s'intéresse à la propagation des défauts dans les alliages métal-

liques, par exemple, explique une chercheuse du SIMaP. En comprenant les mécanismes de propagation de ces dislocations au niveau structural, il devient possible d'imaginer des moyens pour leur faire obstacle, et obtenir ainsi des alliages plus résistants mécaniquement". C'est d'ailleurs un sujet de collaboration du laboratoire SIMaP avec des industriels comme Arcelor, Constellium ou dans le domaine de l'aéronautique. Laetitia Dubau, chercheuse au LEPMI, s'en est servi pour élucider les mécanismes de vieillissement des électrocatalyseurs de piles à combustible (PAC). "Nous avons observé l'évolution

ASTAR,

un système révolutionnaire développé à Grenoble INP pour le MET

Aujourd'hui diffusé dans le monde entier, l'outil ACOM/TEM commercialisé sous le nom d'ASTAR a été développé par Edgar Rauch, chercheur CNRS, et Muriel Véron, professeur Grenoble INP, tous deux au laboratoire SIMaP. Commercialisé depuis 2009 par NanoMEGAS, PME spécialisée dans l'instrumentation scientifique, ASTAR est un système breveté qui génère et analyse la diffraction en mode précession. Grâce à un dispositif spécialement étudié pour réduire et faire pivoter le faisceau, il permet d'obtenir une image point par point de l'échantillon. "Toutes les informations collectées sont gardées en mémoire pour être triées et analysées ultérieurement grâce à des logiciels puissants, indique Edgar Rauch. Au final, on obtient plus d'informations, avec différents points de vue, et en un temps record". En augmentant la qualité du signal, cet outil fournit des cartes de phase et d'orientation à l'échelle nanométrique, permet d'identifier les précipités et de distinguer les composants cristallisés et amorphes. Il est basé sur la stratégie dite d'appariement de modèles qui consiste à comparer des ensembles de diagrammes de diffraction pré-calculés au signal expérimental soit acquis in situ avec une caméra dédiée ou dérivé d'images à haute résolution (HRTEM) à travers une transformée de Fourier. "Cette technique est la seule qui donne accès à certaines informations de structure utiles pour la microélectronique par exemple, souligne Muriel Veron. Sans ASTAR, les images obtenues n'ont pas de contraste, et on ne peut donner l'orientation des grains". Environ 100 unités sont installées dans le monde entier à l'heure actuelle.



de la morphologie et de la composition chimique des particules bi-métalliques de platine-cobalt ou platine-nickel utilisées comme catalyseur dans les PAC, explique-t-elle. Sur les images du MET, on voit très bien que les particules ont tendance à s'agglomérer et à grossir, et que le métal ajouté au platine est perdu au cours du fonctionnement". Ces observations ont permis de proposer et de vérifier la validité d'autres stratégies, telles que l'utilisation de particules de platine pur creuses auxquelles on ajoute des défauts structuraux. "Ces derniers ont les mêmes effets bénéfiques sur l'activité électrochimique des particules que l'ajout de nickel ou de cobalt, tout en étant plus stables en fonctionnement". Le MEB est un outil de caractérisation puissant jusqu'à une échelle nanométrique. Son usage est vaste et très répandu. "Le MEB est très utile en sciences des matériaux, aussi bien pour obtenir une information sur la surface jusqu'à une échelle nanométrique, sur la morphologie des objets présents, explique Frédéric Charlot, ingénieur de

recherche de Grenoble INP au CMTC. Il permet aussi de déterminer la composition chimique des échantillons lorsqu'il est associé à de l'analyse chimique à l'aide d'un détecteur dédié. Sur la plateforme, nous l'utilisons pour étudier les métaux, les céramiques, ou les matériaux pour la microélectronique mais aussi certains échantillons biologiques à l'état hydraté". Accueillant de nombreux chercheurs et industriels, la plateforme CMTC dispose de plusieurs microscopes électroniques à balayage, dont un à effet de champ acquis tout récemment avec le soutien du Labex CEMAM, qui permet d'observer la matière avec une résolution de 0,6 nanomètre. Il est possible d'équiper un microscope de platines de traction*, ou encore de dispositifs permettant d'indenter localement un objet à l'échelle du micromètre afin de remonter à une propriété mécanique localement**.

Au LGP2, Raphaël Passas s'appuie sur cette technique, en combinaison avec d'autres outils de microscopie et de caractérisation mécanique *in situ****,

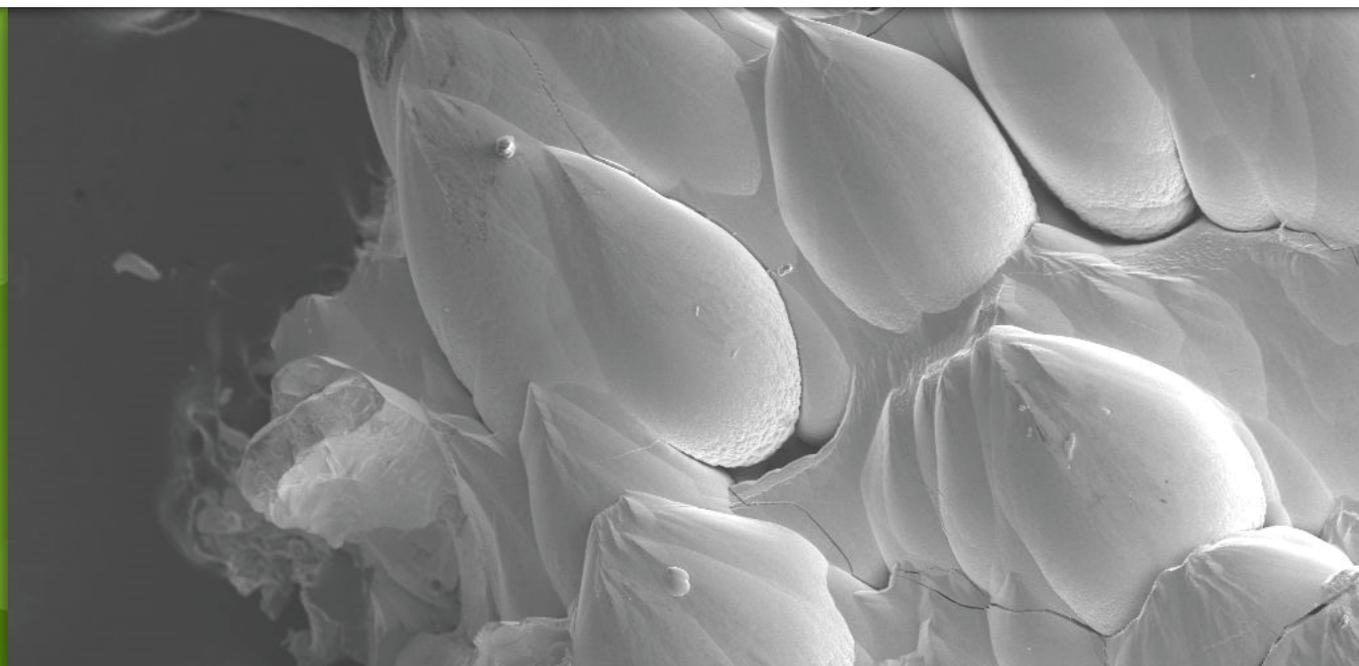
pour décrypter les propriétés des liaisons entre les fibres celluloseuses du papier dans le cadre du projet européen PowerBonds. Objectif : augmenter la résistance des liaisons inter-fibres en développant de nouvelles modifications chimiques ou mécaniques de ces dernières, pour, à terme, obtenir des papiers de plus faible grammage que les papiers actuels, mais présentant les mêmes propriétés mécaniques. L'idée étant de réduire l'impact environnemental de la filière en faisant des économies de matière, mais également de réduire les coûts de procédés et de transport.

Bref, deux types complémentaires de microscopie, beaucoup d'applications différentes!

*Intégration in-situ MEB d'un outil de caractérisations électrique / mécanique - financement AGIR de Grenoble INP

**Distribution des déformations locales en température - Financement AGIR de Grenoble INP

*** Développement d'un micro-robot de détermination de la flexion et de la compression des fibres - financement BQR de Grenoble INP



Pour aller plus loin
www.grenoble-inp.fr/inpress



LA DIFFRACTION X SCRUTE LES MATÉRIAUX CRISTALLINS

La diffraction des rayons X permet d'obtenir des informations sur l'organisation de la matière à l'échelle atomique, lesquelles sont nécessaires à la compréhension des propriétés physiques et mécaniques. Lorsque le cristal à étudier est irradié par un faisceau de rayons X dont la longueur d'onde est similaire à la distance interatomique, les atomes du cristal diffusent une onde qui traduit l'arrangement des atomes au sein de la structure cristallographique. Cette technique est notamment utilisée pour identifier les différentes phases cristallographiques d'un matériau.

Exemple : utilisée en microélectronique, la zircone (ZrO₂) existe avec plu-

sieurs structures cristallographiques aux propriétés très différentes. *"Ainsi, la structure monoclinique, stable à température ambiante, n'est pas suffisamment isolante, indique Stéphane Coindeau, Ingénieur d'études CNRS au SIMAP. Or, c'est le caractère isolant de la structure cubique ou quadratique du ZrO₂ qui est recherché en microélectronique. En ajoutant un dopant, de l'yttrium en l'occurrence, ou en utilisant certains procédés d'élaboration pour former des films d'épaisseur nanométrique, on stabilise la zircone avec sa structure cubique, voire quadratique. La diffraction X est ici utilisée pour vérifier et faire la différence entre ces différentes structures"*. Dans

certains cas, cette technique peut être associée à d'autres, telles que la spectroscopie Raman ou la fluorescence X, pour préciser la composition chimique des échantillons.

Hubert Renevier, professeur Grenoble INP au LMGP, utilise le rayonnement synchrotron Soleil et à l'ESRF pour visualiser *in situ* la croissance de couches ultra minces (1 nm) d'oxydes de ZnO sur InGaAs par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) dans le réacteur qu'ils ont eux-mêmes mis au point. *"Cette observation in situ nous permet de mieux comprendre les mécanismes de la synthèse de ZnO dès les premiers instants du dépôt, pour mieux la contrôler"*.

TÉMOIGNAGE D'UN INDUSTRIEL UTILISATEUR DU CMTC

Sur son site de Seyssinet, UP-SGI réalise la majorité de son chiffre d'affaires dans le domaine de la maintenance d'équipements pour l'industrie de la microélectronique. Plus précisément, dans le nettoyage des réacteurs de dépôt chimique ou physique en phase vapeur (PVD, CVD) qui rentrent dans le processus de fabrication des composants. *"Lors du dépôt des différentes couches minces sur les substrats de silicium, la matière gazeuse se dépose également sur les parois de la chambre de réaction, explique Olivier Marchand,*

responsable R&D du groupe pour l'Europe. *Au cours du temps, ces dépôts forment des particules qui risquent de contaminer les lots de puces fabriquées"*.

Pour la décontamination, UP-SGI dispose d'une palette de plusieurs techniques, allant du traitement chimique aux traitements à haute température, en passant par l'abrasion mécanique. Une fois le dépôt retiré, la société propose également de déposer, sur la surface des chambres, des revêtements de protection et de texturation pour mieux retenir les impuretés et

augmenter la performance des équipements.

Afin de garantir l'efficacité des dépôts développés, Olivier Marchand a besoin de moyens de microscopie avancés. Aussi, fait-il régulièrement appel aux moyens du CMTC et à son savoir-faire. *"Nous allons au CMTC pour analyser nos échantillons, améliorer nos techniques, caractériser la défektivité des équipements etc."*. La société s'est d'ailleurs associée à l'acquisition d'un tout nouveau MEB à effet de champ, qui sera installé cette année au CMTC avec le soutien de Grenoble INP.



LA FORMATION EN CARACTÉRISATION À GRENOBLE INP

L'étude, la conception et la caractérisation de matériaux innovants (pour les transports, l'énergie, les loisirs, la santé, la microélectronique, le bâtiment) représentent une part importante du large éventail thématique de Grenoble INP - Phelma. Dans ce domaine scientifique, le cursus Phelma, tant ingénieur que master, est large : une filière ingénieur française (Science et Ingénierie des Matériaux - SIM) et plusieurs formations internationales (enseignements en anglais et mobilité au sein de plusieurs universités européennes comme par exemple le Master FAME). Ainsi, les étudiants des filières "matériaux" de Phelma ont l'occasion de travailler au sein de laboratoires de recherche comme le SIMaP, ou sur des plateformes technologiques d'excellence telle que le CMTC. Grenoble INP - Phelma participe d'ailleurs en 2017 à l'achat d'un nouveau Microscope électronique à balayage équipé d'un canon à effet de champ sur la plateforme CMTC.

Par petits groupes, les étudiants de Grenoble INP - Phelma de la filière Science et ingénierie des matériaux (SIM) ont accès à des outils de caractérisation de la structure et de la

microstructure, essentiels pour un ingénieur en science des matériaux, lors de TP réalisés au CMTC :

- Diffraction des rayons X au CMTC (75 élèves cette année)
- Microscopie électronique à balayage (MEB) au CMTC (75 élèves cette année)
- Microscopie électronique (MET) au SIMaP (38 élèves cette année)

Dans le cadre des projets d'Ingénierie Inversée, les étudiants de 2^{ème} année de la filière Science et ingénierie des matériaux (SIM) ont eu une séance encadrée par Georges Kapelski, enseignant-chercheur à Grenoble INP - Phelma et au SIMaP, sur les MEB du CMTC. Par ailleurs, cette année, les étudiants ont également utilisé le nouveau MEB de table Phenom. Enfin, pour les Projets "Analyse d'Avarie", certains groupes d'étudiants de 3^{ème} année de la filière SIM ont aussi la possibilité d'accéder ponctuellement aux moyens du CMTC, encadrés par Alexis Deschamps, enseignant-chercheur à Phelma et au SIMaP.

La formation continue n'est pas en reste...

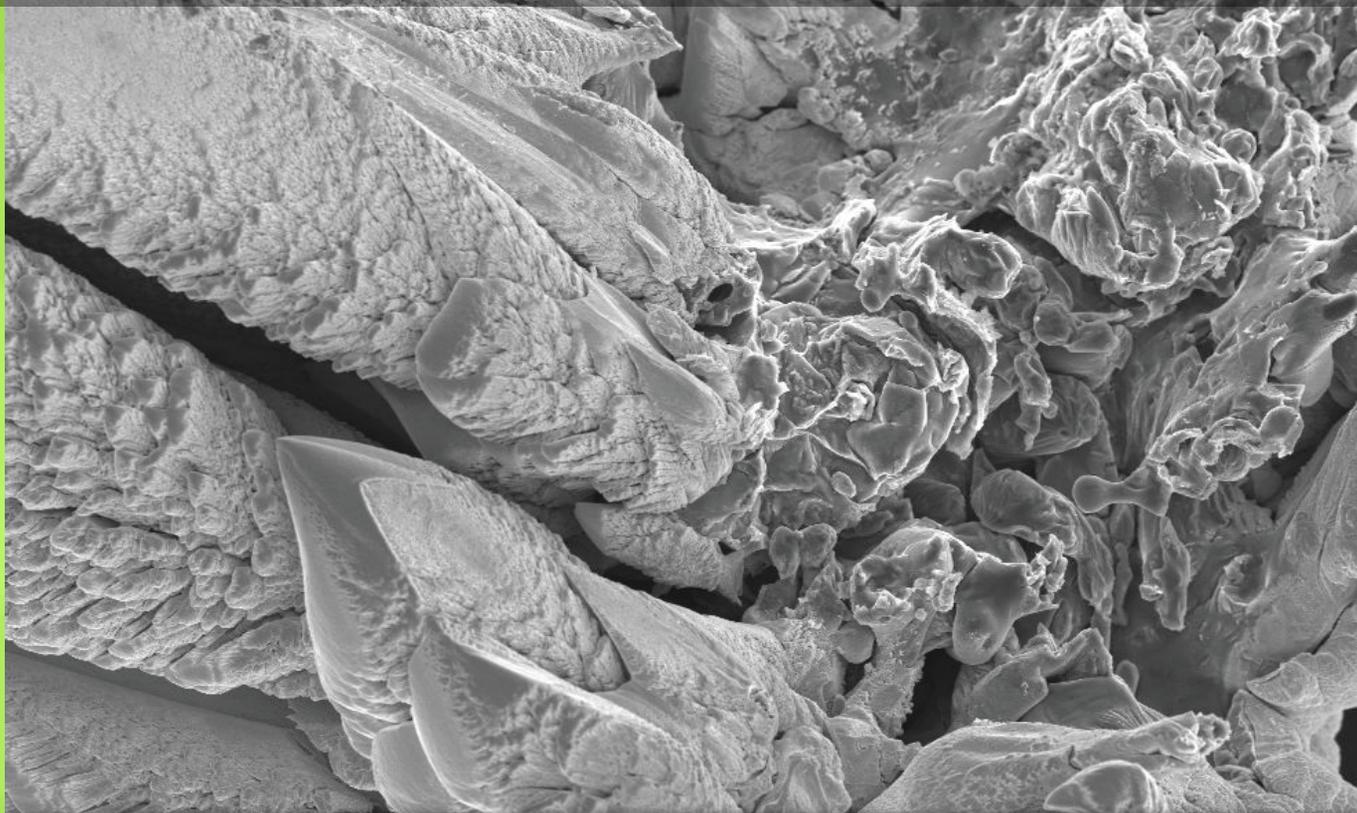
Depuis sa création en 1980, le stage de microscopie a formé plus de 1500 microscopistes en France. Il a depuis été décliné dans d'autres techniques, parfois en collaboration avec d'autres acteurs grenoblois. Le dernier en date est consacré à la "caractérisation de couches minces par rayons X", en partenariat avec l'INSTN et le CEA de Grenoble.

Aujourd'hui, le Département Formation Continue de Grenoble INP propose des stages spécialisés dans différentes techniques alliant théorie et pratique, et s'adressant à un public de chercheurs, d'ingénieurs, ou de techniciens de laboratoires publics ou industriels.

- Microscopie Electronique à Balayage et microanalyse X
- Microscopie électronique à Transmission MET
- Caractérisation de couches minces par Rayons X
- Spectroscopie et imagerie Raman : principes



Pour aller plus loin
www.grenoble-inp.fr/inpress



ACRONYMES

CMTC : Consortium des Moyens Techniques Communs (Grenoble INP)

ESRF : European Synchrotron Radiation Facility

ILL : Institut Laue-Langevin

INSTN : Institut national des sciences et techniques nucléaires (CEA)

Labex CEMAM : Centre d'Excellence sur les Matériaux Architecturés Multifonctionnels (Grenoble INP / CNRS / UGA)

LEPMI : Electrochimie et physicochimie des matériaux et des interfaces (Grenoble INP / UGA / USMB)

LGP2 : Laboratoire Génie des Procédés Papetiers (Grenoble INP)

LMGP : Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique (Grenoble INP)

SIMaP : Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (Grenoble INP / UGA)

3SR : Laboratoire Sols, Solides, Structures - Risques (UGA / Grenoble INP)



6 ÉCOLES
D'INGÉNIEURS

5 500 ÉTUDIANTS

360 PARTENAIRES
INTERNATIONAUX

36 LABORATOIRES

240 FAMILLES DE
BREVETS ET
LOGICIELS

40 000 GRENOBLE INP
ALUMNI



SUIVEZ GRENOBLE INP



→ www.grenoble-inp.fr/suivez-nous

Grenoble INP publie une lettre mensuelle "Grenoble IN'Press", accessible sur internet : www.grenoble-inp.fr

Grenoble INP - 46 avenue Félix Viallet - 38031 Cedex 1 • +33 (0)4 76 57 43 91 • communication@grenoble-inp.fr

Directeur de la publication : Brigitte Plateau • Coordination : Marie-Paule Schuhl • Rédaction : Clotilde Waltz • ISSN 12558-7218 • Dépôt légal en cours
Réalisation : service communication • Crédits photos : Grenoble INP / CMTC / Alexis Chézière / Fotolia

