

Symposium GN-MEBA - Jeudi 7 juin - 11.00-12.45 et 14.30-16.00  
**Imagerie 3D et reconstruction**

**Denis Boivin (ONERA, Châtillon)**

*Reconstruction 3D de surface à partir d'images de Microscopie Electronique à Balayage et de Microscopie Optique sériée*

La reconstruction 3D de surfaces rugueuses à partir d'images stéréoscopiques acquises au MEB sous divers angles d'inclinaison de l'échantillon est basée sur l'évaluation du décalage de chaque point-objet d'une image à l'autre, appelé aussi disparité. Une relation géométrique, fonction principalement des paramètres d'inclinaison et de grandissement, relie cette disparité à l'élévation de du point-objet, définie par rapport à celle de l'axe d'inclinaison. Pour mesurer ces disparités, il faut tenir compte de la distorsion des images MEB inhérentes au procédé d'acquisition. Plusieurs approches sont possibles. Par son domaine d'application (dimension des champs et rugosité), cette technique de reconstruction 3D de surface se positionne comme complémentaire d'autres techniques comme l'AFM, la microscopie confocale, et la microscopie interférométrique, ainsi que de la microscopie optique sériée. Cette dernière technique est une méthode digne d'intérêt lorsque l'on s'intéresse à des champs de plus grande dimension (> 1 mm) et de rugosité plus importante. D'une mise en œuvre aisée, la méthode consiste simplement à acquérir une série d'images en faisant varier pas à pas la distance objectif-échantillon, et à rechercher les régions les plus au point dans la série d'images, et ainsi leur affecter une altitude. Dans ces deux méthodes, il est nécessaire de définir une dimension de fenêtre sur laquelle sera appliqué l'algorithme clef du processus. Une fenêtre de grande dimension lissera le résultat; une fenêtre trop petite risquera de faire apparaître des artefacts (image 3D "bruitée").

**Marie-Anne Prévost (ONERA, Châtillon)**

*Suivi de joints de grains par AFM*

La microscopie à force atomique (AFM) est l'une de ces nouvelles microscopies dites de proximité, ou encore à champ proche, basées sur l'interaction entre une pointe-sonde et la surface de l'échantillon. Sa mise au point a suivi celle du microscope à effet tunnel et ses performances relatives à l'imagerie de la topographie des surfaces sont très similaires à celles de ce dernier. Toutefois, comme le vecteur de l'information est non plus le courant tunnel mais une force, l'AFM est capable de faire des images de surfaces isolantes, ce qui constitue un très gros avantage. Le grand intérêt de ce microscope est également lié au fait que c'est une sonde d'analyse locale qui permet d'obtenir des images tridimensionnelles de la topographie des surfaces avec une très haute résolution spatiale et verticale, pouvant atteindre le nm. L'AFM permet de mesurer ou d'imager des forces électromagnétiques entre surfaces sur une échelle de longueur de  $10^{-10}$  à  $10^{-7}$  m. Quelques unes des forces les plus communément mesurées incluent les forces de van der Waals, les forces répulsives, les forces électrostatiques et magnétiques, les forces adhésives et les forces de friction. Par le caractère local de l'analyse effectuée et la richesse des informations fournies, la microscopie à force atomique est complémentaire des méthodes classiques d'analyse des surfaces comme la microscopie électronique à balayage.

Une expérience de gravage de joints de grains par AFM a été mise en place. Le but est d'étudier les phénomènes de diffusion de surface qui interviennent dans l'évolution à haute température de la structure poreuse de céramiques (utilisées en tant que barrière thermique dans les aubes de turbine

ou les chambres de combustion). En suivant l'évolution, en fonction du temps et de la température de vieillissement, des profils des joints de grains par AFM, on peut obtenir des informations sur la diffusion de surface des matériaux. Dans cette étude, nous allons nous intéresser à deux oxydes : la zircone stabilisée à l'yttrine (système actuel des barrières thermiques) et une perovskite complexe (éventuelle remplaçante de la zircone).

L'intersection d'un joint de grain avec une surface entraîne un gradient de courbure. Ce gradient de courbure donne lieu à une différence de potentiel chimique qui amène un déplacement de matière. Ce déplacement de matière se fait par diffusion. Si on se place dans le cas où les grains ont des tailles de l'ordre de 10 microns, où le temps de traitement thermique n'est pas trop long et où la température de traitement thermique est inférieure à la moitié de la température de fusion du matériau, on s'assure en principe que seule la diffusion de surface opère. Ainsi, en regardant l'évolution d'un joint de grain et en utilisant la théorie de Mullins [1], on peut remonter au coefficient de diffusion de surface. Il va dépendre essentiellement de la largeur du joint de grain  $W$  et de l'énergie de surface du matériau  $\gamma_s$ .

Dans cet esprit, différents suivis en températures ( $1000^\circ\text{C} < T < 1600^\circ\text{C}$  et  $3\text{h} < t < 100\text{h}$ ) ont été réalisés sur la zircone yttrée et la perovskite. Le fait d'opérer à différentes températures et à différents temps de traitements thermiques fait intervenir d'autres types de diffusion, comme la diffusion en volume ou l'évaporation. Le but est ensuite de développer des modèles permettant d'accéder aux différents coefficients de diffusion dans les cas où plusieurs mécanismes de diffusion sont actifs simultanément.

**Catherine Sant (Université d'Evry, Laboratoire d'étude des Milieux Nanométriques)**

*Caractérisation de dépôts nanométriques par réflectivité des rayons X*

Dans de nombreux domaines faisant intervenir les matériaux en couches minces, la tendance est de concevoir des hétéro-structures de plus en plus complexes afin d'obtenir des propriétés spécifiques pour des applications technologiques ciblées. Ces propriétés dépendent en outre fortement de la qualité des surfaces et interfaces, de l'épaisseur, de la cristallinité, ... La réflectivité des rayons X est une méthode non destructive qui permet de déterminer avec une grande précision l'épaisseur, la densité et la rugosité de couches minces (monocouches ou hétérostructures non nécessairement monocristallines) déposées sur un substrat non rugueux. Ainsi, cette méthode est devenue un outil majeur pour l'étude de la structure et l'organisation des matériaux en couches minces dans la gamme des épaisseurs de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres. Les aspects techniques d'obtention d'un diagramme, leur exploitation et les facteurs limitatifs de la méthode seront abordés.

**Serge Carras (Altimet)**

*Le chromatisme axial en lumière blanche, une métrologie optique des surfaces à caractère normatif*

Le chromatisme axial en lumière blanche autorise une métrologie optique des surfaces dont le projet de norme ISO 25 178 constitue le caractère normatif. Cette nouvelle technologie de profilométrie optique possède des caractéristiques de mesure très proches du rugosimètre mécanique qu'elle est destinée à remplacer dans de multiples applications de laboratoire, métrologie bord de ligne, contrôle en ligne. La robustesse du principe, sa précision, sa qualité de signal et son prix représentent des atouts significatifs qui expliquent sa pénétration au sein de nombreuses niches industrielles des industries mécaniques, papier & impression, matériaux & substrats, automobile-aéronautique et enfin plus récemment, des nanotechnologies.

**Anne Colonna (L'Oréal Recherche)**

*La microscopie confocale : un moyen d'investigation volumique et temporel d'échantillons biologiques.*

Depuis le XVI<sup>e</sup> siècle où le premier microscope optique voyait le jour, la microscopie photonique a fait l'objet d'un grand nombre de travaux pour devenir un outil très performant, alliant les dernières avancées dans le domaine de la photonique, de la micromécanique et du traitement d'image. Un des progrès majeur a été l'apparition de la microscopie confocale, qui permet d'observer des échantillons entiers à l'échelle cellulaire dans les trois dimensions de l'espace, et ainsi de réaliser une véritable imagerie microscopique tridimensionnelle. Dans le cas de matériel vivant, il est en outre possible d'obtenir des informations dynamiques en temps réel, par exemple sur la viabilité des cellules ou sur la diffusion d'une substance fluorescente qui pourra être suivie en fonction des conditions expérimentales.

**Brigitte Gaillard-Martinie (INRA Clermont-Ferrand-Theix)**

*L'organisation d'un centre commun de Microscopie. Mise en place de la démarche qualité*

Comme M. Jourdain qui faisait de la prose sans le savoir, nous travaillons déjà avec des éléments de la qualité sans le savoir. C'est à partir de ce constat que nous avons été sensibilisés à la démarche qualité et qu'au sein du Réseau des centres Communs de Microscopie un groupe de travail s'est constitué dans ce domaine. La réflexion de ce groupe a permis de créer une dynamique de travail puisque nous parlions tous le même langage et que nous étions confrontés au même type d'analyse : traiter un échantillon biologique pour son observation en microscopie électronique. Nous avons tous des utilisateurs ou clients internes ou externes à notre structure et les étapes pour parvenir à un résultat étaient identiques. Dans cette optique, ce groupe a élaboré un certain nombre de documents facilement utilisables et s'est doté récemment d'un sous-groupe « prévention », de manière à intégrer parallèlement les consignes d'hygiène et de sécurité.